



# Gefügeoptimierung einer Fanschaufel aus der Titanlegierung Ti 6Al 4V

J. Hansen, S. Vodde, J. Veer, T. Stein

Wintersemester 17/18

# **Eidesstattliche Erklärung**

Wir erklären hiermit an Eides statt, dass wir die vorliegende Projektarbeit "Gefügeoptimierung einer Fanschaufel aus der Titanlegierung Ti 6Al 4V" selbstständig verfasst sowie alle benutzten Quellen und Hilfsmittel vollständig angegeben haben und dass die Arbeit nicht bereits als Prüfungsarbeit vorgelegen hat.

Braunschweig, den 26.01.2017

(Unterschriften mit Vor- und Zuname)

# Inhaltsverzeichnis

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Einleitung</b>  | <b>4</b>  |
| <b>1 Titanwerkstoffe</b>                                 | <b>6</b>  |
| 1.1 Gefügemerkmale . . . . .                             | 6         |
| 1.1.1 Alpha-Phase . . . . .                              | 6         |
| 1.1.2 Beta-Phase . . . . .                               | 7         |
| 1.1.3 Lamellar . . . . .                                 | 7         |
| 1.1.4 Martensit . . . . .                                | 8         |
| 1.1.5 Globular . . . . .                                 | 9         |
| 1.1.6 Bi-Modal . . . . .                                 | 9         |
| 1.2 Legierungselemente . . . . .                         | 9         |
| 1.2.1 Neutrale Legierungselemente . . . . .              | 9         |
| 1.2.2 Alpha stabilisierende Legierungselemente . . . . . | 10        |
| 1.2.3 Beta stabilisierende Legierungselemente . . . . .  | 10        |
| 1.2.4 Diffusion von Legierungselementen . . . . .        | 12        |
| 1.3 Intermetallische Verbindungen . . . . .              | 12        |
| 1.3.1 Imtermetallische Alpha-Phase . . . . .             | 12        |
| 1.3.2 Intermetallische Beta-Phasen . . . . .             | 13        |
| 1.4 Ti-6Al-4V . . . . .                                  | 13        |
| 1.4.1 Legierungselemente und Verwendung . . . . .        | 13        |
| 1.4.2 Mechanische Eigenschaften . . . . .                | 14        |
| <b>2 Angewandte Methodik und Analyseverfahren</b>        | <b>16</b> |
| 2.1 Wärmebehandlung . . . . .                            | 16        |
| 2.1.1 Temperaturkontrolle . . . . .                      | 16        |
| 2.1.2 Abkühlmedien . . . . .                             | 16        |
| 2.2 Anpassung der Gefüge durch Wärmebehandlung . . . . . | 16        |
| 2.2.1 Lamellar . . . . .                                 | 17        |
| 2.2.2 Martensit . . . . .                                | 17        |
| 2.2.3 Bi-Modal . . . . .                                 | 17        |
| 2.2.4 Globular . . . . .                                 | 18        |
| 2.3 Auswertung der Proben . . . . .                      | 18        |
| 2.3.1 Probenpräparation . . . . .                        | 18        |
| 2.3.2 Lichtoptische Analyse . . . . .                    | 20        |
| 2.3.3 Auszählverfahren . . . . .                         | 20        |
| 2.3.4 Rasterelektronenmikroskopie . . . . .              | 21        |
| 2.3.5 Energiedisperive Röntgenspektroskopie . . . . .    | 22        |

|  |           |
|--|-----------|
| 2.3.6 Härteprüfverfahren nach Vickers . . . . .  | 23        |
| 2.3.7 Zugversuch . . . . .   | 24        |
| <b>3 Wärmebehandlungsstrategien</b>  | <b>25</b> |
| 3.1 Festigkeitssteigerung durch Martensitbildung . . . . .                                   | 25        |
| 3.1.1 Abhängigkeit des Primär Alpha Anteils von der Glühtemperatur . . . . .                 | 25        |
| 3.1.2 Abhängigkeit der Härte vom Primär-Alpha-Anteil . . . . .                               | 26        |
| 3.1.3 Elementverteilung in den Phasen . . . . .  | 27        |
| 3.1.4 Bewertung der Ergebnisse . . . . .   | 28        |
| 3.2 Festigkeitssteigerung durch Bildung und Zerfall des Vollmatensits . . . . .              | 28        |
| 3.3 Festigkeitssteigerung durch Auslagern von Primäralpha und Martensit . . . . .            | 30        |
| 3.3.1 1. Wärmebehandlung . . . . .   | 31        |
| 3.3.2 Ergebnisse 1. Wärmebehandlung . . . . .  | 32        |
| 3.3.3 2. Wärmebehandlung . . . . .   | 35        |
| 3.3.4 Ergebnisse 2. Wärmebehandlung . . . . .  | 37        |
| 3.4 Ergebnisse des Zugversuches . . . . .  | 37        |
| 3.4.1 Ausgewählte Wärmebehandlungen . . . . .  | 37        |
| 3.4.2 Erwartungen . . . . .  | 39        |
| 3.4.3 Ergebnisse . . . . .   | 39        |
| <b>4 Diskussion der erzielten Ergebnisse in Hinblick auf eine Gefügeoptimierung</b>          | <b>41</b> |
| 4.1 Einfluss des Primäralpha-Anteils . . . . .   | 41        |
| 4.1.1 Abnahme der Zugfestigkeit des Vollmartensites gegenüber dem $\alpha - \alpha'$ -Gefüge | 42        |
| 4.2 Alterung des Martensits . . . . .  | 44        |

# Einleitung

Titanwerkstoffe gewinnen in der heutigen Zeit zunehmend an Bedeutung. In der Luft- und Raumfahrttechnik sowie der Medizintechnik kann auf die Verwendung von Titanlegierungen nur noch schwer verzichtet werden. Eine geringe Dichte, gute Festigkeitswerte und der Einsatz unter hohen Temperaturen ermöglicht den vielfältigen Gebrauch dieses Werkstoffes. Insbesondere die Luft- und Raumfahrt profitiert von der Forschung an unterschiedlichen Titanlegierungen. Die Gewichtsersparnis spielt in dieser Thematik eine entscheidende Rolle. Eine Festigkeitssteigerung der verwendeten Titanlegierungen wird angestrebt. Durch diese Steigerung können belastete Bauteile aus Titan geringer dimensioniert werden. Die auftretenden Spannung werden durch einen verringerten Bauteilquerschnitt ertragen und Gewicht wird eingespart.

Im Folgenden befasst sich auch diese Projektarbeit mit der Festigkeitssteigerung einer Titanlegierung. Die Zugfestigkeit der Legierung Ti 6Al 4V soll durch eine Gefügeoptimierung gesteigert werden. Eingesetzt wird diese Legierung in einer Fanschaufel für Flugzeugtriebwerke. Die notwendigen Grundlagen über die Titanlegierung und deren Wärmebehandlung müssen aus geeigneter Literatur erfasst und angewandt werden. Mehrere Gefügezustände sind einzustellen und zu analysieren. Die mechanischen Eigenschaften der einzelnen Gefüge sollen abgeschätzt und erprobt werden. Die erzielten Ergebnisse sollen umfassend beschrieben und ausgewertet werden. Aufbauend auf diese Ergebnisse gilt es diese Zustände zu optimieren.

Die Ausarbeitung befasst sich zunächst mit dem Werkstoff Titan. Anschließend wird insbesondere die Legierung Ti 6Al 4V betrachtet. Der Fokus liegt dabei auf den Gefügemerkmalen, den mechanischen Eigenschaften, sowie den Legierungselementen. Ausgehend von den, für die Auswertung notwendigen, Methoden und Anwendungen werden die einzelnen Wärmebehandlungen und Strategien dargestellt. Die daraus resultierenden Ergebnisse werden vorgestellt und mit der verwendeten Literatur abgeglichen. Aus den Erklärungen der Festigkeitssteigerung gehen abschließend Schlussfolgerungen hervor.

# 1 Titanwerkstoffe

Dieses Kapitel behandelt die für Titan charakteristischen Eigenschaften. Es wird vorerst auf generelle Eigenschaften eingegangen und dann die der Legierung Ti-6Al-4V. Gefügemerkmale, intermetallische Verbindungen und die Eigenschaften der einzelnen Legierungselemente sind Teil dieses Kapitels.

## 1.1 Gefügemerkmale

Wie andere Metalle liegt Titan in verschiedenen Gittermodifikationen beziehungsweise Phasenzuständen vor. Der Zustand ist von der Temperatur und den vorliegenden Legierungselementen abhängig. Bei reinem Titan liegt zwischen 1668°C und 882°C ein kubisch raumzentriertes Kristallgitter vor. Diese Phase wird als Beta-Phase ( $\beta$ -Phase) bezeichnet. Bei 882°C erfährt Titan eine Phasenumwandlung zu einem hexagonalen Gitter. Diese Phasenumwandlungstemperatur wird als Betatransus-Temperatur bezeichnet und ist für jede Legierung unterschiedlich, denn die Legierungselemente haben Einfluss auf diese Temperatur. [8].

Das hexagonale Gitter wird als Alpha-Phase ( $\alpha$ -Phase) bezeichnet. Wenn das Material langsam abgekühlt ist, liegt reines Titan bei Raumtemperatur nahezu vollständig als Alpha-Phase vor.

Dieses Gitter ist annähernd am dichtesten gepackt. Das Verhältnis in der Zelle ist etwas kleiner, als das in der ideal am dichtesten gepackten Zelle, c:a von Alpha-Titan liegt bei 1.586, wobei c und a die Längen innerhalb einer Zelle sind. Die perfekte hexagonale Zelle hat ein Verhältnis von 1.624 [8]. Je nach Aufbau der Zelle sind diese Längen unterschiedlich groß.

Die Phasenumwandlung zwischen Beta- und Alpha-Phase kann auch martensitisch erfolgen. Dabei muss das Material aus einer ausreichend hohen Temperatur abgeschreckt werden. Diese Temperatur wird als Martensitstart-Temperatur bezeichnet. Sie ist wie die Betatransus-Temperatur von den Legierungselementen abhängig.

### 1.1.1 Alpha-Phase

Die Alpha-Titan Phase ist durch eine hexagonale Gitterstruktur gekennzeichnet. Dadurch entsteht ein anisotropes Werkstoffverhalten in einem Korn beziehungsweise Einkristall. Ein Einkristall ist über ein homogenes, einheitliches Kristallgitter definiert. In einem Belastungsfall dieses Einkristalls ist das Werkstoffverhalten abhängig von der Belastungsrichtung im Verhältnis zur Gitterrichtung. Eine Kenngröße, die das elastische Verhalten eines Werkstoffes definiert, ist das Elastizitätsmodul:

$$E = \sigma * \epsilon \quad (1.1)$$

Das Elastizitätsmodul ist das Verhältnis zwischen der anliegenden Spannung  $\sigma$  und die dadurch resultierende Dehnung  $\epsilon$ . Es wird in Pascal angegeben. Das Elastizitätsmodul  $E$  reicht je nach Verhältnis von minimal 100 GPa bis maximal 145 GPa.

Allerdings wird Titan sehr selten als Einkristall hergestellt, sodass die unterschiedliche Kornorientierung dafür sorgt, dass die Anisotropie der einzelnen Körner sich gegenseitig aufhebt. Somit

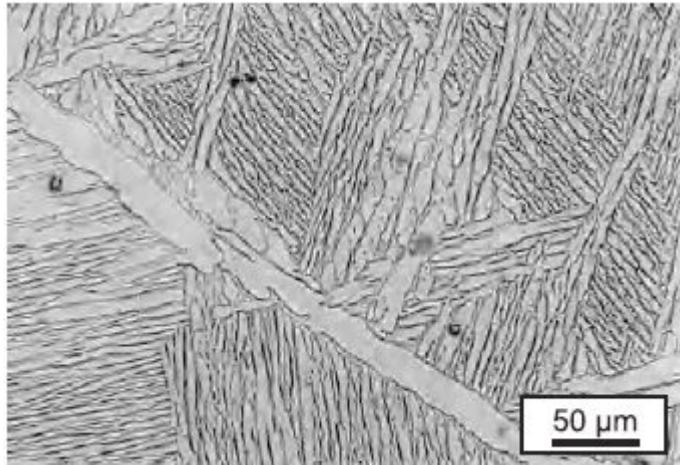


Abbildung 1.1: Volllamellares Gefüge [11]

kann man von einem isotropen Werkstoffverhalten ausgehen.

### 1.1.2 Beta-Phase

Eine Beta-Phase ist ein Gefüge mit einer kubisch raumzentrierten Gitteranordnung. Daraus resultiert ein homogenes Werkstoffverhalten.

Eine große Menge an Beta-Phase existiert in der Regel bei Raumtemperatur nur unter bestimmten Bedingungen. Sie kann als metastabile Phase auftreten, was bedeutet, dass das Material nicht vollständig den Phasenübergang abschließen konnte und so in dem Zustand aus höheren Temperaturen verblieben ist.

Durch Zusatz bestimmter Legierungselemente kann die  $\beta$ -Phase auch in größeren Mengen vorliegen. Dies wird im Kapitel "betastabilisierende Legierungselemente" näher erläutert.

Ausgehend von grundlegend verschiedenen Gefügen können diese durch Wärmebehandlung hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften optimiert werden. Eine Kombination aus mehreren Gefügeausprägungen können die Vorteile der einzelnen kombinieren. Dazu werden mehrstufige Wärmebehandlungen eingesetzt. Die Proben, die in dieser Arbeit verwendet werden, können nicht mehr rekristallisiert werden, sodass die verbleibenden Wärmebehandlungen auf Parameter wie Korngröße kaum Einfluss nehmen können. Das Gefüge ist somit von dem Ausgangsgefüge abhängig.

### 1.1.3 Lamellar

Lamellare Gefüge sind unabhängig von dem Ausgangsgefüge einstellbar. Sie entstehen aus einer Abkühlung aus dem  $\beta$ -Gebiet. Während des Abkühlens bilden sich in den Korngrenzen der  $\beta$ -Phase  $\alpha$ -Bereiche, die in das  $\beta$ -Korn hinein wachsen. Die Alphabereiche wachsen erst in eine Richtung bevor sie ihre Dicke erhöhen. Je nach Abkühlgeschwindigkeit entstehen so dünne oder dickere Nadeln. Die Abbildung 1.1 zeigt ein beispielhaftes Gefüge, indem voll lamellare Strukturen zu sehen sind. Lamellare Gefüge werden auch als Widmannstättengefüge bezeichnet [8].

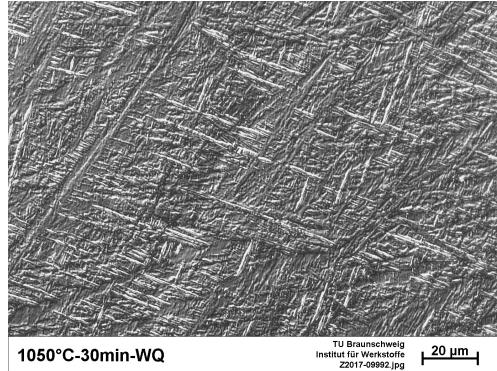


Abbildung 1.2: Vollmartensitisches Gefüge

### 1.1.4 Martensit

Der Martensit ist eine metastabile Phase, die unter bestimmten Umständen entstehen kann. Aufgrund von Diffusionsvorgängen während eines Glühvorganges verändert sich der Anteil an Legierungselementen innerhalb einer Phase. Dem entsprechend reichert sich die Betaphase mit Beta stabilisierenden Legierungselementen an. Ist diese Anreicherung zu groß, kann eine martensitische Umwandlung der Betaphase nicht stattfinden. Um diese Anreicherung zu regulieren, kann die Temperatur verwendet werden. Für eine Martensitbildung muss die Temperatur oberhalb der so genannten Martensitstart Temperatur liegen. Bei dieser wird eine zu große Anreicherung vermieden, da die Betaphase bei steigendem Volumenanteil eine geringere Konzentration an Beta stabilisierenden Legierungselementen besitzt. Die Martensitstart Temperatur sinkt, je höher die Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen in der Phase ist, sodass sie unterhalb der Raumtemperatur liegen kann. Dann ist ein Erzeugen des martensitischen Gefüges nicht mehr möglich.

Neben der Glühtemperatur ist auch die Abkühlgeschwindigkeit entscheidend. Diffusionsvorgänge, die bei einer langsamen Abkühlung stattfinden, finden bei einer martensitischen Umwandlung nicht statt, da Abkühlgeschwindigkeiten von über 500 K/s durch eine Wasserabschreckung vorherrschen. Aufgrund der unterschiedlichen Gitterstrukturen der Alpha- und Betaphase kommt es so zu einem scherartigen, diffusionslosen Umklappvorgang von einem kubisch raumzentrierten Gitter zu einem hexagonalen Gitter. Anders als bei Stahl kommt es nur zu einer minimalen Gitterverzerrung, da es keine zwangsgelösten Elemente in der Martensit-Phase gibt, die eine Gitterverzerrung verursachen würden. Die entstehende Verzerrung resultiert ausschließlich aus der Umwandlung des Gitters. Das hexagonale Gitter besitzt eine andere Raumausdehnung als das kubisch raumzentrierte Gitter. Durch den Umklappvorgang wandelt sich das Gitter bei konstantem Volumen. Daraus resultiert eine geringe Verzerrung des Gitters [8]. Das charakteristische Martensitgefüge wie in Abbildung 1.2 resultiert aus dem Umwandlungsvorgang. Wie bei lamellaren Strukturen entstehen ausgehend von den ehemaligen Korngrenzen des Betakorns Nadeln, die in das Korn hineinwachsen. Im Gegensatz zu lamellaren Gefügen sind die Nadeln im Martensit wesentlich feiner [8].

Liegt eine bestimmte Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen vor, verzerrt diese metastabil geslösten Elemente das Kristallgitter und es kommt zu einem eher orthorhombischen Gitter. Die ehemalige hexagonale Struktur des Martensits wird auch als  $\alpha'$  bezeichnet, das orthorhombische Gitter als  $\alpha''$  [8].

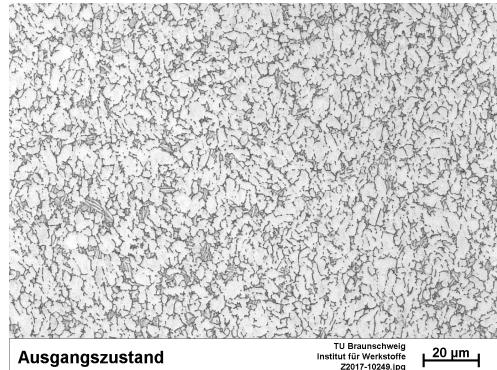


Abbildung 1.3: Globulares Gefüge

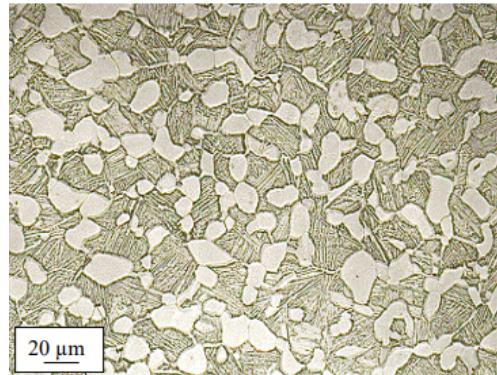


Abbildung 1.4: Bi-Modal-Gefüge [3]

### 1.1.5 Globular

Globulare Phase besteht aus runden Alpha-Bereichen. Dieses Gefüge resultiert aus einer Rekristallisation. Die Größe der einzelnen Körner ist von der Versetzungsichte innerhalb des Gefüges vor der Rekristallisation abhängig. Nach einer Rekristallisation ist nur noch eine Zunahme der Korngröße realisierbar. Ausgehend aus diesem Gefüge lassen sich alle anderen Gefüge einstellen. In Abbildung 1.3 erkennt man ein solches Gefüge.

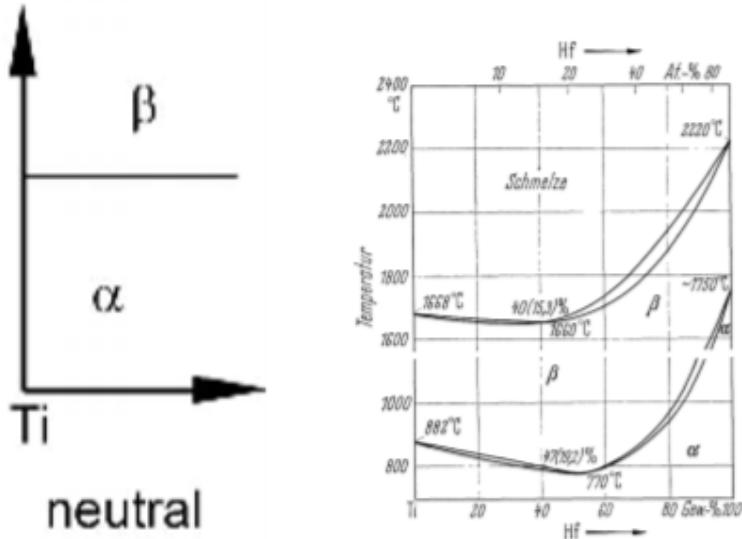
### 1.1.6 Bi-Modal

Bi-Modal-Gefüge (Duplex-Gefüge) sind durch globularer  $\alpha$ -Phase und Lamellen aus  $\alpha$ - und  $\beta$ -Phase gekennzeichnet. Es resultiert meist aus einer geglühten Probe. In Abbildung 1.4 ist ein solches Gefüge zu erkennen.

## 1.2 Legierungselemente

### 1.2.1 Neutrale Legierungselemente

Zu den neutrale Legierungselementen gehören Zirkonium, Hafnium und Zinn. Sie haben bei niedrigen Konzentrationen keine große Auswirkung auf die Alpha-Beta-Umwandlungstemperatur. Erst bei größeren Konzentrationen zeigt sich ein Einfluss auf die Transformationstemperatur, wie bei Hafnium bei dem die Betatransus-Temperatur zunächst ein Minimum durchläuft um bei sehr



(a) Einfluss auf die Betatransus Temperatur  
 (b) Titan-Hafnium Phasendiagramm

Abbildung 1.5: Neutrale Legierungselemente

großen Konzentrationen wieder zu steigen (siehe Abbildungen 1.5).

### 1.2.2 Alpha stabilisierende Legierungselemente

Alpha stabilisierende Legierungselemente zeichnen sich dadurch aus, dass sie die Betatransus Temperatur erhöhen und so die Alpha-Phase bei höheren Temperaturen stabilisieren. Mit steigender Konzentration der Alpha stabilisierenden Elementen steigt die stabilisierende Wirkung und die Betatransus Temperatur erhöht sich weiter (siehe Abbildung 1.6).

Wichtige Vertreter sind hierbei das Substitutionselement Aluminium und die Einlagerungselemente Sauerstoff, Stickstoff und Kohlenstoff. Um die Alpha stabilisierende Wirkung der Legierungselemente auf die Titanlegierung allgemein auszudrücken wurde das Aluminium-Äquivalent entwickelt (Gleichung 1.2).

$$[AL]_{eq} = [AL] + 0,17[Zr] + 0,33[Zn] + 10[O] \quad (1.2)$$

Es enthält neben Aluminium und Sauerstoff auch die neutralen Elemente Zirkonium und Zinn. Sie haben alleine keinen Einfluss auf die Umwandlungstemperatur, jedoch hat Zirkonium ähnliche chemische Eigenschaften wie Titan und Zinn kann in der intermetallischen Phase  $Ti_3Al$  Aluminium ersetzen.

### 1.2.3 Beta stabilisierende Legierungselemente

Durch die Zugabe von Beta stabilisierenden Legierungselementen wird der Beta-Transus von den bei reinem Titan üblichen  $882^{\circ}\text{C}$  gesenkt und erlaubt es bei größerer Konzentration auch bei niedrigen Temperaturen die Beta-Phase zu stabilisieren. Dabei unterteilen sich die Beta-Stabilisatoren in die Gruppen der isomorphen und der eutektoiden Beta-Stabilisatoren. Wichtige Vertreter der isomorphen Beta-Stabilisatoren sind Vanadium, Molybdän, Niob und Tantal. Durch die Zugabe dieser

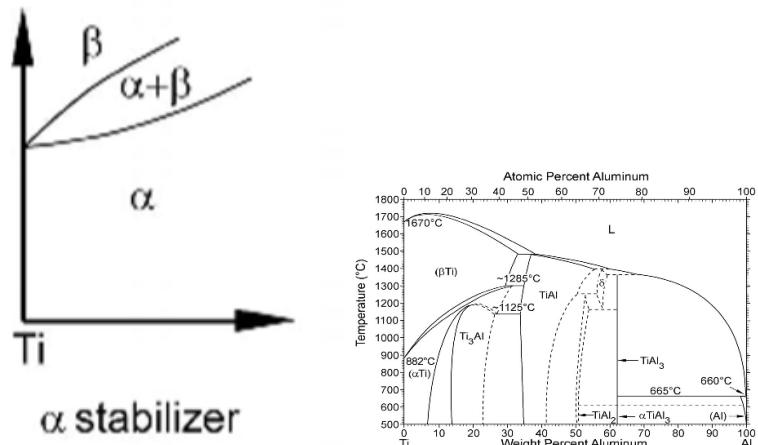


Abbildung 1.6: Alpha stabilisierende Legierungselemente

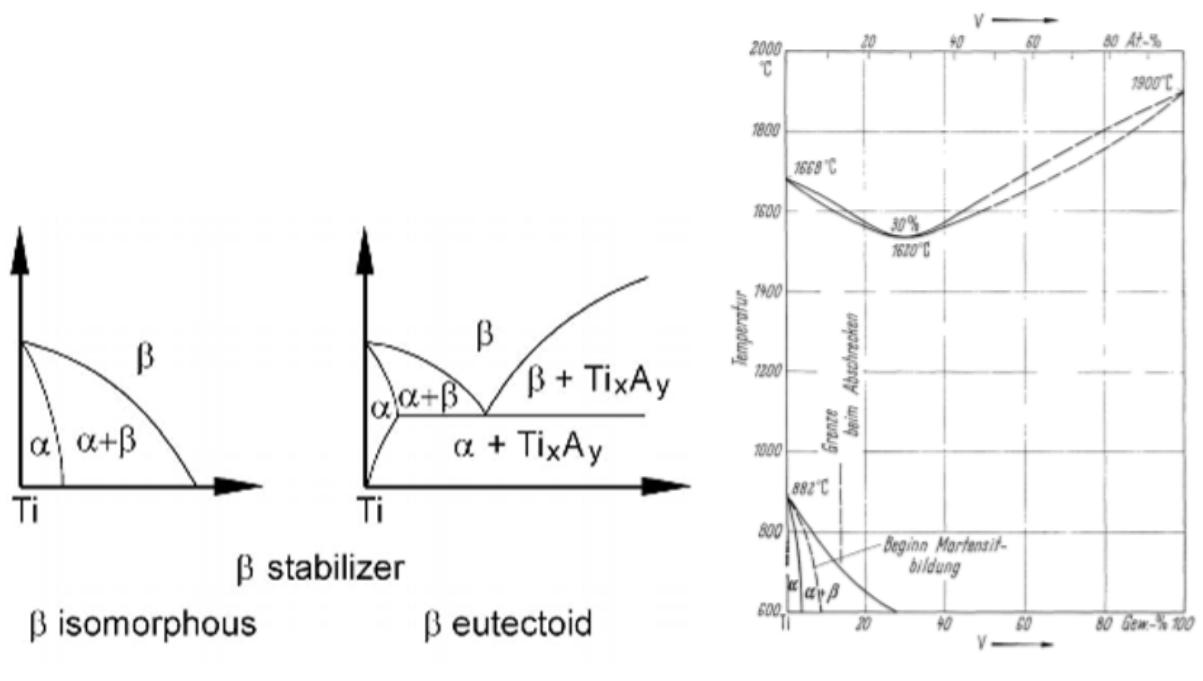


Abbildung 1.7: Beta eutektoide und isomorphe Legierungselemente

Elemente ist es möglich die Beta-Phase auf Raumtemperatur zu stabilisieren (siehe Abbildung 1.7). Die Beta-eutektoiden Elemente mit technischer Relevanz sind Eisen, Chrom, und Silizium. Bei Raumtemperatur bilden sie eine Gleichgewichtsphase aus Alpha-Phase und intermetallischen Verbindungen zwischen Titan und dem Legierungselement aus.

### 1.2.4 Diffusion von Legierungselementen

Durch die unterschiedliche Löslichkeit der Legierungselemente in den verschiedenen Kristallgittern der Alpha- beziehungsweise Beta-Phase kommt es im Titan durch Diffusion zum sogenannten "element partitioning". Aluminium besitzt eine gute Löslichkeit in der Alpha- wie auch in der Beta-Phase und ist somit eher wenig vom element partitioning betroffen. Da Beta stabilisierende Elemente eine geringe Löslichkeit in der Alpha-Phase besitzen, haben sie die Eigenschaft bei hohen Temperaturen durch Diffusion in die Beta-Phase der Alpha+Beta-Legierung zu fließen. Dies erlaubt weitreichende Wärmebehandlungen, da die Bildung der  $\alpha_2$ -Phase im Primär-Alpha von der Konzentration von Alpha stabilisierenden Elementen wie auch die Möglichkeit der Martensitbildung von der Konzentration Beta-Stabilisatoren in der metastabilen Beta-Phase abhängt.

## 1.3 Intermetallische Verbindungen

Titanlegierungen können, wie alle anderen Metalllegierungen, intermetallische Verbindungen bzw. Phasen bilden. Der Gittertyp der Phase passt meist nicht zu den Gittertypen der einzelnen Komponenten [4, vgl.]. Abhängig von den Gittertypen und der Größe der intermetallischen Verbindung können kohärente, teilkohärente oder inkohärente Ausscheidungen entstehen. Die Grenzflächenenergie der kohärenten Teilchen ist gering. Sie verzerren das Kristallgitter nur etwas. Wachsen diese zu inkohärenten Teilchen heran, steigt die Grenzflächenenergie und das Kristallgitter wird stärker verzerrt. Bestimmte Titanlegierungen nutzen diese intermetallischen Phasen, um die mechanischen Eigenschaften der Legierung zu verbessern. Durch eine Ausscheidungshärtung kann die Festigkeit gesteigert werden [vgl. [8]]. Reines Titan kann keine intermetallischen Phasen bilden. Ausschlaggebend hierfür sind die Legierungselemente. Diese Phasen lassen sich in Alpha- und Beta-Phasen aufteilen.

### 1.3.1 Intermetallische Alpha-Phase

Mit steigendem Aluminium-Äquivalent können sich intermetallische Titan-Aluminium-Phasen bilden, die bei Raumtemperatur beständig sind. Wie das Diagramm 1.8 zeigt, beginnt dieser Vorgang bereits bei einem Anteil von ca. 5% Aluminium. Das Zwei-Phasen-Gebiet  $\alpha$ Ti und  $Ti_3Al$  bildet sich. Ab einer Temperatur von ca. 500°C können sich  $Ti_3Al$  Teilchen unkontrolliert im  $\alpha$ Ti ausscheiden. Für die meisten Titanlegierungen gilt jedoch der Richtwert von 6% Aluminium. Die  $Ti_3Al$  Teilchen besitzen eine hexagonale Gitterstruktur wie das  $\alpha$ Ti. Die Teilchen können die gleichen Gitterplätze besetzen und verzerren das Kristallgitter nur wenig. Sie sind kohärent. Die  $Ti_3Al$  Teilchen werden vorwiegend für das Ausscheidungshärteten genutzt.

Werden noch größere Anteile Aluminium zum Titan legiert, kann sich TiAl ( $\gamma$ -TiAl) bilden. Diese Teilchen besitzen ein Tetragonales Kristallgitter. Sie werden in sogenannten Titan-Aluminiden erzeugt. Die Hauptbestandteile dieser Legierungen sind die Phasen  $Ti_3Al$  und TiAl [8].

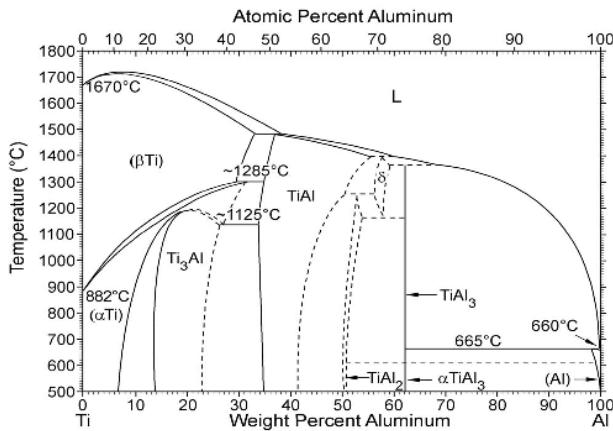


Abbildung 1.8: Titan Aluminium Phasendiagramm [8]

| Legierungszusatz                  | Fe  | C    | N    | O    | H    |
|-----------------------------------|-----|------|------|------|------|
| Gewichtsprozent nach DIN ISO 5832 | 0.3 | 0.08 | 0,05 | 0,02 | 0,15 |

Tabelle 1.1: Zusätzliche Legierungselemente einer Ti-64 Legierung nach DIN EN ISO 5832

### 1.3.2 Intermetallische Beta-Phasen

Intermetallische Beta-Phasen sind in Titanlegierungen unerwünscht, da sie meist die mechanischen Eigenschaften verschlechtern. Die isomorphen Stabilisatoren, wie Molybdän, Vanadium oder Niob, bilden in gewöhnlichen Legierungen keine intermetallischen Phasen. Ihre Legierungsanteile sind zu gering. Die eutektoiden Stabilisatoren, wie Chrom oder Eisen hingegen, können schon bei geringen Gehalten intermetallische Phasen bilden. TiFe und Ti<sub>2</sub>Cr Phasen sollen in Titanlegierungen nicht entstehen [8, vgl.].

## 1.4 Ti-6Al-4V

Im Mittelpunkt der Aufgabenstellung dieser Arbeit steht der Werkstoff Titan mit den Legierungszusätzen von 6 Gewichtsprozent Aluminium und 4 Gewichtsprozent Vanadium. Anders ausgedrückt: Titan-6Al-4V. Im Folgenden soll demnach ein wenig näher auf die Eigenschaften dieser Legierung eingegangen werden.

### 1.4.1 Legierungselemente und Verwendung

Titan 6Al-4V oder kurz Ti-64 ist die am häufigsten verwendete Titanlegierung weltweit. Sie wurde bereits in den 1950er Jahren entwickelt und zählt zu den am besten erforschten Titanlegierungen [11]. Ti-64 macht etwa 60% des in Europa und den USA produzierten Titans aus [14]. Durch seine Legierungselemente Aluminium als Stabilisator der Alpha-Phase und Vanadium als Beta stabilisierendes Element, lässt sich Ti-64 zu den Alpha + Beta Legierungen zählen. Die genaue Zusammensetzung von Ti-64 hängt vom Anwendungsbereich und der damit verbundenen Norm ab. Allen gemeinsam liegt aber der Namensgebende Anteil von 6% Aluminium und 4% Vanadium zugrunde. Nach DIN EN ISO 5832 sind zum Beispiel die in Tabelle 1.1 aufgeführten Legierungselemente bis zum angegebenen Anteil zulässig.

Die Hauptverwendung der Legierung liegt wie oben bereits erwähnt in der Luftfahrt. Hier kommt

| Gefüge            | Dehngrenze [MPa] | Zugfestigkeit [MPa] | Bruchdehnung [%] |
|-------------------|------------------|---------------------|------------------|
| bi-modal          | 970-170          | 1050-1130           | 10-12            |
| $\alpha, \alpha'$ | 800-1100         | 900-1200            | 3-8              |
| Lamellar          | 800-1100         | 900-1200            | 13-16            |
| Allgemein         | 800-1100         | 900-1200            | 13-16            |

Tabelle 1.2: Werkstoffkennwerte für verscheide Gefüge

sie zum Beispiel als Material für Schaufeln im Fan oder Niederdruckverdichter vor [8, vgl. S. 250ff]. Weiter findet man Anwendungen in der Medizintechnik. Hier werden gerade Implantate, von denen eine etwas höhere Festigkeit verlangt wird, nicht mehr aus "commercially pure (CP)" Titan sondern aus Ti-64 hergestellt. Das ist insbesondere bei Hüftimplantaten oder Schrauben der Fall [8, S. 400 f.].

### 1.4.2 Mechanische Eigenschaften

Die mechanischen Eigenschaften von Ti-64 hängen wie bei anderen Legierungen des Basiswerkstoffes Titans auch von der abschließenden Wärmebehandlung ab. In Abhängigkeit der durchgeföhrten Wärmebehandlung schwanken die Angaben in der Literatur. Die für Titan typischen positiven Materialeigenschaften wie die Beständigkeit gegenüber korrosiven Medien, hohe Festigkeiten bei geringem Gewicht und eine exzellente Dauerschwingfestigkeit behält die Legierung jedoch bei. Die Betatransus-Temperatur steigt gegenüber der von CP-Titan von ungefähr 882°C [8, s. 23] und liegt für Ti-64 zwischen 985°C und 1000°C. Sie wird meist mit 995°C und einer Genauigkeit von 10°C angegeben [13] [17]. Die Betatransus-Temperatur bildet einen zentralen Bezugspunkt für die Einstellung eines Gefüges. Durch seine Legierungselemente ist Ti-64 in der Lage bei Raumtemperatur sowohl in Alpha- als auch Beta-Phase aufzutreten. Ein mögliches Gefüge stellt hierbei das Bi-modal- oder Duplexgefüge dar. In Kombination mit einem bis über 200 Stunden andauerndem Auslagern lässt sich hier zusätzlich eine Ausscheidung von Titanaluminiden herbeiführen. Das Bi-modal-Gefüge in Kombination mit feinsten Ti<sub>3</sub>Al Ausscheidungen verbessert gerade, die schlechten Impact-Eigenschaften von Ti-64 [7]. Die schlechten Impact-Eigenschaften sind auf die Bildung adiabater Scherbänder zurück zu führen. Unter hohen Verformungsgeschwindigkeiten kommt es dann in Kombination mit der schlechten Wärmeleitfähigkeit von Titan zu einem schlagartigen Versagen des Werkstoffes. Ein weiteres mögliches Gefüge stellt das lamellare Gefüge dar. Als lamellare Gefüge versteht man Gefüge, in denen Alpha- und Beta-Phase in feinen Streifen wie in Abschnitt 1.1.3 beschrieben nebeneinander liegen. Die Festigkeit von lamellaren Gefügen hängt maßgeblich von der Größe paralleler lamellarer Bereiche und der Alpha-Lamellenbreite ab. Eine geringe Alpha-Lamellenbreite verspricht hierbei für Ti-64 eine hohe Festigkeit [Mk5]. Einstellen lassen sich lamellare Gefüge durch ein langsames Abkühlen von oberhalb der Martensit Start-Temperatur. Die Martensit-Start-Temperatur liegt für Ti-64 bei ca. 800°C [2]. Ebenfalls sind auch Gefüge möglich, bei denen nur ein Teil als Martensit vorliegt. Ein Beispiel dafür stellt ein ( $\alpha - \alpha'$ ) Gefüge dar. Bei diesem liegt die Alpha-Phase bei Raumtemperatur vor, die Beta-Phase aber hat durch Abschrecken martensitisch umgewandelt. Auch wenn diese nicht mehr zu den lamellaren Gefügen gezählt wird, lassen sich durch diese Gefüge Form erhebliche Festigkeitssteigerungen erzielen. Die Aufgabenstellung dieser Arbeit sieht vor die Zugfestigkeit von Ti-64 im Hinblick auf eine Verwendung als

Triebwerksmaterial zu optimieren. Möglichst hohe Festigkeiten lassen sich dabei mit allen oben aufgezeigten Gefügen erreichen. Einen Überblick gibt Tabelle 1.4.2.

# 2 Angewandte Methodik und Analyseverfahren

In diesem Kapitel werden die für die Arbeit relevanten Methoden beschrieben und die benötigten Analyseverfahren erläutert.

## 2.1 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung nach der Rekristallisation ist die letzte Methode, um das Gefüge des Titans einzustellen. Hierbei kommt es auf Parameter wie Temperatur, Haltezeit und Abkühlmethode an. Um die bereits erwähnten Gefüge zu realisieren, ist eine spezifische Abfolge von einer beziehungsweise mehreren Stufen einer Wärmebehandlung nötig. Die grundlegenden Behandlungen werden in diesem Kapitel behandelt, die speziellen, mehrstufigen, soweit relevant, im dritten.

### 2.1.1 Temperaturkontrolle

Für die Temperaturkontrolle innerhalb der Wärmebehandlung kommt ein Ofen zum Einsatz. Dieser kann bis zu Temperaturen deutlich oberhalb der Betatransus Temperatur aufheizen und diese mit einer Genauigkeit von drei Kelvin halten. So kann der Temperaturbereich, der für die Wärmebehandlungen wichtig ist, eingestellt werden. Dieser liegt zwischen Raumtemperatur und 50°C - 100°C oberhalb der Betatransus Temperatur. Der Ofen ist außerdem für die insoweit bedeutende Aufheizgeschwindigkeit verantwortlich.

### 2.1.2 Abkühlmedien

Durch Abkühlmedien werden bestimmte Abkühlgeschwindigkeiten realisiert. Für langsamere Abkühlungen als in der Luft wird der Ofen genutzt. Hier kann die Temperatur beliebig langsam reduziert werden. Ein weiterer Vorteil des Ofens ist, dass die Probe auf eine bestimmte Temperatur herunter gekühlt werden kann. Dies ist für mehrstufige Wärmebehandlungen wichtig, bei denen eine Abkühlung auf Raumtemperatur zwischen den Schritten vermieden werden soll.

Da der Ofen nicht überaus schnell abkühlen kann, wird zur schnelleren Abkühlung Luft mit Raumtemperatur verwendet. Durch den höheren Temperaturgradienten im Verhältnis zum Ofen wird so die Abkühlung beschleunigt.

Um noch schnellere Abkühlungen zu realisieren, wird Wasser oder Öl verwendet. So werden zum Beispiel Abkühlgeschwindigkeiten für eine Martensitbildung ermöglicht.

## 2.2 Anpassung der Gefüge durch Wärmebehandlung

Das Anpassen der Gefüge ist das Ziel jeder Wärmebehandlungen. So werden Werkstoffeigenschaften gezielt für den jeweiligen Anwendungsfall optimiert, denn bestimmte Gefüge, mit bestimmten Mechanischen Eigenschaften, folgen aus bestimmten Wärmebehandlungen. Diese Einstellung

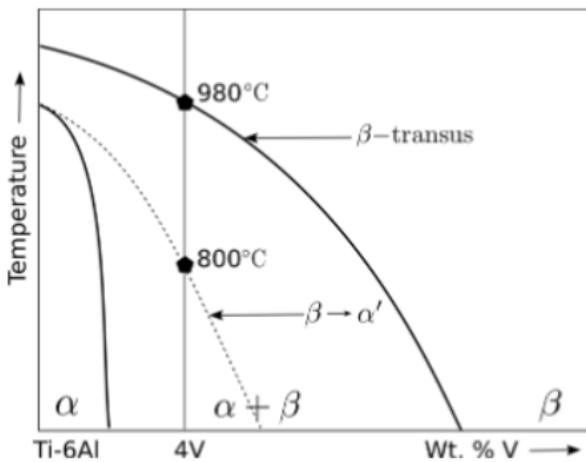


Abbildung 2.1: schematisches Phasendiagramm Ti-6Al-4V [1]

hat bestimmte Grenzen. Korngrößenreduzierung ist nicht möglich, sodass eine Behandlung mit Kornwachstum nicht Rückgängig gemacht werden kann. Eine derartige Behandlung sollte somit mit bedacht gewählt werden, da gewöhnlich die Festigkeit durch Kornwachstum abnimmt.

### 2.2.1 Lamellar

Rein lamellare Strukturen folgen aus einer Abkühlung aus dem Beta-Gebiet. In dem Phasendiagramm aus Abbildung 2.1 ist erkennbar, dass oberhalb der Betatransus Linie das Material in einem Einphasenfeld liegt und somit bei einer moderaten Abkühlung vollständig in lamellare Phase umwandelt. Wird die Glühtemperatur unterhalb der Betatransus Temperatur gewählt, ist das Material in einem Zweiphasengebiet. So können unterschiedliche Alphagehalte eingestellt werden, so dass eine Kombination aus Alpha-Phase und Alpha+Beta-Phase entsteht. Das so eingestellte Alpha-Gefüge wird auch als Primäralpha bezeichnet.

Je nach Feinheit der Platten hat das Gefüge positive oder negative Eigenschaften bezüglich der Festigkeit. Fein lamellare Platten sorgen für eine Zunahme der Festigkeit und grobe Platten für eine Abnahme. Dies ist durch die unterschiedliche Grenzflächendichte zu erklären, denn die hohe Anzahl an Körnern behindert den Versetzungsfortschritt. Bei großen lamellaren Platten ist es für die Versetzung deutlich einfacher, durch das Bauteil zu wandern.

### 2.2.2 Martensit

Martensit entsteht mit Glühtemperaturen höher als die Martensitstart-Temperatur, folgend aus einer Wasserabschreckung. Wie bei lamellaren Gefügen kann auch eine Kombination aus Primärem Alpha und Martensit erfolgen, indem die Glühtemperatur im 2-Phasengebiet gewählt wird. Wie hoch die Temperatur gewählt wird, entscheidet über den Primäralpha-Phasenanteil.

### 2.2.3 Bi-Modal

Diese Strukturen bestehen aus einer Kombination von Primär-Alpha und lamellaren Strukturen aus Alpha und Beta in den ehemaligen Betakörnern. Dies lässt sich durch eine Wärmebehandlung einstellen, in der die Glühungstemperatur unterhalb der Betatransus-Temperatur liegt. Die Temperatur entscheidet über die Ausprägung der primären Alphakörper. Aus dem Phasendiagramm

aus Abbildung 2.1 erklärt sich, dass, je höher die Glühungstemperatur ist, desto geringer ist der primäralpha-Gehalt in dem resultierenden Gefüge. Die Abkühlgeschwindigkeit entscheidet über die Breite der während des Abkühlvorgangs entstehenden Lamellen [8].

## 2.2.4 Globular

Wie in Kapitel eins bereits erwähnt, lässt sich ein globulares Gefüge nur durch eine Rekristallisierung ermöglichen. Es ist hierbei wichtig, dass das Material langsam abgekühlt wird, sodass sich die Alphakörper bilden können, ohne dass sich ein Bi-Modal Gefüge einstellt [8].

# 2.3 Auswertung der Proben

## 2.3.1 Probenpräparation

Im Folgenden soll auf die Probenpräparation im Anschluss an die Wärmebehandlung im Ofen eingegangen werden. Ziel der Präparation ist das Erhalten einer, für die Lichtmikroskopie oder andere Auswertungsverfahren geeignete Oberfläche zu schaffen.

### Trennen

Um sicher zu gehen bei der präparierten Ebene nicht in den Alpha-Case zu blicken, wird jede Probe zuerst in zwei Teile getrennt. Der Alpha-Case entsteht bei der Wärmebehandlung in den Randschichten und stellt eine Veränderung des Gefüge-Aufbaus dar. Diese Veränderung besteht nur in den Randschichten und ist für die weitere Auswertung im Vergleich mit dem restlichen Querschnitt der Probe von geringerer Wichtigkeit (Vgl. Kapitel Alpha-Case). Das Trennen der Probe geschieht auf einer Trennmaschine vom Modell CUTO 20 der Firma JeanWirtz. Die Schnittebene wird dabei so gewählt, dass die zylindrische Probe senkrecht zur Kreisfläche geteilt wird. Geschnitten wird unter anhaltender Kühlung. Die Kühlung soll eine Veränderung des Gefüges im Bereich der Schnittebene durch zu hohe Temperaturen verhindern. Da die Maschine über keinen automatischen Vorschub verfügt, ist ein gleichmäßiger Vorschub durch einheitliches Kurbeln zu erreichen. Sollten durch den Trennprozess Grate an der Probe entstehen sind diese zu entfernen.

### Einbetten

Um die Proben später in einer geeigneten Schleif- und Poliermaschine weiter präparieren zu können müssen die Proben auf ein bestimmtes Maß gebracht werden. Das geschieht über das Einbetten der Probe in einen Polymerkörper, welcher anschließend in den Träger der Poliermaschine passt. Zum Einbetten werden grundsätzlich zwei Verfahren verwendet. Beim Warmeinbetten wird ein unter Druck und Temperatur aushärtender Kunststoff verwendet. Beim Kalteinbetten kommt ein Einbettmittel auf Epoxid- oder Acrylbasis zum Einsatz. Diese Einbettmittel bieten den Vorteil der geringen Temperatur beim Aushärten, schmiegen sich aber schlechter an die eigentliche Probe an und haben teilweise eine hohe Aushärtedauer. Da im Rahmen dieser Arbeit keine temperaturempfindlichen Gefügestrukturen wie zum Beispiel Gamma-Titan eingestellt werden sollen, reicht hier ein Warmeinbettverfahren aus. Dabei wird die Warmeinbettresse "SimpliMet 3000" der Firma Bühler verwendet. Die Probe wird mit der zu betrachtenden Seite nach unten auf den Stempel der Maschine gelegt und mit dem Einbettmedium eingedeckt. Als Einbettmedium wird an der Probe Epomet verwendet, das gut an der Probe haftet. Das Risiko von Lücken zwischen Einbettmedium und Probe wird so minimiert. Ist die Probe bedeckt wird Bakelite verwendet um eine ausreichende

| Körnung            | 240 | 320 | 600 | 800 | 1200 | 2500 |
|--------------------|-----|-----|-----|-----|------|------|
| Schleifdauer [min] | 0.5 | 1   | 2   | 2.5 | 3    | 3.5  |

Tabelle 2.1: Schleifdauer der einzelnen Schleifstufen

Höhe der eingebetteten Probe zu erhalten. Das Einbetten geschieht unter 200 bar Druck und einer Temperatur von 180°C. Die Probe heizt auf, wird 2 Minuten gehalten und wird dann innerhalb von 5 Minuten abgekühlt. Die Abkühlung erfolgt durch das Gerät mittels Abschreckung im Wasser.

### Schleifen

Das Schleifen erfolgt zunächst per Hand auf 240er Schleifpapier um den gesamten Querschnitt der Probe aus dem Einbettmedium freizulegen. Alle Schleifstufen erfolgen nass. Das Wasser dient als Kühl und Schmierstoff und verlängert die Lebensdauer der Schleifkörner gerade auf die Dauer eines Schleifgangs. Das Schleifpapier nach einem Schleifgang ist folglich zerschlissen und muss ausgetauscht werden. Der Grund hierfür liegt in der hohen Härte des Titans. Geschliffen wird im Anschluss auf einem Schleifautomat Modell Bühler Phoenix 4000. Dabei wird mit einem Anpressdruck von 8-10N und 150 Umdrehungen pro Minute im Gegenlauf geschliffen. Es erfolgen 4 Schleifgänge mit feiner werdender Körnung des Schleifpapiere. Die Schleifgänge erfolgen nach der Tabelle 2.1. Nach jedem Schleifgang können sich noch Schleifkörner der vorherigen Körnung auf der Probe befinden. Diese Körner könnten dann im nächsten Schleifgang zu Kratzern auf der Oberfläche führen, welche in der feineren Schleifstufe nicht mehr entfernt werden können. Aus diesem Grund sind die Proben nach jedem Schleifgang für drei Minuten im Ultraschallbad mit Seifenwasser zu reinigen und anschließend abzuspülen.

### Polieren

Im Gegensatz zu einigen anderen Werkstoffen wie zum Beispiel Stahl, kann bei Titan auf Vorpolyerstufen verzichtet und direkt mit der Endpolierstufe begonnen werden. Die Endpolierstufe erfolgt in 5min Gegen- und anschließender 2 min Gleichlaufpolitur. Poliert wird mit einer OPS Politur für die Endpolierstufe und destilliertem Wasser. Die Polierkörner dieser Lösung haben eine mittlere Korngröße von ca. 50 nm. Um den Verbleib dieser Körner in ausreichender Zahl auf der Polierscheibe zu sichern, sind jede Minute einige Tropfen der OPS Politur nachzugeben. Nach einem Poliergang sind die Proben 3 Minuten in Ethanol im Ultraschallbad zu reinigen. Um Ablagerungen auf der Probe zu minimieren werden die Proben anschließend mit Ethanol gereinigt und mit einem Heißluftföhn die restliche Flüssigkeit von der Probe geföhnt.

### Ätzen

Das Ätzen erfolgt mithilfe eines Ätzmediums nach Kroll [3 ml HF, 6 ml HNO<sub>3</sub>, 100 ml H<sub>2</sub>O]. Da die Lösung Flusssäure enthält ist dieser Schritt von geeignetem Personal durchzuführen. Die Probe verbleibt im Falle von Gefügen mit Alpha- und Beta-Phasenanteilen für sechs Sekunden im Ätzmedium und wird anschließend unter Wasser abgewaschen. Bei Proben mit rein martensitischen Gefügen wurde der Verbleib im Ätzmedium auf zehn Sekunden ausgedehnt um bei der späteren Mikroskopie bessere Kontraste zwischen den einzelnen Martensitplatten zu erhalten. Wären im Verlaufe dieser Arbeit Gefüge mit Ti<sub>3</sub>Al Anteilen eingestellt wurden, hätte ein anderes Ätzmedium verwendet werden müssen.

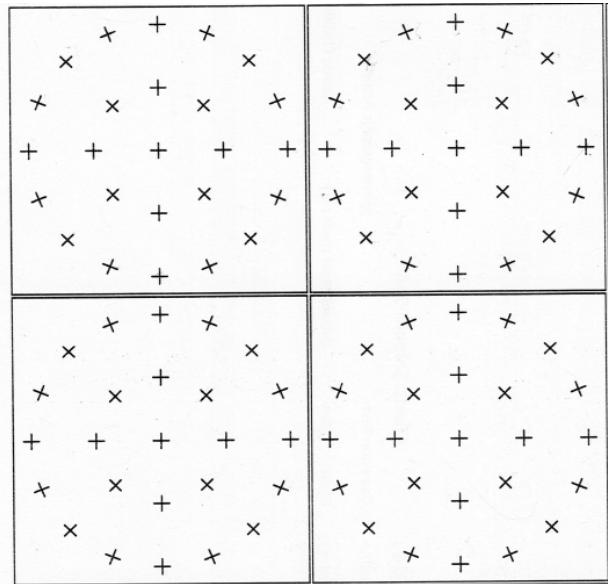


Abbildung 2.2: Raster für das Auszählverfahren

### 2.3.2 Lichtoptische Analyse

Um herauszufinden, ob die Wärmebehandlung ein Erfolg war, ist der erste Schritt die lichtoptische Analyse der Probenoberfläche am Auflichtmikroskop. Im Labor des IfW steht ein Zeiss Axio Imager 2 zur Verfügung. Das Licht wird aus dem Lichthaus heraus auf einen halbdurchlässigen Spiegel, welcher in einen  $45^\circ$  Winkel befestigt ist, geleuchtet. Von hier aus wird es durch einen Bereich, indem verschiedene Filter eingesetzt werden können, nach unten aus dem auf den Objekttisch reflektiert. Von der Probe wird es zurück in das Objektiv zurückgestrahlt. Hier durchläuft es den halbdurchlässigen Spiegel und wird in das Auge des Betrachters projiziert. Zusätzlich verfügt das Mikroskop die Möglichkeit das gesehene Bild mit einer Kamera aufzunehmen und so weitere Bildanalysen durchzuführen. Um Martensit in der lichtoptischen Analyse sichtbar zu machen wird ein Polarisationsfilter in das Mikroskop eingesetzt. Dieser Filter polarisiert das Licht linear. Das polarisierte Licht wird auf die Probenoberfläche geführt an welcher es dann reflektiert wird. Hierbei erfährt es einen strukturabhängigen Gangunterschied, welcher sich auf dem Bild als unterschiedliche Graustufen bemerkbar macht.

### 2.3.3 Auszählverfahren

Das Auszählverfahren ist ein manuelles Hilfsmittel um die Phasenanteile von Gefügen zu ermitteln. Metalllegierungen, wie auch Titan, können unterschiedliche Gefüge mit mehreren Phasen ausbilden. Deren Anteile können mit diesem Verfahren bestimmt werden.

Das zu analysierende Gefüge wird mit einem Mikroskop abgebildet. Fünf zufällig ausgewählte Bildbereiche werden ausgedruckt und mit einem gleichmäßigen Raster versehen. Die Abbildung 2.2 zeigt ein Beispielhaftes Raster.

Für eine gleichmäßige Verteilung der Phasen reichen die äußeren Ringe der Felder. Liegen die Anteile allerdings bei wenigen Prozent müssen alle Kreuze berücksichtigt werden. Anschließend erfolgt das Auszählen. Die Kreuze die auf der Phase liegen, die bestimmt werden soll, werden mit 1

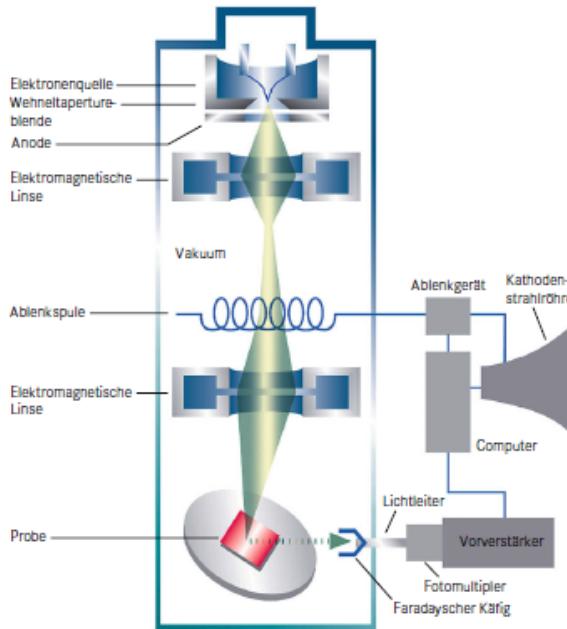


Abbildung 2.3: Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops [18]

gezählt. Liegen die Kreuze an einer Phasengrenze, werden sie mit 0,5 gezählt. Berühren die Kreuze die Phase nicht werden sie mit 0 gezählt. Alle Werte werden aufsummiert und durch die Anzahl aller gezählten Kreuze geteilt. Das Ergebnis ist der Phasenanteil. Dieses Verfahren wird an fünf unterschiedlichen Bildbereichen durchgeführt und der Mittelwert gebildet.

### 2.3.4 Rasterelektronenmikroskopie

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) bietet eine bessere Auflösung und eine stärkere Vergrößerung als das Auflichtmikroskop. Es können Vergrößerungen von bis 100000 x erreicht werden. Die Auflösung liegt bei wenigen Nanometern. Durch eingebaute Detektoren am REM können bestimmte analytische Methoden zusätzlich durchgeführt werden. Eine genauere Gefügebeurteilung ist dadurch möglich.

Die Funktionsweise wird im Folgenden kurz erläutert. Ein Wolframdraht oder ein Lanthanhexaborideinkristall ( $\text{LaB}_6$ ) dient als Elektronenquelle. Die Elektronen werden emittiert und mittels Beschleunigungsspannung in Richtung Anode abgelenkt. Je nach Auflösung kann die Spannung zwischen 200V und 50kV variieren. Elektromagnetische Linsen bündeln die Elektronen in einem Strahl und lenken ihn auf die Probe. Mit einer Anlenkspule kann der Strahl über die Probe geführt werden (siehe Abbildung 2.3).

Die Elektronen gelangen auf die Probeoberfläche und es entstehen Wechselwirkungen zwischen den Strahlelektronen und den Atomen der Probenoberfläche. Die zwei wichtigsten Erscheinungen sind hierbei die RückstreuElektronen (RE) und die Sekundärelektronen (SE). Die Strahlelektronen werden durch die Atomkerne in der Probe abgelenkt und verlieren an Energie. Diese Energie wird in Form der Röntgenbremsstrahlung frei. Die dabei teilweise zurückgeworfenen Elektronen werden als RE bezeichnet. Der Streuprozess zwischen den Strahlelektronen und den Elektronen in den

Atomschalen führt zu SE. Die entstandene Röntgenstrahlung, ist die charakteristische Röntgenstrahlung. Die Elektronen in den Atomschalen werden von den Strahlelektronen herausgeworfen. Die Schale ist ionisiert. Diese freien Plätze werden durch andere Elektronen besetzt. Die dabei frei werdende Energie wird in Form von Röntgenstrahlung emittiert. Verlassen RE die Probe können zusätzlich SE entstehen.

Die SE und RE dienen nun der Bilderzeugung. Die Elektronen werden mit jeweils unterschiedlichen Detektoren erfasst. Die Spannung, die aus dem Detektorimpuls erzeugt wird, gelangt zur Kathodenstrahleröhre. Werden viele Elektronen erfasst, steigt die Spannung und der Bildpunkt erscheint hell. Die einzelnen Bildpunkte werden nun durch das "abstrahlen" der Oberfläche erzeugt. Heutzutage erfolgt die Bildherstellung digital [18, vgl.].

Gute Bildergebnisse können nur durch eine sorgfältige Probepräparation entstehen. Die Oberflächen müssen sauber sein. Die Proben sollten vor der Analyse im Ultraschallbad gereinigt werden. Zudem muss die gesamte Probe elektrisch leiten. Eingebettete Proben können nicht verwendet werden. Der Kunststoff nimmt die Elektronen auf und würde den Elektronenstrahl ablenken. Alternativ kann eine leitende Gold oder Silberschicht aufgebracht werden.

### 2.3.5 Energiedisperive Röntgenspektroskopie

Die Energiedisperive Röntgenspektroskopie (EDX) wird vor allem in der Werkstoff- und Materialtechnik eingesetzt. Die EDX ermöglicht die Elementverteilung in der Oberfläche von unterschiedlichen Materialien darzustellen. Die Elementverteilung in bestimmten Gefügebereichen kann so visualisiert werden (z.B. element partitioning). Wird ein Elektronenstrahl auf eine Probenoberfläche beschleunigt (siehe Kapitel 2.3.4), entsteht die charakteristische Röntgenstrahlung. Je nach Element besitzt diese Strahlung eine bestimmte Energie. Die Formel

$$E_n = \frac{1}{n^2} * \frac{m_0}{8} * \left( \frac{Z * e^2}{\epsilon_0 * h} \right)^2 \quad (2.1)$$

( $E_n$ : Energie,  $n$ : ganze Zahl,  $m_0$ : Elektronenmasse,  $Z$ : Ordnungszahl,  $e$ : Elementarladung,  $\epsilon_0$ : Influenzkonstante,  $h$ : Plancksches Wirkungsquantum) [16]

zeigt, dass die Energie von der Ordnungszahl des Elements abhängig ist. Diese Energie wird in eine charakteristische Wellenlänge umgewandelt. Nach der Formel

$$\lambda_{min} = \frac{h * c}{E_0} \quad (2.2)$$

( $c$ : Lichtgeschwindigkeit,  $\lambda$ : Wellenlänge)

ist das Verhältnis zwischen der Energie und Wellenlänge antiproportional.

Die charakteristischen Röntgenstrahlen werden auf einen Halbleiterkristall gelenkt. Dieser wandelt die Energie der Strahlung in eine Spannung um. Diese Spannung wird aufgezeichnet und im Röntgenspektrum als Peak dargestellt. Je höher der Elementanteil, desto höher ist die Intensität des Peaks. Die Summe aller Ausschläge ergibt 100%. Die Intensität aller Peaks ist abhängig von der Zeit, in der Elektronenstrahl auf die Probenoberfläche trifft. Jedes Element besitzt meist mehrere Elektronenschalen, die angeregt werden können. Werden diese Schalen ionisiert, emittieren sie Röntgenstrahlung mit unterschiedlicher Wellenlänge. Je nach Element können so mehrere Peaks mit einer spezifischen Röntgenenergie im Spektrum entstehen (siehe Abbildung 3.4). Je nach angeregter Schale (L oder K) entstehen Peaks für das Zirconium. Die Ausschläge im Bereich niedriger

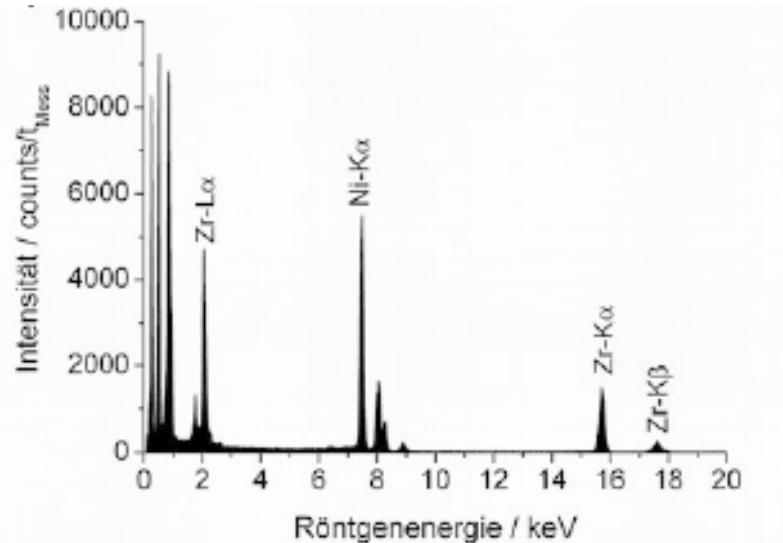


Abbildung 2.4: Röntgenspektrum [16]

Wellenlänge sind auf die Bremsstrahlung der einzelnen Elemente zurückzuführen. Zudem kann es vorkommen, dass sich einzelne Peaks von unterschiedlichen Elementen überlagern. Dies erschwert die Zuordnung der einzelnen Ausschläge [16, vgl.].

Jeder Ausschlag im Röntgenspektrum muss eindeutig zugeordnet werden, um eine qualitative Aussage über die Elementverteilung abzugeben. Um eine Zuordnung vorzunehmen, müssen die einzelnen Wellenlängen bzw. Röntgenenergien der Elemente bekannt sein. Für ein aussagekräftiges Röntgenspektrum sollte die Strahlzeit des Elektronenstrahls großzügig gewählt werden.

### 2.3.6 Härteprüfverfahren nach Vickers

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeföhrten Härteprüfungen erfolgen alle nach dem Verfahren nach Vickers. Das Verfahren nach Vickers eignet sich besonders für Laborprüfungen, da mit ihm sowohl niedrige als auch hohe Härten ermittelt werden können. Um den Härtewert einer Probe zu ermitteln wird ein LECO LV 100AT verwendet. Der Härtewert einer Probe wird durch die Auswertung von 5 Eindrücken ermittelt. Die Eindrücke werden dabei auf einer Geraden gleichmäßig auf der Probe verteilt. Dabei ist darauf zu achten ausreichend Abstand zum Rand zu halten. Das passiert um die Messung nicht durch einen Eindruck im spröden Alpha-Case der Randschicht zu verfälschen. Aus Erfahrungen hat sich gezeigt, dass ein Abstand zum Rand und zwischen den Eindrücken mindestens den dreifachen mittleren Durchmesser der zu erwartenden Eindrücke aufweisen sollte. Erzeugt werden die Eindrücke unter einer Prüfkraft von 10 Kilopond was etwa 98,1 Newton entspricht, sodass an den ermittelten Härtewert ein HV10 angehängt wird. Der Härtewert HV selbst ergibt sich als Quotient der aufgebrachten Prüfkraft  $F$  und dem Mittelwert der Diagonalen  $d$  des quadratischen Prüfeindrucks nach Formel 2.3.

$$HV = \frac{0.102F * 1.8544}{d^2} \quad (2.3)$$

Durch die verwendete Prüfapparatur, das verwendete Messverfahren nach Vickers und die aufgebrachte Prüfkraft, kann von einer Ungenauigkeit der ermittelten Härtewerte von 3% ausgegangen

werden. Da die in dieser Arbeit ermittelten Härtegrade im Bereich von 320-360 HV10 liegen, soll vereinfacht eine Abweichung von 10 HV10 angenommen werden. Abschließend sei erwähnt, dass nach Matthew J. und Donachie Jr. [Mk2] zwischen Härtegrad und Zugfestigkeit bei Titanwerkstoffen lediglich eine sehr schlechte Korrelation herrscht. Nichts desto trotz lässt die Ermittlung des Härtegrades eine grobe Schätzung auf die Zugfestigkeit zu. Um eine endgültige Aussage über die Festigkeit des Titans nach der Wärmebehandlung treffen zu können ist ein geeigneter Werkstofftest wie ein Zugversuch durchzuführen.

Exemplarisch für die Bestimmung der Zugfestigkeit aus der Vickershärte, seien im Folgenden zwei Möglichkeiten aufgezeigt. Eine Diskussion dieser Formeln und der nach Matthew J. und Donachie Jr. Schlechten Korrelation von Zugfestigkeit und Härte in Titan soll an spätere Stelle stattfinden. Nach Ulrich Zwickert gilt für die Zugfestigkeit  $\sigma_B$  folgende Gleichung:

$$\sigma_B = \alpha * HV \quad (2.4)$$

Der Vorfaktor  $\alpha$  wird hierbei zwischen 0,31 und 0,35 angegeben. Wichtig ist auch, dass Zwickert von Härtegraden HV30 ausgeht. Ebenfalls soll die Gleichung nur bei Zugfestigkeiten von 882 MPa bis 1226 MPa gelten. [19, S. 202f]. Da die Vickershärte oberhalb einer Prüfkraft von 5,1 kp unabhängig von der aufgebrachten Prüfkraft wird, sollten die hier ermittelten Härtegrade HV10 nur minimale Abweichungen zu den Härtegraden HV30 liefern. Die Autoren von [9] geben für einen möglichen Zusammenhang zwischen Dehngrenze  $\sigma_{0,2}$  und Vickershärte HV folgende Gleichung an:

$$\sigma_{0,2} = 3,013HV - 127,012 \quad (2.5)$$

Weiter soll der Zusammenhang zwischen Dehngrenze und Zugfestigkeit wie folgt dargestellt werden können:

$$\sigma_B = 1,1907\sigma_{0,2} - 86,63 \quad (2.6)$$

Die Autoren beziehen sich in ihrer Arbeit jedoch auf elektronenstrahlgeschweißte Werkstücke [9].

### 2.3.7 Zugversuch

Bei einem Zugversuch werden Proben bis zum Bruch gedehnt und dabei Werkstoffkennwerte bestimmt. Die Kennwerte sind unter anderem Elastizitätsmodul, Elastizitätsgrenze, Zugfestigkeit und Bruchdehnung. Unter diesen Kennwerten ist für die Anforderung der Arbeit die Zugfestigkeit interessant, da diese über eine Wärmebehandlung optimiert werden soll. Sie ist die größte plastische Dehnung bevor sich das Bauteil einschnürt beziehungsweise reißt. Mit dem Zugversuch wird die Abschätzung der Zugfestigkeit über die Härte vermieden und es kann abgeschätzt werden, ob die Formel der Abschätzung realitätsnah war. Der Zugversuch wird mit einer Universalprüfmaschine der Firma Zwick Roell nach der Norm DIN EN ISO 6892-1 Teil B durchgeführt. Dabei werden die Zugproben nach DIN 50125-B5x25 angefertigt. Nach der Norm des Zugversuches wird die Spannungsgeschwindigkeit abhängig von dem Elastizitätsmodul des Werkstoffs gewählt. Da Titan ein E-Modul kleiner 150000 MPa besitzt, wird eine Spannungsgeschwindigkeit zwischen 2 und 20 MPa s<sup>-1</sup> gewählt. Diese Spannungsgeschwindigkeit wird während der Bestimmung der Dehngrenze verwendet. Danach wird über eine Dehngeschwindigkeit von maximal 0,008 s<sup>-1</sup> zur weiteren Messung benutzt. Form B der Zugproben sind nach Norm Rundproben mit Gewinde zur Einspannung. Der Zusatz "5x25" beschreibt die Maße der Probe. 5 ist dabei der Probendurchmesser und 25 die Anfangsmesslänge.

# 3 Wärmebehandlungsstrategien

Die vorliegende Titanlegierung Ti 6Al 4V besitzt ein globulares Ausgangsgefüge, bestehend aus Alpha- und transformierter Beta-Phase (siehe Abbildung 3.1). Die Härte im Ausgangszustand beträgt ca. 305 HV10. Ausgehend von diesem Zustand soll die statische Festigkeit gesteigert werden. Der Härtewert dient hierfür als erster Richtwert (siehe Kapitel Härteprüfverfahren nach Vickers). Die gegebenen Proben werden unterschiedlichen Wärmebehandlungen unterzogen und metallografisch ausgewertet.

## 3.1 Festigkeitssteigerung durch Martensitbildung

Die Literaturrecherchen zeigen, dass sich die mechanischen Eigenschaften der Titanlegierung durch unterschiedliche Gefügestrukturen beeinflussen lassen. Das erste angestrebte Gefüge besteht aus primär Alpha ( $\alpha$ ) und Martensit ( $\alpha'$ ). Ausgehend von diesem Gefüge beeinflusst eine anschließende Alterung die mechanischen Eigenschaften. Ein Verhältnis aus hoher Festigkeit und guter Duktilität kann so eingestellt werden [5, vgl.]. Der erste Schritt dieser zweistufigen Wärmebehandlung ist das Einstellen eines Gefüges aus  $\alpha$  und  $\alpha'$ .

Einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat hierbei die Alpha-Phase. Der Volumenanteil und die Größe der Alpha-Körner beeinflussen diese Eigenschaften und die Verteilung der Legierungselemente, die damit Auswirkungen auf die spätere Alterung des Gefüges haben. Der Anteil ist dabei abhängig von der gewählten Glühtemperatur. In der Quelle [12] wird die Variation der Alpha-Phase in einem Bi-Modal-Gefüge durch unterschiedliche Glühtemperaturen dargestellt. Mit abnehmendem Alpha-Anteil wird die Härte gesteigert und die Elementverteilung gesteuert. Die hier angewandte Methodik wird auf das gewünschte Martensit-Gefüge übertragen. Mit einer Wärmebehandlung im Zweiphasengebiet ( $\alpha' + \beta$ ) und anschließendem Wasserabschrecken der Proben, wird das gewünschte Gefüge erzeugt. Bei steigender Glühtemperatur sinkt der Anteil der Alpha-Phase bis die Betatransus Temperatur erreicht und keine Alpha Phase mehr vorhanden ist (siehe Abbildung 2.1). Durch das Abschrecken wird dieser Zustand eingefroren und die Beta-Phase wandelt diffusionslos in den Martensit um. Drei Proben werden bei unterschiedlichen Glühtemperaturen knapp unterhalb Betatransus geglättet und anschließend abgeschreckt.

### 3.1.1 Abhängigkeit des Primär Alpha Anteils von der Glühtemperatur

Der Alpha-Anteil wird durch die unterschiedlichen Glühtemperaturen im Zweiphasen Gebiet eingestellt. Dazu wurden drei Proben bei jeweils 950°C, 960°C und 970°C für eine Stunde im Ofen ge-glüht und anschließend im Wasser abgeschreckt. Nach der Probenpräparation (siehe Kapitel 2.3.1) folgt die metallografische Untersuchung. Die Abbildung 3.2 zeigt die lichtmikroskopischen Aufnahmen. Die durchgeführte Wärmebehandlung erzeugt das gewünschte Gefüge. Primär-Alpha-Körner liegen in einer Matrix aus Martensit. Die Alpha Körner wurden durch das Abschrecken eingefroren. Die Beta-Phase ist komplett in den Martensit umgeklappt. In den Abbildungen sind die unterschiedlichen Alpha-Anteile klar zu erkennen. Mit steigender Glühtemperatur nimmt, wie erwartet,

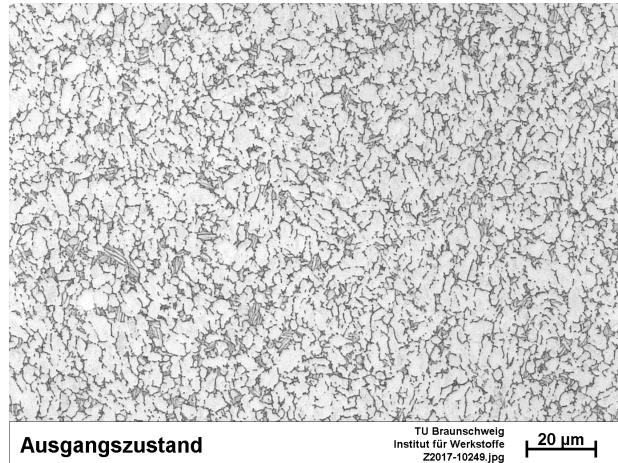
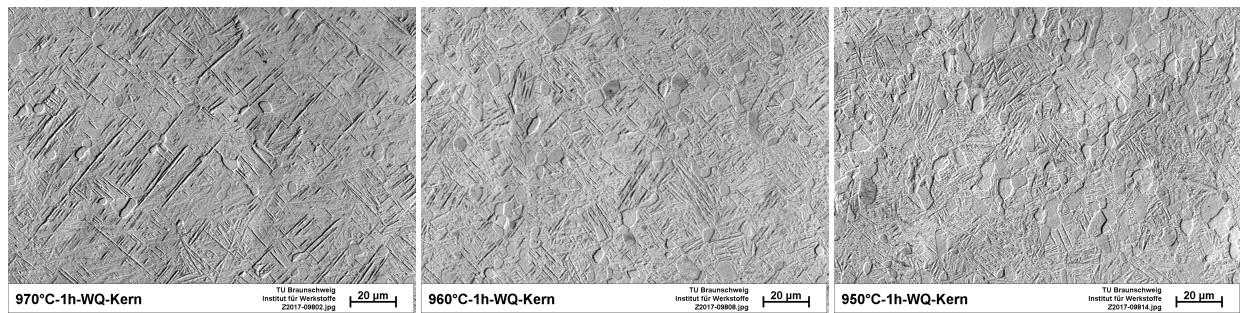


Abbildung 3.1: Ausgangsgefüge, Alpha- und transformierte Beta-Phase



(a) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 970°C (b) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 960°C (c) Gefüge bei einer Glühungstemperatur von 950°C

Abbildung 3.2: Gefüge unterschiedlicher Glühtemperaturen

der Anteil ab.

Die genauen Phasenanteile sind mittels Auszählverfahren (siehe Kapitel 2.3.3) bestimmt worden. Aus der Tabelle 3.1 wird ersichtlich, dass bei einer Glühtemperatur von 950°C ca. 20% Alpha-Phase vorliegt. Dieser Anteil sinkt auf ca. 6% bei einer Temperatur von 970°C. Unter dem Auflichtmikroskop sind diese geringen Anteile nur noch schwer zu erkennen.

### 3.1.2 Abhängigkeit der Härte vom Primär-Alpha-Anteil

Der Einfluss des Alpha-Anteils auf die mechanischen Eigenschaften des Gefüges wird im Folgenden untersucht. Die Härteprüfung (siehe Kapitel 2.3.6) dient hier als Hilfswert für die Fes-

| Wärmebehandlung | Mittelwert Primäralphaanteil % | Standardabweichung |
|-----------------|--------------------------------|--------------------|
| 950°C 1h WQ     | 20                             | 1,57               |
| 960°C 1h WQ     | 13                             | 1,68               |
| 970°C 1h WQ     | 6                              | 1,82               |

Tabelle 3.1: Primäralphaanteil in Abhängigkeit der Glühtemperatur

| Wärmebehandlung | Primär Alpha Anteil [%] | Mittelwert Härte in HV10 | Standardabweichung |
|-----------------|-------------------------|--------------------------|--------------------|
| 950°C 1h WQ     | 20                      | 343                      | 6,68               |
| 960°C 1h WQ     | 13                      | 351                      | 9,07               |
| 970°C 1h WQ     | 6                       | 357                      | 8,95               |

Tabelle 3.2: Härte in Abhängigkeit der Glühtemperatur

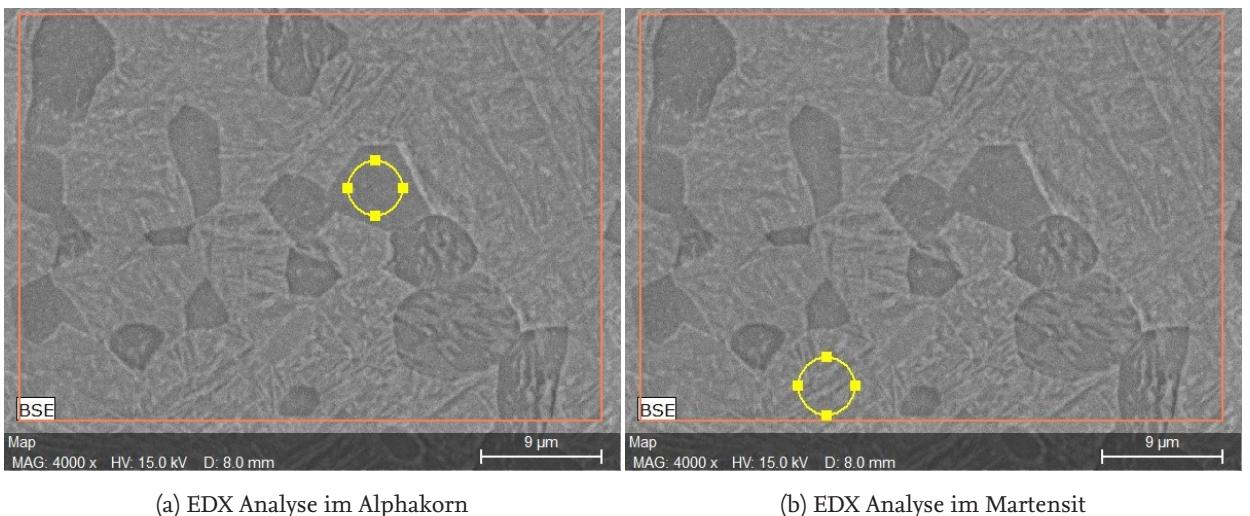


Abbildung 3.3: EDX Analyse der Phasen

tigkeitsabschätzung. Bei einer Prüfkraft von 10HV dringt der Prüfkörper in die Alpha Körner und den Martensit ein. Somit entsteht ein gemittelter Härtewert des Gefüges. Die Tabelle 3.2 zeigt, dass mit sinkendem Alpha-Anteil die Härte zunimmt. Bei einem Anteil von ca. 20% liegt der Härtewert bei 343 HV10. Die Härte steigt bei der Probe mit dem geringsten Alpha-Phasenanteil bis auf 357 HV10 an.

### 3.1.3 Elementverteilung in den Phasen

Die unterschiedliche Gewichtung der Phasenanteile im Gefüge wirkt sich auf die Verteilung der Legierungselemente aus. Mithilfe der EDX kann diese bestimmt werden (siehe Kapitel EDX). Die Abbildungen 3.3 zeigen die Analyse in einem Alpha-Korn und in der Martensit-Matrix. Die Elemente Titan, Aluminium und Vanadium werden für die Legierung Ti 6Al 4V berücksichtigt. Hierbei problematisch sind die charakteristischen Wellenlängen von Titan und Vanadium. Die einzelnen Peaks überlagern sich, sodass dem Titan ein gewisser Anteil Vanadium zugerechnet wird (siehe Abbildung 3.4). Zu dem bestimmten Anteil Vanadium muss ein gewisser Prozentsatz addiert werden. Aus mehreren Messungen wird der Mittelwert gebildet und die Verteilung kann dargestellt werden.

Die Tabelle 3.3 zeigt die Verteilung der Legierungselemente für die Proben mit einem Primär-Alpha-Anteil von 20 und 6%. Das Aluminium als Alpha-Stabilisator reichert sich in den Alpha-Körnern an. Mit sinkendem Alpha-Anteil ist ein größerer Anteil Aluminium im Korn gelöst. Die Löslichkeit des Vanadiums als Beta-Stabilisator im Alpha-Korn ist gering. Im metastabilen Martensit sind beide Stabilisatoren eingelagert, jedoch steigt der Vanadium Anteil mit einem größeren Anteil der Alpha-Phase.

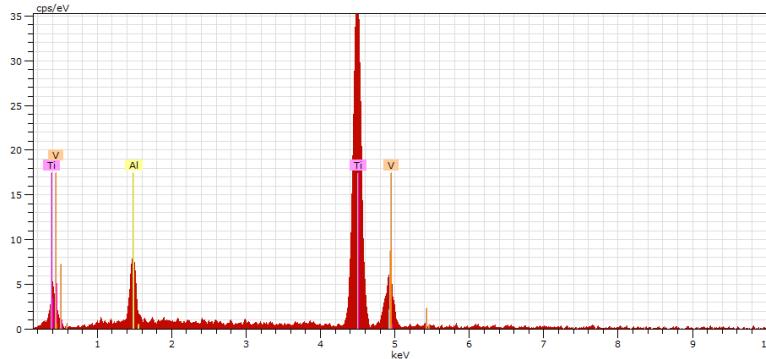


Abbildung 3.4: Röntgenspektrum Ti 6Al 4V

| Primär Alpha<br>Anteil [%] | Primär Alpha Phase |      | Martensit Phase |       |
|----------------------------|--------------------|------|-----------------|-------|
|                            | Al [%]             | V[%] | Al [%]          | V [%] |
| 20                         | 5,90               | 0,31 | 5,31            | 2,11  |
| 6                          | 6,20               | 0,08 | 5,53            | 1,78  |

Tabelle 3.3: EDX Analyse, Aluminium und Vanadium Anteile in Gewichtsprozent

### 3.1.4 Bewertung der Ergebnisse

Das eingestellte Gefüge, bestehend aus Primär-Alpha und Martensit besitzt eine größere Härte als der Ausgangszustand. Das Einstellen des Alpha-Anteils durch die Glühtemperatur führte zur Steigerung der Härte auf 357 HV10. Die Härte steigt mit sinkendem Anteil. Daraus resultiert die Frage, ob ein vollmartensitisches Gefüge eine noch größere Härte aufweist.

Die die Variation der Phasenanteile einen Einfluss auf die Verteilung der Legierungselemente. Durch das "element partitioning" können sich große Anteile Aluminium im Alpha-Korn lösen oder der Anteil Vanadium im Martensit steigt. Diese Kenntnis über die Verteilung wird für das spätere Auslagern bzw. Altern benötigt.

Die erzielten Ergebnisse korrelieren mit den Ergebnissen und Daten aus der Literatur. Aufbauend wird das Vollmartensitische Gefüge näher untersucht und eine Alterungsstrategie verfolgt.

## 3.2 Festigkeitssteigerung durch Bildung und Zerfall des Vollmatensits

Die Härtemessung nach der ersten Wärmebehandlung lässt den Schluss zu, dass je weniger primär Alphaphase in dem Gefüge enthalten ist, desto härter wird das Gefüge sein also sollte ein rein martensitisches Gefüge die besten Werte bei der Härte aufweisen. Als Grundlage für die Strategie dienen die Quellen [10] und [15]. In beiden Arbeiten wird der Zerfall von einem martensitischen Gefüge behandelt. Die Proben werden in der ersten Wärmebehandlung bei 1050°C lösungsgeglüht und in Wasser abgekühlt um einen reinen  $\alpha'$ -Martensit einzustellen. Nach diesem Schritt besitzt die Probe eine Härte von 330 HV10. Im zweiten Schritt werden die Proben bei 400°C, 600°C, 700°C und 800°C und zu unterschiedlichen Haltezeiten geglüht um den Martensit in Alpha+Beta-Phase zerfallen zu lassen.

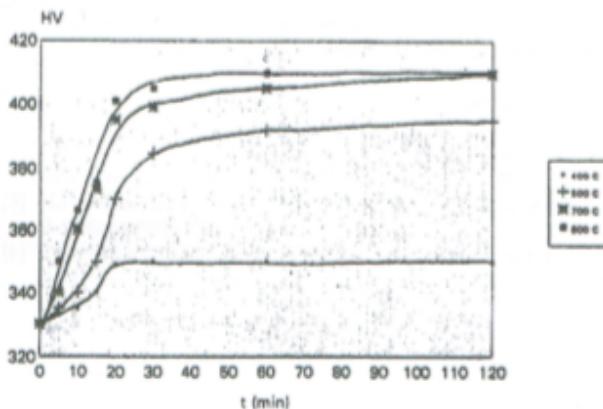


Fig. 3. Plot of hardness evolution with annealing time for different temperatures.

Abbildung 3.5: Härte-Haltezeit Diagramm für 400°C, 600°C, 700°C und 800°C [10]



Fig. 5. Microstructure of a specimen annealed at 400°C for 60 min. ( $\times 2700$ )

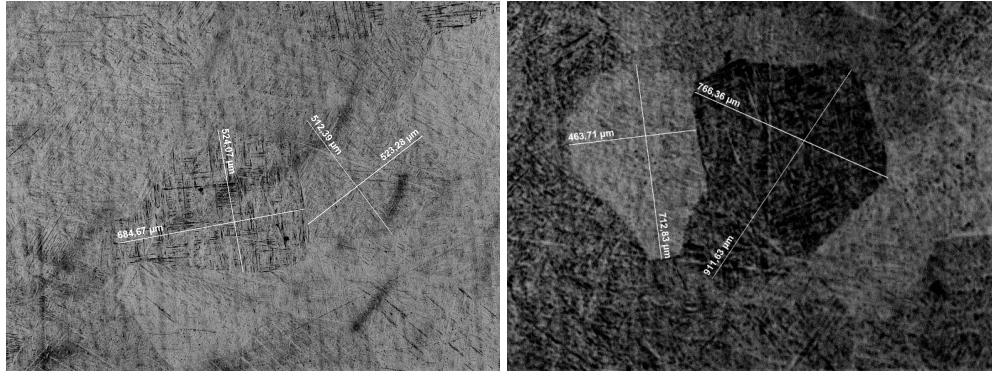


Fig. 6. Microstructure of a specimen annealed at 700°C for 30 min. ( $\times 2700$ )

(a) Gefügestruktur einer Probe geglüht bei 400°C für 60min (b) Gefügestruktur einer Probe geglüht bei 700°C für 30min

Abbildung 3.6: Gefüge zweier Martensit-Auslagerungen

Die Transformation der  $\alpha'$ -Phase zu ALpha+Beta-Phase ist temperatur- und zeitabhängig. Die beste Härte ergibt sich bei 800°C und einer Haltezeit von bis zu zwei Stunden und liegt bei 410 HV10. Erkennbar ist, dass die Umwandlung von Martensit zu Alpha+Beta unvollständig ist und auch bei einer längeren Haltezeit nicht weiter voranschreitet, weshalb die Härte nach ungefähr 30 Minuten bei 350 HV10 einen Höhepunkt erreicht und bei längeren Zeiten nicht weiter ansteigt. Bei Temperaturen über 600°C schreitet die Transformation weiter voran, was sich auch in den Härtewerten von bis zu 410 HV10 wiederholt. Aus den Quellen lässt sich schließen, dass eine zweistufige Wärmebehandlung aus Lösungsglühen bei 1050°C für 30 Minuten und einem Martensitzerfall bei 800°C für bis zu zwei Stunden eine hohe Härte und Festigkeit aufweisen. Ziel ist es durch die Martensitplatten eine hohe Grenzflächendichte zu erzeugen und im zweiten Schritt diese Platten zu unterteilen, sodass der Martensit durch Zwillinge unterbrochen wird, was in Abbildung 3.6(b) zu sehen ist, und so die Versetzungsbewegung durch die Martensit-Phase zu stören.



(a) 1050°C 30min Wasser abgeschreckt

(b) 1050°C 30min Wasser Abgeschreckt

Abbildung 3.7: Korngrößenbestimmung der ehemaligen Betakörper im Martensit

Um ein solches Gefüge einzustellen muss zunächst über der Betatransus-Temperatur lösungsgeglüht werden, sodass eine vollständige Umwandlung von Alpha- zu Beta-Phase stattfindet. Bei hohen Glühtemperaturen wird das Kornwachstum zu einem Problem, weshalb die Temperatur nur für eine kurze Zeit gehalten wird und sie sollte so niedrig wie möglich gewählt werden. Auf Grund von unterschiedlichsten Werten der Betatrasus-Temperatur, die in der Literatur bei bis zu 1020°C liegt, werden die Proben bei 1050°C geeglüht und im Nachhinein mit Wasser abgeschreckt. Um das Kornwachstum zu steuern betragen die Haltezeiten 10 min und 30 min. Es zeigt sich in der lichtmikroskopischen Untersuchung, dass der Einfluss der Glühzeiten auf das Beta-Kornwachstum sehr gering ist, da die Korngrößen im Martensit bei beiden Proben etwa bei 600  $\mu\text{m}$  liegen (siehe Abbildung 3.7). Auch die Härtewerte sind mit 342HV10 (30min) und 346HV10 (10min) ungefähr gleich.

Die Festigkeitssteigerung um ca. 40 HV10 im Vergleich zum Ausgangsgefüge entsteht durch eine erhöhte Grenzflächendichte. Anders als im Eisen, in dem die Zwangslösung von Kohlenstoffatomen in einem tetragonal-raumzentrierten Gitter eine festigkeitssteigernde Wirkung hat, kommt es im martensitischem Titan nur marginal zu Gitterverzerrung durch die Zwangslösung von Vanadium in der Alpha-Phase die keinen Einfluss auf die Festigkeit hat. Entgegen der Erwartungen ist die Härte im Gegensatz zum  $\alpha/\alpha'$ -Gefüge nicht weiter gestiegen, sondern ist um ca. 10 - 15 HV10 niedriger als die Probe 970°C-1h-WQ. Zu erklären ist das durch die langen Martensitplatten, welche nicht mehr durch Primär-Alpha-Körner unterbrochen werden (siehe Abbildung 3.8). Bei den geeglühten Proben ergibt die Härtemessung Werte von 325 HV10. Dieses Ergebnis liegt 20 HV10 unter dem reinen Martensitgefüge und 85 HV10 unter der Härte aus den Quellen. Unter dem REM ist zu erkennen, dass sich der Martensit vollständig in die Alpha+Beta-Gleichgewichtsphase umgewandelt hat.

### 3.3 Festigkeitssteigerung durch Auslagern von Primäralpha und Martensit

In zahlreichen vergleichbaren Untersuchungen wurde bereits eine Festigkeitssteigerung durch Auslagerung von  $\alpha + \alpha'$ -Gefügen festgestellt. Auf Basis dieser Untersuchungen und von Ergebnissen aus vorherigen Behandlungen werden die Parameter für diese Wärmebehandlung gewählt. Ziel dieser Behandlung ist, den metastabilen Martensit in sekundäre Alpha- und Beta-Phase zerfallen zu lassen. Es ergeben sich so größere Festigkeiten und bessere mechanische Eigenschaften [6]. Es kon-

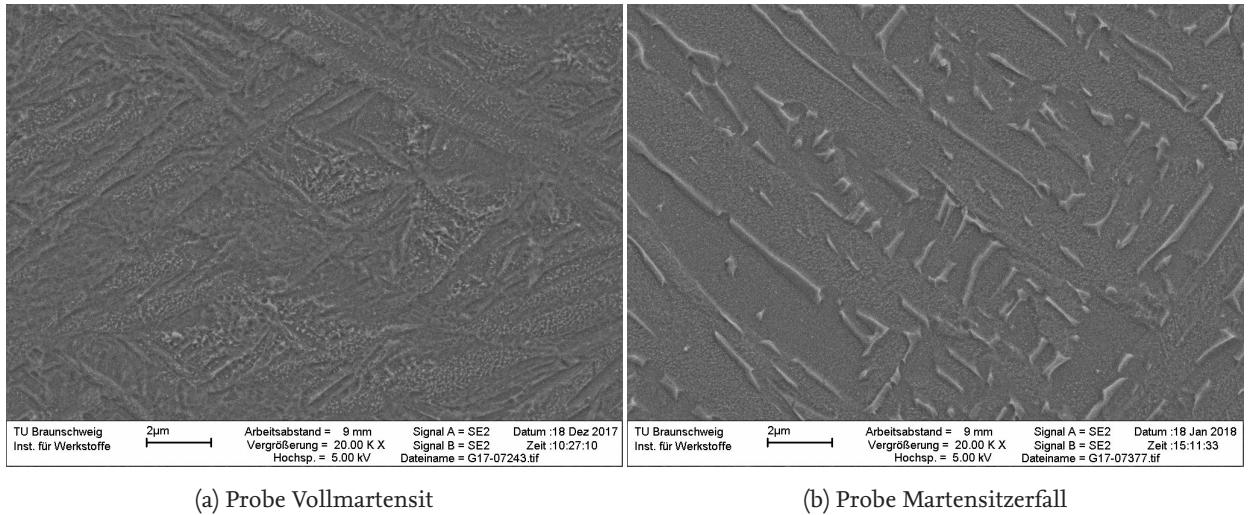


Abbildung 3.8: Auslagerung des Vollmartensits

kurrieren jedoch zwei Mechanismen bei einer Alterung des Martensits. Zum einen werden die Nadeln innerhalb des Martensits breiter, sodass eine Abnahme der Härte aufgrund geringerer Grenzflächendichte folgt. Der andere Mechanismus ist der Zerfall des Martensits in feine Alpha- und Betakörper die sich innerhalb des Gefüges bilden. Diese feinen Körper sorgen für eine Festigkeitssteigerung. Es ist also das Ziel, die Vergrößerung des Gefüges zu minimieren, während der Zerfall maximiert werden soll.

### 3.3.1 1. Wärmebehandlung

Wärmebehandlungen wie in den Quellenangaben [6] und [17] geben Beispiele für erfolgreiche Glüh- und Alterungsprozesse. Sie dienen als Hilfsmittel für die Parameterwahl bei dieser Wärmebehandlung. Bei den Beispielen werden Glühtemperaturen von 950°C bis 970°C verwendet, sodass ein zweiphasiges Gefüge mit unterschiedlichen Primäralpha-Gehalten entsteht. Um neben dem Primäralpha ein Martensit zu erzeugen, wird in Wasser abgeschreckt. Für einen vollständigen Abschluss der Diffusionsvorgänge wird wie in der Wärmebehandlung aus Kapitel 3.1 eine Haltezeit von einer Stunde als ausreichend eingestuft.

Wie vorherige Wärmebehandlungen zeigen, wirkt sich ein geringer Primäralpha Anteil positiv auf die Härte beziehungsweise Festigkeit aus. Für den Zerfall des Martensits ist jedoch die Konzentration an Beta stabilisierender Elemente in der Martensit-Phase entscheidend. Diese liegt wie in den EDX-Ergebnissen aus Kapitel 3.1 niedriger, je kleiner der Primäralpha-Anteil ist. Demnach könnten Proben mit einem niedrigeren Primäralpha-Anteil durch eine Alterung geringere Festigkeiten aufweisen als Proben mit höheren Primäralpha-Anteilen.

Für die Alterung, mit anschließender Luftkühlung, wurde in den Behandlungen aus den Quellen eine Temperatur von 490°C bis 595°C und eine Haltezeit von 1 bis 8 Stunden angegeben. Da diese Spanne sehr groß ist und eine aussagekräftige Beurteilung der Ergebnisse für den gesamten Bereich unverhältnismäßig aufwendig sein würde, wurden zwei Temperaturen festgelegt und über die Haltezeit variiert. So werden in einem ersten Schritt die Auswirkungen des Primäralpha-Anteils analysiert. Es wurden Wasser abgeschreckte Proben bei einer Glühtemperatur von 970°C und 950°C

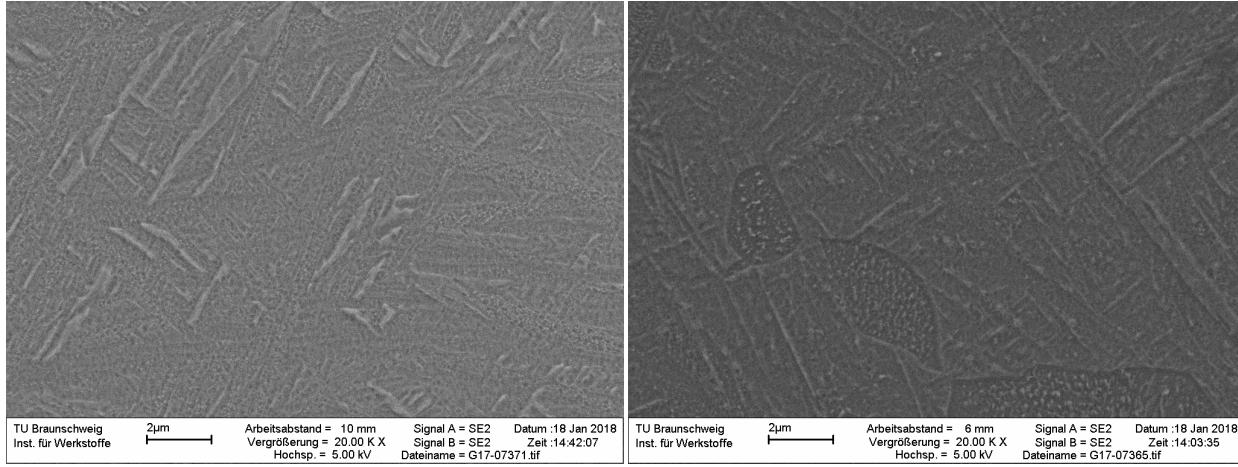


Abbildung 3.9: REM Bilder abschrecken von 950°C und 970°C

jeweils zwei und acht Stunden bei 520°C gealtert. Es werden also vier Proben verwendet, die ein vergleichbares Ergebnis liefern sollen. So kann eine Auswirkung der unterschiedlichen Primäralpha-Anteile gleichzeitig mit der Auswirkung der Haltedauer beobachtet werden und Rückschlüsse auf die entstehenden Eigenschaften getroffen werden.

### 3.3.2 Ergebnisse 1. Wärmebehandlung

#### 970°C Auslagerung

Auf den Gefügebildern mit dem Lichtbildmikroskop aus Abbildung 3.13 sind kaum Unterschiede zu dem Ausgangsgefüge aus Abbildung 3.12(a) zu sehen. Die Primäralpha Phase ist unabhängig von der Auslagerungszeit in ihrer Ausdehnung konstant geblieben. Der Martensit hat sich unter dem Lichtmikroskop nicht verändert. Falls die Martensit-Phase sich in ihrer Struktur verändert hat, ist dies nur unter einem REM zu sehen. Ein Zerfall würde sich nur in kleinen Teilchen äußern, die in dieser Vergrößerung nicht zu sehen sind.

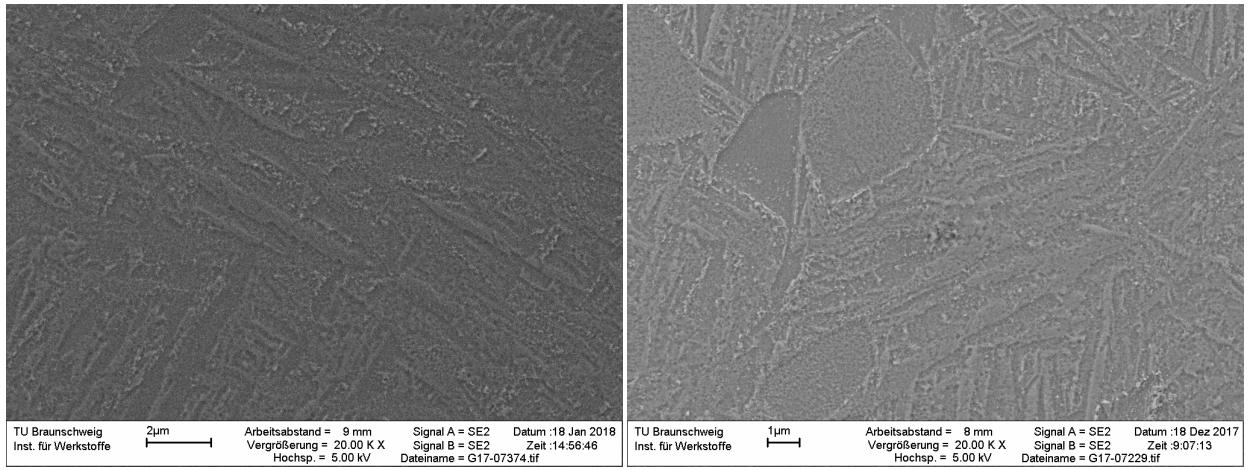
Die REM-Aufnahme aus Abbildung 3.9(a) zeigt das Gefüge von einem Abschrecken von 970°C. Wird diese Aufnahme mit denen nach dem Altern aus Abbildung 3.10 verglichen, fallen Unterschiede auf. Der gealterte Martensit hat eine ungleichmäßigere, "körnigere" Struktur als der nicht ausgelagerte. Diese Struktur ist bei der Probe mit längerer Haltezeit noch größer.

Durch eine Härteprüfung lässt sich die Auswirkung der Alterung analysieren. Dabei wird das in Kapitel zwei beschriebene Verfahren angewendet. Für die Behandlungsreihe mit 970°C ergeben sich die Ergebnisse aus Tabelle 3.5. Ein Vergleich mit den Härtewerten der nicht ausgelagerten Probe aus Tabelle 3.4 zeigt keine Härtesteigerung.

#### 950°C Auslagerung

Wie auch schon bei den Proben bei 970°C sind unter dem Lichtmikroskop keine Unterschiede zwischen den ausgelagerten Proben und der unbehandelten Probe zu erkennen. Für eine genauere Analyse muss also ein REM herangezogen werden.

Die Bilder des REM aus Abbildung 3.3.2 zeigen das resultierende Gefüge nach den jeweiligen



(a) Zwei Stunden Alterung

(b) acht Stunden Alterung

Abbildung 3.10: Gefüge der gealterten Proben Glühen bei 970°C

| 970°C 1h WQ   |               | 950°C 1h WQ   |               |
|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Abstand in mm | Härte in HV10 | Abstand in mm | Härte in HV10 |
| 0.02          | 342           | -0.01         | 337           |
| 2.92          | 362           | 3.17          | 347           |
| 5.80          | 363           | 6.32          | 349           |
| 8.69          | 363           | 9.48          | 348           |
| 11.58         | 355           | 12.62         | 336           |
| Mittelwert    | 357           | Mittelwert    | 343           |
| Max           | 363           | Max           | 349           |
| Min.          | 342           | Min.          | 336           |
| Std.-abw.     | 8.95          | Std.-abw.     | 6.68          |

Tabelle 3.4: Härtegrade ohne Auslagerung

Haltezeiten. Es sind ähnliche Ergebnisse wie bei der Alterung der Glühtemperatur von 970°C zu erkennen. Der Martensit hat seine charakteristische Struktur verloren. Die nach dem Abschrecken entstandenen Nadeln sind nur noch in kleinen Mengen zu sehen. Ein Großteil ist in vielen Stellen unterbrochen und größer geworden. Es ist schwierig, einen Unterschied des Gefüges aufgrund der Haltezeit zu erkennen. Die Struktur ist mit der Zeit noch größer geworden und die Anzahl der Unterbrechungen ist größer geworden.

Bei den Proben, die mit 950°C geglüht und zwei beziehungsweise acht Stunden bei 520°C ausgelagert wurden, zeigt sich ein anderes Ergebnis der Härteprüfung als bei den Proben bei einer Glühtemperatur von 970°C. Wenn die Härtegrade nach der Alterung mit denen vorher verglichen werden, ist eine Härtesteigerung erkennbar. Die Werte aus der Tabelle 3.6 sind im Schnitt 10 HV10 höher als das Material vor der Behandlung. Die verwendeten Haltezeiten weisen keinen Unterschied hinsichtlich der Härte auf. Sie liegen für beide Zeiten bei circa 360 HV 10.

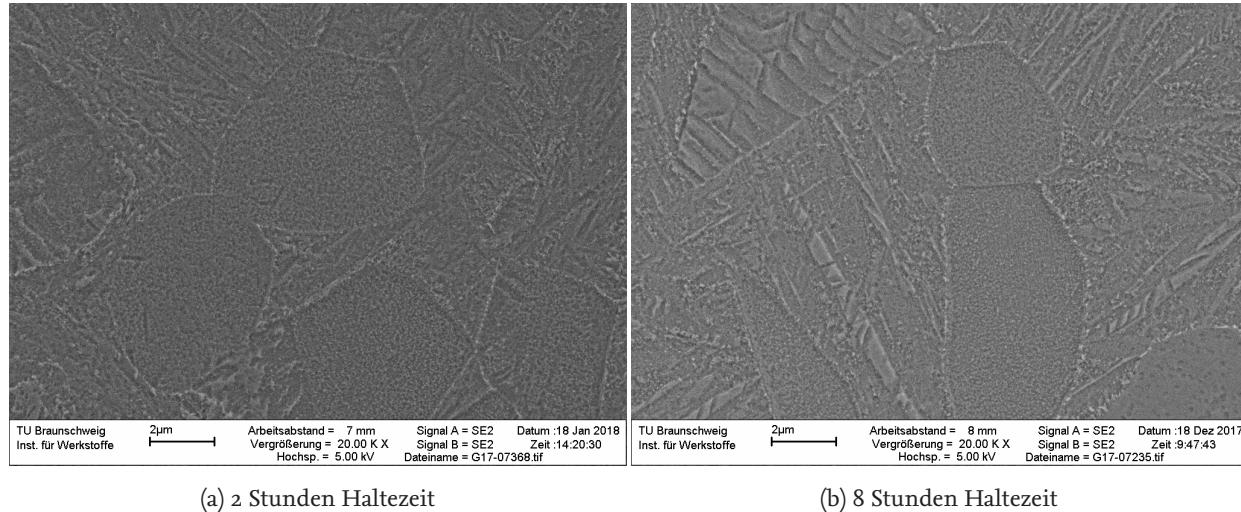


Abbildung 3.11: Auslagerung der Glühtemperatur 950°C bei 2 und 8 Stunden

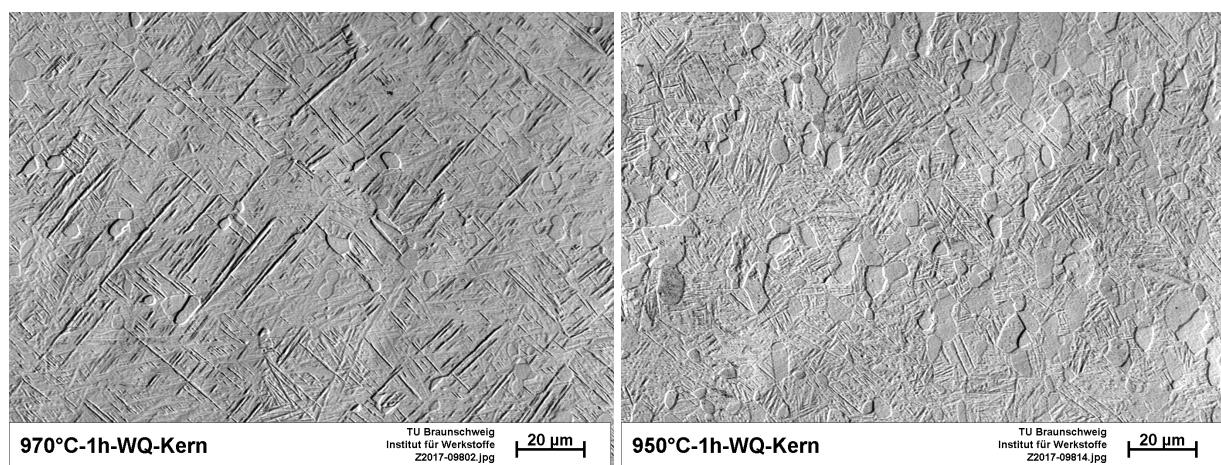


Abbildung 3.12: Gefüge ohne Auslagern

| 2h Auslagern  |               | 8h Auslagern  |               |
|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Abstand in mm | Härte in HV10 | Abstand in mm | Härte in HV10 |
| 0.03          | 357           | 0.07          | 353           |
| 3.16          | 358           | 2.91          | 352           |
| 6.29          | 360           | 5.79          | 352           |
| 9.43          | 354           | 8.67          | 355           |
| 12.56         | 359           | 11.54         | 357           |
| Mittelwert    | 358           | Mittelwert    | 354           |
| Max           | 360           | Max           | 357           |
| Min           | 354           | Min.          | 352           |
| Std.-abw.     | 2.58          | Std.-abw.     | 2.40          |

Tabelle 3.5: Härteprüfung 970°C Glühen und Auslagern

| 2h Auslagern  |               | 8h Auslagern  |               |
|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Abstand in mm | Härte in HV10 | Abstand in mm | Härte in HV10 |
| 0.01          | 352           | 0.02          | 357           |
| 2.98          | 356           | 3.22          | 355           |
| 5.94          | 356           | 6.42          | 358           |
| 8.90          | 355           | 9.62          | 357           |
| 11.86         | 358           | 12.82         | 354           |
| Mittelwert    | 355           | Mittelwert    | 356           |
| Max           | 358           | Max           | 358           |
| Min.          | 352           | Min.          | 354           |
| Std.-abw.     | 2.43          | Std.-abw.     | 1.83          |

Tabelle 3.6: Härteprüfung 950°C Glühen und Auslagern

### 3.3.3 2. Wärmebehandlung

Aus den Ergebnissen der ersten Wärmebehandlung lässt sich schließen, dass eine längere Haltezeit, innerhalb einer Auslagerung ausgehend von einer Glühtemperatur von 970°C, keine Festigkeitssteigerung hervorruft. Die Alterung der geringeren Glühtemperatur zeigt bereits eine Härtesteigerung von circa 3%. Eine Zunahme der Härte bei längerer Haltezeit ist somit für die Proben mit einer Glühtemperatur von 970°C unwahrscheinlich.

Da die Haltezeiten keinen Unterschied hinsichtlich der Härtesteigerung aufweisen, wird eine verlängerte Haltezeit angewendet. Es kann sein, dass der Zerfall des Martensits noch weiter fortschreitet, da während den verwendeten Haltezeiten die Diffusionsvorgänge nicht abgeschlossen werden konnten. Um dies zu prüfen und festzustellen, ob eine noch längere Haltezeit eine größere Härte steigernde Wirkung hervorruft, werden die Haltezeiten auf 16 und 24 Stunden angepasst. So lässt sich zeigen, ob der Zerfall des Martensits noch positiv hinsichtlich der Festigkeit statt finden kann.

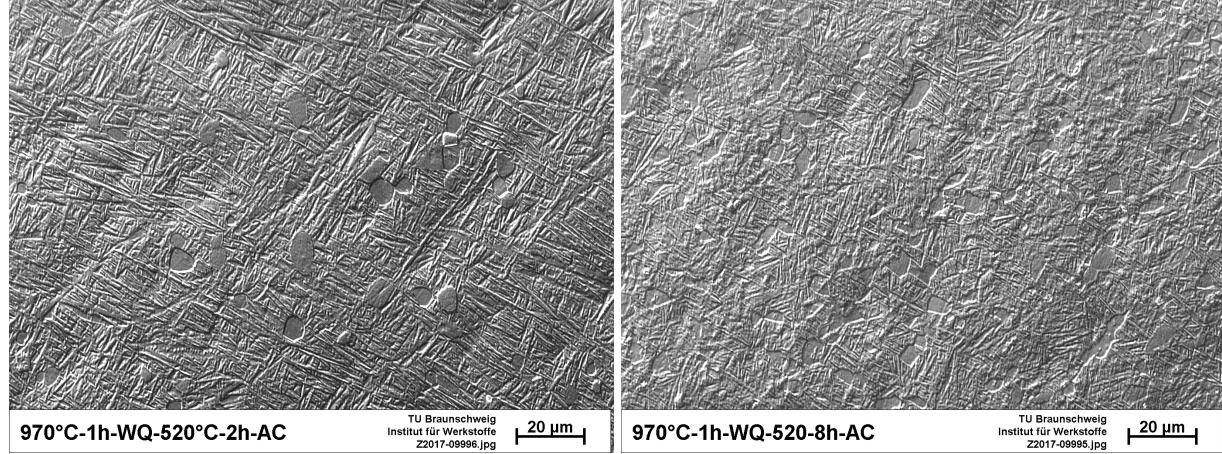


Abbildung 3.13: Gefüge mit einer Glühtemperatur von 970°C und unterschiedlichen Alterungszeiten

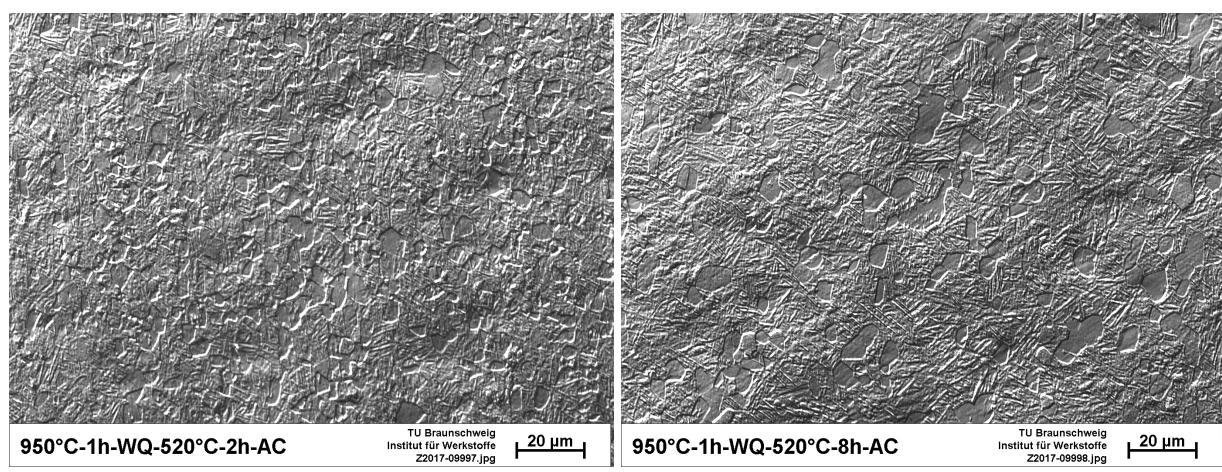


Abbildung 3.14: Gefüge mit einer Glühtemperatur von 950°C und unterschiedlichen Alterungszeiten

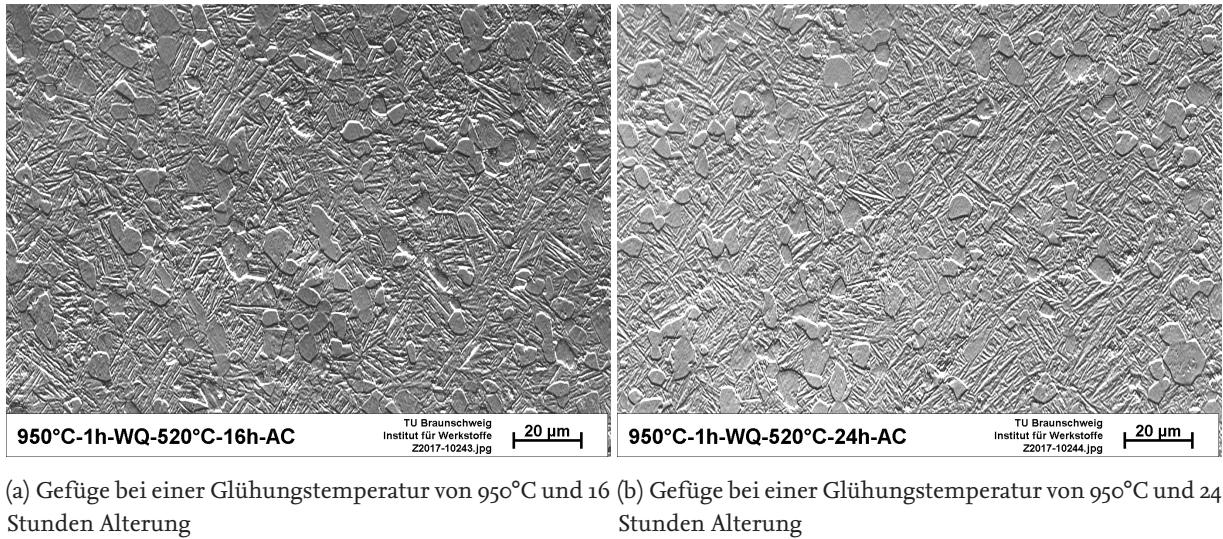


Abbildung 3.15: Gefüge bei 950°C bei 16h und 24h Auslagerung

### 3.3.4 Ergebnisse 2. Wärmebehandlung

Aus den Gefügebildern mit dem Lichtmikroskop aus Abbildung 3.15 ist kein wesentlicher Unterschied erkennbar. Im Verhältnis zu der Probe, die nur zwei Stunden ausgelagert wurde, kann man eine leichte Verbreiterung der Nadeln erkennen. Jedoch ist eine mögliche Bildung von Alpha- und Beta-Phase unter dieser Auflösung nicht erkennbar. Dazu muss wie zuvor ein REM herangezogen werden.

Die Aufnahme aus Abbildung 3.16 zeigt eine REM-Aufnahme von dem 24 Stunden lang gealterten Gefüge. Das Martensit ist fast nicht mehr zu erkennen. Die ehemaligen Nadeln sind an vielen Stellen unterbrochen und als solche nicht mehr zu erkennen. Um das Alpha-Korn hat sich ein ausgeprägter Rand gebildet. Die für kurze Haltezeit beschriebene Vergrößerung ist mit der Zeit noch einmal größer geworden.

Die Härtewerte zeigen, dass aus einer längeren Haltezeit eine höhere Härte resultiert. Im Vergleich zu der Haltezeit von zwei Stunden zeigen die Ergebnisse aus Tabelle 3.7 für eine Haltezeit von 24 Stunden eine nochmalige Härtesteigerung von 10 HV10. Die Härte nimmt also für längere Haltezeiten stetig zu.

## 3.4 Ergebnisse des Zugversuches

### 3.4.1 Ausgewählte Wärmebehandlungen

Für die Ermittlung der genauen Zugfestigkeit wurden 3 Wärmebehandlungen ausgewählt. Die Wärmebehandlungen werden jeweils an 2 Proben durchgeführt und die Zugfestigkeit mittels Zugversuch (siehe 2.3.7) ermittelt. Ausgewählt wurden die beiden Wärmebehandlungen, die aufgrund der höchsten ermittelten Härtewerte und der vermuteten Korrelation von Härte und Zugfestigkeit die besten Ergebnisse versprachen. Als drittes wurde ein voll-martensitisches Gefüge mit geringerer Härte geprüft.

| 16h Auslagern |               | 24h Auslagern |               |
|---------------|---------------|---------------|---------------|
| Abstand in mm | Härte in HV10 | Abstand in mm | Härte in HV10 |
| 0.02          | 359           | 0.02          | 362           |
| 3.16          | 358           | 3.29          | 363           |
| 6.31          | 362           | 6.55          | 363           |
| 9.46          | 357           | 9.81          | 364           |
| 12.60         | 360           | 13.07         | 363           |
| Mittelwert    | 359           | Mittelwert    | 363           |
| Max           | 362           | Max           | 364           |
| Min.          | 357           | Min.          | 362           |
| Std.-abw.     | 1.79          | Std.-abw.     | 0.803         |

Tabelle 3.7: Härtewerte für eine Haltezeiten von 16 und 24 Stunden

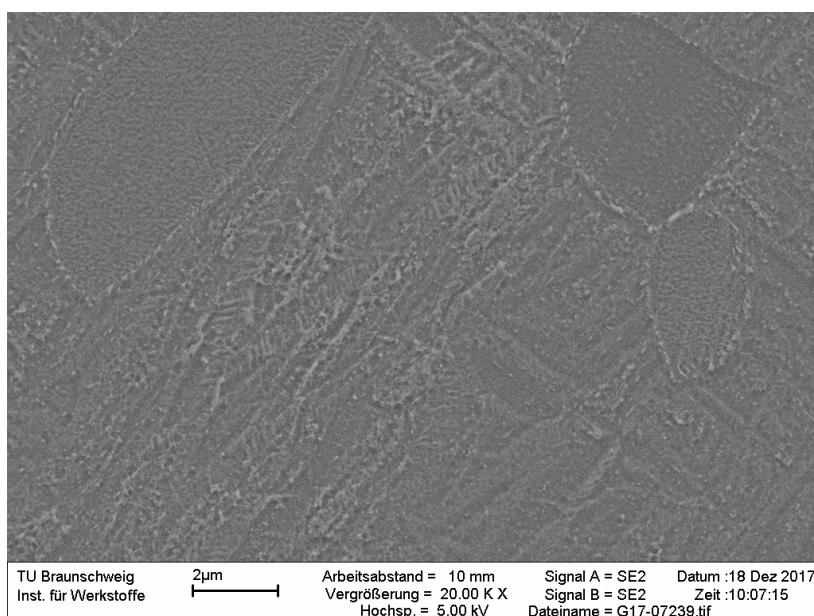


Abbildung 3.16: REM Aufnahme: 950°C und 24 Stunden Alterung

Überschrift : Prüfprotokoll AMB02  
 Prüfnorm : DIN EN ISO 6892-1 Teil B  
 Werkstoff : Ti-64  
 Probentyp : Zugprobe DIN 50125-B5x25  
 Prüfer : AMB02  
 Bemerkung : Raumtemperatur 20,9°C  
 Vorkraft : 5 MPa  
 Geschwindigkeit E-Modul : 10 MPa/s  
 Prüfgeschwindigkeit : 0,006 1/s

### Prüfergebnisse:

| Legende | Nr | Probe           | $d_0$<br>mm | $S_0$<br>$\text{mm}^2$ | $E_{\text{mod}}$<br>GPa | $E_{\text{Hysterese}}$<br>GPa | $R_{p02}$<br>MPa | $R_m$<br>MPa | $\sigma_g$<br>% | $\sigma_t$<br>% | $F_b$<br>MPa | $A_t$<br>% |
|---------|----|-----------------|-------------|------------------------|-------------------------|-------------------------------|------------------|--------------|-----------------|-----------------|--------------|------------|
|         | 1  | Ausgangszustand | 5,1         | 20,43                  | 112                     | 104                           | 920              | 929          | 3,0             | 3,9             | 580          | 13,7       |
|         | 2  | Martensit 1     | 5,07        | 20,19                  | 115                     | 107                           | 915              | 1052         | 2,8             | 3,8             | 937          | 6,5        |
|         | 3  | Martensit 2     | 5,09        | 20,35                  | 114                     | 108                           | 919              | 1060         | 2,9             | 3,8             | 990          | 7,0        |
|         | 4  | 970°C 1         | 5,06        | 20,11                  | 111                     | 105                           | 874              | 1021         | 3,3             | 4,3             | 510          | 17,7       |
|         | 5  | 970°C 2         | 5,04        | 19,95                  | 108                     | 103                           | 890              | 1029         | 3,2             | 4,2             | 514          | 19,4       |
|         | 6  | 950°C 1         | 5,08        | 20,27                  | 118                     | 106                           | 1026             | 1088         | 2,2             | 3,2             | 615          | 11,1       |
|         | 7  | 950°C 2         | 5,06        | 20,11                  | 108                     | 107                           | 1005             | 1084         | 2,7             | 3,8             | 586          | 14,9       |

Abbildung 3.17: Ergebnisse der Zugprüfungen

### 3.4.2 Erwartungen

Im Sinne der Aufgabenstellung sollte die Zugfestigkeit des Ausgangszustands am niedrigsten liegen. Nach dem in Abschnitt 1.4 gegebenem Überblick dürften Werte zwischen 900 und 950 MPa erwartet werden. Die wärmebehandelten Proben sollten deutlich höher im Bereich von 1000 bis 1200 MPa liegen. Unter den wärmebehandelten Proben ist die rein martensitische Probe als schwächste anzusehen. Die bei 970°C geglühte Probe weißte, von den einstufig geglühten Proben, den höchsten Härtewert auf. Höher war nur der Härtewert der bei 950°C geglühten, abgeschreckten und bei 520°C für 24 Stunden ausgelagerten Probe. Bei der die höchste Zugfestigkeit zu erwarten ist.

### 3.4.3 Ergebnisse

Abbildung 3.17 zeigt einen Ausschnitt aus dem Prüfprotokoll der durchgeführten Zugversuche. Darin sind der E-Modul, die Dehngrenze und die Zugfestigkeit tabellarisch dargestellt. Die dort ermittelten Werte bestätigen die oben aufgestellten Vermutungen teilweise. Die Proben 6 und 7 weisen die höchste Zugfestigkeit auf. Alle Proben haben eine höhere Zugfestigkeit als der Ausgangszustand. Die rein martensitischen Proben 2 und 3 jedoch weisen eine höhere Zugfestigkeit als die Proben 4 und 5 auf. Der E-Modul liegt für alle Proben im Bereich von ungefähr 108 GPa.

Abbildung 3.18 zeigt die während der Zugversuche aufgenommenen Spannungs-Dehnungskurven. Für einen besseren Überblick wurden die Probennummern ergänzt, sodass ein Zusammenhang mit Abbildung 3.17 entsteht. Anhand Abbildung 3.18 kann die Bruchdehnung mit Berücksichtigung des elastischen Anteils abgelesen werden. Dabei ergeben sich für die rein martensitischen Proben die geringsten Bruchdehnungen von 5,5% und 6%. Die 970°C Proben (4 und 5) sind mit Bruchdehnungen von 16,5% und 18% am duktilsten. Der Ausgangszustand weist eine Bruchdehnung von 12,5% auf. Auffällig ist, dass trotz identischer Wärmebehandlung die Proben 6 und 7 mit 10,5% und 14% weit auseinander und jeweils mit ca. 2% Dehnung vor und hinter dem Ausgangszustand liegen.

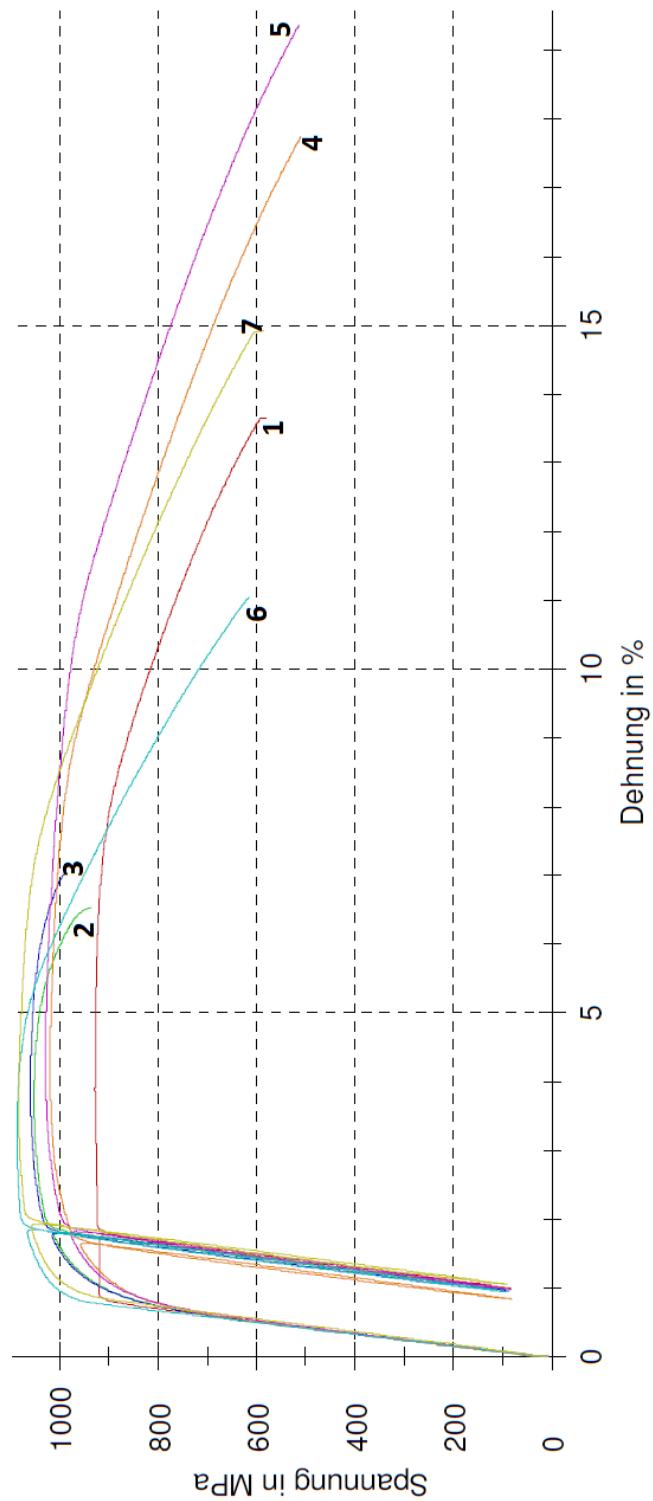


Abbildung 3.18: Spannungs-Dehnungskurven der Zugversuche

# 4 Diskussion der erzielten Ergebnisse in Hinblick auf eine Gefügeoptimierung

Dieses Kapitel beschäftigt sich mit der Frage, welche Mechanismen bei der Festigkeitssteigerung von Bedeutung sind. Die einzelnen Wärmebehandlungsschritte werden diskutiert und verglichen.

In jedem der Ansätze ging es um Festigkeitssteigerung durch eine erhöhte Grenzflächendichte. Die Versetzungen können bei einer großen Grenzflächendichte nur unter hohem Energieaufwand durch das Bauteil wandern. So entsteht eine hohe Festigkeit.

## 4.1 Einfluss des Primäralpha-Anteils

Die in Kapitel 3.1.2 beschriebenen Ergebnisse der ersten Wärmebehandlung sollen nun diskutiert werden. Dabei waren die folgenden Ergebnisse herausgestellt wurden:

- Der Primär-Alpha-Anteil sinkt mit zunehmender Glühtemperatur bei der Wärmebehandlung.
- Die Härte der Proben steigt mit abnehmendem Primär-Alpha-Anteil.

Die Steigerung der Härte des  $\alpha - \alpha'$ -Gefüges lässt sich zum einen auf die Bildung des Martensits zurückführen. Dennoch darf der Titan-Martensit nicht mit dem Stahl-Martensit gleichgesetzt werden. Da beim Titan-Martensit keine Zwangslösung eines Legierungselementes auftritt, wie das beim Stahl mit Kohlenstoff der Fall ist, tritt keine nennenswerte Gitterverzerrung bei Titan auf. Damit verbunden sollte auch nur eine geringe Steigerung der Härte einhergehen. Die hier auftretende Erhöhung der Härte auf 343 HV10 (950°C-1h-WQ) ist dagegen signifikant höher als der Ausgangszustand mit 305 HV10. Es scheint also noch ein anderer Effekt aufzutreten.

Dieser Effekt ist ausschlaggebend für die hier beobachtete Härtesteigerung und lässt sich durch die Grenzflächendichte beschreiben. Abbildung 4.1(a) zeigt das Ausgangsgefüge, im Vergleich mit einem  $\alpha - \alpha'$ -Gefüge in (b). Die Martensit-Platten der Matrix um die Alpha-Körner sind deutlich feiner verteilt als die Gefügebestandteile des Ausgangszustandes. Daraus resultiert eine höhere Anzahl von Grenzflächen zwischen den Körnern.

Durch die erhöhte Grenzflächendichte wird eine Versetzungsbewegung am Voranschreiten gehindert, was sich positiv auf Härte sowie Festigkeit auswirkt. Eine Aufhärtung durch höhere Grenzflächendichte lässt sich auch durch die in Abschnitt 3.1.2 gezeigte steigende Härte mit abnehmendem Alpha-Anteil vereinbaren. Die Alphakörper in (b) sind deutlich größer als die feinen Martensit-Platten der Matrix und tragen so negativ zur Verfestigung durch Erhöhung der Grenzflächendichte bei.

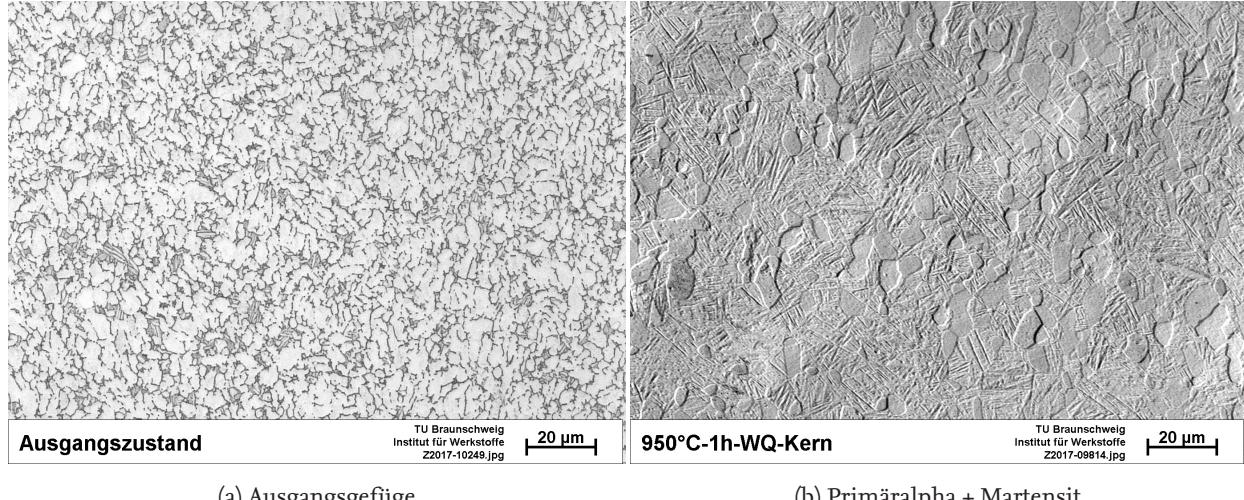


Abbildung 4.1: Vergleich zwischen Ausgangsgefüge und Primäralpha + Martensit

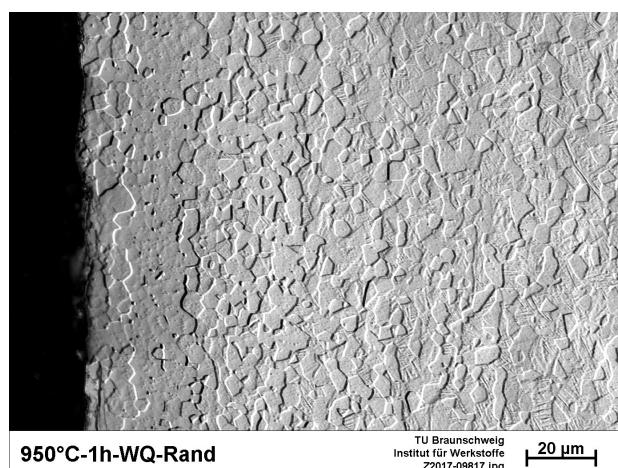


Abbildung 4.2: Alpha-Case am Rand der Probe

Abbildung 4.3 zeigt einen Graphen der Härteprüfung der bei 950°C und einer Stunde geglühten Probe. Auffällig erscheinen hier die nach unten abfallenden Messergebnisse des ersten und fünften Messeindrucks. Vermuten ließe sich hier ein Messfehler. Es sei aber angeführt, dass es sich dabei um Messabweichungen von ca. 10 HV<sub>10</sub> handelt. Die, wie in Abschnitt 2.2.4 gesagt, im Rahmen der Messungenauigkeit von 3% liegen. Des Weiteren erfolgt im Alpha-Case der Randschichten eine Aufhärtung des Werkstoffes durch die Diffusion von Sauerstoff, was zu einer Messabweichung nach oben führen müsste. Gleichzeitig ist durch die geringe Tiefe von einigen Mikrometern (vgl. Abb. 4.2) ein unbemerkt Prüfeindruck im Alpha-Case äußerst unwahrscheinlich.

#### 4.1.1 Abnahme der Zugfestigkeit des Vollmartensites gegenüber dem $\alpha - \alpha'$ -Gefüge

In Kapitel 3.1.2 wurde herausgestellt, dass die ermittelte Härte mit sinkendem Primär-Alpha-Anteil steigt. In Kapitel 4.1 wurde dann der Zusammenhang der höheren Grenzflächendichte für das Auf-

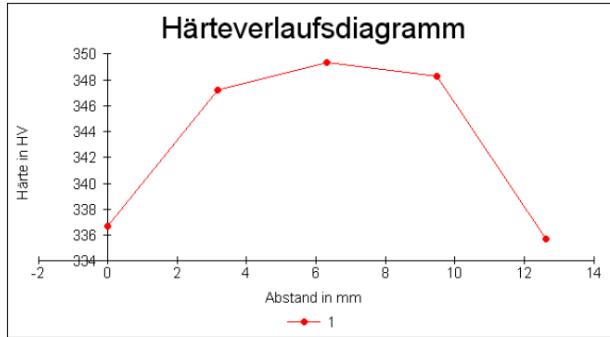


Abbildung 4.3: Härteverlaufsdiagramm der Härteprüfung von der bei 950°C gegläuteten Probe

| Probe        | 950°C-WQ | 970°C-WQ | 1050°C-10min-WQ | 1050°C-30min-WQ |
|--------------|----------|----------|-----------------|-----------------|
| Härte [HV10] | 343      | 357      | 346             | 342             |

Tabelle 4.1: Mittelwerte der Härte für verschiedene Proben

kommen höherer Härtewerte gegenüber dem Ausgangsgefüge behandelt. Demnach sind die in der Martensit-Matrix fein verteilten Martensit-Platten für die höhere Härte verantwortlich. Die noch Vorhandenen Alphakörper jedoch kontraproduktiv. Die Ergebnisse der Härteprüfung für ein voll-martensitisches Gefüge [in Kapitel?] zeigen jedoch eine Abnahme der Härte auf 346 HV10 gegenüber dem Alpha-Alpha'-Gefüge durch Glühen bei 970°C und Wasserabschrecken. Gleichzeitig liegt die Härte auf dem Niveau der bei 950°C gegläuteten und wasserabgeschreckten Probe. Einen Überblick gibt Tabelle 4.1.

Hintergrund ist, dass auch die Länge der Martensit-Platten eine Rolle bei der Verfestigung spielt. Die Rissausbreitung erfolgt entlang einer geraden Korngrenze relativ ungehindert. Dagegen benötigt ein Richtungswechsel viel Energie, was der Rissausbreitung hinderlich ist. Es liegen also zwei gegenteilige Mechanismen vor, dessen Zusammenspiel gerade die Festigkeit der hier betrachteten Gefüge ausmacht. Der positive Effekt des maximalen Martensitanteils im rein martensitischen Gefüge wird gerade durch die langen Martensit-Platten vermindert. Ähnlich sieht es im der  $\alpha - \alpha'$ -Aushärtung bei 950°C aus, hier ist der Martensit feiner verteilt und die Länge der Martensit-Platten idealer, dem entgegenstehen große Alpha-Körner. In beiden Fällen wird der, die Härte erhöhende, Mechanismus durch den Gegenteiligen verringert. Das passiert in beiden Fällen im gleichen Maße, sodass eine ähnliche Härte erreicht wird. Die  $\alpha - \alpha'$ -Aushärtung bei 970°C scheint mit Blick auf die Messergebnisse eine bessere Abwägung der beiden Effekte zu erreichen.

Abbildung 4.4 zeigt links eine oberhalb Beta-Transus lösungsgeglühte und abgeschreckte Probe. Im Vergleich zur rechten Abbildung ist die deutlich gröbere Martensit-Matrix zu erkennen. Für die Feinheit des Martensit ist die Dauer und Temperatur des Lösungsglühens ausschlaggebend. Die Länge der Martensit-Platten ist maximal die Länge eines ehemaligen Beta-Korns. Beim Lösungsglühen oberhalb von Beta-Transus ergibt sich nun folgende Schwierigkeit. Einerseits wird eine Temperatur oberhalb von Beta-Transus und ausreichend Zeit benötigt, um das gesamte Gefüge in die Beta-Phase umzuwandeln. Andererseits dürfen Temperatur und Haltezeit nicht zu hoch gewählt werden um das Wachstum der Beta-Körner zu minimieren. Die Temperatur hat einen größeren Einfluss auf die Diffusionsvorgänge und damit das Wachstum der Beta-Körner. [Mk2] Daher

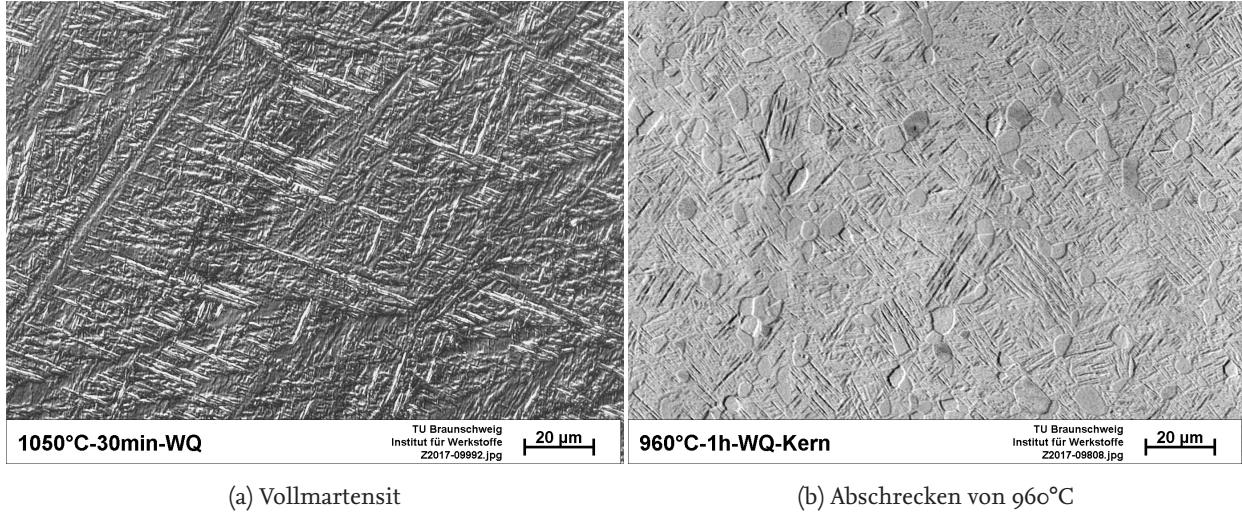


Abbildung 4.4: Vollmartensit neben Primäralpha + Martensit Gefüge

ist eine genaue Kenntnis der Beta-Transus-Temperatur des vorliegenden Materials für das Einstellen möglichst kleiner Beta-Körner notwendig. Im Verlauf dieser Arbeit konnte die genaue Beta-Transus-Temperatur des Materials nicht bestimmt werden, weshalb für die rein martensitischen Proben Beta-Transus mit 1000°C angenommen wurde. Ein Lösungsglühen bei 50°C oberhalb Beta-Transus sollte die vollständige Umwandlung der Alpha-Phase bewirken. Vermuten lässt sich, dass die tatsächliche Beta-Transus-Temperatur unterhalb von 1000°C liegt. Eine Wärmebehandlung bei geringerer Temperatur als 1050°C wäre folglich ausreichend gewesen das Phasengemisch in Beta-Phase umzuwandeln. Daraus hätte demnach ein feiner verteilter Martensit erzeugt werden können.

## 4.2 Alterung des Martensits

In der in Abschnitt 3.1 behandelten Wärmebehandlung ging es um einen Zerfall des Martensits. Dieser sollte in möglichst kleine Bereiche von Alpha- und Beta-Phase zerfallen. Nur so kann die Grenzflächendichte gegenüber dem Martensit erhöht werden. Der kritische Faktor war hierbei, inwiefern der Martensit zerfällt, während die Vergrößerung als festigkeitsverringender Prozess parallel läuft. Ziel war es, diese konkurrierenden Prozesse so zu steuern, dass ein maximaler Festigkeitsgewinn entsteht.

Ausgehend von den Ergebnissen der ersten Wärmebehandlung wurde festgestellt, dass ein niedriger Primäralpha-Anteil für eine Festigkeitssteigerung sorgt. Es würde also Sinn ergeben, mit dem mit den geringsten Alpha-Anteil enthaltenen Gefüge die Alterung durchzuführen. Wie bereits erwähnt entscheidet jedoch die Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen in der Martensit-Phase über einen festigkeitssteigernden Zerfall. In dem Gefüge mit wenig Primäralpha ist die Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen auf Grund des großen Volummenanteils der Beta-Phase geringer als in Gefügen mit viel Primär-Alpha. Dies lässt darauf schließen, dass eine Auslagerung von Proben mit einer geringeren Glühtemperatur zu einer größeren Festigkeitssteigerung führt. Die Ergebnisse der Härteprüfungen zeigen genau den Fall. Proben mit einer Glühtemperatur von 970°C haben keine Festigkeitssteigerung erfahren, während die Proben mit einer Glühtemperatur von 950°C deutliche Festigkeitssteigerungen zeigen. So wird die am Anfang aufgestellte These

bestätigt, dass für höhere Konzentrationen an Beta stabilisierenden Elementen eine Festigkeitssteigerung bei einer Alterung resultiert.

Werden die Gefügebilder betrachtet, lässt sich das Ergebnis erklären. Für die Glühtemperaturen sind unterschiedliche Gefüge entstanden. Bei der Auslagerung von einer Glühtemperatur von 970°C zeigt sich ein Zerfall des Martensits. Die ehemaligen Nadeln sind an vielen Stellen unterbrochen und es hat sich sekundäre Alpha- und Beta-Phase gebildet. Dieser Effekt ist bei der Haltezeit von acht Stunden noch stärker ausgebildet. Es ist allerdings auch zu beobachten, dass noch einige Nadeln unverändert vorliegen. Dies spricht für eine zu niedrige Haltezeit, da die Nadeln bei steigender Haltezeit eher zerfallen als bei einer kürzeren. Bei längeren Haltezeiten ist aber auch der konkurrierende Prozess stärker ausgeprägt. Bereits nach acht Stunden ist eine starke Vergrößerung der Platten zu erkennen. Eine noch längere Haltezeit würde zu einem noch größeren Wachstum dieser Platten führen, sodass sich die Grenzflächendichte verringert und so die Festigkeit abnimmt. Eine Festigkeitssteigerung durch den Zerfall des verbleibenden Martensits ist also unwahrscheinlich, da die Vergrößerung als Nebenprozess vorliegt. So ist auch die nicht vorhandene Festigkeitssteigerung zu erkären. Der Zerfall des Martensits liegt zwar vor und führt zu einer größeren Grenzflächendichte. Aber gleichzeitig resultiert durch die Vergrößerung eine Abnahme der Grenzflächendichte. Es lässt sich also schließen, dass die beiden Prozesse aufgrund der konstanten Härtewerte in gleichen Maßen aufgetreten sind.

Bei der Auslagerung von einer Glühtemperatur von 950°C zeigt sich ein anderes Ergebnis. Die Härteprüfungen zeigen, dass aufgrund der Auslagerung eine Härtesteigerung von circa 3% resultiert ist. Bei einer Analyse der Gefügebilder dieser Proben werden die Unterschiede gegenüber den Proben mit einer Glühtemperatur von 970°C sichtbar. Bei einem Vergleich der Gefügebilder bei gleicher Haltezeit fällt auf, dass die Nadeln bei der niedrigeren Glühtemperatur einen höheren Teilungsgrad besitzen. Außerdem sind die Nadeln nicht so grob geworden, wie die der hohen Temperatur. Die Aufteilung der Nadeln in kleine Bereiche erklärt die Festigkeitssteigerung der ausgelagerten Proben. Die Grenzflächendichte wird dadurch stark erhöht und so ist eine Ausbreitung der Versetzungen nur mit einem großen Energieaufwand möglich.

Allerdings ist auch bei der niedrigeren Temperatur das Martensit-Gefüge noch deutlich zu erkennen. Bei einer Haltezeit von 24 Stunden ist der Martensit jedoch vollständig zerfallen. Die entstandene Beta-Phase ist in den Gefügebildern als helle Bereiche zu erkennen. Innerhalb der entstandenen Beta-Phase hat sich auch Alpha-Phase gebildet. Diese ist durch die dunklen Bereiche zu erkennen. Die Martensitnadeln haben sich also so geteilt, dass die entstandenen Phasen immer abwechselnd vorliegen. So entsteht im Verhältnis zum nicht ausgelagerten Gefüge ein Gefüge mit mehr Grenzflächen, was zu der Festigkeitszunahme führt.

Der Martensit ist wegen der Instabilität der Phase zerfallen. Je mehr Beta stabilisierende Elemente der Martensit enthält, desto eher zerfällt dieser nach Alpha- und Beta-Phase. Dadurch ist auch der Zerfall bei der niedrigeren Glühtemperatur stärker ausgeprägt als der der hohen Temperaturen. Der konkurrierende Prozess ist bei beiden Ausgangstemperaturen aufgetreten. Die Vergrößerung hatte jedoch weniger Einfluss auf die Probe mit einer Glühtemperatur von 950°C, da diese den höheren Teilungsgrad der Nadeln besitzt. Ein Wachstum dieser Bereiche würde zwar zu einer Festigkeitsabnahme führen, hat jedoch nicht so einen negativen Einfluss wie eine Verbreiterung der noch vorhandenen Martensitnadeln bei einer von einer Glühtemperatur von 970°C ausgehenden Alterung.

Abschließend ist die Wärmebehandlung so gelaufen wie erwartet. Das Martensit ist unabhängig von dessen Primäralpha-Anteil zerfallen. Aufgrund der niedrigen Konzentration an Beta stabilisierenden Elementen hat jedoch der Zerfall des Martensits bei einem Glühvorgang von 970°C keine festigkeitssteigernde Wirkung. Dies liegt an dem konkurrierenden Prozess, der zu einer Festigkeitsabnahme führt. Die Probe mit einer Glühtemperatur von 950°C konnte hingegen eine deutliche Steigerung der Festigkeit aufweisen. Hier ist das Verhältnis der Bildung von sekundärer Alpha- und Beta-Phase gegenüber der Vergrößerung so, dass die Bildung der stabilen Phasen überwiegt und so die Festigkeit gesteigert werden kann.

Die Ergebnisse des Zugversuchs zeigen hervorragende mechanische Eigenschaften. Die Steigerung der Festigkeit wurde bereits erläutert. Die hohe Bruchdehnung ergibt sich aus der Duktilität der Probe. Diese ist aufgrund des Zerfalls des Martensits entstanden. Aus langen Nadeln haben sich kleine Bereiche an Alpha- und Beta-Phase gebildet. Die sind deutlich duktiler als die vorher vorhandene Martensit-Phase.

# Literaturverzeichnis

- [1] Bijish Babu. Physically based model for plasticity and creep of ti-6al-4v. Technical report, Luleå University of TechnologyDepartment of Applied Physics and Mechanical Engineering Division of Material Mechanics, 2008.
- [2] R. Boyer, E.W. Collings, and G. Welsch. *Materials Properties Handbook: Titanium Alloys*. ASM International, 2007.
- [3] Werkstoffdesign TU Cottbus. Titan und titanlegierungen. Technical report, TU Cottbus, 2012.
- [4] Prof. Dr. Willhelm Domke. *Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung*. Cornelsen, 1986.
- [5] Roger Gilbert. Heat treating of titanium and titanium alloys. Technical report, Teledyne Allvac, 1990.
- [6] Roger Gilbert and C. Richard Shannon. Heat treating of titanium and titanium alloys. Technical report, Teledyne Allvac, 2004.
- [7] Dong-Geun Lee and Sunghak Lee. Effects of nano-sized  $\alpha_2$ (Ti<sub>3</sub>Al) particles on quasi-static and dynamic deformation behavior of ti-6al-4v alloy with bimodal microstructure. Technical report, Center for Advanced Aerospace Materials, 2005.
- [8] G. Lütjering and J.C. Williams. *Titanium*. Springer Verlag, 2007.
- [9] W. Lu, Y. Shi, X. Li, and Y. Lei. Correlation between tensile strength and hardness of electron beam welded tc4-dt joints. Technical report, 2013.
- [10] F. X. Gil MUR, D. Rodriguez, and J. A. Planell. Influence of tempering temperature und time on the  $\alpha'$ -ti-6al-4v martensite. Technical report, Dept. Ciència dels Materials i Enginyeria Metalúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya, 1995.
- [11] M. Peters and C. Leyens. *Titan und Titanlegierungen*. WILEY VCH Verlag GmbH, 2002.
- [12] R. Sahoo, B. B. Jha, and T. K. Sahoo. Effect of primary alpha phase variation on mechanical behaviour of ti-6al-4v. Technical report, 2015.
- [13] S.L. Semiatin, S.L. Knisley, P.N. Fagin, F.Zhang, and D.R. Barker. Microstructure evolution during alpha-beta heat treatment of ti-6al-4v. Technical report, 2003.
- [14] J. Sieniawski, W. Ziaja, K. Kubiak, and M. Motyka. Microstructure and mechanical properties of high strength two-phase titanium alloys. Technical report, 2013.
- [15] P. Tarin, F. X. Gil Mur, M. P. Ginebra, J. M. Manero, J. M. Prado, M. Solé, and J. A. Planell. Structural transformations in ti-6al-4v alloy. Technical report, Dept. Ciència dels Materials i Enginyeria Metalúrgica, Universitat Politècnica de Catalunya, 1995.

- [16] Jürgen Thomas and Thomas Gemming. *Analytische Transmissionselektronenmikroskopie*. Springer Verlag, 2013.
- [17] B.D. Venkatesh, D.L. Chen, and S.D. Bhole. Effect of heat treatment on mechanical properties of ti-6al-4v eli alloy. Technical report, Department of Mechanical and Industrial Engineering, Ryerson University, 2008.
- [18] Ulrich Welsch and Maria Mulisch. *Romeis - Mikroskopische Technik*. Springer Spektrum, 2015.
- [19] Ulrich Zwicker. *Titan und Titanlegierungen*. Springer Verlag, 1974.

# Abbildungsverzeichnis

|      |  |    |
|------|--|----|
| 1.1  | lamellares Gefüge . . . . .  | 7  |
| 1.2  | Vollmartensitisches Gefüge . . . . .   | 8  |
| 1.3  | Globulares Gefüge . . . . .  | 9  |
| 1.4  | Bi-Modal-Gefüge . . . . .  | 9  |
| 1.5  | Neutrale Legierungselemente . . . . .  | 10 |
| 1.6  | Alpha stabilisierende Legierungselemente . . . . .                                 | 11 |
| 1.7  | Beta eutektoide und isomorphe Legierungselemente . . . . .                         | 11 |
| 1.8  | Titan Aluminium Phasendiagramm . . . . .   | 13 |
| 2.1  | Phasendiagramm . . . . .   | 17 |
| 2.2  | Raster für das Auszählverfahren . . . . .  | 20 |
| 2.3  | Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops . . . . .                                  | 21 |
| 2.4  | Röntgenspektrum . . . . .  | 23 |
| 3.1  | Ausgangsgefüge, Alpha- und transformierte Beta-Phase . . . . .                     | 26 |
| 3.2  | Gefüge unterschiedlicher Glühtemperaturen . . . . .                                | 26 |
| 3.3  | EDX Analyse der Phasen . . . . .   | 27 |
| 3.4  | Röntgenspektrum Ti 6Al 4V . . . . .  | 28 |
| 3.5  | Härte-Haltezeit Diagramm . . . . .   | 29 |
| 3.6  | Gefüge zweier Martensit-Auslagerungen . . . . .                                    | 29 |
| 3.7  | Korngrößenbestimmung der ehemaligen Betakörner im Martensit . . . . .              | 30 |
| 3.8  | Auslagerung des Vollmartensits . . . . .   | 31 |
| 3.9  | REM Bilder abschrecken von 950°C und 970°C . . . . .                               | 32 |
| 3.10 | Gefüge der gealterten Proben Glühen bei 970°C . . . . .                            | 33 |
| 3.11 | Auslagerung der Glühtemperatur 950°C bei 2 und 8 Stunden . . . . .                 | 34 |
| 3.12 | Gefüge ohne Auslagern . . . . .  | 34 |
| 3.13 | Gefüge mit einer Glühtemperatur von 970°C und unterschiedlichen Alterungszeiten    | 36 |
| 3.14 | Gefüge mit einer Glühtemperatur von 950°C und unterschiedlichen Alterungszeiten    | 36 |
| 3.15 | Gefüge bei 950°C bei 16h und 24h Auslagerung . . . . .                             | 37 |
| 3.16 | REM Aufnahme: 950°C und 24 Stunden Alterung . . . . .                              | 38 |
| 3.17 | Ergebnisse der Zugprüfungen . . . . .  | 39 |
| 3.18 | Spannungs-Dehnungskurven der Zugversuche . . . . .                                 | 40 |
| 4.1  | Vergleich zwischen Ausgangsgefüge und Primäralpha + Martensit . . . . .            | 42 |
| 4.2  | Alpha-Case am Rand der Probe . . . . .   | 42 |
| 4.3  | Härteverlaufsdiagramm der Härteprüfung von der bei 950°C geglühten Probe . . . . . | 43 |
| 4.4  | Vollmartensit neben Primäralpha + Martensit Gefüge . . . . .                       | 44 |

# Tabellenverzeichnis

|     |   |    |
|-----|---|----|
| 1.1 | Zusätzliche Legierungselemente einer Ti-64 Legierung nach DIN EN ISO 5832 . . . . . | 13 |
| 1.2 | Werkstoffkennwerte für verscheide Gefüge . . . . .                                  | 14 |
| 2.1 | Schleifdauer der einzelnen Schleifstufen . . . . .                                  | 19 |
| 3.1 | Primäralphaanteil in Abhängigkeit der Glühtemperatur . . . . .                      | 26 |
| 3.2 | Härte in Abhängigkeit der Glühtemperatur . . . . .                                  | 27 |
| 3.3 | EDX Analyse, Aluminium und Vanadium Anteile in Gewichtsprozent . . . . .            | 28 |
| 3.4 | Härtewerte ohne Auslagerung . . . . .   | 33 |
| 3.5 | Härteprüfung 970°C Glühen und Auslagern . . . . .                                   | 35 |
| 3.6 | Härteprüfung 950°C Glühen und Auslagern . . . . .                                   | 35 |
| 3.7 | Härtewerte für eine Haltezeiten von 16 und 24 Stunden . . . . .                     | 38 |
| 4.1 | Mittelwerte der Härte für verschiedene Proben . . . . .                             | 43 |