

Herstellung und Eigenschaften Al-reicher TiAl Legierungen

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

**Doktoringenieur
(Dr.-Ing.)**

von Dipl.-Ing. Daniel Sturm
geb. am 16.02.1978 in Magdeburg
genehmigt durch die Fakultät Maschinenbau
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

Gutachter: Prof. Dr. Joachim H. Schneibel
Prof. Dr. Martin Heilmaier

Promotionskolloquium am 27. 08.2010

Kurzfassung

Al-reiche TiAl Legierungen weisen im Vergleich zu Ti-reichen γ -TiAl basierten Legierungen eine um etwa 20 % geringere Dichte auf und besitzen aufgrund der höheren Al-Konzentration eine bessere Oxidationsbeständigkeit. Mittels Schleudergussverfahren wurde polykristallines Material der binären Legierungen $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ sowie der ternären Legierung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ hergestellt. Außerdem wurden einzelne gerichtet erstarrte einkristalline Proben erzeugt. Die Legierungen wurden im Gusszustand (bestehend aus γ -TiAl mit unterschiedlichen Anteilen der metastabilen Phasen Al_5Ti_3 und $h\text{-Al}_2\text{Ti}$) und nach einer Wärmebehandlung bei 900 °C bis zu 200 h, welche eine (thermodynamisch stabile) lamellare γ -TiAl + $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Mikrostruktur generiert, untersucht. Zur mikrostrukturellen Charakterisierung wurden lichtmikroskopische, raster- und transmissions-elektronenmikroskopische Analysen und Röntgendiffraktometrie durchgeführt. Das Hochtemperaturkriechverhalten der Legierungen wurde mit Hilfe von Druckkriechversuchen mit konstanter wahrer Spannung im Temperaturbereich von 900 bis 1050 °C an Luft untersucht. Außerdem konnten Spannungen und Dehnungen im Fall des stationären Kriechens auch unter Dreipunktbiegebeanspruchung numerisch und analytisch berechnet werden. Die Bruchzähigkeit wurde mittels Eindringbruchmechanik und Dreipunktbiegeversuchen an gekerbten Proben ermittelt.

Abstract

Compared to Ti-rich γ -TiAl-based alloys Al-rich TiAl alloys offer an additional reduction of 20% in density and a better oxidation resistance which are both due to the increased Al content. Polycrystalline material of two binary alloys, namely $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ and $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ and a ternary $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ alloy was manufactured by centrifugal casting. Selected single-crystal samples were also produced by directional solidification. The alloys were investigated in the cast condition (containing various amounts of the metastable phases Al_5Ti_3 and $h\text{-Al}_2\text{Ti}$) and after annealing at 950 °C for 200 h which produced (thermodynamically stable) lamellar γ -TiAl + $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ microstructures. Microstructure characterization was carried out employing light-optical, scanning and transmission electron microscopy, and XRD analyses. The high temperature creep strength was assessed with compression tests at constant true stress in the temperature range from 900 to 1050 °C in air. In addition a numerical and analytical calculation of steady state stresses and strains in three point bending creep tests is presented. The fracture toughness was investigated using Vickers indentation tests and notched three point bending test.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	14
2.	Stand der Forschung	15
3.	Phasendiagramm und Legierungszusammensetzung	19
4.	Herstellung des Ausgangsmaterials	23
4.1	Herstellung des polykristallinen Materials mittels Schleudergussverfahren	23
4.2	Wärmebehandlung des gegossenen Materials	24
4.3	Gerichtete Erstarrung mittels Bridgman Verfahren	24
4.4	Gerichtete Erstarrung mittels Zonenschmelzen	25
5.	Experimentelles	29
5.1	Mikrostrukturelle Untersuchungsmethoden	29
5.1.1	Röntgendiffraktometrie (XRD)	29
5.1.2	Lichtmikroskopische Untersuchungen	30
5.1.3	Rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen	31
5.1.4	Rasterionenmikroskopische (FIB) Untersuchungen	31
5.1.5	Transmissionselektronische (TEM) Untersuchungen	32
5.1.6	Chemische Analysemethoden	32
5.2	Werkstoffmechanische Charakterisierung	32
5.2.1	Biegeversuche	33

5.2.2	Druckkriechversuche	33
5.2.3	Bruchzähigkeitsuntersuchungen	33
5.2.4	Härtemessung	36
5.3	Oxidationsuntersuchungen	37
6.	Ergebnisse und Diskussion	38
6.1	Chemische Analysen des Ausgangsmaterials	38
6.2	Mikrostrukturelle Untersuchungen an polykristallinem Probenmaterial	39
6.2.1	Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$	39
6.2.2	Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$	43
6.2.3	Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$	47
6.3	Mikrostrukturelle Untersuchungen an einkristallinem Probenmaterial	48
6.3.1	Einkristallines Probenmaterial aus Bridgman Verfahren	49
6.3.2	Einkristallines Probenmaterial aus Zonenschmelzen	49
6.4	Ergebnisse der werkstoffmechanischen Untersuchungen	56
6.4.1	Biegefestigkeit und Spröd-Duktil-Übergangstemperatur	56
6.4.2	Kriechverhalten des polykristallinen Probenmaterials	59
6.4.3	Hochtemperaturverhalten des einkristallinen Probenmaterials	71
6.4.4	Bruchzähigkeitsuntersuchungen	79
6.5	Berechnung der Kriechspannung im Dreipunktbiegeversuch	86
6.5.1	Analytische Berechnung der Kriechspannung im	86

	Dreipunktbiegeversuch	
6.5.2	Modell zur Numerischen Berechnungen im Dreipunktbiegeversuch	92
6.5.3	Ergebnisse und Diskussion	93
6.6	Oxidationsverhalten	97
7.	Zusammenfassung	103
8.	Anhang	105
8.1	Kristallstrukturen im Ti-Al Phasendiagramm	105
8.2	Kriechverhalten des polykristallinen Probenmaterials	105
8.3	Oxidationsverhalten	109
	Literatur	110

Liste der verwendeten Symbole

Lateinische Symbole

a	Risslänge oder halber Auflagerabstand
a_0	Gitterkonstante
A	Kriechexponent
A_B	Querschnittsfläche
b	Probenbreite oder Burgersvektor
c	halbe Risslänge (Eindringbruchmechanik)
c_0	Gitterkonstante
D	Diffusionskoeffizient
E	Elastizitätsmodul
F	Kraft
F_{max}	Maximalkraft
F_Q	kritische Kraft
G	Schubmodul
h	Probenhöhe
HV	Vickershärte
I_n	Widerstandsmoment beim Kriechen
k	Zunderkonstante
k_B	Boltzmann-Konstante
K_I	Spannungsintensitätsfaktor
K_{Ic}	geometrieunabhängige Bruchzähigkeit
K_Q	experimentell bestimmte Bruchzähigkeit
L, l	Länge
M	Biegemoment
n	Anzahl oder Spannungsexponent
N_A	Avogadrokonstante
Q	Energie
s	Auflagerabstand im Dreipunktbiegeversuch
R	Rissausbreitungswiderstand oder Gaskonstante
t	Zeit
T	Temperatur
W	Widerstandsmoment
\dot{W}	Durchbiebungsgeschwindigkeit
x, y, z	Koordinaten

Griechische Symbole

α	Winkel oder Faktor
ε	Dehnung
$\dot{\varepsilon}$	Dehnrage
λ	Wellenlänge der monochromatischen Röntgenstrahlung oder Winkel
σ	Spannung
σ_B	Biegespannung
θ	Glanzwinkel
τ	Schubspannung
τ_{krit}	kritische Schubspannung
$\dot{\chi}$	Krümmungsänderung

Abbildungsverzeichnis

2.1	Ti-Al Phasendiagramm.	15
2.2	Schematische Darstellung eines gerichtet erstarrten TiAl Ingots.	17
3.1	Ausschnitt der Al-reichen Seite des TiAl Phasendiagramms.	19
3.2	(a) $L1_0$ Kristallstruktur von γ -TiAl sowie die Überstrukturen (b) Al_5Ti_3 , (c) h - Al_2Ti und (d) r - Al_2Ti .	20
3.3	Ternäres Al-Ti-Nb Zustandsdiagramm im isothermen Schnitt bei 1000 °C.	21
4.1	KIT-Schleudergussanlage, Wheelcaster mit Niob-Kokille (a); Röntgenbild zeigt Porosität im Abguss (b).	23
4.2	Schematische Darstellung eines Bridgman Ofens	25
4.3	(a) Schematische Darstellung des optischen Strahlengangs der Kristallzucht-Apparaturen URN-2-ZM und SFZ. (b) Prinzip des Zonenschmelzverfahrens.	26
4.4	(a) Foto und (b) Skizze der russischen Zonenschmelzapparatur URN-2-ZM mit optischer Heizung. (c) Skizze der Kristallzuchtkammer.	27

4.5	(a) Foto und (b) Skizze der Zonenschmelzapparatur SFZ (Entwicklung der IFW- Abteilung Forschungstechnik) mit optischer Heizung.	28
5.1	(a) Schematische Darstellung der Röntgenbeugung an verschiedenen Atomlagen eines Kristalls; (b) Bragg-Brentano-Anordnung für röntgendiffraktometrische Untersuchungen	29
6.1	Lichtmikroskopaufnahmen von $Al_{60}Ti_{40}$ im Gusszustand.	39
6.2	Röntgendiagramm von $Al_{60}Ti_{40}$ im Gusszustand.	39
6.3	(a) Elektronenbeugungsbild von $Al_{60}Ti_{40}$ CC. Zonenachse $[001]$, (b) Dunkelfeldabbildung mit $(111)_{Al_5Ti_3}$. Al_5Ti_3 -Domänen hell in γ -TiAl. Zonenachse ist $[1\bar{1}0]$ und (c) Fouriergefilterte Netzebenenabbildung von $Al_{60}Ti_{40}$ CC.	40
6.4	Hellfeldbild mit zwei Korngrenzen (a) und Elementarverteilungsbild von Titan (L-Kante) (b), Aluminium (L-Kante) (c) und Sauerstoff (K-Kante) (d).	41
6.5	$Al_{60}Ti_{40}$ nach einer Wärmebehandlung bei $950\text{ }^\circ\text{C}$ über 200 h mit (a) anschließendem Abschrecken in Wasser und (b) Ofenabkühlung.	41
6.6	Röntgendiagramm von $Al_{60}Ti_{40}$ nach einer Wärmebehandlung bei $950\text{ }^\circ\text{C}$ über 200 h mit anschließendem Abschrecken in Wasser (WBH1) und Ofenabkühlung (WBH2).	42
6.7	Lichtmikroskopaufnahme von $Al_{62}Ti_{38}$ im (a) Gusszustand und (b) nach einer Wärmebehandlung bei $950\text{ }^\circ\text{C}$ über 50 h mit anschließendem Abschrecken in Wasser.	43
6.8	Röntgendiagramm von $Al_{62}Ti_{38}$ im Gusszustand.	43
6.9	Mikrostruktur von $Al_{62}Ti_{38}$ CC in $[001]$. (a) Dunkelfeldbild mit (310) h- Al_2Ti (II), (b) SAED; (c) Dunkelfeldbild mit Reflex, (310) h- Al_2Ti (I).	44
6.10	(a) Hellfeld, (b) Elektronenbeugungsbild. Zonenachse $[0\bar{1}0]$ γ -TiAl und h- Al_2Ti , $[1\bar{1}0]$ Al_5Ti_3 . (c) Dunkelfeldbild.	45

6.11	Dunkelfeldbild mit eingesetzten Elementverteilungskarten aus Image EELS-Serien. (a) Aluminiumverteilung (K-Kante), (b) Titanverteilung ($L_{2,3}$ -Kante).	45
6.12	Röntgendiagramm von $Al_{62}Ti_{38}$ wärmebehandelt bei 950 °C für 50 h und Abschrecken in Wasser (WBH).	46
6.13	Lichtmikroskopaufnahme von $Al_{62}Ti_{36}Nb_2$ im Gusszustand (a) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C über 50 h mit anschließendem Abschrecken in Wasser (b).	47
6.14	Röntgendiagramm von $Al_{62}Ti_{36}Nb_2$ im Gusszustand.	47
6.15	Röntgendiagramm von $Al_{62}Ti_{36}Nb_2$ wärmebehandelt.	48
6.16	Längsschnitt einer im Bridgman Ofen erstarrten Probe.	49
6.17	Im Laserzonenschmelzverfahren gezogene $Al_{60}Ti_{40}$ -Probe.	50
6.18	gerichtete lamellare γ -TiAl + r- Al_2Ti Mikrostruktur eines $Al_{59,4}Ti_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls.	51
6.19	(a) Bestimmung der Orientierung des $Al_{59,4}Ti_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls EK2 mittels EBSD, (b) (001) Polfigur und (c) Kristallorientierung.	52
6.20	„gerichtete“ γ -TiAl + r- Al_2Ti Mikrostruktur eines $Al_{58,2}Ti_{41,8}$ (HKZ 445) Einkristalls.	53
6.21	(a) Bestimmung der Orientierung des $Al_{58,2}Ti_{41,8}$ (HKZ 445) Einkristalls mittels EBSD, (b) (111) Polfigur und (c) Kristallorientierung.	54
6.22	(a) „Azteken“ γ -TiAl + Al_2Ti Mikrostruktur des $Al_{62}Ti_{36}Nb_2$ (SFZ 81) Einkristalls, (b) Bestimmung der Kristallorientierung mittels EBSD.	55
6.23	Temperaturabhängigkeit der Biegefestigkeit (a) und plastischer Dehnung (b) von $Al_{60}Ti_{40}$ im Gusszustand mit Prüfgeschwindigkeit 0,01 mm/min (volle Symbole) und 0,1 mm/min (offenes Symbol).	57

6.24	Vergleich der Temperaturabhängigkeit der Biegefestigkeit (a) und plastischer Dehnung (b) von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im Gusszustand.	58
6.25	Druckkriechkurve von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC bei 900 °C zeigt stationäres Kriechverhalten bei unterschiedlichen Laststufen.	58
6.26	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im gegossenen Zustand (CC) bei Versuchstemperaturen von 900 und 1050 °C.	60
6.27	Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im gegossenen Zustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 200 h und Abschrecken in Wasser (WBH1).	61
6.28	Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im gegossenen Zustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h und Abschrecken in Wasser (WBH).	62
6.29	Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im gegossenen Zustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h und Abschrecken in Wasser (WBH).	63
6.30	Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im gegossenen Zustand (CC) und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC.	64
6.31	Vergleich des Hochtemperaturkriechverhaltens unterschiedlicher TiAl Legierungen bei 900 °C.	65
6.32	Auftragung der temperaturnormierten Kriechrate als Funktion der auf den Schubmodul normierten Spannung.	66
6.33	(a) Hellfeldbild mit Kleinwinkelkorngrenzen (Zellstruktur) von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ nach Kriechverformung bei 1000 °C, $\sigma = 50 \dots 100 \dots 120$ MPa, $\varepsilon = 20$ % und (b) Zweistrahl Dunkelfeldabbildung der Versetzungen in lamellaren Bereichen in $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ nach Kriechverformung bei 1000 °C.	67
6.34	TEM Hellfeldaufnahme mit Kleinwinkelkorngrenzen der verformten Mikrostruktur von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand nach Kriechen bei 1050 °C, $\sigma = 60$ MPa und $\varepsilon = 12$ %.	68

- 6.35 TEM Zweistrahl Hellfeldbild mit Kleinwinkelkorngrenzen und wenigen Versetzungen von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}\text{Nb}_2$ nach Kriechverformung bei $1000\text{ }^\circ\text{C}$, $\sigma = 30\dots50\dots80\text{ MPa}$, $\varepsilon = 20\text{ }%$. 69
- 6.36 Sekundärkriechen im Druck bei $1050\text{ }^\circ\text{C}$ von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC und nach Auslagerung der Legierung über 40 h bei $1050\text{ }^\circ\text{C}$. 70
- 6.37 Druckversuche bei Dehnraten von 10^{-3} bis 10^{-5} s^{-1} von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenausrichtung senkrecht zur Belastungsrichtung bei $1050\text{ }^\circ\text{C}$. 71
- 6.38 Lage eines Gleitsystems innerhalb einer Probe $[90]$ mit Gleitrichtung \underline{m} und Normalenvektor der Gleitebene \underline{n} . 72
- 6.39 Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenorientierung senkrecht zur Belastungsrichtung bei Temperaturen von $800, 900$ und $1050\text{ }^\circ\text{C}$. 73
- 6.40 Stereomikroskopaufnahmen verformter Druckproben des $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls bei (a) $1050\text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon > 10\text{ }%$, (b) und (c) $900\text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon > 16\text{ }%$ und (d) $800\text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon > 8\text{ }%$. 74
- 6.41 FIB Aufnahmen verformter Druckproben des $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls bei Temperaturen von (a) $1050\text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon > 10\text{ }%$, (b) und (c) $900\text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon > 16\text{ }%$ und (d) $800\text{ }^\circ\text{C}$, $\varepsilon > 8\text{ }%$. 75
- 6.42 Abhängigkeit der kritischen Schubspannung von der Lamellenorientierung und der Verformungsgeschwindigkeit (Dehnrage) von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) bei $900\text{ }^\circ\text{C}$. 77
- 6.43 Vergleich des Kriechverhaltens vom $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH1 (Polykristall) mit einkristallinem Material $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenorientierung parallel zur Belastungsrichtung. 78
- 6.44 Temperaturabhängigkeit der Bruchzähigkeit von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$. 80
- 6.45 REM Bilder der Bruchflächen von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ bei RT im Gusszustand (a) und nach einer Wärmebehandlung WBH1 (b) und WBH2 (c). 81
- 6.46 Bruchfläche von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH 1, um 30° gekippt. 81

6.47	Bruchflächen bei 800 °C von Al ₆₀ Ti ₄₀ im (a)Gusszustand, (b) nach WBH 1 sowie (c) nach WBH 2.	82
6.48	Vickershärteeindruck HV20 bei Al ₆₀ Ti ₄₀ im Gusszustand (a) und nach Wärmebehandlung WBH1 (b) und WBH2 (c).	83
6.49	Abhängigkeit der Risslängensumme von der Prüfkraft.	83
6.50	Biegebalken auf zwei Stützen mit Höhe <i>h</i> , Breite <i>b</i> und Länge <i>2a</i> .	87
6.51	freigeschnittener Biegebalken mit resultierenden Kräften und Momenten.	89
6.52	Spannungsverteilung im Dreipunktbiegeversuch von Al ₆₀ Ti ₄₀ CC bei 1000 °C und einer Prüfgeschwindigkeit von 2,461 mm h ⁻¹ , FEM Parameter: <i>E</i> = 139,4 GPa, <i>ν</i> = 0,234, <i>n</i> = 4,2, <i>A</i> = 1,58 10 ⁻⁹ h ⁻¹ MPa ⁻ⁿ .	93
6.53	Dehnungsverteilung im Dreipunktbiegeversuch von Al ₆₀ Ti ₄₀ CC bei 1000 °C und einer Prüfgeschwindigkeit von 2,461 mm h ⁻¹ , FEM Parameter: <i>E</i> = 139,4 GPa, <i>ν</i> = 0,234, <i>n</i> = 4,2, <i>A</i> = 1,58 10 ⁻⁹ h ⁻¹ MPa ⁻ⁿ .	94
6.54	Vergleich der experimentellen Messwerte des Dreipunktbiegeversuchs von Al ₆₀ Ti ₄₀ CC bei 1000 °C mit den mit ABAQUS numerisch berechneten Werten im FEM Modell, (a) Kraft-Zeit-Verlauf, (b) Durchbiegungs-Zeit-Verlauf für Prüfgeschwindigkeit 0,245 mm h ⁻¹ und (c), (d) für 2,461 mm h ⁻¹ .	95
6.55	Zusammenfassung der Ergebnisse für stationäres Kriechen von Al ₆₀ Ti ₄₀ CC bei 1000 °C aus Druckkriechversuchen (volle Symbole) und aus Dreipunktbiegeversuchen (offene Symbole).	96
6.56	Zyklische Oxidationskurven (Ausschnitt bis 50 h) von Al ₆₀ Ti ₄₀ CC und Al ₆₂ Ti ₃₈ CC bei 900 °C.	97
6.57	REM Bilder (BSE Modus) der Oxidationsproben nach 5 h bei 900 °C.	98
6.58	REM Bilder (BSE Modus) der Oxidationsproben nach 200 h bei 900 °C.	99
6.59	Zyklische Oxidationskurven bei 900 °C (Ausschnitt bis 50 h) von Al ₆₀ Ti ₄₀ CC und Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH1.	100

6.60	REM-Bild (BSE Modus) von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH1 nach 200 h bei 900 °C.	100
6.61	Zyklische Oxidationskurven bei 900 °C (Ausschnitt bis 100 h) von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC im Vergleich mit γ -TiAl	101
6.62	REM-Bild (BSE Modus) von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC nach 200 h bei 900 °C.	102
8.1	Die wichtigsten Kristallstrukturen im Ti-Al Phasendiagramm.	105
8.2	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im gegossenen Zustand.	105
8.3	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im wärmebehandelten Zustand (WBH1).	106
8.4	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im gegossenen Zustand.	106
8.5	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im wärmebehandelten Zustand	107
8.6	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im gegossenen Zustand.	107
8.7	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im wärmebehandelten Zustand.	108
8.8	Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im wärmebehandelten Zustand (WBH2).	108
8.9	Zyklische Oxidationskurven bei 900 °C.	109

Tabellenverzeichnis

4.1	Wärmebehandlungsparameter und Kennzeichnung des Legierungszustandes.	24
4.2	Zuchtparameter der Kristalle.	27
6.1	Ergebnisse der chemischen Analyse des Vormaterials.	38
6.2	Berechnete Phasenanteile von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ nach Wärmebehandlung.	42
6.3	Ergebnisse der Dreipunktbiegeversuche.	58

6.4	Scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens für alle Legierungsvarianten.	66
6.5	Gleitsysteme in kfz-Metallen.	72
6.6	Bruchzähigkeit K_{Ic} in Abhängigkeit von der Temperatur.	79
6.7	Rissausbreitungswiderstand R und die kritische Kraft F_K .	84
6.8	Vergleich der Bruchzähigkeiten mittels Eindruckbruchmechanik (K_{Ic}^*) und Dreipunktbiegeversuche(K_{Ic}) bei Raumtemperatur.	84
6.9	Vergleich der mit ABAQUS numerisch berechneten Werte mit der analytischen Lösung aus den experimentellen Messwerten.	95
6.10	Zunderkonstant k ($\text{mg}^2 \text{cm}^{-4} \text{h}^{-1}$) bei Zyklischer Oxidation bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$.	102

1. Einleitung

Mehrphasige Ti-Al Legierungen werden als attraktive Kandidaten für den Einsatz bei hohen Temperaturen betrachtet. Auf der Ti-reichen Seite des γ -TiAl Phasengebietes konnte durch die Erzeugung zweiphasiger lamellarer oder Duplexgefüge aus γ -TiAl und α_2 -Ti₃Al die Raumtemperaturduktilität signifikant erhöht werden. Gleichzeitig wurde eine Steigerung der Kriechfestigkeit erzielt. Aktuelle Ti-Al Legierungsentwicklungen, beispielsweise die Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb von General Electric (GE), werden bereits erfolgreich in Flugturbinen eingesetzt. Ein Nachteil dieser Legierungen liegt aber bei ihrem nicht ausreichenden Oxidationswiderstand, weshalb Titanaluminide derzeit im industriellen Einsatz nur bis maximal etwa 700°C eingesetzt werden.

Al-reiche Ti-Al Legierungen besitzen gegenüber Ti-reichen oder stöchiometrischen γ -TiAl Legierungen eine höhere Oxidationsbeständigkeit, was eine höhere Einsatztemperatur ermöglichen könnte, und weisen eine geringere Dichte auf. Für die Al-reiche Seite des γ -TiAl Phasengebietes sind bisher kaum Untersuchungen zum Einfluss des Gefüges bzw. der Mikrostruktur auf das Verformungsverhalten durchgeführt worden. Es lassen sich jedoch bei einem Al-Gehalt zwischen 55 und 65 at. % in Abhängigkeit von den Herstellungsparametern ebenfalls vollständig lamellare oder Duplexgefüge erzeugen, die in diesem Fall aus γ -TiAl + r -Al₂Ti bestehen. Das Ziel der vorliegenden Arbeit war es, die mechanische Eigenschaften und Mikrostrukturen Al-reicher γ -TiAl basierter Legierungen zu charakterisieren und damit eine Einschätzung hinsichtlich deren Potentials für mögliche Anwendungen zu erlauben.

2. Stand der Forschung

Einphasige γ -TiAl Legierungen zeigen bei Raumtemperatur ein sprödes Bruchverhalten. Auch bei geringen Fremdatomgehalten (< 1000 ma.-ppm) erreichen sie kaum mehr als eine plastische Dehnung von 1 % im Zug [1-4]. Umfangreiche Untersuchungen zur Optimierung der Legierungen durch Variation der Zusammensetzung in Richtung höherer Ti- Gehalte und Variation des Gefüges selbst führten zur Entwicklung zweiphasiger Legierungen, siehe Phasendiagramm in Abbildung 2.1. Diese bestehen aus γ -TiAl (tetragonal, $L1_0$) und α_2 -Ti₃Al (hexagonal, $D0_{19}$ -Struktur) Mischgefügen und verfügen über eine höhere Raumtemperaturduktilität, (elastische) Steifigkeit und Kriechbeständigkeit [3-8].

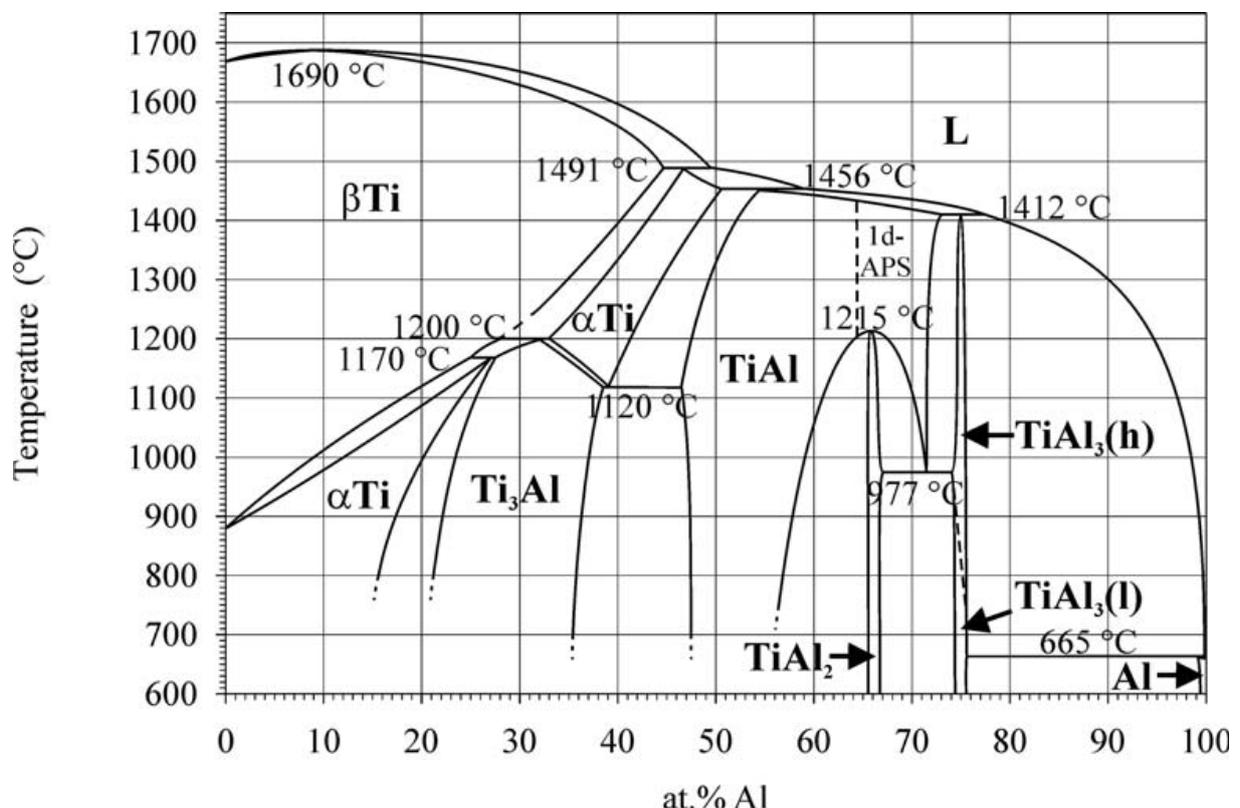


Abbildung 2.1: Ti-Al Phasendiagramm [9]. Die Kristallstrukturen der wichtigsten Phasen sind im Anhang in Abbildung 9.1 schematisch dargestellt.

Die wesentlich sprödere α_2 -Ti₃Al Phase dient hier als Getter für Fremdatome wie Sauerstoff. Das führt zur Minimierung der Fremdatomkonzentration in der γ -TiAl Phase. Infolge dessen kommt es durch Verringerung der Peierlsspannung zu einer erhöhten Mobilität der Versetzungen und aktiviert so auch Zwillingsbildung als möglichen Verformungsmechanismus [5, 10-14]. Das durch die Parameter des Herstellungsverfahrens beeinflussbare Gefüge hat einen wesentlichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung. Durch feine und homogene Duplexstrukturen wird so die höchste Duktilität bei Raumtemperatur erreicht. Ein lamellares Gefüge bewirkt eine geringere Duktilität, dafür

aber eine deutlich verbesserte Bruchzähigkeit und Kriechfestigkeit sowie einen höheren Ermüdungswiderstand [3-8, 15-18]. Durch die Zugabe von Elementen wie Cr, Nb und C ist eine weitere Verbesserung der mechanischen Eigenschaften zweiphasiger γ -TiAl/ α_2 -Ti₃Al Legierungen möglich [5-8, 18]. Die in Abhängigkeit von der Zusammensetzung und dem Gefüge erzeugten Legierungen erreichen eine Bruchdehnung von mehr als 3 % und eine Bruchzähigkeit zwischen 10 und 35 MPa \sqrt{m} bei Raumtemperatur und sind damit prinzipiell als Konstruktionswerkstoff geeignet [6, 7, 17, 19].

Die relativ geringe Kriech- und Oxidationsbeständigkeit muss für den praktischen Einsatz der Legierung bei hohen Temperaturen als problematisch angesehen werden. Spannungs-Dehnungskurven zweiphasiger lamellarer γ -TiAl basierter Legierungen zeigen bei hohen Temperaturen ein ausgeprägtes Festigkeitsmaximum bereits nach geringer plastischer Verformung (im Prozentbereich). Danach fällt die Festigkeit wieder stark ab [20]. Ähnliches wird auch bei Kriechversuchen an zweiphasigen γ -TiAl basierten Legierungen mit lamellarem- oder Duplexgefüge beobachtet. Bereits nach ca. 1 % plastischer Verformung wird eine minimale Kriechrate erreicht und die Verformungsgeschwindigkeit steigt mit steigender Dehnung wieder stark an [20-26]. Nach [26] wird die Kriechrate durch eine Überlagerung von drei elementaren Prozessen bestimmt. Dies sind Gleiten von Versetzungen, mechanische Zwillingsbildung und dynamische Rekristallisation. Als Ursache für die beobachtete Erweichung der vollständig lamellaren Gefüge wird insbesondere die Umwandlung des lamellaren Gefüges in ein globulitisches durch dynamische Rekristallisation angesehen [23, 27-30]. Des Weiteren wird bei hohen Temperaturen eine starke Spannungsabhängigkeit des Spannungsexponenten beobachtet [14, 20, 26-28]. Der Spannungsexponent für Duplexgefüge steigt bei Temperaturen zwischen 650 und 750 °C von etwa 3 bei geringen Spannungen auf ungefähr 8 bei hohen Spannungen [26]. Es ist anzunehmen, dass die Lamellengrenzen die Versetzungsbewegung behindern und damit die Kriechfestigkeit ausmachen. Wenn diese Lamellen sich auflösen, erhöht sich im globularen Fall der Laufweg der Versetzung, was die Verringerung der Kriechfestigkeit und ebenso den Aspekt des Spannungsexponenten erklären könnte.

Die mechanischen Eigenschaften lamellarer Ti-Al Legierungen hängen wesentlich von der Orientierung der Lamellen zur Belastungsrichtung (Spannungsachse) ab. Aber auch deren mikrostrukturellen Parametern wie Korngröße, Breite und Abstand der γ - und α_2 -Lamellen sowie die γ -Domänengröße haben hier Einfluss [18]. Der Orientierungseinfluss der mechanischen Eigenschaften wurde an so genannte PST (engl. „polysynthetic twinning“) Kristalle, die nur aus einem einzigen lamellaren Korn bestehen, und an gerichtet erstarrten TiAl Ingots (Abb. 2.2) untersucht [18, 33].

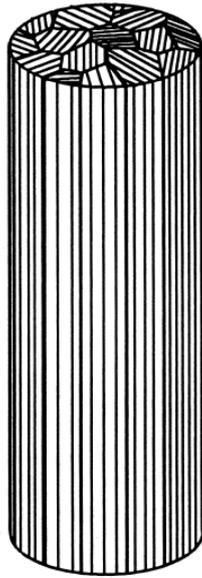


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung eines gerichtet erstarrten TiAl Ingots [18].

Liegen die Lamellen senkrecht zur Spannungsachse, wird die höchste Festigkeit erreicht. Gleichzeitig wird aber auch nahezu keinerlei Duktilität im Zug beobachtet. Sind die Lamellen parallel zur Spannungsachse orientiert, wird zwar eine geringere Festigkeit, dafür aber eine Bruchdehnung von teilweise mehr als 5 % erhalten [19].

Die erfolgreiche Herstellung von Ti-reichen γ -TiAl Legierungen im industriellen Maßstab konnte auf schmelzmetallurgischem als auch auf pulvermetallurgischem Wege bereits demonstriert werden [34]. Eine höhere Oxidationsbeständigkeit könnte durch geeignete Beschichtungen erreicht werden [34]. Allerdings erübrigen sich derartige Maßnahmen, da sich bei den Ti-Al Legierungen auf der Al-reichen Seite des Phasendiagramms bereits intrinsisch eine schützende Al_2O_3 Deckschicht ausbildet. Daher ist insbesondere die Al_3Ti Phase wegen deren geringer Dichte ($3,4 \text{ g/cm}^3$) und guter Oxidationsbeständigkeit systematisch untersucht worden [35]. Bei Raumtemperatur ist die D0_{22} -Struktur dieser Phase absolut spröde. Zwar lässt sich durch Legieren mit ternären Elementen wie Fe, Cr, Mn oder Zn in eine L1_2 -Struktur mit deutlich höherer Anzahl unabhängiger Gleitsysteme überführen [35], die Duktilität dieser so genannten Trialuminide konnte dennoch selbst bei Biegeversuchen nur unwesentlich verbessert werden (bis etwa 0,5 % plastische Dehnung) [36, 37].

Von Legierungen mit einer Zusammensetzung, die sich im Zweistoffsystem zwischen der Al_3Ti Phase und γ -TiAl befinden, sind bisher keine systematischen Untersuchungen zu den mechanischen Eigenschaften erfolgt. Neben einem geringeren spezifischen Gewicht haben Al-reiche TiAl basierte Legierungen gegenüber Ti-reichen oder nahezu stöchiometrischen TiAl Legierungen durch die Ausbildung von Al_2O_3 als Deckschicht eine höhere

Oxidationsbeständigkeit. Neben γ -TiAl wurden bis zu acht weitere Phasen im Al-reichen Bereich des Al-Ti Phasendiagramms (Abb. 2.1) identifiziert: Al_5Ti_3 , $h\text{-Al}_{1+x}\text{Ti}_{1-x}$, $r\text{-Al}_2\text{Ti}$, $h\text{-Al}_2\text{Ti}$, $\text{Al}_{11}\text{Ti}_5$, Al_5Ti_2 , Al_3Ti und $\text{Al}_{23}\text{Ti}_9/\text{Al}_{24}\text{Ti}_8$ [38-40]. Nur drei dieser Phasen γ -TiAl, $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ und Al_3Ti gelten als thermodynamisch stabil. Alle weiteren Phasen sind offensichtlich metastabil, werden aber dennoch bei Raumtemperatur oftmals im Material beobachtet. Die Triebkräfte der Umwandlung zu stabilen Phasen sind aufgrund der nur geringen strukturellen Unterschiede sehr niedrig [39, 41-43]. Dies gilt auch für die Al_5Ti_3 Phase. Sie weist eine geordnete Überstruktur von TiAl mit tetragonalem Ti_3Ga_5 Gitter auf und sorgt für eine Versprödung der Legierung [41-43]. Diese Phase kann aber bei Glühtemperaturen zwischen 900°C und 1100°C auch nach geringer Glühdauer aufgelöst werden [39]. Außerdem kann durch eine Glühung bei diesen Temperaturen bei einer Zusammensetzung von beispielsweise $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ eine lamellare TiAl + $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Mikrostruktur erzeugt werden, die mikrostrukturell mit der von $\gamma+\alpha_2\text{-TiAl}$ vergleichbar ist [38, 44]. Diese viel versprechenden Ergebnisse stellten die Motivation für die vorliegende Arbeit dar. Durch die systematischen Untersuchungen Al-reicher γ -TiAl basierter Legierungen bestand die Hoffnung, eine Alternative mit höherer (intrinsischer) Oxidationsbeständigkeit zu den Ti-reichen γ -TiAl basierten Legierungen entwickeln zu können.

Die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften und die Charakterisierung der Mikrostruktur der Legierungen stellen den Schwerpunkt dieser Arbeit dar. Zur Festigkeit/Duktilität zweiphasiger Al-reicher γ -TiAl basierter Legierungen und dem Einfluss des Gefüges sind bisher nur wenige Untersuchungen durchgeführt worden. Lediglich erste Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit der Festigkeit sind für lamellare $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ Legierungen durchgeführt worden [45]. Danach waren die 0,2 % Dehngrenzen mit denen der bekannten Ti-48Al-Basislegierungen vergleichbar. Unklar war aber der Einfluss der Orientierung des lamellaren Gefüges auf das mechanische Verhalten der Legierung. Hier galt es zu prüfen, ob die Orientierung der Lamellenpakete zur Belastungsrichtung ähnlich wie bei Ti-reichen TiAl basierten Legierungen einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung nimmt und auf welche Weise die Legierung hinsichtlich Sprödigkeit und Kriechbeständigkeit optimiert werden kann. Dies machte die Herstellung, Orientierung und Charakterisierung von einkristallinen Al-reichen Legierungen erforderlich.

3. Phasendiagramm und Legierungszusammensetzung

Am MPIE in Düsseldorf wurden die elementaren Untersuchungen zur Aufklärung der Phasengleichgewichte im Al-reichen Teil des Systems Al-Ti (Abb. 3.1) durchgeführt [38-40]. Es wurde der Nachweis erbracht, dass sich auch auf der Al-reichen Seite des γ -TiAl Phasengebietes zwischen 55 und 65 at. % Al lamellare Gefüge erzeugen lassen [38, 44]. Dies ließ vermuten, die Duktilität bzw. Bruchzähigkeit sowie auch die Kriechbeständigkeit entsprechender Legierungen verbessern zu können. Dazu war es notwendig, die Phasenumwandlungen und deren Kinetik, die zur Ausbildung der lamellaren Strukturen führen, genau zu verstehen. In dieser Arbeit wurden hierfür die beiden binären Legierungen $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ ausgewählt (in Abb. 3.1 markiert).

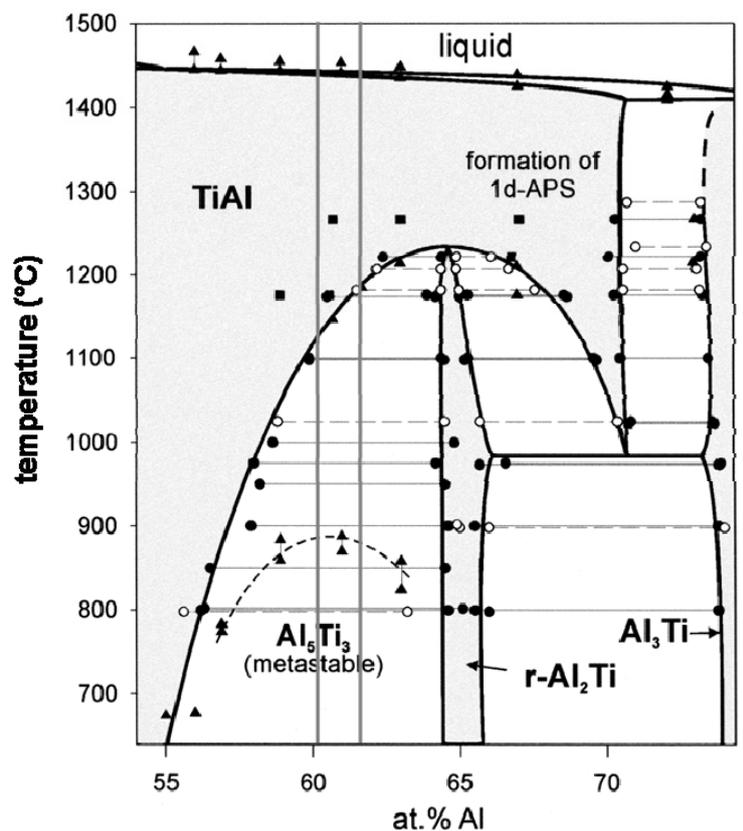


Abbildung 3.1: Ausschnitt der Al-reichen Seite des TiAl Phasendiagramms, die Legierungszusammensetzungen $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ sind markiert [44].

Erste Untersuchungen am MPIE haben ergeben, dass die Phase h-Al₂Ti (Abb. 3.2c) eine metastabile Überstruktur ist, die bei der Abkühlung aus an Al-übersättigtem γ -TiAl gebildet wird [39, 41, 46]. Bei der Umwandlung in die stabile r-Al₂Ti Phase (Abb. 3.2d) kommt es zur

Bildung lamellarer γ -TiAl + r-Al₂Ti Gefüge. Die Orientierungsbeziehung zwischen γ -TiAl und r-Al₂Ti ist:

$$[001]_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel [001]_{\text{r-Al}_2\text{Ti}}, \langle 010 \rangle_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel \langle 010 \rangle_{\text{r-Al}_2\text{Ti}} [41].$$

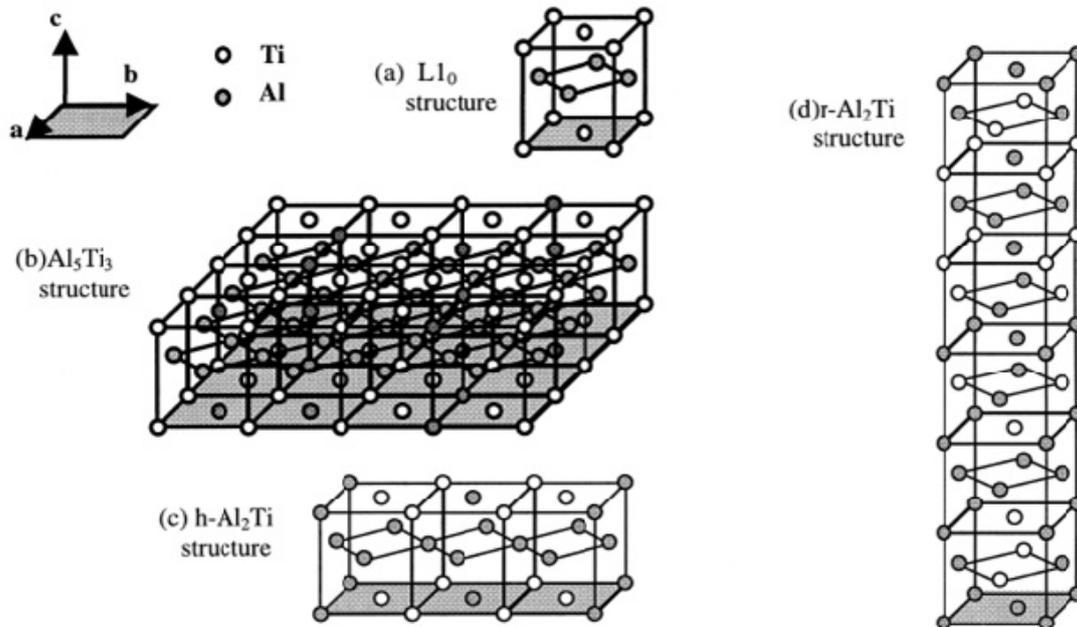


Abbildung 3.2: (a) L1₀ Kristallstruktur von γ -TiAl sowie die Überstrukturen (b) Al₅Ti₃, (c) h-Al₂Ti und (d) r-Al₂Ti [44].

Weitere Untersuchungen der h-Al₂Ti \leftrightarrow r-Al₂Ti Umwandlung ergaben, dass diese nach zwei unterschiedlichen Mechanismen ablaufen kann [44]. Bei einem dieser beiden Mechanismen entstehen die lamellaren Gefüge. Einige der Details der Umwandlung wurden auch von anderen Arbeitsgruppen untersucht [47-49]. Allerdings ist nach wie vor unklar, wie die beiden Mechanismen in Abhängigkeit von Temperatur und Al-Gehalt miteinander konkurrieren und wie sich die Zugabe dritter Elemente darauf auswirkt. Über die Langzeitstabilität der lamellaren Gefüge bei erhöhten Temperaturen und deren Einfluss der Verformung auf die Vergrößerung, d.h. deren Vergrößerungskinetik, war bis auf die Voruntersuchungen am MPIE nichts bekannt. Dort zeigte sich, dass die lamellaren Gefüge bei Auslagerung zwischen 800 - 1200 °C bis 200 h zwar grundsätzlich stabil sind, allerdings vergrößern die Lamellen [44].

Bei Temperaturen unterhalb 900 °C bildet sich aus an Al-übersättigtem γ -TiAl die Ordnungsstruktur Al₅Ti₃ (Abb. 3.2b). Es ist bekannt, dass sich die Bildung dieser Phase negativ auf die Duktilität entsprechender Legierungen auswirkt. Durch die Ordnungseinstellung wird die Bewegung von $\frac{1}{2}\langle 110 \rangle$ Versetzungen verhindert und die Aktivierung von $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$ Deformationszwillingen unterdrückt [50-52]. Aufgrund neuerer Untersuchungen konnte aber gezeigt werden, dass es sich bei der Phase Al₅Ti₃ um eine metastabile Phase handelt [41, 42, 53, 54], die durch eine entsprechende Wärmebehandlung

umgewandelt werden kann [41]. Die genaue Umwandlungskinetik, insbesondere in Systemen mit mehr als zwei Komponenten, wurde bislang noch nicht untersucht.

Neben den o.g. Untersuchungen, die für diese Arbeit von Bedeutung sind, gibt es eine ganze Reihe weiterer Veröffentlichungen, die sich mit der Bildung und Umwandlung der Phase Al_5Ti_3 und den kristallographischen Beziehungen zwischen den Phasen $\text{h-Al}_2\text{Ti}$, $\text{r-Al}_2\text{Ti}$ und Al_5Ti_3 beschäftigen [55-59]. Hinsichtlich dieses Forschungsprojektes beinhalten sie aber keine weiterführenden Informationen.

Des Weiteren wurden die Phasengleichgewichte im ternären Al-Ti-Nb System untersucht [60]. Die Al reiche Ecke des Zustandsdiagramms im isothermen Schnitt bei 1000°C ist in Abbildung 3.3 dargestellt.

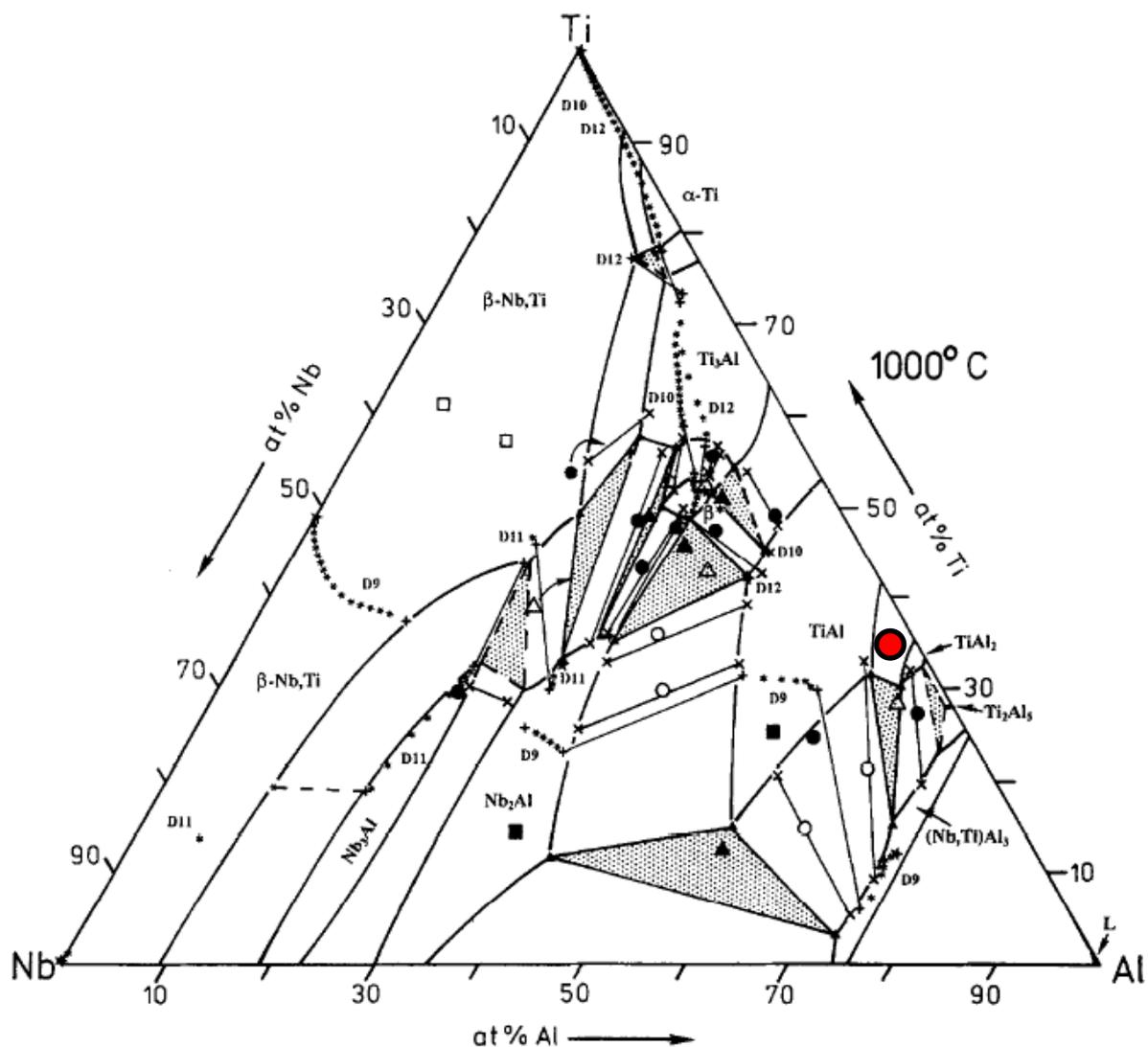


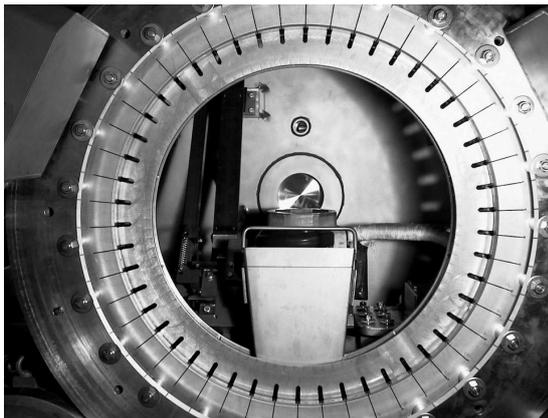
Abbildung 3.3: Ternäres Al-Ti-Nb Zustandsdiagramms im isothermen Schnitt bei 1000°C [60]. Die Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ ist gekennzeichnet.

Der Arbeit stand eine $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ Legierung zur Verfügung, bei der Nb vollständig im Gitter gelöst wird. Die Legierungszusammensetzung liegt demnach im Zweiphasengebiet $\gamma\text{-TiAl} + \alpha\text{-Al}_2\text{Ti}$. Welchen Einfluss Niob auf die Mechanismen zur Ausbildung lamellarer Strukturen hat und inwieweit sich die mechanischen Eigenschaften ändern, galt es zu untersuchen. Niob wurde deshalb als drittes Legierungselement ausgewählt, weil es in $\gamma\text{-TiAl}$ Legierungen ein aussichtsreicher Kandidat besonders zur Verbesserung der Oxidationsbeständigkeit ist [61, 62].

4. Herstellung des Ausgangsmaterials

4.1 Herstellung des polykristallinen Materials mittels Schleudergussverfahren

Der Schleuderguss mit induktiver Schmelztechnologie zeigte bereits bei der Herstellung von Bauteilen aus γ -TiAl ein hohes Potential [63]. Unter einem Fülldruck von bis zu $2 \cdot 10^5$ MPa konnte makroskopisch fehlerfreies γ -TiAl mit einer Ausstoßleistung über 50 % produziert werden. Vom Legierungshersteller GfE Nürnberg wurden Legierungsingots erworben, welche sehr genau der Legierungsbestellung entsprachen. Die binären Legierungssysteme $Al_{60}Ti_{40}$ und $Al_{62}Ti_{38}$ sowie die ternäre Legierung $Al_{62}Ti_{36}Nb_2$ konnten im Kaltwandinduktionstiegel (KIT) homogenisiert und anschließend im Schleudergießverfahren (Wheelcaster Abb. 4.1a) in eine Metallkokille aus Niob vergossen werden. Erste Gießversuche mit dieser neuen Legierungsgeneration zeigten ein unkritisches Schmelz- und Gießverhalten. Um Rissbildung auf Grund der hohen Sprödigkeit der Legierung unterhalb der Duktil-Spröd-Übergangstemperatur (DBTT) zu verhindern, wurde die Formgebung durch die Kokille der hohen DBTT von über 900 °C angepasst. Dennoch zeigen Röntgenaufnahmen Porosität im Inneren des Abgusses (Abb.4.1b), verursacht durch unkontrollierte Erstarrung, die durch den hohen Temperaturgradienten initiiert wird. Es fanden sich jedoch ausreichend „dicht“ gespeiste Abschnitte für die nachfolgende mechanische Charakterisierung. Der Gusszustand jeder Legierung ist im Folgenden mit „CC“ (*centrifugally cast*) gekennzeichnet.



(a)



(b)

Abbildung 4.1: KIT-Schleudergussanlage, Wheelcaster mit Niob-Kokille (a); Röntgenbild zeigt Porosität im Abguss (b).

4.2 Wärmebehandlung des gegossenen Materials

Für Untersuchungen zum Einfluss des Gefüges bzw. der Mikrostruktur auf das Verformungsverhalten sollten vollständig lamellare Gefüge oder Duplexgefüge bestehend aus γ -TiAl + r-Al₂Ti erzeugt werden. Aus Voruntersuchungen zur Umwandlungskinetik der Al-reichen Seite des γ -TiAl Phasengebietes am MPIE in Düsseldorf [40, 44, 45] wurde ein geeignetes Wärmebehandlungsprogramm für jede Legierungsvariante festgelegt. Die entsprechenden Parameter und die im Weiteren verwendete Kennzeichnung des jeweiligen Legierungszustandes sind in Tabelle 4.1 zusammengefasst.

Tabelle 4.1: Wärmebehandlungsparameter und Kennzeichnung des Legierungszustandes.

Kennzeichnung	Wärmebehandlungsparameter
Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH1	950 °C; 200 h; WQ (<i>water quenched</i>)
Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH2	950 °C; 200 h; Ofenabkühlung
Al ₆₂ Ti ₃₈ WBH	950 °C; 500 h; WQ
Al ₆₂ Ti ₃₈ Nb ₂ WBH	950 °C; 50 h; WQ

Für die Wärmebehandlung stand ein Glühofen der Firma RODERA zur Verfügung. Alle Glühungen fanden unter schützender Ar-Atmosphäre statt. Vor dem Aufheizen wurde der Glühraum mittels Vakuumpumpe evakuiert und anschließend mit Argon geflutet.

4.3 Gerichtete Erstarrung mittels Bridgman Verfahren

Ziel der gerichteten Erstarrung mittels Bridgman Verfahren war es, möglichst große einkristalline Bereiche von lamellaren γ -TiAl + r-Al₂Ti zu erhalten und daran die mechanischen Eigenschaften des Materials in Abhängigkeit der Kristallorientierung zu ermitteln. Hierzu wurde die bei der gerichteten Erstarrung bekannte Methode der Kornselektion genutzt. Dabei werden aus einer Vielzahl von Körnern im Ausgangsmaterial nur einzelne selektiert, die dann in Richtung des aufgeprägten Temperaturgradienten wachsen. Als Tiegelmateriale dienten dichtgesinterte Y₂O₃-Tiegel der Firma Reetz, die sich für kurze Standzeiten im Falle der konventionellen γ -TiAl Legierungen als hinreichend inert erwiesen hatten. Alternativ wurde außerdem mit Al₂O₃-Tiegeln gearbeitet. Die Kornselektion fand im Steigofen statt. Die gerichtete Erstarrung wurde in Argonatmosphäre in einem vertikalen Bridgman Ofen mit einem Gradienten $G = 22 \pm 2$ K/mm durchgeführt (Abb. 4.2).

Der Ofen besteht aus einer Heizzone mit Graphitrohrheizkörper oben, einer Kühlzone mit Ga/In Flüssigmetallkühlung unten und einer dazwischen liegenden 40 mm Isolationszone (Baffle). Heiz- und Kühltemperatur (1700 °C bzw. 25 °C) wurden so gewählt, dass sich die fest-flüssig Grenzfläche genau in der adiabatischen Zone befand.

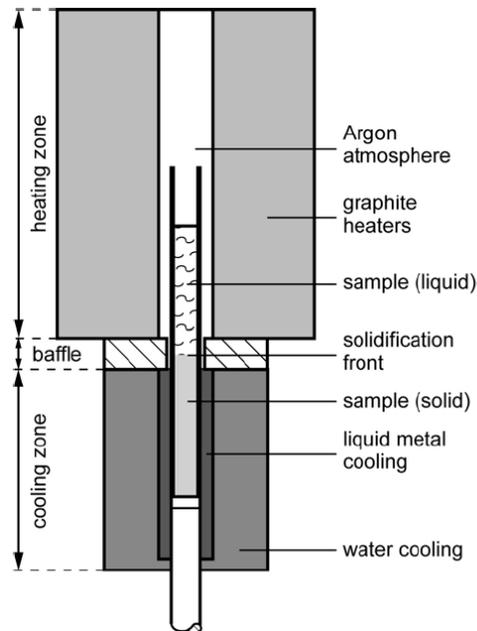


Abbildung 4.2: Schematische Darstellung eines Bridgman Ofens.

Die Proben mit Durchmessern von 6,5 mm und Längen zwischen 80 und 90 mm wurden in den zylindrischen Yttriumoxidröhrchen untergebracht. Etwa zwei Drittel der Proben wurden aufgeschmolzen. Dabei wurden ein Drittel der Probe durch Aufwärtsbewegen des Ofens mit einer Geschwindigkeit von 46 $\mu\text{m/s}$ relativ zur eingespannten Probe gerichtet erstarrt. Anschließend wurde der Ofen angehalten und das letzte Drittel der Probe erstarrte bei ausgeschaltetem Ofen (*power down modus*). Während der gerichteten Erstarrung fand eine signifikante Reduzierung der Kornanzahl in der Probe statt. Im anschließenden „*power down*“ Prozess erstarrte die Probe im oberen Teil des Ofens, in dem der Temperaturgradient niedriger ist. Dadurch sollten die thermomechanischen Spannungen, die während der gerichteten Erstarrung wegen des hohen Temperaturgradienten entstanden, reduziert und dadurch Rissbildung verhindert werden. Diese Untersuchungen wurden im Rahmen des Kooperationsprojektes bei Access e.V. in Aachen durchgeführt.

4.4 Gerichtete Erstarrung mittels Zonenschmelzen

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung von Einkristallen bietet die gerichtete Erstarrung mittels Zonenschmelzen. Es hat sich gezeigt, dass man selbst bei hochschmelzenden

Metallen wie Ta, Mo, Nb usw. mit Hilfe von Elektronenstrahlheizung nach der Methode der „floating zone“ Einkristalle züchten kann [64].

Mit dem Zonenschmelzverfahren werden Einkristalle durch die gerichtete Erstarrung in einem gut steuerbaren äußeren Temperaturfeld gezüchtet. Das Prinzip des Zonenschmelzens (Abb. 4.3b) beruht darauf, dass an einem polykristallinen Stab der Länge L , nicht das gesamte Materialvolumen sondern nur ein schmaler Bereich l ($l \ll L$) aufgeschmolzen wird. Diese räumlich begrenzte Schmelzzone wird dann durch den Stab bewegt. Während auf der einen Seite das Ausgangsmaterial ($L-x$) aufgeschmolzen wird, wächst auf der anderen erstarrenden Seite der Einkristall (x). Für das vertikale tiegelfreie Zonenschmelzverfahren wird der Nährstab vertikal an beiden Enden befestigt; die dazwischen liegende schmale Schmelzzone wird nur durch die Oberflächenspannung gehalten [65].

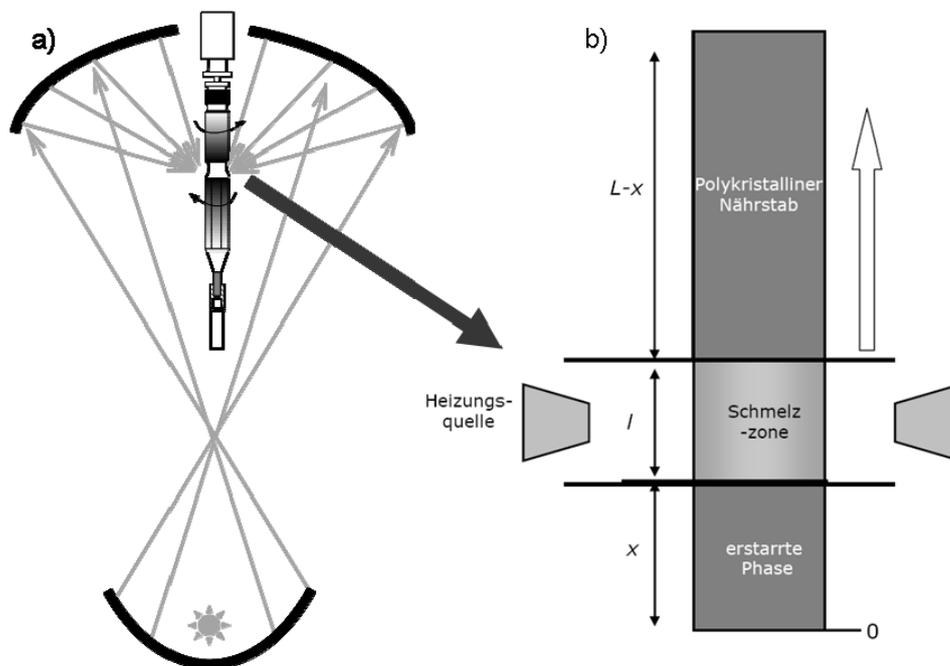


Abbildung 4.3: (a) Schematische Darstellung des optischen Strahlengangs der Kristallzucht-Apparaturen URN-2-ZM und SFZ. (b) Prinzip des Zonenschmelzverfahrens.

Die Kristalle HKZ 437-438 und SFZ 38 wurden mit den Zuchtapparaturen URN-2-ZM (Abb. 4.4) und SFZ (Abb. 4.5) am IFW Dresden hergestellt [66]. Die Parameter während der Zuchtversuche sind in Tabelle 4.2 dargestellt.

Der prinzipielle Aufbau der beiden Anlagen ist identisch, wobei die SFZ eine technische Weiterentwicklung darstellt. Im unteren Teil der Anlagen ist eine Xenon-Lampe als Lichtquellen verbaut, deren emittiertes Licht durch zwei Ellipsoidspiegel in der Zuchtchamber fokussiert werden (Abb. 4.3a). Die Intensität des fokussierten Lichtes kann dabei über einen

mechanischen Verschluss und durch Regelung der Lampenleistung variiert werden. Ein zweiter Verschluss ermöglicht es zudem, die Kristallkammer für ca. 60 ms abzudunkeln. Diese kurze Zeitdauer reicht aus, um pyrometrische Temperaturmessungen der Schmelzzone durchzuführen.

Tabelle 4.2: Zuchtparameter der Kristalle.

Kristallbezeichnung	HKZ 437-438	SFZ 38
Nominelle Zusammensetzung	$Al_{62}Ti_{38}$	$Al_{62}Ti_{38}$
Zuchtapparatur	URN-2-ZM	SFZ
Nährbarren-Nr.	8028-16	8028-10
Keimbarren-Nr.	8028-5	8028-5
Atmosphäre	Argon	Argon
Prozessdruck (in bar)	1,0	1,5
Zuchtgeschwindigkeit (in mm/h)	10,0	10,0
Rotationsgeschwindigkeit oberer Schaft (in U/min)	10,0	10,0
Rotationsgeschwindigkeit unterer Schaft (in U/min)	15,0	20,0

Durch Verwendung von Kieselglas-Zylindern kann unter verschiedenen Atmosphären und je nach Wandstärke der Zylinder unter höheren Drücken (hier ca. 50 bar) gearbeitet werden. Die SFZ-Anlage hat den Vorteil, dass unter Einsatz von einkristallinen Korund-Zylindern noch höhere Drücke (ca. 150 bar) und geringere sowie stabilere Zuchtgeschwindigkeiten erreicht werden können.

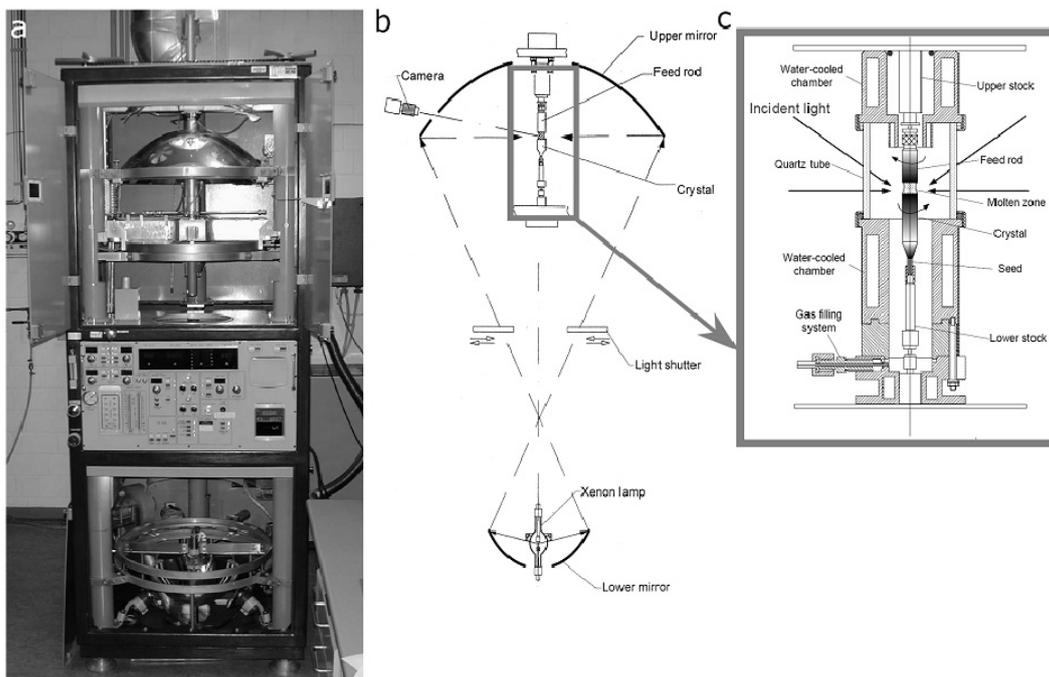
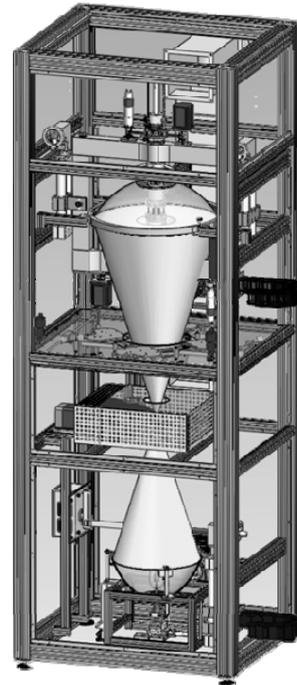


Abbildung 4.4: (a) Foto und (b) Skizze der russischen Zonenschmelzapparatur URN-2-ZM mit optischer Heizung. (c) Skizze der Kristallzuchtchamber.



a)



b)

Abbildung 4.5: (a) Foto und (b) Skizze der Zonenschmelzapparatur SFZ (Entwicklung der IFW- Abteilung Forschungstechnik) mit optischer Heizung [65].

5. Experimentelles

5.1 Mikrostrukturelle Untersuchungsmethoden

5.1.1 Röntgendiffraktometrie (XRD)

Ein häufig angewandtes Verfahren zur Identifizierung polykristalliner Phasen ist die Röntgendiffraktometrie. Mit ihrer Hilfe können durch Auswertung von Diffraktogrammen qualitative und quantitative Informationen über Phasenzusammensetzung, Gitterparameter, durchschnittliche Korngröße und Gitterverzerrungen einer Probe ermittelt werden. Zur Untersuchung von polykristallinen Werkstoffen wird die charakteristische (monochromatische) Röntgenstrahlung herangezogen. Die Beugung der Röntgenstrahlung am Kristallgitter kann durch die Bragg'sche Gleichung (1) beschrieben werden.

$$n\lambda = 2d \sin \Theta \quad (1)$$

- n Beugungsordnung
- λ Wellenlänge der monochromatischen Röntgenstrahlung
- d Gitterabstand
- Θ Glanzwinkel

Die Bragg'sche Gleichung wird erfüllt, wenn der Winkel der einfallenden Strahlung gleich dem Winkel der am Kristallgitter gebeugten Strahlung ist und der Gangunterschied $2s$ einem ganzzahligen Vielfachen der Wellenlänge der Röntgenstrahlung entspricht (Abb. 5.1a). Es kommt so zur Röntgeninterferenz und zur Entstehung eines Beugungsreflexes im Diffraktogramm.

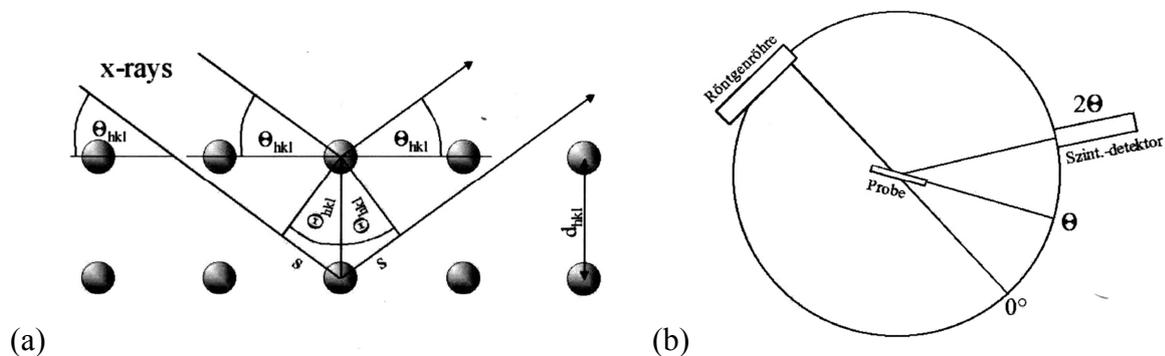


Abbildung 5.1: (a) Schematische Darstellung der Röntgenbeugung an verschiedenen Atomlagen eines Kristalls; (b) Bragg-Brentano-Anordnung für röntgendiffraktometrische Untersuchungen.

Im Diffraktometer sind Röntgenröhre, Probe und Detektor im so genannten Bragg-Brentano-Kreis (Theta-2Theta-Anordnung) angeordnet. Bei einer Drehung der Probe um den Winkel θ relativ zur fest installierten Röntgenröhre dreht sich der Detektor um 2θ (Abb. 5.1b).

Daten zur Phasenanalyse

Zur Phasenanalyse der TiAl-Legierungen im Gusszustand und nach der Wärmebehandlung wurde das Diffraktometer RD7 in Bragg-Brentano Fokussierung verwendet. Es wurden im Winkelbereich $2\theta = 120^\circ$ die Interferenzen gemessen (Schrittweite $0,05^\circ$, Cu-Strahlung, fokussierender Graphit-Sekundärmonochromator). Mit Hilfe der Datenbank wurden die einzelnen Röntgenreflexe identifiziert und den entsprechenden Phasen zugeordnet.

5.1.2 Lichtmikroskopische Untersuchungen

Gefügeparameter wie Korngröße und Phasenanteile können mit Hilfe der Lichtmikroskopie ohne großen Aufwand ermittelt werden. Allerdings liegt die maximale Auflösung bei etwa $1\ \mu\text{m}$. Zur Herstellung eines metallographischen Schiffs wurde das Probenmaterial in Kalteinbettmittel aus Kunstharz eingebettet und mit SiC-Papier mit den Körnungen 180 bis 4000 nass geschliffen. Anschließend wurden die Proben mit Poliertüchern ($3\ \mu\text{m}$ und $1\ \mu\text{m}$) und einer Suspension für jeweils 4 min poliert und 45 s lang geätzt. Als Ätzmittel wurde eine Mischung aus 100 ml Wasser, 1 ml HF, 1,6 ml H_2SO_4 und 2,6 ml HNO_3 verwendet. Die Untersuchungen wurden an einem Mikroskop Jenaphot 2000 von Zeiss mit angeschlossenem PC zur Bildbearbeitung durchgeführt.

Die Bestimmung der Korngröße erfolgte mittels der in der Literatur üblichen Linienanalyse von lichtmikroskopischen Abbildungen [67]. Das Linienschnittverfahren ist dabei ein weit verbreitetes Verfahren. Beim Schnitt einer Messstrecke mit den Korngrenzen des Gefüges entstehen Schnittsehnen. Die Korngröße ist in diesem Fall bestimmt als mittlere Schnittsehnenlänge:

$$D = \frac{L}{n} \quad (2)$$

- D mittlere Sehnenlänge, als Maß für die mittlere Korngröße
- L Gesamtlänge aller Rasterlinien
- n Gesamtzahl der Schnittpunkte zwischen Rasterlinien und den Korngrenzen

5.1.3 Rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen

Die Untersuchungen wurden an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) des Typs Phillips XL30 (Beschleunigungsspannung 25 kV) durchgeführt. Der Kontrast der SE-Bilder (secondary electrons) resultiert aus der Probenmorphologie und der unterschiedlichen Kristallorientierung der Körner. Bei der Untersuchung auf unterschiedliche intermetallische Phasen wurde außerdem im BSE-Modus (back scattered electrons) gearbeitet. Durch den dadurch erhaltenen Ordnungszahlenkontrast konnten die einzelnen Phasen zum Teil besser identifiziert werden und mittels Detektion der charakteristischen Röntgenstrahlung (EDX) ihre chemische Zusammensetzung untersucht werden. Die Zusammensetzung kann mit einer Ortsauflösung von ca. 100 nm bis 1 μm gemessen werden.

Neben den üblichen Untersuchungen wurde an einkristallinen Proben eine EBSD Messung zur Bestimmung der Kristallorientierung durchgeführt.

Daten zur EBSD Messung

Beim EBSD (electron backscatter diffraction) Verfahren wird die Probenoberfläche mit einem fokussierten Elektronenstrahl abgerastert. Die an den Netzebenen der Probe gebeugten und rückgestreuten Elektronen treffen auf einen Leuchtschirm und erzeugen ein Muster (Pattern) von Kikuchi-Linien, das mittels CCD-Kamera erfasst wird. Daraus wird automatisch die Kristallorientierung berechnet. Das Rückstreusignal stammt aus einer Tiefe von wenigen Nanometern, so dass stets die oberflächennahe Kristallorientierung ermittelt wird. Als Ergebnis bekommt man dann Kristallorientierungen an jedem Punkt der Probenoberfläche mit einer Ortsauflösung von ca. 50 nm, was in der Form von Karten (mapping) dargestellt werden kann.

5.1.4 Rasterionenmikroskopische (FIB) Untersuchungen

Ein im Vergleich zur Rasterelektronenmikroskopie wesentlich höheres Kontrastverhältnis erreicht man mit der Rasterionenmikroskopie (FIB). Dabei wird die Probe mit einem fokussierten Ga-Ionenstrahl beschossen. Die durch die Wechselwirkung mit dem Probenmaterial entstandenen Sekundärelektronen werden detektiert. Ein Rasterionenmikroskop vom Typ Strata FIB 200 wurde in dieser Arbeit eingesetzt, um die Lamellenstruktur der wärmebehandelten Einkristalle sichtbar zu machen ohne die Metalloberfläche chemisch anzuätzen. Für mechanische Versuche wurden dann Proben mit unterschiedlicher Orientierung der Lamellenpakete mittels Funkenerosion präpariert und der Einfluss der Orientierung der Lamellen zur Spannungsachse auf die mechanischen Eigenschaften der Legierung ermittelt.

5.1.5 Transmissionselektronische (TEM) Untersuchungen

Zur mikrostrukturelle Deutung des Raum- und Hochtemperaturverformungsverhaltens der Legierungen werden Parameter, wie Versetzungscharakter und -dichte, Subkorngrößen sowie evtl. vorhandene Ausscheidungen und Verunreinigungen (insbesondere an den Korngrenzen) benötigt. Alle transmissionselektronenmikroskopischen (TEM) Untersuchungen zur Ermittlung dieser Parameter wurden vom Projektpartner Stiftung *caesar* in Bonn und von Herrn Kelm bei der DLR in Köln an einem TEM vom Typ LEO 922 (Beschleunigungsspannung 200 keV) sowie an einem Philips TF30 (300 keV) durchgeführt.

Das gegossene Material ließ sich mechanisch nur sehr schwer für die TEM Untersuchungen präparieren. Alle mit Stanzen oder Bohren verbundenen Präparationsversuche führten wegen der Sprödigkeit zur Zerstörung der Probe. Die für das elektrolytische Ätzen benötigten Rohproben von $\varnothing = 3\text{mm} \times 100\ \mu\text{m}$ Dicke konnten mittels Funkenerosion hergestellt werden. Hierzu wurden zunächst Stäbe mit $\varnothing = 3\text{mm}$ aus dem gegossenen Stab herausgeschnitten und anschließend wiederum durch Funkenerosion in 0,5 – 1 mm dicke Plättchen zerteilt. Diese konnten nach beidseitigem Schleifen auf $100\ \mu\text{m}$ durch elektrolytisches Ätzen mit einem Gemisch aus Perchlorsäure, Butanol und Methanol (3:10:36 V/V) für die TEM präpariert werden.

5.1.6 Chemische Analysemethoden

Im Hinblick auf die zu erwartenden Verunreinigungen und um zu kontrollieren, in wie weit der Herstellungsprozess zu Abweichungen in der Stöchiometrie in der Legierung führen kann, wurde eine chemische Analyse vorgenommen. Hierzu wurden Heißgasextraktion (für die gasförmigen Elemente) und ICP-OES (inductively coupled plasma – optical emission spectrometry, für die übrigen Elemente) durchgeführt. Die einzelnen Verfahren sind in [68] ausführlich beschrieben.

5.2 Werkstoffmechanische Charakterisierung

Alle Verformungsversuche wurden an einer Zwick/Roell Z100 Universalprüfmaschine mit Maytech Ofen durchgeführt. Die Prüfmaschine ermöglicht weggesteuerte und kraftgesteuerte Versuche bis zu $1200\ \text{°C}$ an Luft oder unter schützender Atmosphäre. Die Lastaufbringung erfolgte über Druckstempel und Auflagen aus SiC und Al_2O_3 , bei Temperaturen $\leq 950\ \text{°C}$ über Anbauteile aus der oxiddispersionsgehärteten Nickelbasislegierung PM 1000. Die Verformung der Probe, wie z.B. die Durchbiegung der Biegeproben, konnte mittels Feindehnungsmesser aus Al_2O_3 direkt an der Probe gemessen werden. Die anliegende Last

wurde von einer 50 kN Kraftmessdose aufgezeichnet. Bei den Hochtemperaturverformungsversuchen erfolgte die Temperaturmessung und Steuerung am Maytec Ofen über je 3 Thermoelemente (Nicrosil-Nisil, Typ N). Die Proben wurden mit einer Heizrate von 10 K/min unter konstanter Vorkraft auf die entsprechende Prüftemperatur gebracht. Es folgte eine Haltezeit von 15 min bevor die Prüfung begann.

5.2.1 Biegeversuche

Für spröde Werkstoffe ist der Zugversuch oft ungeeignet, da z.B. durch Oberflächenrisse die Prüfung erschwert wird und die Probe schon beim Einbau in die Prüfmaschine zerbrechen kann. Eine Alternative bietet der Biegeversuch. Die belastete Probe erfährt eine Durchbiegung, bei der an der Unterseite der Probe (gegenüber der Druckstelle) eine Zugbeanspruchung auftritt. Das Materialversagen setzt an dieser Stelle ein. Die aus dem Versuch ermittelte Biegefestigkeit charakterisiert das Widerstandsvermögen des Materials gegenüber Verformung [69]. In dieser Arbeit wurden zur Bestimmung der Biegefestigkeit und der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur Dreipunktbiegeversuche mit polierten Proben der Abmessungen $3,1 \times 3,8 \times 45 \text{ mm}^3$ und $3,1 \times 3,8 \times 30 \text{ mm}^3$ durchgeführt. Der Auflagerabstand betrug 40 mm (bei den langen Proben) oder 25 mm (bei den kürzeren Proben). Die Proben wurden mit einer Querhauptgeschwindigkeit von $0,01 \text{ mm min}^{-1}$ (Auflagerabstand 40 mm) bzw. von $0,0039 \text{ mm min}^{-1}$ (Auflagerabstand 25 mm) bei Temperaturen von 600 bis $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ an Luft verformt.

5.2.2 Druckkriechversuche

Zur Beschreibung des Kriechverhaltens wurden zuerst isotherme einachsige Druckversuche bei Dehnraten von 10^{-3} bis 10^{-5} s^{-1} bis zum Erreichen einer konstanten Spannung („*steady state*“) bei Temperaturen von 900 bis 1050°C durchgeführt. Aus den Ergebnissen der Druckversuche wurden anschließend die Parameter der Druckkriechversuche (mit konstanter wahrer Spannung) festgelegt, die zu deutlich geringeren Verformungsgeschwindigkeiten führten. Die Kriechproben hatten eine Höhe von 5,5 mm und einen Querschnitt von $3,1 \times 3,8 \text{ mm}^2$. Die Versuche wurden als gestufte Kriechversuche mit Spannungswechsel durchgeführt.

5.2.3 Bruchzähigkeitsuntersuchungen

Um den quantitativen Zusammenhang zwischen Beanspruchung, Rissgröße und Werkstoffwiderstand in Abhängigkeit von Legierungszusammensetzung und Wärmebehandlungszustand darzustellen, wurden bruchmechanische Untersuchungen mittels Dreipunktbiegeversuch an rissbehafteten Proben und Eindringrissprüfung durchgeführt.

Dreipunktbiegeversuche

Je nach Größe der plastischen Zone, die sich an der Risspitze ausbildet und Art der Beanspruchung (statisch, dynamisch) existieren unterschiedliche Bruchmechanikkonzepte. Das Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) ermöglicht die quantitative Erfassung des Versagens angerissener Bauteile als Folge instabiler Rissausbreitung unter der Voraussetzung, dass eine weitgehend linear-elastische Verformung bis zum Bruch vorliegt. Durch den Spannungsintensitätsfaktor K_I wird die Spannungsverteilung an der Risspitze bei statischer Beanspruchung eindeutig beschrieben. Der Index I gibt die Art der Rissöffnung an, d.h. eine Zugbeanspruchung führt zum symmetrischen Abheben der Rissufer. Für eine unendlich ausgedehnte Probe mit innen liegenden durchgehenden Anriss gilt:

$$K_I = \sigma a^{1/2} \pi^{1/2} \quad (3)$$

σ	Spannung
a	Risslänge

Instabile Rissausbreitung setzt ein, wenn der Spannungsintensitätsfaktor K_I den werkstoffspezifischen Wert der Bruchzähigkeit K_{Ic} überschreitet [70].

Die Proben hatte die Abmessung 3,1 x 3,8 x 55 mm mit einem ca. 1 mm tiefen Anriss auf der biegesteifen Seite. Der Anriss wurde mittels Funkenerosion eingebracht. Der Erodierdraht hatte einen Durchmesser von 0,2 mm. Anschließend wurde mit den anrissbehafteten Proben ein Dreipunktbiegeversuch bei Raumtemperatur und erhöhter Temperatur durchgeführt und die Kraft-Durchbiegungs-Kurven registriert. Als Berechnungsgrundlage zur Ermittlung der Bruchzähigkeit K_Q (vorläufiges K_{Ic}) diente die aus den Messkurven bestimmte kritische Kraft F_Q und die auf der Probenbruchfläche ermittelte Anrisslänge a . Die Bestimmungsgleichung für die vorläufige Bruchzähigkeit nach Richard [71] der verwendeten 3-PB-Proben ist in Gleichung (4) dargestellt. Sie gilt für Proben mit einem Randriss im ebenen Biegestab mit einem Verhältnis $a/W < 0,6$.

$$\frac{K_I}{\sigma \sqrt{\pi a}} = \frac{1}{1 - \frac{a}{W}} \sqrt{\frac{1,26 + 2,04 \left(\frac{a}{W-a} \right)}{1 + 6,33 \left(\frac{a}{W-a} \right) - 1,37 \left(\frac{a}{W-a} \right)^2}} \quad (4)$$

Die maximale Biegespannung lässt sich mit Gleichung (5) berechnen.

$$\sigma = \frac{3 F s}{2 B W^2} \quad (5)$$

F	einwirkende Kraft
s	Auflagerabstand
B, W	Probengeometrie (Dicke, Höhe)

Sind die Bedingungen für die Realisierung des ebenen Dehnungszustandes (EDZ) nach Gleichung (6) und (7) erfüllt, darf der ermittelte Wert als geometrieunabhängiger Wert K_{Ic} angenommen werden [70]

$$B, a \geq 2,5 \left(\frac{K_Q}{R_{p0,2}} \right)^2 \quad (6)$$

$$\left(\frac{F_{\max}}{F_Q} \right) \leq 1,1 \quad (7)$$

Eindringrissprüfung

Neben der konventionellen Bestimmung der Bruchzähigkeit mittels Dreipunktbiegeversuch, ergibt sich bei spröden Werkstoffen ($K_{Ic} < 20 \text{ MPa m}^{1/2}$) die Möglichkeit diese mittels Härteeindrücken zu ermitteln. Untersuchungen an Keramiken, Hartmetallen, Werkzeugstählen u. a. zeigten, dass bei Härteeindrücken mit einer Vickers-Diamantpyramide Radialrisse entstehen können, die durch oberflächennahe Zugspannungen hervorgerufen werden und von den Ecken des Eindrucks ausgehen [72-75]. Dabei kann die Länge dieser Risse (Palmquist-Risse) als ein Maß für den Rissausbreitungswiderstand angenommen werden. Neben den Radialrissen kann es jedoch auch zur Ausbildung von lateralen (parallel zu den Eindruckkanten verlaufend) und medialen Rissen (von der Mitte der Eindruckkanten ausgehend) kommen. Palmquist [72] nutzte die radialen Risse erstmals zur quantitativen Kennzeichnung der Zähigkeit von Hartmetallen. Er fand zwischen der Risslängensumme Σl und der Prüfkraft F den linearen Zusammenhang nach Gleichung (8):

$$\Sigma l = \alpha_1 \cdot F + \alpha_2 \quad (8)$$

Der Kehrwert des Anstiegs $\alpha_1 = 1/R$ charakterisiert dabei den Rissausbreitungswiderstand R . Durch Extrapolation der Gleichung (8) ergibt sich die kritische Kraft F_K , bei der erstmals Risse an den Härteeindrücken auftreten. Der Nachteil dieser Auswertung liegt darin, dass es bei Werkstoffen mit unterschiedlicher Härte bei gleichen Prüfkraften zu unterschiedlichen Deformationen kommt. Zum Gahr und Evans [73] gehen davon aus, dass die Risse im

inhomogenen Spannungsfeld des Eindrucks solange wachsen, bis an ihrer Spitze die Spannungsintensität K_I gleich der örtlichen Bruchzähigkeit K_{Ic} des Gefüges ist. Aus dem von Perrot [76] vereinfachten Modell des Rissprofils lassen sich die Risse durch einen halbkreisförmigen Oberflächenriss annähern. Unter Berücksichtigung der Belastung kann die Spannungsintensität nach Gleichung (9) berechnet werden.

$$K_I = \frac{F}{(\pi c)^{3/2} \cdot \tan \beta} \quad (9)$$

Dabei ist $2\beta = 136^\circ$ der Öffnungswinkel der Vickers-Pyramide und $2c$ die Länge der Risse in Verlängerung der Eindruckdiagonalen. Die halbe Risslänge c lässt sich mit der Risslängensumme und den Eindruckdiagonalen d_1 und d_2 mittels Gleichung (10) bestimmen.

$$c = \frac{\Sigma l + d_1 + d_2}{4} \quad (10)$$

Die Eindringrissprüfung wurde an einem Härteprüfgerät „Diatestor“ der Firma WOLPERT durchgeführt. Jede Legierung wurde bei 6 verschiedenen Laststufen geprüft. Zur statistischen Absicherung wurden je Laststufe 8 Eindrücke gemacht. Die Standardabweichung s wurde wie folgt berechnet:

$$s = \sqrt{\frac{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (11)$$

5.2.4 Härtemessung

Bei der Härtemessung nach Vickers wird als Eindringkörper eine regelmäßige vierseitige Diamantpyramide mit dem Flächenwinkel 136° verwendet, die mit einer Prüfkraft F senkrecht in den Prüfling gedrückt wird. Der bleibende Eindruck wird nach dem Rückzug des Eindringkörpers über die Diagonalen ausgemessen. Die Härte errechnet sich dann aus dem Mittelwert d beider Diagonalen nach Gleichung (12) [77].

$$HV = 0,102 \frac{F}{A} = 0,102 \frac{2F \sin(136^\circ/2)}{d^2} \approx 0,1891 \frac{F}{d^2} \quad (12)$$

HV	Vickershärte
F	Prüfkraft (N)
A	Eindruckoberfläche (mm ²)
d	arithmetischer Mittelwert aus den gemessenen Eindruckdiagonalen (mm)

5.3 Oxidationsuntersuchungen

Al- reiche TiAl basierte Legierungen besitzen durch die Ausbildung von Al_2O_3 als Deckschicht eine höhere Oxidationsbeständigkeit als Ti reiche oder nahezu stöchiometrischen TiAl Legierungen. Neben der Aluminiumkonzentration sollte der Einfluss von Niob untersucht werden. Aus den Arbeiten von Lang und Schütze [78] an Ti reichen sowie von Jiang [61] und Kim [62] an γ -TiAl Legierungen ist bekannt, dass Niob die Oxidationsbeständigkeit verbessert. Die Auflösung des Aluminiumoxids im Titanoxid wird durch das Hinzuliegen von Nb vermindert und die Bildung von Al_2O_3 an der Metall/Oxid-Grenzfläche begünstigt. Außerdem sollte untersucht werden, wie stark die unterschiedliche Mikrostruktur der gegossenen und wärmebehandelten Proben auf das Oxidationsverhalten wirkt.

Die Proben wurden mittels Funkenerosion entnommen, mit SiC-Papier bis zu einer Körnung von 1000 nass geschliffen und mit Aceton gesäubert. Anschließend wurde die Oberfläche vermessen und die Ausgangsmasse der Proben mit Hilfe einer Feinwaage bestimmt. Die zyklischen, isothermen Oxidationsversuche wurden bei 900 °C in einem Glühofen an Luft durchgeführt. Die Proben wurden nach je einer Stunde (1 – 10 h), später alle zehn Stunden (10 – 100 h) und abschließend nach insgesamt 200 h aus dem Ofen genommen, an Luft abgekühlt und ausgewogen. Als Referenz diente eine Probe der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ Legierung, welche kontinuierlich über 200 h oxidiert wurde. Nach dem Versuch wurden die Proben eingehend mit Hilfe von elektronenmikroskopischen Methoden untersucht.

6. Ergebnisse und Diskussion

Es wurde zunächst polykristallines Probenmaterial, das vom Projektpartner Access e.V. in Aachen mit einer Zusammensetzung von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$, $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im Schleudergussverfahren hergestellt wurde, untersucht. Dies diente insbesondere zur Aufnahme einer Referenz für die in der weiteren Arbeit folgenden Untersuchungen an gerichtet erstarrten, einkristallinen Proben. Ein Teil der Verformungsversuche konnte wegen der sehr hohen Sprödigkeit der Legierungen besonders nach der Wärmebehandlung oder auf Grund des limitierten (einkristallinen) Probenmaterials nicht lückenlos durchgeführt werden. Im Folgenden werden die Ergebnisse der mechanischen und mikrostrukturellen Untersuchungen dargestellt und diskutiert.

6.1 Chemische Analysen des Ausgangsmaterials

Der Gehalt an interstitiell gelösten Legierungselementen, wie C, N, O und H liegt nach dem Gießprozess auf sehr niedrigem Niveau. Hinsichtlich der Aluminiumkonzentration wurde eine Abweichung um etwa 0,3 % von der nominellen Einwaage zu geringeren Werten ermittelt. Die vollständigen Ergebnisse der chemischen Analyse des Ausgangsmaterials sind in Tabelle 6.1 dargestellt.

Tabelle 6.1: Ergebnisse der chemischen Analyse des Ausgangsmaterials. Für Ti, Al und Nb sind die Angaben in at. %, für alle anderen Elemente gelten ppm (at.).

	Ti	Al	Nb	Fe	C	H	O	N
$\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$	40,2	59,7	-	239	165	212	298	73
$\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$	37,0	61,8	-	238	69	206	608	125
$\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$	36,3	61,4	2,2	-	63	13	134	31

Die chemische Analyse bestätigt die lokalen Mikrosondemessungen, die am MPIE in Düsseldorf durchgeführt wurden. So wurde z.B. an einer Scheibe aus einem Ventilschaft der Legierung $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ ein Al-Gehalt von ca. 59,5 at. % Al bestimmt. Weiterhin wurden keine Segregationen innerhalb der Scheibe bzw. über den Querschnitt gefunden. Im Inneren der Scheibe konnten keine anderen Elemente nachgewiesen werden.

6.2 Mikrostrukturelle Untersuchungen an polykristallinem Probenmaterial

6.21 Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$

Lichtmikroskopische und rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen der Legierung im Gusszustand (CC) lassen eine zweiphasige Mikrostruktur vermuten (Abb. 6.1). Allerdings können die verbreiterten Korngrenzen auch auf einen starken Ätzeffekt zurückzuführen sein. Wonach dann eine einphasige Mikrostruktur anzunehmen wäre.

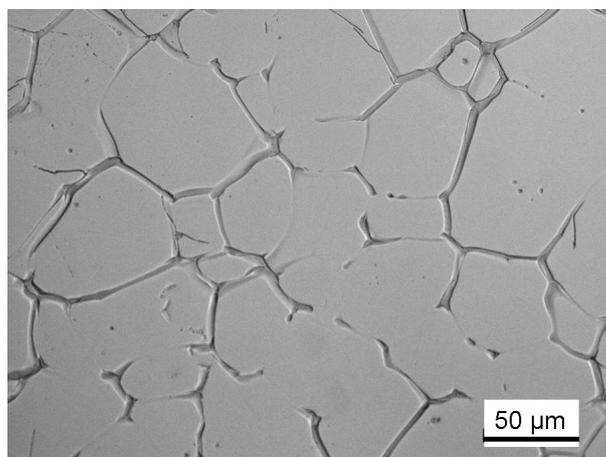


Abbildung 6.1: Lichtmikroskopaufnahmen von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand.

Auch röntgendiffraktometrische (XRD) Untersuchungen, nach denen im Gusszustand nur Beugungmaxima der Phase $\gamma\text{-TiAl}$ zu finden waren, scheinen die Annahme einer einphasigen Mikrostruktur zu bestätigen (Abb. 6.2).

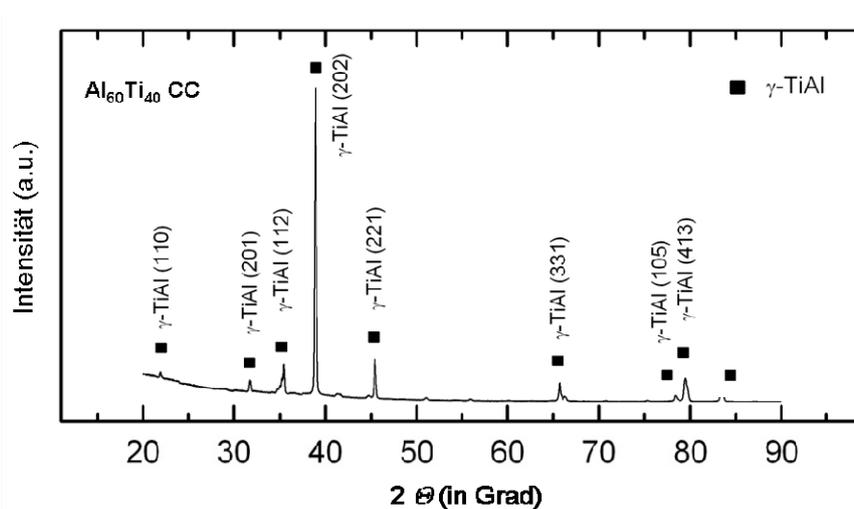


Abbildung 6.2: Röntgendiagramm von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand.

Allerdings wurden bei TEM-Untersuchungen bei caesar (siehe Abschnitt TEM) etwa 10 nm große, im Korn fein verteilte Ausscheidungen der metastabilen Phase Al_5Ti_3 gefunden. Die sehr geringe Größe dieser Teilchen führt zu einer starken Verbreiterung der Röntgeninterferenzen, so dass diese bei dem gefundenen geringen Volumenanteil nicht mittels XRD nachgewiesen werden können.

Im Gegensatz zur XRD Analyse zeigen die Feinbereichselektronenbeugungsbilder der TEM-Untersuchungen erheblich mehr Reflexe, als es für $\gamma\text{-TiAl}$ zu erwarten gewesen wäre. Der Gusszustand der $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ Legierung besteht demnach aus einer $\gamma\text{-TiAl}$ Matrix, in der kleine Ausscheidungen von Al_5Ti_3 eingebettet sind. Bemerkenswerterweise entsprechen die Feinbereichselektronenbeugungsbilder der im Hellfeld homogen erscheinenden Körner denen von Al_5Ti_3 (Abb.6.3a). Erst durch Dunkelfeldabbildung (Abb. 6.3b) bzw. fouriergefilterte Netzebenenabbildung (Abb.6.3c) gelang es, die ca. 5-10 nm großen Domänen von Al_5Ti_3 in der $\gamma\text{-TiAl}$ Matrix sichtbar zu machen. Die Al_5Ti_3 Domänen treten als lokale Ordnung durch Übersättigung von Aluminium im $\gamma\text{-TiAl}$ auf. Die kohärenten Ausscheidungen zeigten keine kristallographisch bevorzugten Grenzflächen; die literaturbekannte Orientierungsbeziehung [41] konnte bestätigt werden:

$$[001]_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel [001]_{\text{Al}_5\text{Ti}_3} \text{ und } [100]_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel [110]_{\text{Al}_5\text{Ti}_3}.$$

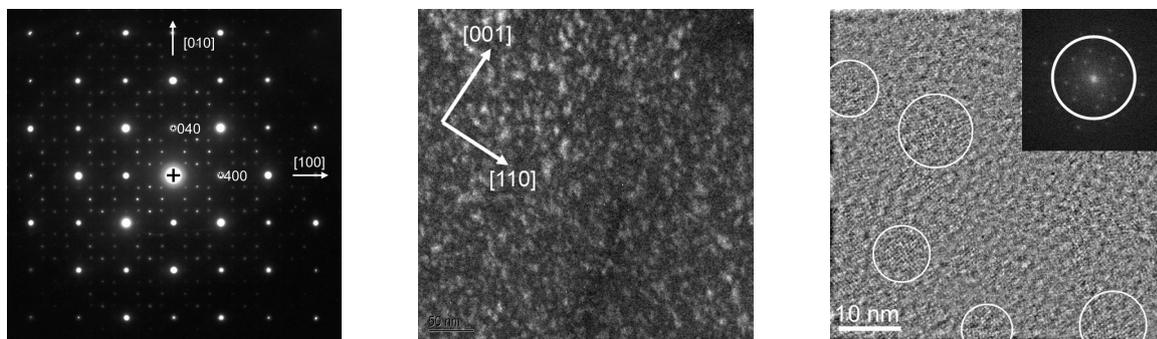


Abbildung 6.3: (a) Elektronenbeugungsbild von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC. Zonenachse $[001]$, (b) Dunkelfeldabbildung mit $(111)_{\text{Al}_5\text{Ti}_3}$. Al_5Ti_3 -Domänen erscheinen hell in $\gamma\text{-TiAl}$. Die Zonenachse ist $[1\bar{1}0]$ und (c) Fouriergefilterte Netzebenenabbildung von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC. Einige Al_5Ti_3 Domänen sind markiert. Insert: FT des HR-Bildes mit für die Rücktransformation verwendeten Reflexen.

Es wurde versucht mittels ImageEELS Sauerstoffanreicherungen an den Korngrenzen nachzuweisen. Beim ImageEELS werden Serien von Bildern mit Elektronen aufgenommen, die inelastisch mit der Probe in Wechselwirkung getreten sind. Die Energie wird hierbei von Bild zu Bild um die Breite des verwendeten Selektorschlitzes variiert. Anschließend kann für jeden Bildpunkt das EEL-Spektrum mit der Schlitzbreite als Energieauflösung rekonstruiert werden. Aus den Bildern können auch Elementverteilungsbilder berechnet werden (ESI).

Während am Probenrand eine präferentielle Oxidation beobachtet werden konnte, ist an den Korngrenzen kein Sauerstoff angereichert. Die in den Elementverteilungsbildern zu beobachtenden verringerten Mengen von Al und Ti an den Korngrenzen sind auf präferentielles Anätzen beim elektrolytischen Dünnen zurückzuführen. (Abb. 6.4). Die aus den Bildserien extrahierten EEL-Spektren stimmen mit diesem Ergebnis überein [79].

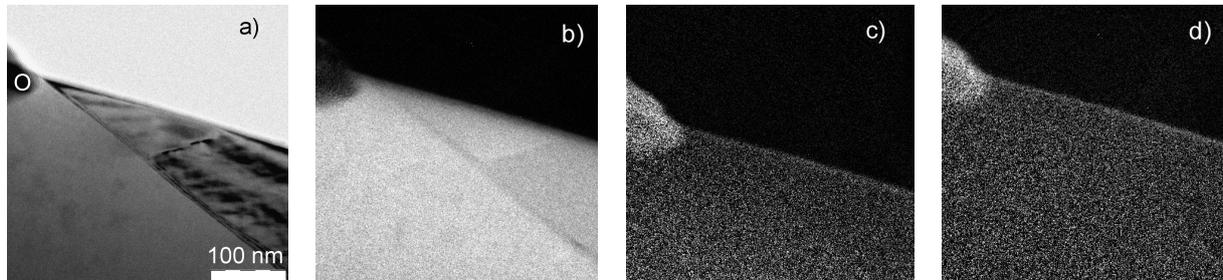


Abbildung 6.4: Hellfeldbild mit zwei Korngrenzen (a) und Elementarverteilungsbild von Titan (L-Kante) (b), Aluminium (L-Kante) (c) und Sauerstoff (K-Kante) (d).

Nach der Wärmebehandlung WBH 1 (mit Abschrecken im Wasser) verändert sich die Mikrostruktur erheblich. Es entsteht ein relativ grobes plattenförmiges Gefüge aus den Phasen γ -TiAl + r -Al₂Ti (Abb. 6.5a). Die r -Al₂Ti Platten wachsen ausgehend von den Korngrenzen in die γ -TiAl Körner. An den Korngrenzen ist zudem auch globulares r -Al₂Ti zu finden. Die Aluminiumkonzentration der Al₆₀Ti₄₀ Legierung reicht offensichtlich noch nicht aus, um ein vollständig lamellares Gefüge zu bilden. Die Korngröße von 45 μ m (mittels Linienschnittverfahren an polierten und geätzten Proben ermittelt) entspricht der des Gusszustandes. Die Wärmebehandlung hatte demnach keinen Einfluss auf die Korngröße.

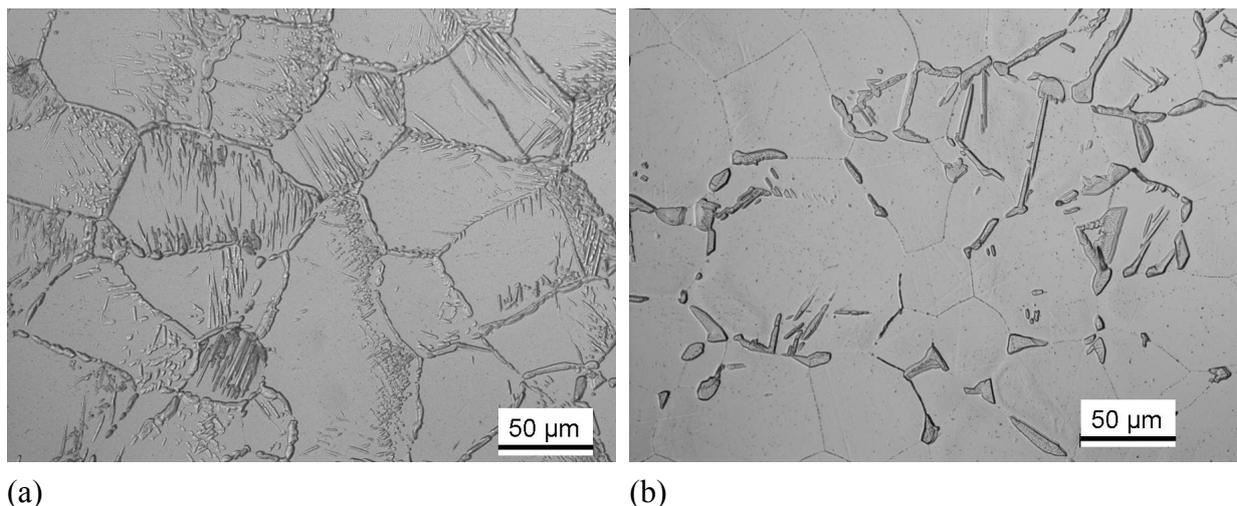


Abbildung 6.5: Al₆₀Ti₄₀ nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C über 200 h mit (a) anschließendem Abschrecken in Wasser und (b) Ofenabkühlung.

Werden die Proben im Ofen abgekühlt (WBH2), tritt die $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase als globulare Ausscheidungen bevorzugt an den Korngrenzen auf (Abb. 6.5b). Die Phase ist sehr ungleichmäßig im Gefüge verteilt. Die Korngrenzen werden nicht mehr so stark angeätzt.

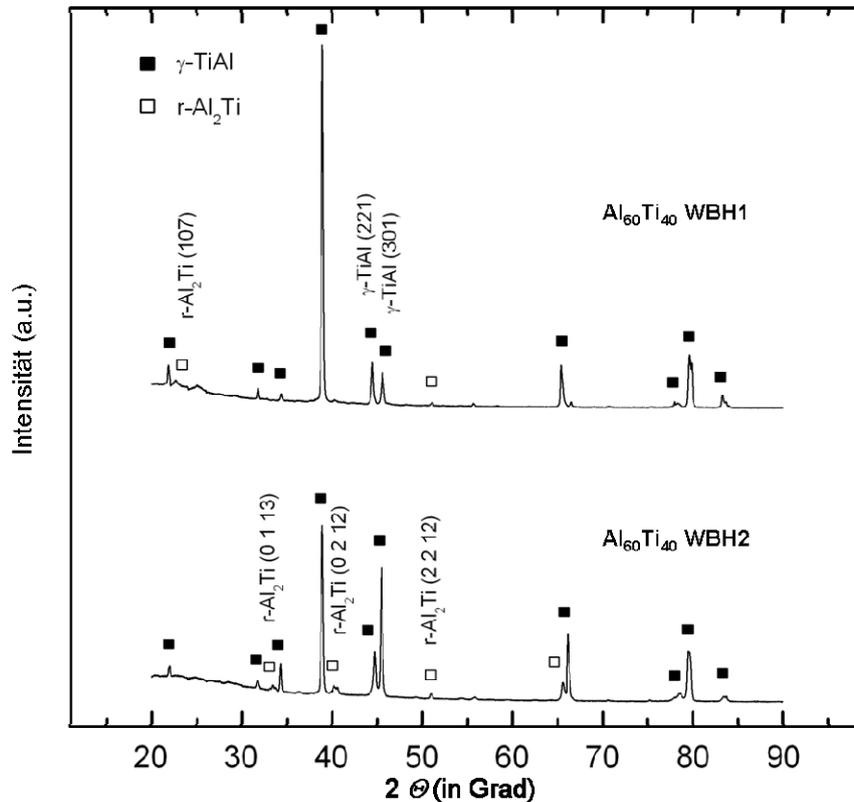


Abbildung 6.6: Röntgendiagramm von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ nach einer Wärmebehandlung ($950\text{ }^\circ\text{C}$, 200 h) mit anschließendem Abschrecken in Wasser (WBH1) und Ofenabkühlung (WBH2).

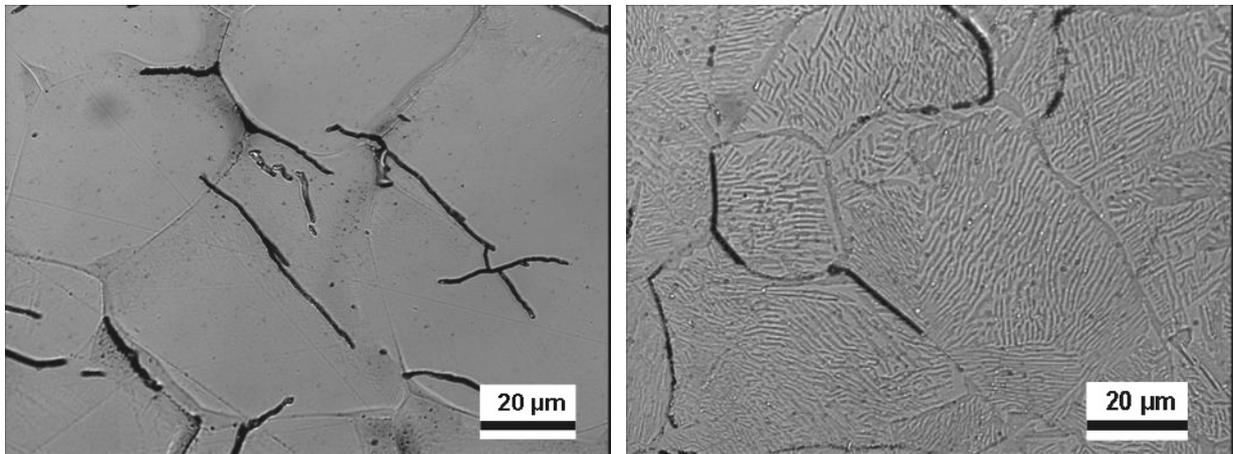
Die Röntgeninterferenzen der $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase konnten bei den wärmebehandelten Proben detektiert werden (Abb. 6.6). Allerdings wurden nur die Interferenzen von höher indizierten Ebenen eindeutig der $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase zugeordnet, da die Hauptinterferenzen wegen der strukturellen Ähnlichkeit der Elementarzelle mit der von $\gamma\text{-TiAl}$ übereinstimmen. Es fällt auf, dass bei der ofenabgekühlten Probe (WBH2) die Interferenzen der Al_2Ti Phase deutlich ausgeprägter sind als im abgeschreckten Zustand (WBH1). Ein Grund hierfür sind die unterschiedlichen Volumenanteile von $\gamma\text{-TiAl}$ und $r\text{-Al}_2\text{Ti}$, die von $950\text{ }^\circ\text{C}$ beim Abschrecken im Wasser bzw. bei der Abkühlung im Ofen (gleichgewichtsnaher Zustand) entstehen, siehe Tabelle 6.2. Aus dem deutlich höheren Volumenanteil der $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase im Zustand WBH2 resultiert demzufolge die stärkere Ausprägung der $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Peaks im Röntgendiagramm.

Tabelle 6.2: Berechnete Phasenanteile in vol. % von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ nach Wärmebehandlung.

Wärmebehandlungszustand	$\gamma\text{-TiAl}$	$r\text{-Al}_2\text{Ti}$
WBH1 (abgeschreckt von $950\text{ }^\circ\text{C}$)	73,3 %	26,7 %
WBH2 (ofenabgekühlt)	52,4 %	47,6 %

6.2.2 Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$

REM Untersuchungen und Lichtmikroskopaufnahme des Gusszustandes der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ Legierung zeigen auch hier eine einphasige Mikrostruktur (Abb.6.7a).



(a)

(b)

Abbildung 6.7: Lichtmikroskopaufnahme von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im (a) Gusszustand und (b) nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C über 50 h mit anschließendem Abschrecken in Wasser.

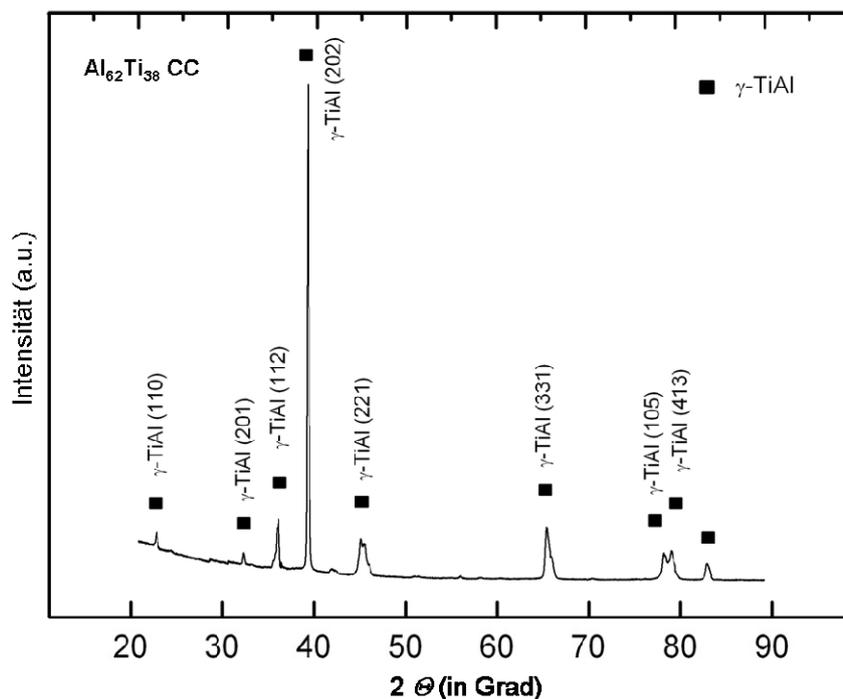


Abbildung 6.8: Röntgendiagramm von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im Gusszustand.

Die XRD Analyse (Abb. 6.8), bei der wieder nur Beugungsmaxima von $\gamma\text{-TiAl}$ gefunden wurden, scheint diese Annahme zu bestätigen. Das Gefüge ist von feinen oxidischen Ausscheidungen vornehmlich an den Korngrenzen durchsetzt. Außerdem weisen die Proben

schon im Gusszustand eine Vielzahl von Radialrissen auf, die auf eine zu schnelle Abkühlung beim Gießprozess zurückzuführen sind.

Bei TEM Untersuchungen zeigte das Material eine deutlich kompliziertere Feinstruktur. In einer Matrix aus γ -TiAl sind zwei Orientierungsvarianten von h-TiAl₂ (im Folgenden als h-Al₂Ti (I) und h-Al₂Ti (II) bezeichnet) eingewachsen (Abb. 6.9). Die bekannten Orientierungsbeziehungen $[001]_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel [001]_{\text{h-TiAl}_2 \text{ (I) + (II)}}$ und $[100]_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel [100]_{\text{h-Al}_2\text{Ti (I)}}$ sowie $[100]_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel [100]_{\text{h-Al}_2\text{Ti (II)}}$ konnten auch hier beobachtet werden (Abb. 6.9b) [44]. Grenzflächen zwischen den beiden h-Al₂Ti-Varianten sind $\{310\}$ -Zwillingsflächen.

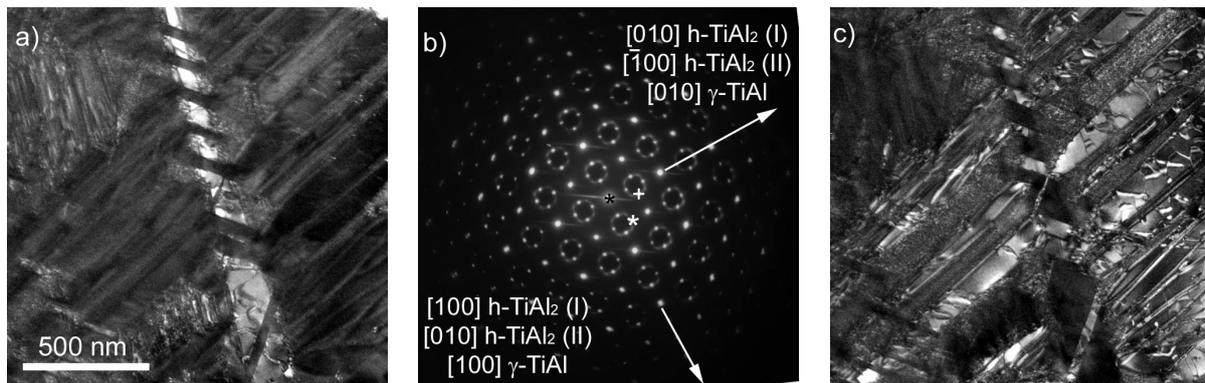


Abbildung 6.9: Mikrostruktur von Al₆₂Ti₃₈ CC in [001]. (a) Dunkelfeldbild mit (310) h-Al₂Ti (II), (b) SAED; (c) Dunkelfeldbild mit Reflex, (310) h-Al₂Ti (I).

Die in Abb. 6.9 entlang [001] scheinbar lamellare Mikrostruktur sieht man im Dunkelfeldbild nach Rotation um 90° um $[100]_{\gamma\text{-TiAl}}$ in Blickrichtung $[0\bar{1}0]$. Es handelt sich demnach um Platten von h-Al₂Ti (I), die in γ -TiAl eingewachsen sind (Abb. 6.10c, unten). Die Grenzflächen sind $(101)_{\gamma\text{-TiAl}} \parallel (301)_{\text{h-Al}_2\text{Ti (I)}}$ sowie die drei zu $(301)_{\text{h-Al}_2\text{Ti (I)}}$ symmetrieäquivalenten Varianten [79].

In Abb. 6.10 sind γ -TiAl und h-Al₂Ti (II) in der Dunkelfeldabbildung nicht zu unterscheiden. Aus ImageEELS-Serien erzeugte ESI-Bilder mit der Al_K-Kante (Abb. 6.11a) und der Ti_{L2,3}-Kante (Abb. 6.11b) zeigen die Elementverteilung im Sichtfeld von Abbildung 6.10. Man erkennt, dass alle im Dunkelfeldbild (Abb. 6.10c) hell aufleuchtenden Bereiche aluminiumreich und titanarm sind. Die in Abb. 6.10c und 6.11 scharf abgebildeten Lamellen von h-Al₂Ti (I) sind also ausschließlich von γ -TiAl umgeben. Weiterhin sind die im Dunkelfeldbild tief dunklen Domänen, deren lange morphologische Achsen parallel zu $\langle [100]_{\gamma\text{-TiAl}} \rangle$ verlaufen, im Titan-Verteilungsbild ebenfalls dunkel wiedergegeben (Abb. 6.11b); hier liegt h-Al₂Ti (II) vor.

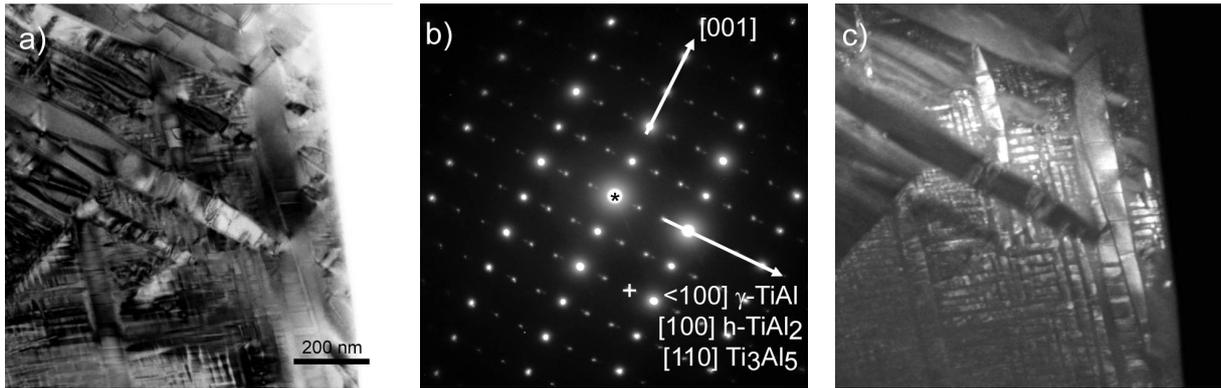


Abbildung 6.10: (a) Hellfeld, (b) Elektronenbeugungsbild. Zonenachse $[0\bar{1}0]$ γ -TiAl und h - Al_2Ti , $[1\bar{1}0]$ Al_5Ti_3 . (c) Dunkelfeldbild mit in (b) gekennzeichnetem (+) Reflexpaar $(40\bar{2})_{h\text{-Al}_2\text{Ti}}/(33\bar{2})_{\text{Al}_5\text{Ti}_3}$.

Aus dem Vergleich des Dunkelfeldbildes (Abb. 6.10c) mit den Elementverteilungsbildern (Abb. 6.11) ergibt sich, dass die beiden Al_2Ti -Varianten in unterschiedlichen Bereichen dominieren. Die Grenzen solcher Bereiche sind nicht scharf definiert (Abb. 6.10, 6.11). Innerhalb eines Bereiches, dessen Ausdehnung typischerweise einige μm umfasst, liegen nur γ -TiAl mit Einsprengungen von Al_5Ti_3 und eine der beiden Orientierungsvarianten von h - Al_2Ti vor.

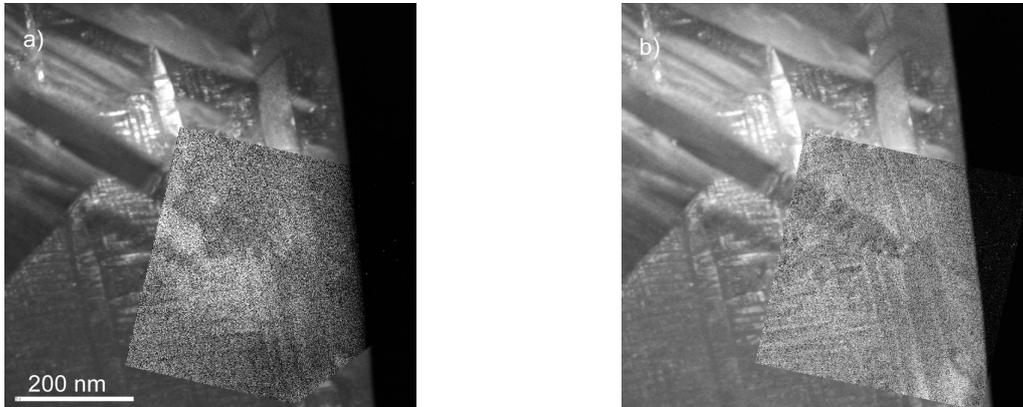


Abbildung 6.11: Dunkelfeldbild (vgl. Abb. 6.10) mit eingesetzten Elementverteilungskarten aus Image EELS-Serien. (a) Aluminiumverteilung (K-Kante), (b) Titanverteilung ($L_{2,3}$ -Kante).

Die aufgrund von Kontrastexperimenten und Intensitätsverteilungen im Feinbereichsbeugungsbild postulierte räumliche Trennung der beiden Varianten von h - Al_2Ti konnte damit durch bildgebendes EELS in der zur scharfen Abbildung notwendigen Orientierung $\langle 010 \rangle$ nachgewiesen werden [79].

Neben γ -TiAl und h - Al_2Ti konnte auch Al_5Ti_3 durch Elektronenbeugung nachgewiesen werden (Abb. 6.10b). Genaue Inspektion der Dunkelfeldbilder und elementselektive

Abbildung in Bereichen, in denen die beiden h-Al₂Ti-Varianten aneinandergrenzen, legen nahe, dass Al₅Ti₃ hierbei in Analogie zu Al₆₀Ti₄₀ Ausscheidungen im γ -TiAl bildet und den leichten Kontrastunterschied zwischen h-Al₂Ti (II) und γ -TiAl in Abbildung 6.10c und 6.11 hervorruft [79]. Für die mikrostrukturellen Untersuchungen am TEM wurde die aus der Literatur [80] bekannte pseudokubische Zelle mit $a_0 = 400,4$ pm und $c_0 = 407,1$ pm, Raumgruppe P4/mmm für γ -TiAl genutzt und für h-Al₂Ti die orthorhombischen Zelle der Raumgruppe Cmmm mit verdreifachter a -Achse des γ -TiAl [81]. Außerdem wurden die gebräuchlichen tetragonalen Zellen für r-Al₂Ti [46] und Al₅Ti₃ [82] verwendet.

Nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C über 50 h und anschließendem Abschrecken in Wasser entsteht eine fein lamellare γ -TiAl + r-Al₂Ti Mikrostruktur (Abb. 6.7b). Die oxidischen Ausscheidungen an den Korngrenzen finden sich nur noch vereinzelt. Die Volumenanteile von γ -TiAl und r-Al₂Ti liegen im lamellaren Zustand bei etwa 1:1 (46,7 % γ -TiAl, 53,3 % Al₂Ti). Das spiegelt auch das Ergebnis der XRD Analyse wieder (Abb. 6.12). Die Röntgenreflexe der r-Al₂Ti Phase sind stärker ausgeprägt als im abgeschreckten Wärmebehandlungszustand der Al₆₀Ti₄₀ Legierung (vgl. Abb. 6.6). Die Anzahl der Radialrisse der Al₆₂Ti₃₈ Legierung wird durch das Abschrecken im Wasser noch erhöht. Die Legierung ist extrem spröde und die Entnahme von Proben für Verformungsversuche ist problematisch. Die Korngröße liegt wie im Gusszustand bei etwa 45 μ m. Auch hier hatte die Wärmebehandlung keinen Einfluss auf die Korngröße.

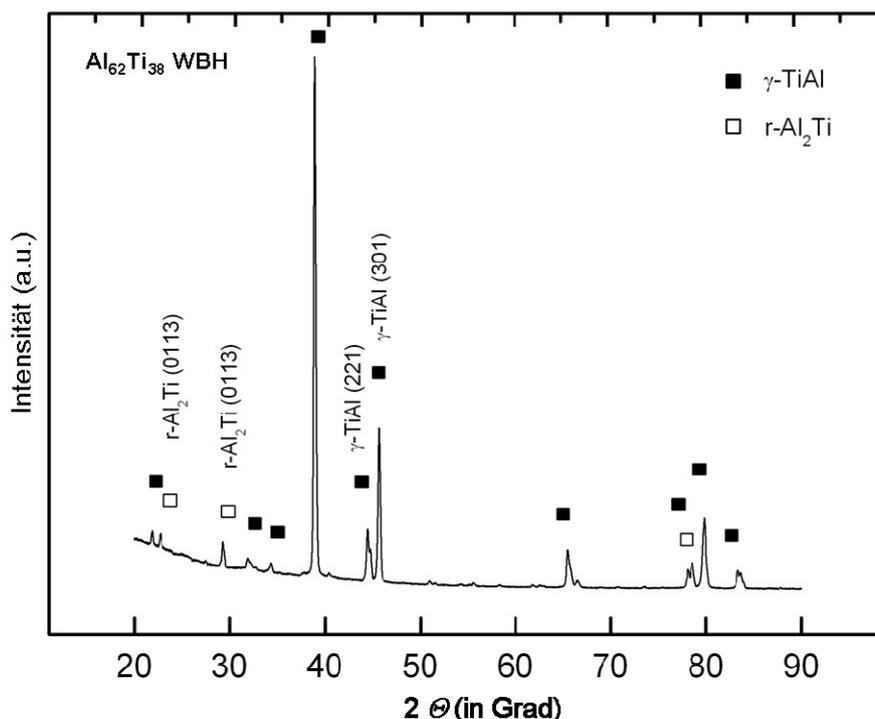


Abbildung 6.12: Röntgendiagramm von Al₆₂Ti₃₈ wärmebehandelt bei 950 °C für 50 h und Abschrecken in Wasser (WBH).

6.2.3 Legierungszusammensetzung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$

Durch das Hinzulegieren von Niob konnte das Gießverhalten der Legierungsvariante mit 62 at. % Al verbessert werden. Im Gusszustand treten nur noch vereinzelt Radialrisse im Material auf. Lichtmikroskopische Untersuchungen des Gusszustandes (Abb. 6.13a) lassen eine zweiphasige Mikrostruktur vermuten. Allerdings können die verbreiterten Korngrenzen auch wieder auf einen starken Ätzeffekt zurückzuführen sein.

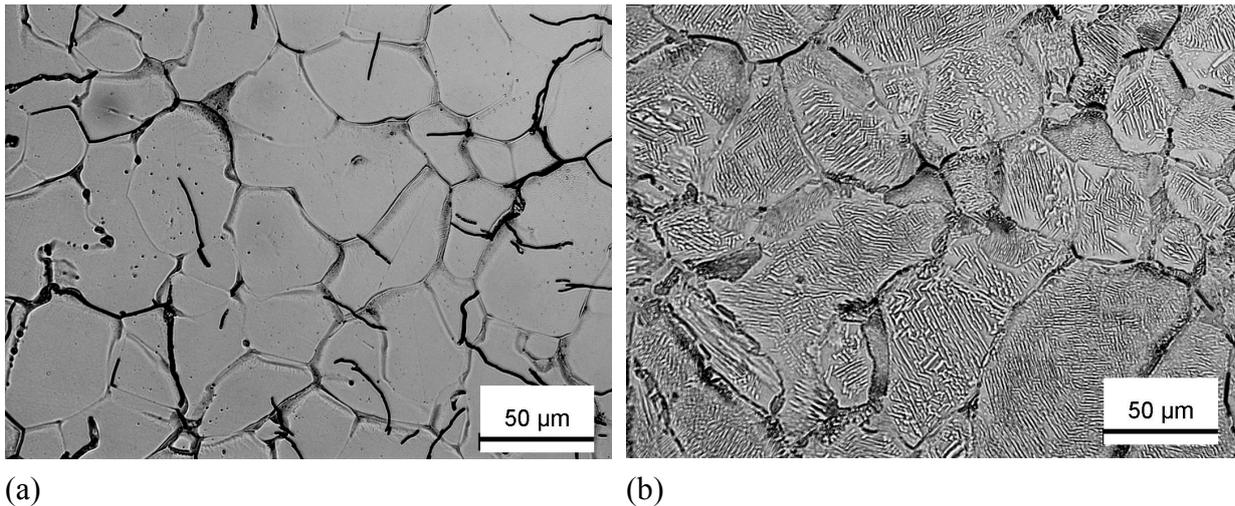


Abbildung 6.13: Lichtmikroskopaufnahme von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im Gusszustand (a) und nach Wärmebehandlung bei 950 °C über 50 h mit anschließendem Abschrecken in Wasser (b).

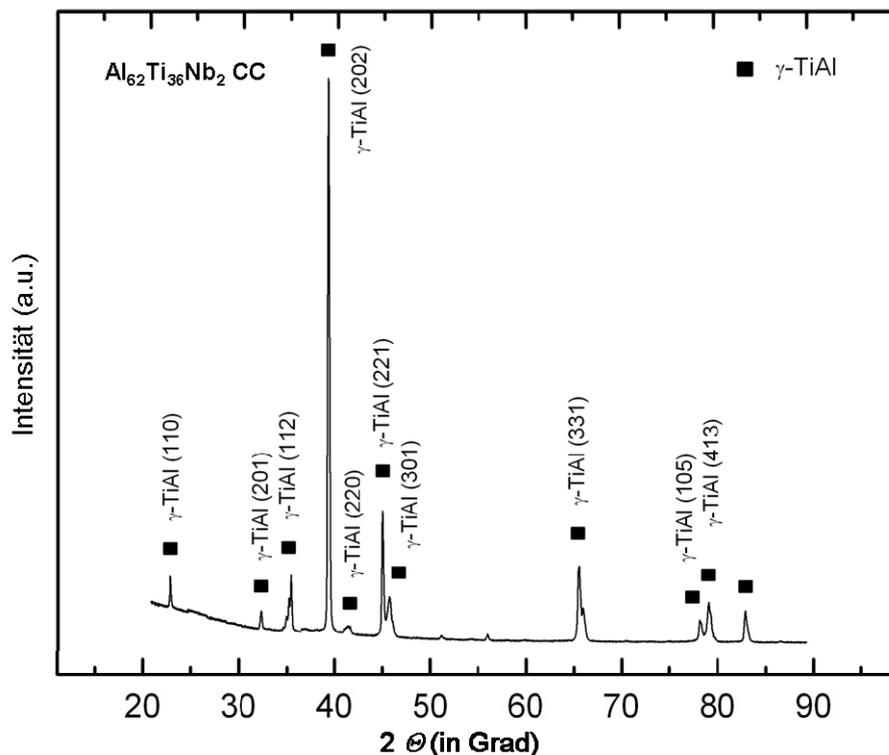


Abbildung 6.14: Röntgendiagramm von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im Gusszustand.

Die XRD Analyse (Abb.6.14), nach der nur Beugungsmaxima von γ -TiAl zu finden waren, lässt allerdings erneut eine einphasige Mikrostruktur vermuten. Auch hier lassen sich oxidische Ausscheidungen im Gefüge finden, die sich bevorzugt an den Korngrenzen bilden.

Das wärmebehandelte Material ist sehr fein lamellar mit vereinzelt r -Al₂Ti Ausscheidungen an den Korngrenzen (Abb. 6.13b). Die Oxide sind nicht mehr detektierbar. Die Volumenanteile von γ -TiAl und r -Al₂Ti Phase sind annähernd gleich. Im Röntgendiagramm lassen sich eindeutig Interferenzen der r -Al₂Ti Phase nachweisen (Abb. 6.15). Durch das Abschrecken im Wasser kommt es allerdings erneut zu starker Rissbildung im Material, was die Probenpräparation für mechanische Versuche erschwert bzw. unmöglich macht.

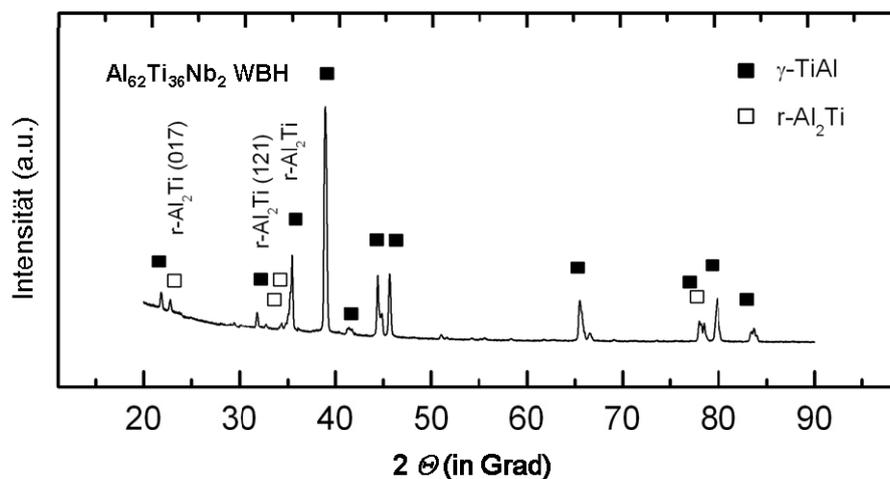


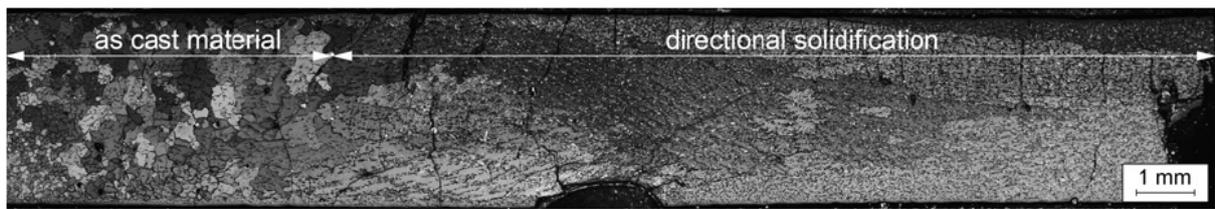
Abbildung 6.15: Röntgendiagramm von Al₆₂Ti₃₆Nb₂ wärmebehandelt.

6.3 Mikrostrukturelle Untersuchungen an einkristallinem Probenmaterial

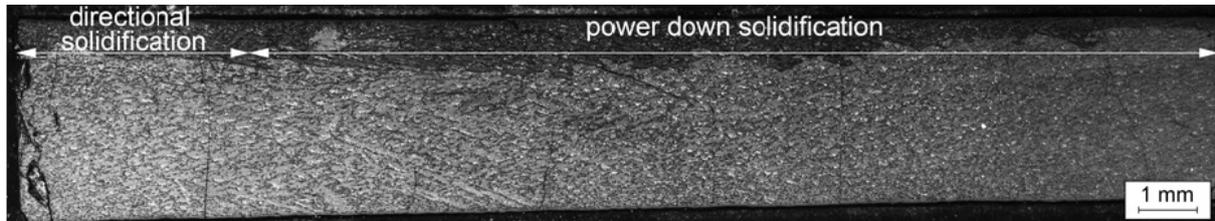
Für mikrostrukturelle Untersuchungen lag dieser Arbeit unterschiedliches einkristallines Probenmaterial vor, welches einerseits mittels Zonenschmelzen andererseits mit Hilfe des Bridgman Verfahrens hergestellt wurde. Beide Verfahren ermöglichten es, Proben mit relativ großen einkristallinen Bereichen herzustellen. Allerdings zeigten sich zwischen beiden Verfahren sehr große Qualitätsunterschiede. Im Folgenden sind die Ergebnisse beider Verfahren detailliert dargestellt.

6.3.1 Einkristallines Probenmaterial aus Bridgman Verfahren

Das erste einkristalline Probenmaterial wurde mittels Bridgman Verfahren bei Access e.V. in Aachen hergestellt. Die Abbildungen 6.16a und b zeigen den Längsschnitt einer Probe, in zwei Teile geschnitten, geschliffen, poliert und geätzt.



(a)



(b)

Abbildung 6.16: Längsschnitt einer im Bridgman Ofen erstarrten Probe in zwei Teile geschnitten; gerichtete Erstarrung ausgehend vom Gusszustand (a) und anschließender „*power down*“ Erstarrung (b).

Auf der linken Seite der Abbildung 6.16a ist das nach Durchlauf des Experiments im Gusszustand gebliebene feinkörnige Gefüge zu sehen. Dem schließt sich rechts der Bereich der gerichteten Erstarrung an. Es ist eine deutliche Reduzierung der Kornanzahl erkennbar. Die Abbildung 6.16b zeigt den weiteren Verlauf der gerichteten Erstarrung und den Bereich der anschließenden „*power down*“ Erstarrung. Eine chemische Analyse des gerichtet erstarrten Materials ergab eine ungewöhnlich hohe Sauerstoffkonzentration von 0,1642 wt. %.

Das Bridgman Verfahren erwies sich für die Herstellung von gerichtet erstarrtem Probenmaterial als unbrauchbar. Zwar konnten Bereiche mit deutlicher Kornreduzierung hergestellt werden, doch fanden sich im Material oxidische Einschlüsse durch Reaktion der Schmelze mit dem Tiegelmateriale und eine Vielzahl von Radialrissen aufgrund der geringen Duktilität der Legierung. Die nachfolgende Probenherstellung für mechanische Versuche war daher unmöglich. Im Gegensatz zu konventionellen γ -TiAl Legierungen scheint demnach die wesentliche höhere Reaktivität der Al-reichen Schmelze eine Herstellung qualitativ hochwertigen und damit mechanisch belastbaren Materials nicht zu ermöglichen. Infolge dieser negativen Versuchsergebnisse wurde die Herstellung einkristallinen Materials mittels Bridgman Verfahren eingestellt. Im weiteren Verlauf dieser Arbeit wurde sich auf die Herstellung von Einkristallen durch Zonenschmelzen beschränkt.

6.3.2 Einkristallines Probenmaterial aus Zonenschmelzen

Aus gegossenen Proben der binären Legierungen $Al_{60}Ti_{40}$ und $Al_{62}Ti_{38}$ wurde mittels Laserzonenschmelzen am IFW Dresden einkristallines Material (Länge 25mm, \varnothing 8 mm) in

guter Qualität erzeugt. Lichtmikroskopisch waren sehr wenige bis keine Risse erkennbar. In Abbildung 6.17 ist eine gezogene $Al_{60}Ti_{40}$ Probe dargestellt. Die Kornselektion vom polykristallinen Ausgangsmaterial bis hin zum Einkristall fand während der ersten 20 mm statt. Ab da wächst der Einkristall. Dabei wird Aluminium geseigert und auch insgesamt verändert sich die nominelle Zusammensetzung der Legierung etwas. Das Schlifffbild rechts in Abbildung 6.17 zeigt die Endzone der gezogenen Probe mit (a) Einkristall, (b) abgeschreckter Schmelze mit Einschlüssen und (c) polykristallinen Resten des Ausgangsmaterials.

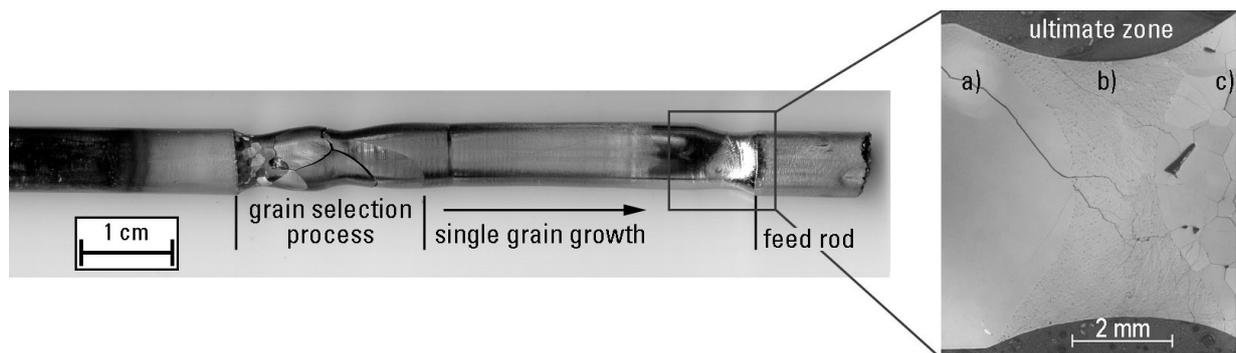


Abbildung 6.17: Im Laserzonenschmelzverfahren gezogene $Al_{60}Ti_{40}$ -Probe, Schlifffbild rechts zeigt die Endzone mit (a) Einkristall, (b) abgeschreckter Schmelze mit Einschlüssen und (c) multikristallinen Resten des Ausgangsmaterials.

Am MPIE in Düsseldorf erfolgte an allen Proben eine Wärmebehandlung bei $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ für 100 h mit anschließendem Abschrecken im Wasser. Das so erzeugte Material ist strukturell gesehen kein Einkristall, da sich während der Wärmebehandlung die $r\text{-}Al_2Ti$ Phase bildet. Jedoch besteht zwischen beiden Phasen eine eindeutige Orientierungsbeziehung. Dadurch könnte man diese Kristalle eher mit so genannten PST (engl. „polysynthetic twinning“) Kristallen zweiphasiger TiAl Legierungen [83] vergleichen. Diese Kristalle bestehen aus nur einer lamellaren $\gamma\text{-}TiAl + \alpha_2\text{-}Ti_3Al$ Kornorientierung. Diese beiden Phasen haben aber wie bereits in Kapitel 2 erwähnt stark unterschiedliche Kristallstrukturen ($\gamma\text{-}TiAl$: tetragonal $L1_0$ bzw. $\alpha_2\text{-}Ti_3Al$: hexagonal $D0_{19}$). Dahingegen ist die $r\text{-}Al_2Ti$ Phase der hier untersuchten Legierungen nur eine Überstruktur der $L1_0$ Struktur von $\gamma\text{-}TiAl$. Der Einfachheit halber wird das in dieser Arbeit durch Zonenschmelzen erzeugte wärmebehandelte Material weiter als Einkristall bezeichnet. Die Kristallorientierung und die Lage der Lamellen im Material wurden mittels XRD-Analyse, EBSD und FIB bestimmt.

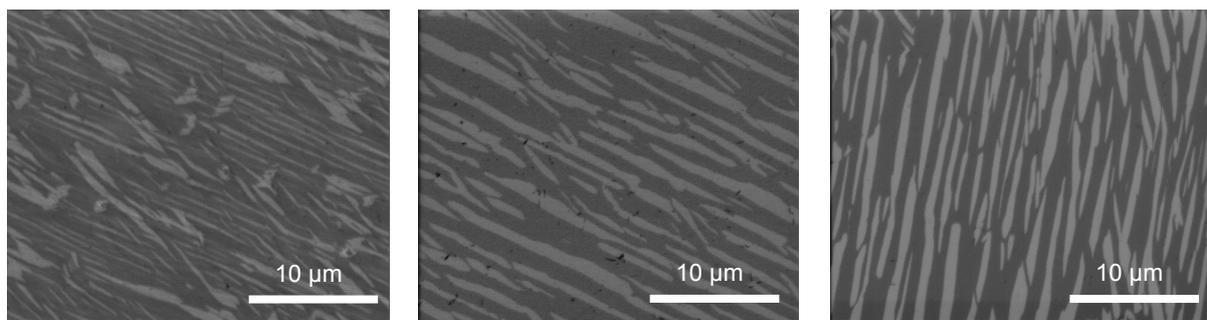
An der ternären Legierung $Al_{62}Ti_{36}Nb_2$ verlief die Einkristallherstellung weit weniger erfolgreich. Die gezogenen Proben waren stark rissbehaftet und hatten nur einen Durchmesser von etwa 4 mm. Zur mechanischen Charakterisierung konnte dieses Material nicht verwendet

werden. In diesem Fall wurde sich auf metallographische Untersuchungen am wärmebehandelten Material beschränkt.

Charakterisierung von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ (SFZ 38)

Zur Charakterisierung standen drei (EK1 bis 3) wärmebehandelte, circa 5 mm lange Abschnitte eines Einkristalls $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ (SFZ 38) zur Verfügung. Die chemische Analyse ergab eine nominelle Zusammensetzung von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ des Einkristalls nach dem Zonenschmelzen. Im Folgenden wird für diesen Einkristall diese Zusammensetzung als Bezeichnung verwendet. Die Stirnflächen wurden bis zu einer SiC-Papierkörnung von 4000 nass geschliffen und danach bis $\frac{1}{4}$ μm poliert. Es folgte ein OPS-Polieren für etwa 10 min und abschließend ein wiederholtes Polieren auf $\frac{1}{4}$ μm . Bei den letzten Präparationsschritten wurde nur noch mit destilliertem Wasser gespült, da bei vorangegangenen REM Untersuchungen bei hohen Vergrößerungen Rückstände von im Alkohol gelösten Verunreinigungen gefunden wurden.

Für mechanische Versuche sollten Druckproben mit definierter Lamellenorientierung (parallel, senkrecht und 45° zur Belastungsrichtung) entnommen werden. Die dafür notwendigen Kenntnisse über die genaue Lage der Lamellen im Kristall und quantitative Aussagen über Lamellenbreite und deren Abstand konnten mit Hilfe von FIB Untersuchungen gewonnen werden. Alle drei Abschnitte des Einkristalls zeigen eine relativ gut ausgeprägte lamellare $\gamma\text{-TiAl} + \text{r-Al}_2\text{Ti}$ Mikrostruktur (Abb. 6.18).



$\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) EK1

$\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) EK2

$\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) EK3

Abbildung 6.18: gerichtete lamellare $\gamma\text{-TiAl}$ (dunkel) + $\text{r-Al}_2\text{Ti}$ (hell) Mikrostruktur eines $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls. Die Orientierung der Lamellen bezüglich der Bildkanten ist zufällig.

Allerdings ist der Einkristall nicht durchgehend homogen. Abschnitt EK1 weist eine wesentlich feinere Lamellenstruktur als die beiden anderen Abschnitte auf. Die feinlamellaren Bereiche werden hier von groben Al_2Ti Lamellen durchzogen, deren Wachstumsrichtung von der der übrigen Lamellenausbildung leicht abweicht. Die beiden anderen Abschnitte zeigen eine wesentlich homogenere Mikrostruktur. Die Breite der Al_2Ti Lamellen liegt

durchschnittlich bei etwa $0,6 \pm 0,2 \mu\text{m}$, der Lamellenabstand bei $1 \pm 0,5 \mu\text{m}$. Leider konnte nicht mehr nachvollzogen werden, welche Mikrostruktur in welchem Abschnitt im Gesamtkristall auftrat. An einem Längsschliff wurde die Annahme bestätigt, dass sich die Lamellen in Richtung des Wärmefflusses (Kristallzuchtichtung) beim Zonenschmelzen gebildet haben. Die Lamellen liegen also parallel zur Längsachse des Einkristalls.

Anschließend wurde zur Bestimmung der Kristallorientierung eine EBSD Messung durchgeführt. Ein Linescan über einen Bereich von $10 \mu\text{m}$ ergab bei beiden Phasen ($\gamma\text{-TiAl} + \text{r-Al}_2\text{Ti}$) immer das gleiche Pattern der Kikuchi-Linien. Auch zeigen alle drei Abschnitte des Einkristalls, trotz unterschiedlicher Lamellenstruktur, die gleiche Orientierung. Demnach haben beide Phasen die gleiche Kristallorientierung, die innerhalb des gesamten Einkristalls unverändert bleibt. Als Beispiel ist das Ergebnis der Messung vom Einkristall EK2 in Abbildung 6.19 dargestellt.

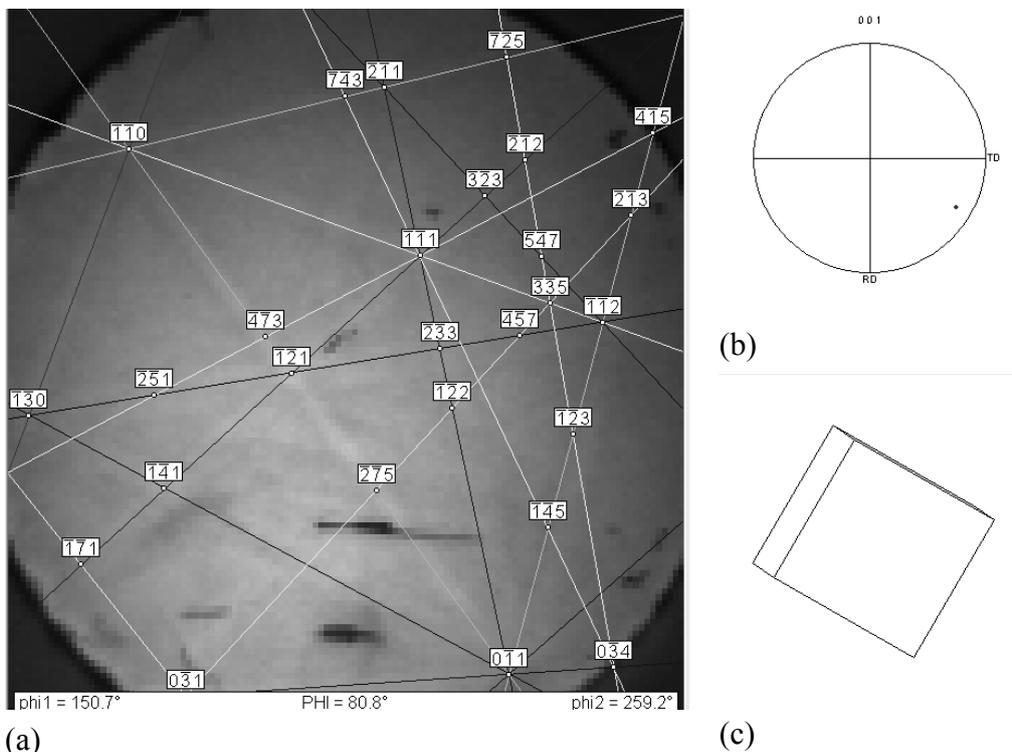


Abbildung 6.19: (a) Bestimmung der Orientierung des $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls EK2 mittels EBSD, (b) (001) Polfigur und (c) Kristallorientierung.

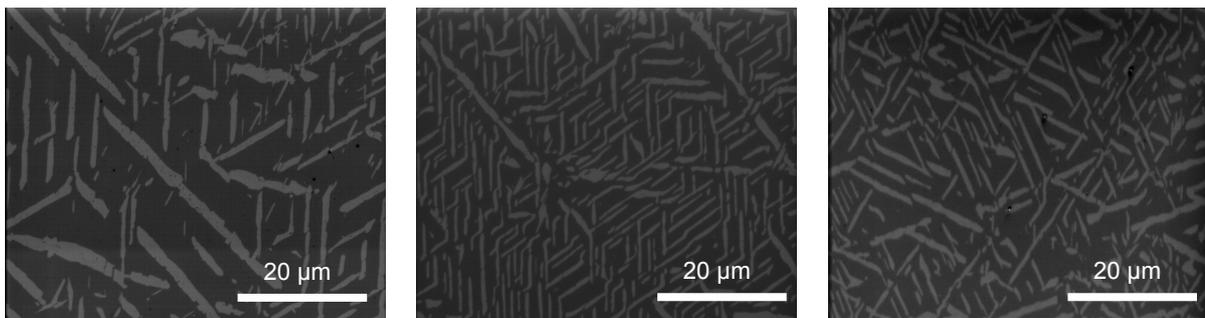
Bei der Auswertung der EBSD Messung wurde $\gamma\text{-TiAl}$ vereinfacht als kubische Elementarzelle angenommen. Die eigentliche tetragonale Verzerrung des Gitters der L1_0 -Struktur von $\gamma\text{-TiAl}$ wurde nicht berücksichtigt und ist auch messtechnisch im REM/EBSD vielfach nicht erfassbar. Der Unterschied der Gitterkonstanten $a_0 = 0,3976 \text{ nm}$ und $c_0 = 0,4072 \text{ nm}$ [40] ist zu gering, um die exakte Lage der Elementarzelle zu bestimmen. Aus den Untersuchungsergebnissen aus FIB und EBSD Analyse ist zu erkennen, dass sich die $\text{r-Al}_2\text{Ti}$

Lamellen an den $\langle 100 \rangle$ Würfelkanten von γ -TiAl bilden. Das entspricht auch der im TEM ermittelten Orientierungsbeziehung zwischen γ -TiAl und r -Al₂Ti im polykristallinen Material.

Zur Absicherung der Messergebnisse wurde zusätzlich die Kristallorientierung mittels XRD Analyse bestimmt. Die durch die EBSD Messung bestimmte Orientierung des Einkristalls konnte bestätigt werden.

Charakterisierung von Al₆₀Ti₄₀ (HKZ 445)

Die nominelle Zusammensetzung des Einkristalls nach dem Zonenschmelzen ist Al_{58,2}Ti_{41,8}. Auch hier wird im Folgenden die nach dem Ziehen gemessene Zusammensetzung als Bezeichnung verwendet. Die Probenpräparation erfolgte analog zum Al_{59,4}Ti_{40,6} (SFZ 38) Einkristall. Abbildung 6.20 zeigt die Mikrostruktur im Querschnitt von drei Abschnitten eines Al₆₀Ti₄₀ Einkristalls.



Al_{58,2}Ti_{41,8} (HKZ 445) EK1

Al_{58,2}Ti_{41,8} (HKZ 445) EK2

Al_{58,2}Ti_{41,8} (HKZ 445) EK3

Abbildung 6.20: „gerichtete“ γ -TiAl + r -Al₂Ti Mikrostruktur eines Al_{58,2}Ti_{41,8} (HKZ 445) Einkristalls.

Wie beim polykristallinen Abguss reicht auch hier die Al-Konzentration nicht aus, um ein vollständig lamellares Gefüge zu bilden. Auch konnte wieder kein vollständig homogenes Gefüge über die gesamte Kristalllänge erzeugt werden. Die Mikrostruktur ändert sich innerhalb des Einkristalls erheblich. Der Einkristallabschnitt EK1 besitzt relativ grobe plattenförmige Bereiche der r -Al₂Ti Phase, die in vier unterschiedlichen Orientierungen in der γ -TiAl Matrix auftreten. In Abschnitt EK2 ist diese grobe Struktur mit feinen annähernd lamellaren Bereichen durchsetzt. Die vier Wachstumsrichtungen der r -Al₂Ti Phase finden sich auch in den feinen Gefügebereichen wieder.

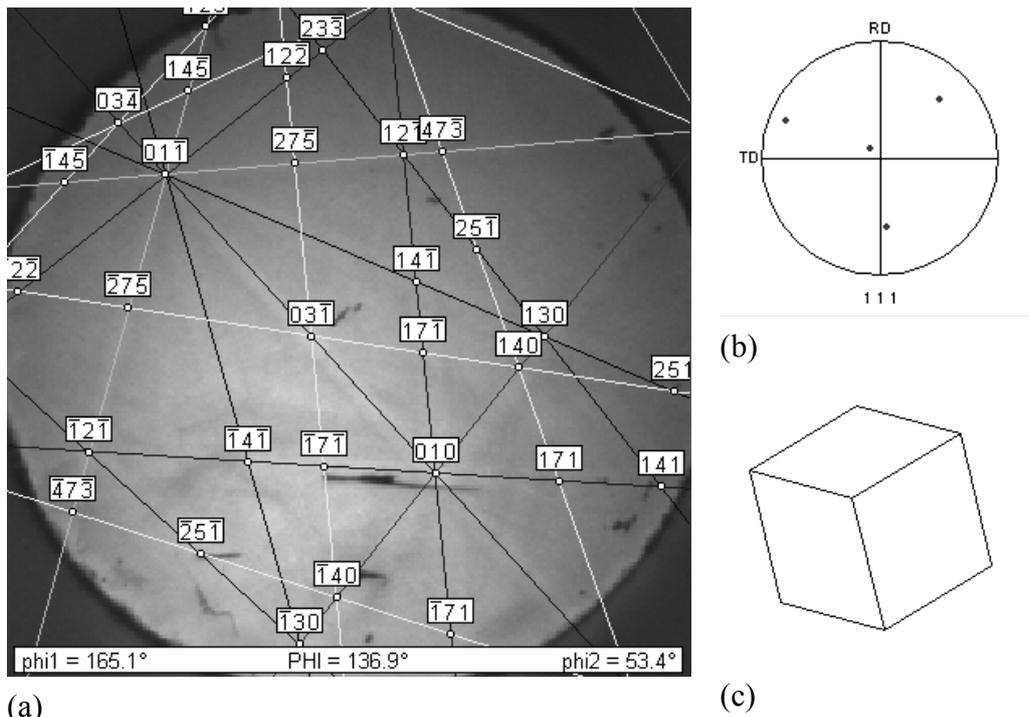


Abbildung 6.21: (a) Bestimmung der Orientierung des $\text{Al}_{58,2}\text{Ti}_{41,8}$ (HKZ 445) Einkristalls mittels EBSD, (b) (111) Polfigur und (c) Kristallorientierung.

Die Kristallorientierung des $\text{Al}_{58,2}\text{Ti}_{41,8}$ Einkristalls ist eine (111) Richtung (Abb. 6.21). Auch hier ergibt die EBSD Analyse für alle Phasen immer die gleiche Orientierung. In welcher Wachstumsrichtung die $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase in der $\gamma\text{-TiAl}$ Matrix vorliegt, hat darauf keinen Einfluss. Auf Grund der zwar unvollständig ausgeprägten Lamellenstruktur, jedoch fast perfekten (111) Orientierung in Wachstumsrichtung des Einkristalls sollte an diesen Proben der Einfluss der Belastungsrichtung auf eine definierte Kristallorientierung gemessen werden. Dazu wurden Druckproben parallel und senkrecht zur (111) Richtung entnommen.

Charakterisierung von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ (SFZ 81)

Im Gegensatz zum binären Material verlief der Zonenschmelzprozess der ternären Legierung vergleichsweise schwierig. Nach der Wärmebehandlung waren die Einkristallstücken auf Grund der hohen Anzahl von Rissen für mechanische Versuche praktisch unbrauchbar. Nichtsdestotrotz konnte im Kristall eine interessante Mikrostruktur generiert werden (Abb. 6.22a). Das wärmebehandelte Gefüge zeigt viele kleine feinlamellare $\gamma\text{-TiAl} + \text{Al}_2\text{Ti}$ Lamellenpakete mit unterschiedlicher Ausrichtung bzw. Lamellenorientierung (sog. Aztekenmuster). Auch in Wachstumsrichtung des Kristalls wurde diese besondere Mikrostruktur gefunden.

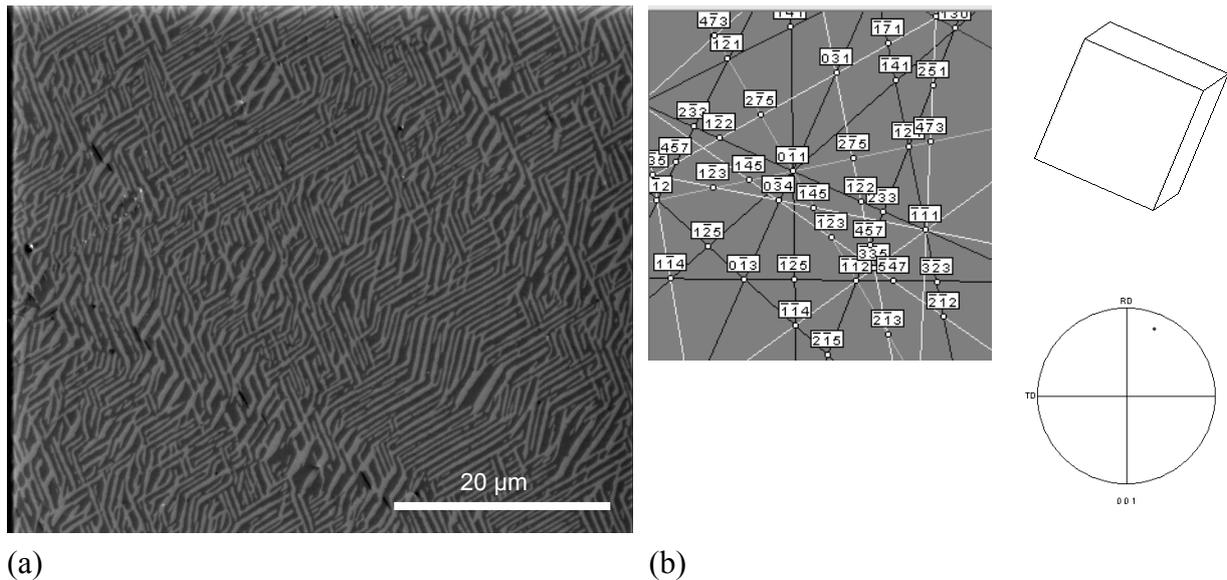


Abbildung 6.22: (a) „Azteken“ γ -TiAl + Al_2Ti Mikrostruktur des $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ (SFZ 81) Einkristalls, (b) Bestimmung der Kristallorientierung mittels EBSD.

Zur Bestimmung der Kristallorientierung wurde ein Linescan über einen Bereich von $10\ \mu\text{m}$ durchgeführt. Wie auch beim binären Material ergab die EBSD Analyse über beiden Phasen (γ -TiAl + r- Al_2Ti) immer das gleiche Kikuchi-Linien Pattern. Die Kristallorientierung und die (001) Polfigur sind in Abbildung 6.22b dargestellt.

Zusammenfassend könnte für das hier verwendete Zuchtverfahren also geschlussfolgert werden, dass Al-ärmere Einkristalle (Al-Konzentration $< 59\ \text{at.}\%$) bevorzugt in $\langle 111 \rangle$ -Richtung wachsen zu scheinen. Demgegenüber zeigen Al-reichere, auch Nb-legierte Kristalle (Al-Konzentration $> 59\ \text{at.}\%$) Wachstumsorientierungen nahe $\langle 100 \rangle$. Aufgrund der relativ geringen Zahl an Untersuchungen ist diese Aussage jedoch nicht als statistisch abgesichert zu betrachten. Auch sind die Ursachen für dieses unterschiedliche Wachstumsverhalten derzeit noch unklar.

6.4 Ergebnisse der werkstoffmechanischen Untersuchungen

6.4.1 Biegefestigkeit und Spröd-Duktil-Übergangstemperatur

Während am Gusszustand von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ bei Temperaturen bis 900 °C im Dreipunktbiegeversuch keine signifikante Duktilität gemessen werden konnte, zeigte das Material bei rund 950 °C erhöhte Plastizität, was auf eine Duktil-Spröd-Übergangstemperatur (engl. DBTT) von etwa 900 °C schließen lässt. Oberhalb DBTT lässt sich das Material so gut plastisch verformen ($> 3\%$), dass es nicht mehr zum Bruch der Probe kommt. Die anliegende Last bleibt nach Erreichen einer maximalen Kraft weitgehend konstant. In diesem Fall verformt sich die Biegeprobe unter konstanter Biegespannung und konstanter Verformungsgeschwindigkeit (stationäres Kriechen). Aufgrund der nichtlinearen Spannungsverteilung beim Kriechen in der Probe kann die maximale Biegespannung unter diesen Bedingungen nicht nach Gleichung (13) unter Annahme linear-elastischer Beanspruchung berechnet werden.

$$\sigma_B = \frac{3Fs}{2bh^2} \quad (13)$$

Mit Kraft F , Auflagerabstand s , Probenhöhe h und Probenbreite b .

Für kleine plastische Verformungen (bei Temperaturen unterhalb DBTT) ist Gleichung (13) ausreichend genau. Für den Fall des Kriechens wurde hier die maximale Biegekriechspannung in der Randfaser der Probe nach Gleichung (14) berechnet. Die Herleitung der analytischen Lösung wird im Kapitel: *6.5 Berechnung der Kriechspannung im Dreipunktbiegeversuch* detailliert aufgezeigt und mit einer numerischen Berechnung (FEM Modell) verglichen.

$$\sigma_{\max} = \frac{F}{2} a \left(\frac{h}{2} \right)^{\frac{1}{n}} \frac{1}{I_n}. \quad (14)$$

Mit Kraft F , halber Auflagerabstand a , Probenhöhe h , Spannungsexponent n und Widerstandsmoment beim Kriechen I_n .

In Abbildung 6.23 ist die Temperaturabhängigkeit der Biegefestigkeit und der plastischen Dehnung für $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand dargestellt. Die Biegefestigkeit steigt bis zum Erreichen von DBTT leicht an und erreicht bei 900 °C ihr Maximum. Oberhalb DBTT fällt die Biegefestigkeit dann stark ab. Um bei hohen Temperaturen die auftretende Abhängigkeit der

Biegefestigkeit von der Verformungsgeschwindigkeit zu zeigen, wurde bei 1000 °C zusätzlich ein Biegeversuch mit zehnfacher Prüfgeschwindigkeit (0,1 mm/min) durchgeführt. Der ermittelte Wert ist in Abbildung 6.23 als offenes Symbol dargestellt.

Die nach der Wärmebehandlung im Wasser abgeschreckte Al₆₀Ti₄₀ WBH1 Legierung verhält sich im Vergleich zum Gusszustand unterhalb DBTT (900 °C) wesentlich spröder und zeigt eine geringere Festigkeit. Durch das Abschrecken entstandene Mikrorisse werden als ein Grund für die hohe Sprödigkeit angenommen. Die Risseinleitung und Ausbreitung unter Zugspannung scheint hier einen kritischen Punkt darzustellen und sollte in der Bewertung der (niedrigen) Festigkeitswerte Berücksichtigung finden.

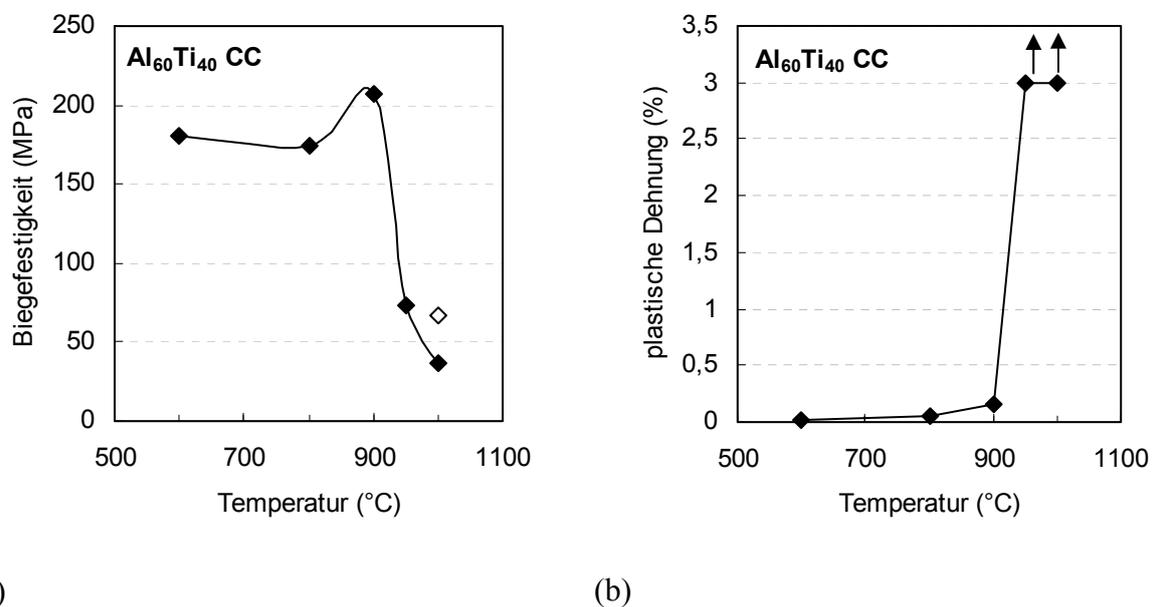


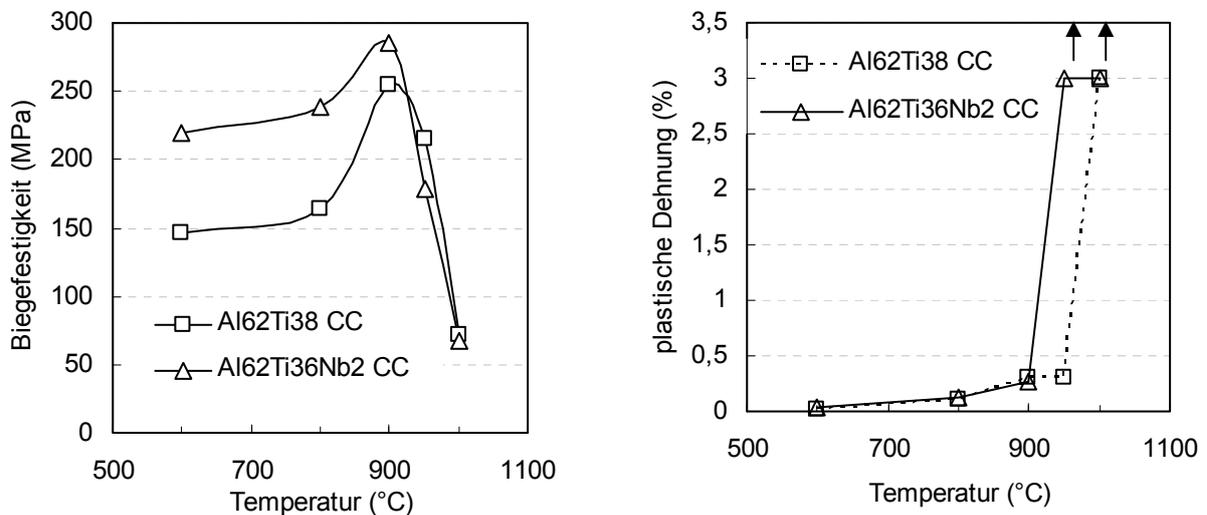
Abbildung 6.23: Temperaturabhängigkeit der Biegefestigkeit (a) und plastischen Dehnung (b) von Al₆₀Ti₄₀ im Gusszustand mit Prüfgeschwindigkeit 0,01 mm/min (volle Symbole) und 0,1 mm/min (offenes Symbol).

Bei Temperaturen über 950 °C lässt sich das Material sehr gut plastisch verformen und die Biegefestigkeit liegt auf dem Niveau des Gusszustandes. Die nach der Wärmebehandlung im Ofen abgekühlte Legierung Al₆₀Ti₄₀ WBH2 zeigte erhöhte Festigkeit zwischen 800 und 900 °C. Außerdem konnte DBTT um 100 K gesenkt werden und liegt bei diesem Zustand bei etwa 800 °C. Die Ergebnisse der Dreipunktbiegeversuche sind in Tabelle 6.3 zusammengefasst. Der Gusszustand von Al₆₂Ti₃₈ hat über den getesteten Temperaturbereich eine höhere Biegefestigkeit als Al₆₀Ti₄₀. Nur der ofenabgekühlte Wärmebehandlungszustand Al₆₀Ti₄₀ WBH2 zeigt bei 800 °C deutlich bessere Festigkeitswerte. Allerdings kennzeichnet Al₆₂Ti₃₈ CC ein wesentlich spröderes Verhalten. Die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur erhöht sich um etwa 50 K auf über 950 °C.

Tabelle 6.3: Ergebnisse der Dreipunktbiegeversuche.

T (°C)	Al ₆₀ Ti ₄₀ CC		Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH1		Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH2		Al ₆₂ Ti ₃₈ CC		Al ₆₂ Ti ₃₆ Nb ₂ CC	
	σ_B (MPa)	ϵ_{pl} (%)	σ_B (MPa)	ϵ_{pl} (%)	σ_B (MPa)	ϵ_{pl} (%)	σ_B (MPa)	ϵ_{pl} (%)	σ_B (MPa)	ϵ_{pl} (%)
600	181	0,02	-	-	-	-	147	0,02	219	0,04
800	174	0,04	-	-	277	0,06	164	0,11	239	0,12
850	-	-	-	-	211	>3	-	-	-	-
900	207	0,16	96	0,04	97	>3	255	0,3	285	0,27
950	73	>3	62	>3	-	-	215	0,3	179	>3
1000	36	>3	59	>3	39	>3	72	>3	67	>3

Durch das Hinzulegieren von 2 % Niob konnte DBTT wieder gesenkt werden und liegt im Fall von Al₆₂Ti₃₆Nb₂ im Gusszustand bei etwa 900 °C. Außerdem wurde an der ternären Legierung eine erhöhte Biegefestigkeit festgestellt. Unterhalb DBTT zeigt aber auch diese Legierungsvariante keine signifikante Duktilität. In Abbildung 6.24 sind die Ergebnisse der Gusszustände von Al₆₂Ti₃₈ und Al₆₂Ti₃₆Nb₂ gegenübergestellt. Bei allen Legierungsvarianten konnte keine signifikante Duktilität unterhalb 900 °C gemessen werden.



(a)

(b)

Abbildung 6.24: Vergleich der Temperaturabhängigkeit der Biegefestigkeit (a) und plastischen Dehnung (b) von Al₆₂Ti₃₈ und Al₆₂Ti₃₆Nb₂ im Gusszustand.

Das Bruchverhalten ist bei allen Legierungsvarianten gemischt interkristallin/transkristallin, wobei im Gusszustand der Legierungen die interkristallinen Anteile überwiegen. Eine detaillierte Betrachtung der Bruchfläche wird im Kapitel: 6.4.4 *Bruchzähigkeitsuntersuchungen* vorgenommen. Aufgrund des stark rissbehafteten

Probenmaterials konnten weder vom Wärmebehandlungszustand von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ noch von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ erfolgreich Biegeproben hergestellt werden.

6.4.2 Kriechverhalten des polykristallinen Probenmaterials

Zur Festlegung der Kriechparameter wurde zunächst das polykristalline Probenmaterial mittels isothermer einachsiger Druckversuche bei Dehnraten von 10^{-3} bis 10^{-5} s^{-1} bis zum Erreichen einer konstanten Spannung („*steady state*“) bei Temperaturen von 900 bis 1050 °C verformt. Aus den Ergebnissen der Druckversuche wurden dann die Parameter der Kriechversuche (mit konstanter wahrer Spannung) festgelegt. Diese führten dann dementsprechend zu deutlich geringeren Verformungsgeschwindigkeiten. Die Versuche wurden als gestufte Druckkriechversuche mit Spannungswechsel ausgelegt.

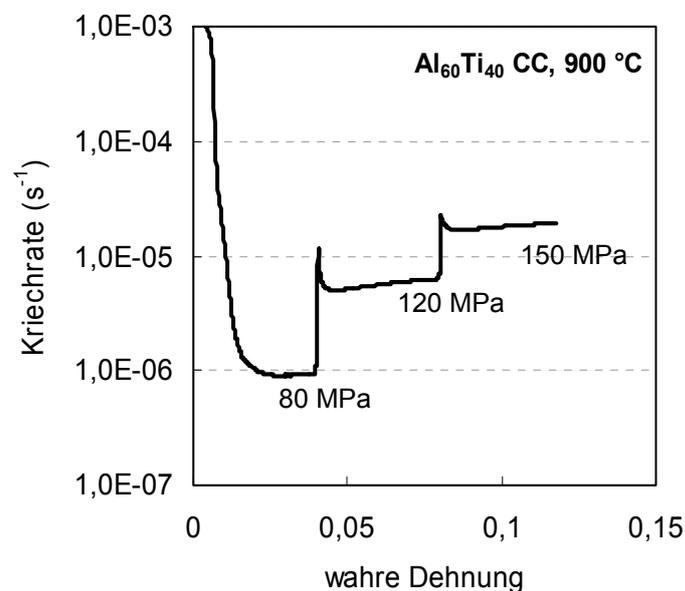


Abbildung 6.25: Druckkriechkurve von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC bei 900 °C zeigt stationäres Kriechverhalten bei unterschiedlichen Laststufen.

Beginnend mit einer geringen Kriechspannung wurde bei Erreichen der minimalen Kriechrate auf ein höheres Spannungsniveau gewechselt. In Abbildung 6.25 wird diese Vorgehensweise am Beispiel der $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ Legierung im Gusszustand bei 900 °C und einer Laststufensequenz von 80...120...150 MPa verdeutlicht. Aufgrund der ausgezeichneten Oxidationsbeständigkeit der Legierungen war es möglich, alle Versuche, ohne den Einsatz schützender Atmosphäre, an Luft durchzuführen.

Als erstes sollte untersucht werden, inwieweit sich die Aluminiumkonzentration auf das Kriechverhalten der binären Al-reichen TiAl Legierungen auswirkt. Abbildung 6.26 zeigt repräsentativ die Abhängigkeit der minimalen Kriechrate (auch als stationäres Kriechen oder

Sekundärkriechen bezeichnet) von der Spannung in doppelt-logarithmischer Darstellung (Norton Plot) für Temperaturen von 900 und 1050 °C der Al₆₀Ti₄₀ und Al₆₂Ti₃₈ Legierungszusammensetzung im Gusszustand (CC).

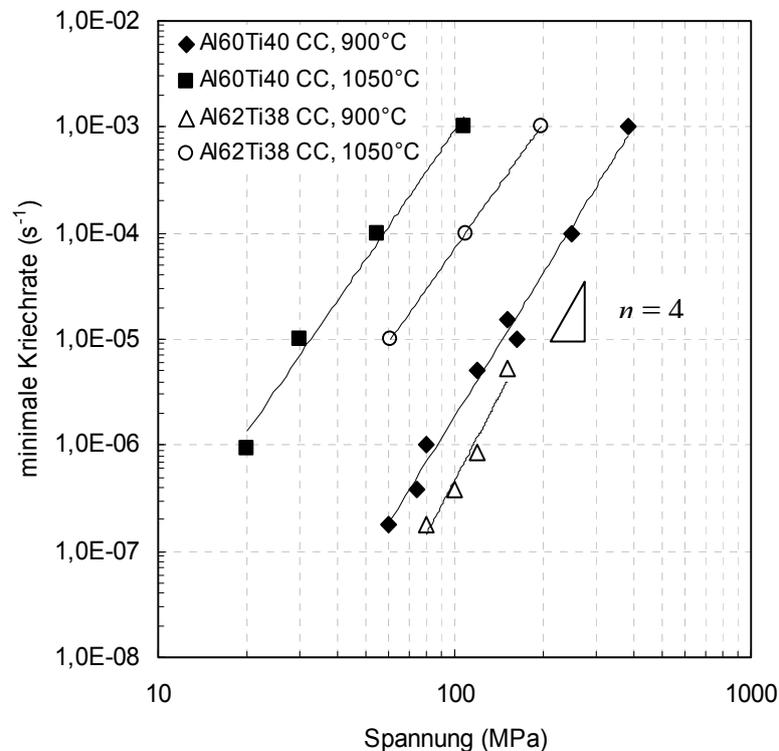


Abbildung 6.26: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₀Ti₄₀ und Al₆₂Ti₃₈ im gegossenen Zustand (CC) bei Versuchstemperaturen von 900 und 1050 °C. Im Anhang sind für alle Versuchstemperaturen die Kriechergebnisse jeder Legierungsvariante im entsprechenden Wärmebehandlungszustand zusammenfassend dargestellt.

Wie erwartet, steigt die Kriechgeschwindigkeit mit zunehmender Temperatur als auch mit Erhöhung der Spannung an. Besonders in Hinblick auf die geringe Dichte von rund 3,8 g/cm³ weist bereits der gegossene Zustand beider binären Legierungen eine gute Kriechbeständigkeit bei 900 °C auf. Die Al₆₂Ti₃₈ Legierung zeigt im Vergleich mit der Al₆₀Ti₄₀ Legierung bei dieser Temperatur eine etwas bessere Kriechfestigkeit. Bei 1050 °C beträgt der Unterschied der minimalen Kriechrate bei gleichem Spannungsniveau nahezu eine Größenordnung. Festzuhalten ist, dass sich mit zunehmender Aluminiumkonzentration und damit höherem Anteil der Al₂Ti Phase die Kriechbeständigkeit der binären Legierungen verbessert.

Der Spannungsexponent $n = \Delta \log(\text{Kriechrate}) / \Delta \log(\text{Spannung})$ stellt die Spannungsabhängigkeit des Werkstoffs von der Kriechgeschwindigkeit dar. Der für diese Legierungen gefundene Spannungsexponent $n = 4$ ist relativ unabhängig von der untersuchten Spannung und der Temperatur. Der hier ermittelte Wert fällt in den zu erwartenden Bereich

von $n = 3-5$ für Spannungsexponenten, wie er in verschiedenen Kriechmodellen in der Literatur [84-87] berichtet wird. Das deutet darauf hin, dass Versetzungsklettern der maßgebende Kriechmechanismus ist.

An Ti-reichen TiAl Legierungen konnte gezeigt werden, dass die mechanischen Eigenschaften, insbesondere die Kriechbeständigkeit und die Bruchzähigkeit, dieser Legierungen durch die Ausbildung lamellarer γ -TiAl + α_2 -Ti₃Al Gefüge deutlich verbessert werden konnte [16, 17, 88]. Die durch eine Wärmebehandlung generierten plattenförmigen (Al₆₀Ti₄₀ WBH1) und vollständig lamellaren (Al₆₂Ti₃₈ WBH) γ -TiAl + Al₂Ti Mikrostrukturen sollten so auch bei den Al-reichen TiAl Legierungen die mechanischen Eigenschaften wesentlich verbessern. In Abbildung 6.27 und 6.28 sind die Ergebnisse der Kriechversuche für die binären Legierungen im Gusszustand und nach der Wärmebehandlung für je zwei Prüftemperaturen zusammengefasst.

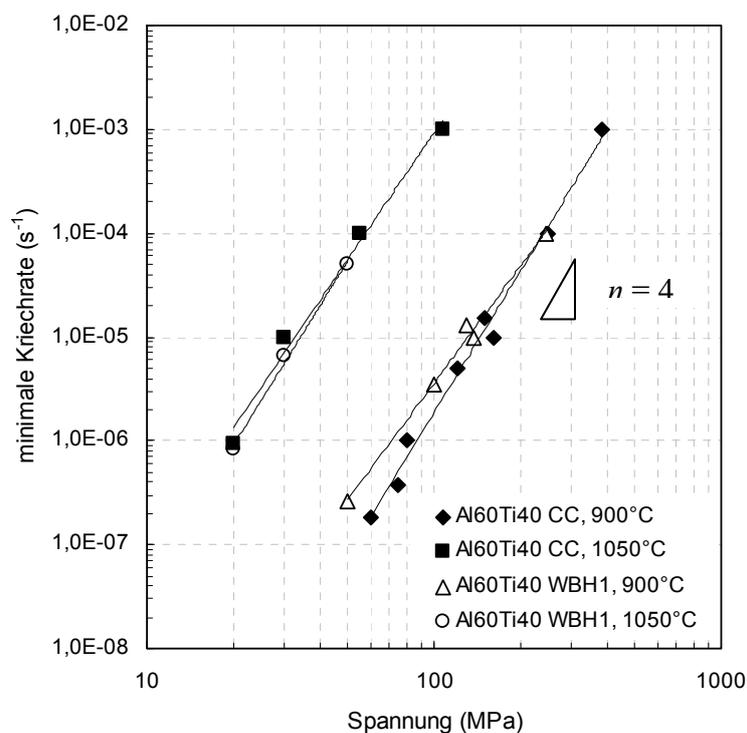


Abbildung 6.27: Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von Al₆₀Ti₄₀ im gegossenen Zustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 200 h und Abschrecken in Wasser (WBH1).

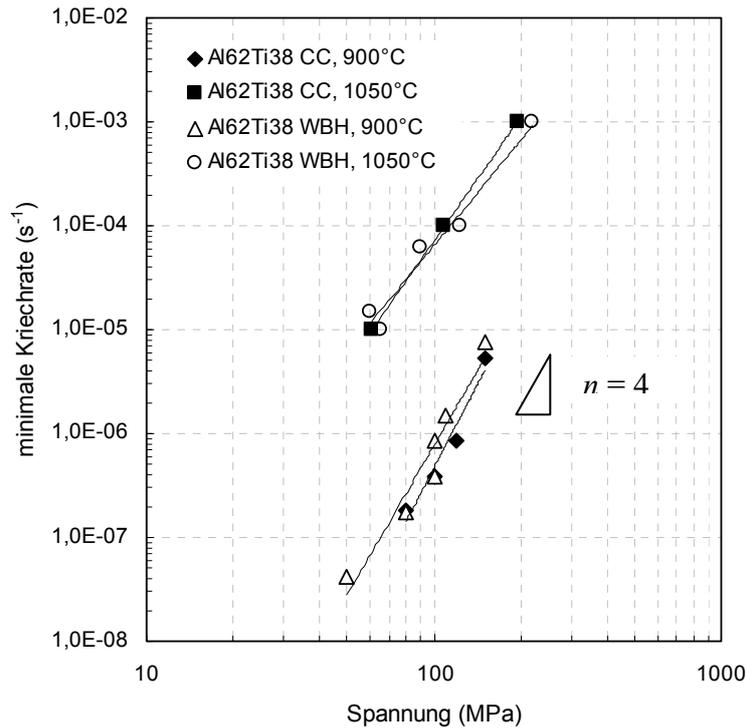


Abbildung 6.28: Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von Al₆₂Ti₃₈ im gegossenen Zustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h und Abschrecken in Wasser (WBH).

Es muss festgestellt werden, dass keine signifikanten Unterschiede im Kriechverhalten zwischen Gusszustand und Wärmebehandlungszustand bei beiden binären Legierungen gemessen werden konnte. Obwohl die Mikrostrukturen von allen getesteten Legierungszuständen wesentliche Unterschiede aufweisen, spiegelt das Kriechverhalten diese mikrostrukturelle Variation nicht wider.

Eine weitere Möglichkeit die mechanischen Eigenschaften zu verbessern ist die Zugabe dritter Legierungselemente. Bei zweiphasigen γ -TiAl/ α_2 -Ti₃Al Legierungen wurde gezeigt, dass Elemente wie Cr und Nb in Abhängigkeit von der Zusammensetzung und der Mikrostruktur, die mechanischen Eigenschaften signifikant verbessern [5, 6, 18, 89, 90]. In dieser Arbeit sollte an einer ternären Al₆₂Ti₃₆Nb₂ Legierung untersucht werden, inwieweit sich das Hinzulegen eines dritten Elements (in diesem Fall 2 at. % Niob, in Analogie zu den oben genannten Ti-reichen Legierungen [18]) auf das Hochtemperaturverhalten auswirkt. Es wurden Kriechversuche, sowohl am Gusszustand als auch an der wärmebehandelten Legierung mit vollständig lamellarer Mikrostruktur, durchgeführt. Die Ergebnisse sind exemplarisch für zwei Temperaturen in Abbildung 6.29 dargestellt.

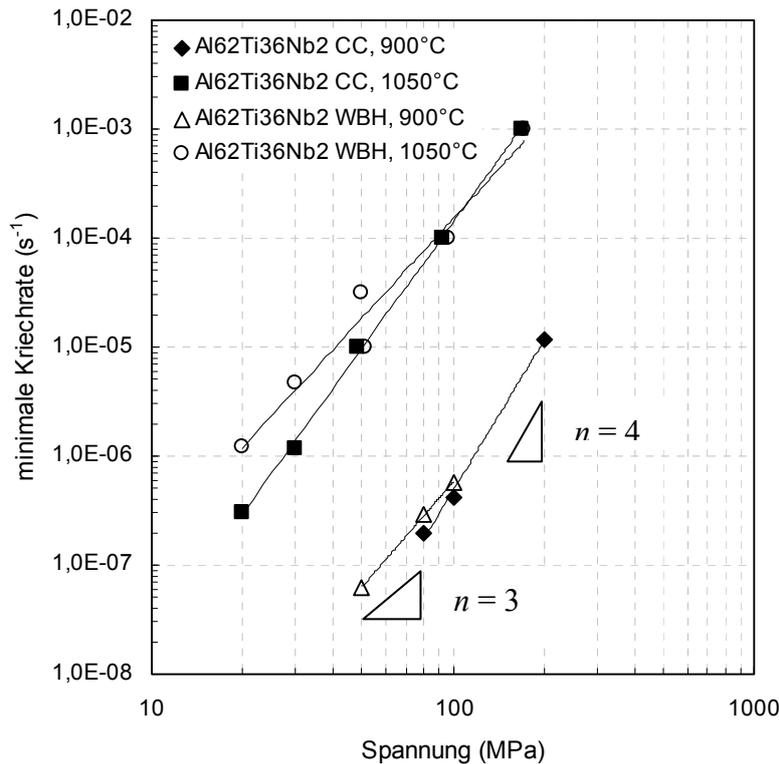


Abbildung 6.29: Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im gegossenen Zustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h und Abschrecken in Wasser (WBH).

Wie auch schon bei den binären Legierungen beobachtet, hat die Mikrostruktur scheinbar keinen signifikanten Einfluss auf das Kriechverhalten der Legierung. Das lamellare Material zeigt bei 1050 °C sogar eine etwas geringere Kriechbeständigkeit als der Gusszustand. Einzig ein geringer Unterschied der Kriechexponenten ist festzustellen. Während der Gusszustand Werte von $n = 4$ aufweist, wurden beim wärmebehandelten Material ein Kriechexponent von $n = 3$ ermittelt, der in diesem Fall auf einen Übergang des Kriechmechanismus von Versetzungsklettern zu viskosem Kriechen hinweisen könnte [91].

Im Vergleich mit dem binären Material konnte auch die Zugabe von 2 at. % Niob die Kriechbeständigkeit der Legierung nicht verbessern. Beide Legierungen $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC bei 900 °C zeigen ein nahezu identisches Kriechverhalten (Abb. 6.30). Bei 1050 °C hat die binäre Legierung auch noch eine etwas höhere Kriechbeständigkeit als die ternäre Legierungsvariante. Eine Legierungszugabe von ≤ 2 % Nb hat demzufolge keinen signifikanten Einfluss auf die Kriechbeständigkeit der hier untersuchten Legierung.

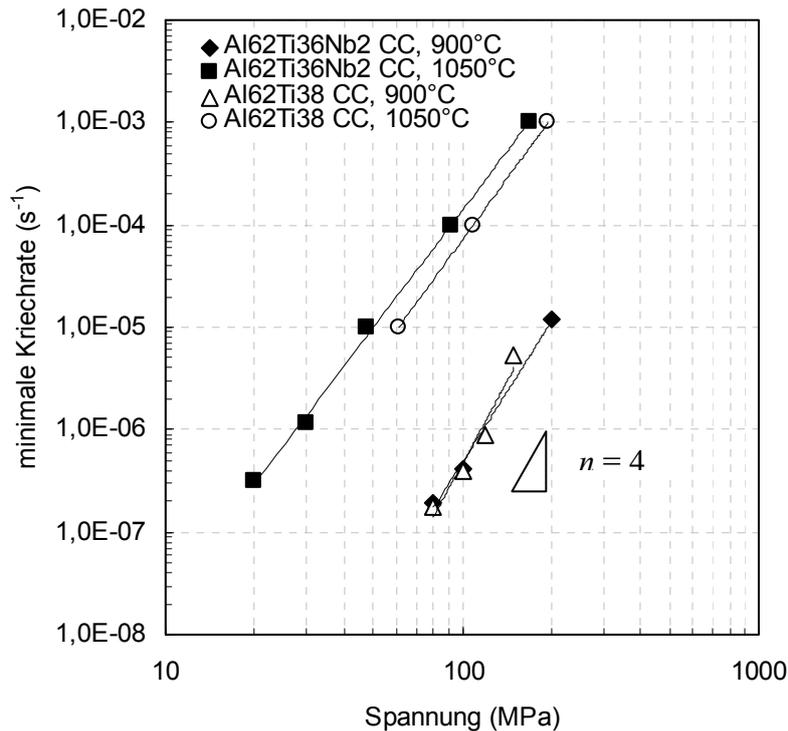


Abbildung 6.30: Sekundärkriechen im Druck bei Temperaturen von 900 und 1050 °C von Al₆₂Ti₃₆Nb₂ im gegossenen Zustand (CC) und Al₆₂Ti₃₈ CC.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die Kriechbeständigkeit der Al-reichen TiAl Legierungen im untersuchten Zusammensetzungsbereich durch Erhöhung der Aluminiumkonzentration verbessert werden kann. Keinen nennenswerten Einfluss auf das Kriechverhalten dieser Legierungen haben die Mikrostruktur und eine Legierungszugabe von 2 at. % Niob.

Im Vergleich mit einphasigen γ -TiAl Legierungen [92] und zweiphasigen γ -TiAl/ α_2 -Ti₃Al Legierungen der ersten Generation [93] zeigen die hier untersuchten Al-reichen TiAl Legierungen eine deutlich bessere Kriechbeständigkeit bei 900 °C (Abb. 6.31). Die hinsichtlich Festigkeit und Oxidationsbeständigkeit optimierten zweiphasigen γ -TiAl/ α_2 -Ti₃Al Legierungsentwicklungen [94] zeigen allerdings noch wesentlich höhere Kriechfestigkeiten. Die Al-reichen Legierungen weisen aber aufgrund der geringeren Dichte und der sehr guten (intrinsischen) Oxidationsbeständigkeit ein hohes Potential für weitere Legierungsentwicklungen auf. Durch geeignete Legierungselemente könnte die hier bereits schon gezeigte gute Kriechfestigkeit der Legierungsvarianten vermutlich noch erhöht werden.

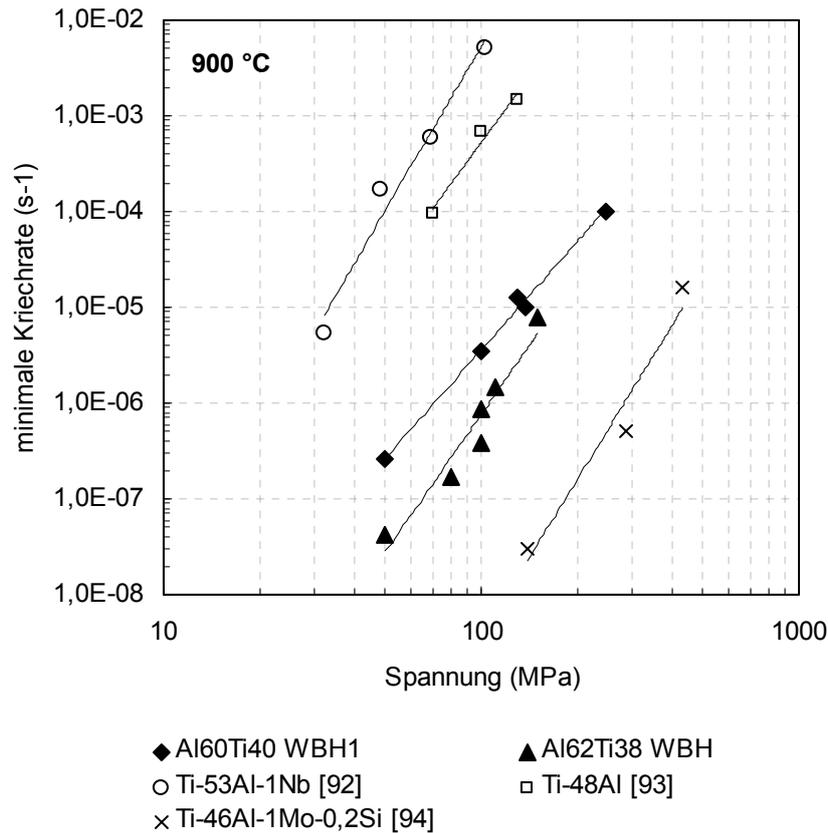


Abbildung 6.31: Vergleich des Hochtemperaturkriechverhaltens unterschiedlicher TiAl Legierungen bei 900 °C.

Zur tiefergehenden Analyse des Kriechverhaltens wurde die scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens durch multiple lineare Regression berechnet. Hierfür wurde für jede Legierungsvariante die temperaturnormierte Kriechrate als Funktion der auf den Schubmodul normierten stationären Spannung nach Gleichung (15) aufgetragen:

$$\dot{\epsilon} = A \frac{DGb}{k_B T} \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \quad (15)$$

Als Startwert zur Berechnung der Aktivierungsenergie diente zunächst die Aktivierungsenergie für Interdiffusion von Al und Ti in γ -TiAl [87]. Dieser Wert wurde dann soweit in Richtung größerer bzw. kleinerer Werte variiert, bis für die lineare Regression ein optimaler Fitwert (mit maximalem R^2) gefunden wurde. Dieser Wert wurde als scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens angenommen. Am Beispiel der $Al_{62}Ti_{38}$ Legierung im Gusszustand ist dieses Verfahren in Abbildung 6.32 dargestellt. Die Ergebnisse der Aktivierungsenergie für alle Legierungsvarianten sind in Tabelle 6.4 zusammengefasst.

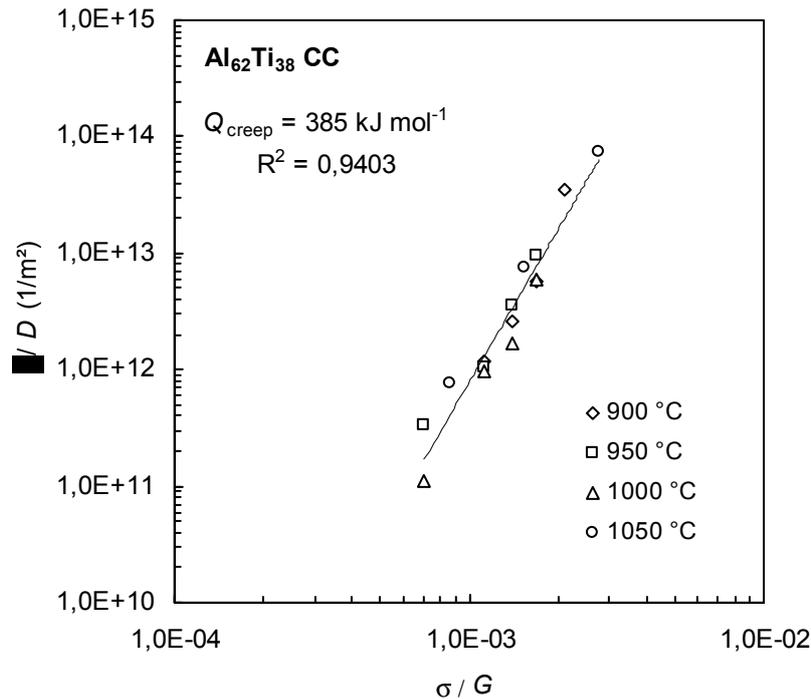


Abbildung 6.32: Auftragung der temperaturnormierten Kriechrate als Funktion der auf den Schubmodul normierten Spannung. Durch multiple lineare Regression wurde $Q_{\text{creep}} = 385 \text{ kJ mol}^{-1}$ ermittelt als bester Fitwert ($R^2 = 0,9403$) für die scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens.

Tabelle 6.4: Scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens für alle Legierungsvarianten.

	Al ₆₀ Ti ₄₀ CC	Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH1	Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH2	Al ₆₂ Ti ₃₈ CC	Al ₆₂ Ti ₃₈ WBH	Al ₆₂ Ti ₃₈ Nb ₂ CC	Al ₆₂ Ti ₃₈ Nb ₂ WBH
Q_{creep} (kJ/mol)	550	430	450	385	383	525	515
R^2	0,99	0,99	0,96	0,94	0,93	0,99	0,96

Die berechneten Werte für die Al₆₂Ti₃₈ Legierung im Gusszustand als auch nach der Wärmebehandlung sind nahezu gleich und stimmen gut mit den Werten überein, die aus Interdiffusionsexperimenten von Al ($Q_{\text{Al}} = 358 \text{ kJ mol}^{-1}$) und Ti ($Q_{\text{Ti}} = 249 \text{ kJ mol}^{-1}$) in γ -TiAl aus der Literatur [87] bekannt sind. Auch zeigen beide Gefügevariationen der Legierung im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) die gleiche verformte Mikrostruktur nach dem Kriechen. Im TEM wurden zwei Proben der Al₆₂Ti₃₈ Legierung nach einem Kriechversuch bei 1000 °C untersucht. Eine der Proben war im Gusszustand, die andere nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h und Abschrecken im Wasser (vor dem Kriechversuch). Beide Proben bestehen aus γ -TiAl mit feinen Al₅Ti₃ Ausscheidungen und r-Al₂Ti. Wobei sich die metastabile Al₅Ti₃ Phase vermutlich erst wieder nach Beendigung des Kriechversuchs beim Abkühlen der Probe in der Prüfmaschine bildet und während des

Kriechens nicht vorhanden war. Sowohl γ -TiAl als auch r-Al₂Ti treten globular als auch lamellar im verformten Gefüge auf. Die Versetzungsdichte in globularem r-Al₂Ti konnte mit ca. 10^8 cm^{-2} abgeschätzt werden. Aufgrund dieser Tatsache kann auch abgeschätzt werden, dass die Verformungstemperatur von 1000 °C oberhalb der DBTT der Al₂Ti Phase liegt. In den lamellaren Bereichen wurden die Versetzungen fast ausschließlich in der γ -TiAl Phase gefunden. Der abgeschätzte Wert im lamellaren γ -TiAl liegt bei ca. 10^9 cm^{-2} . In lamellarem r-Al₂Ti ist die Versetzungsdichte erheblich geringer. Globuläres γ -TiAl weist eine Zellstruktur mit Kleinwinkelkorngrenzen auf. In den Grenzflächen zwischen lamellarem r-Al₂Ti und γ -TiAl ((001)-Flächen) liegen Misfitversetzungen mit $b = [01 \bar{1}]$. Im globularen Material liegen sowohl gewöhnliche als auch Superversetzungen vor [79]. Entsprechende TEM Aufnahmen sind in Abbildung 6.33a und b dargestellt. Die Ergebnisse dieser TEM Untersuchung (gleiche verformte Mikrostruktur nach dem Kriechen) liefern eine plausible Erklärung für das fast identische Kriechverhalten der Legierung im Gusszustand und im wärmebehandeltem Zustand.

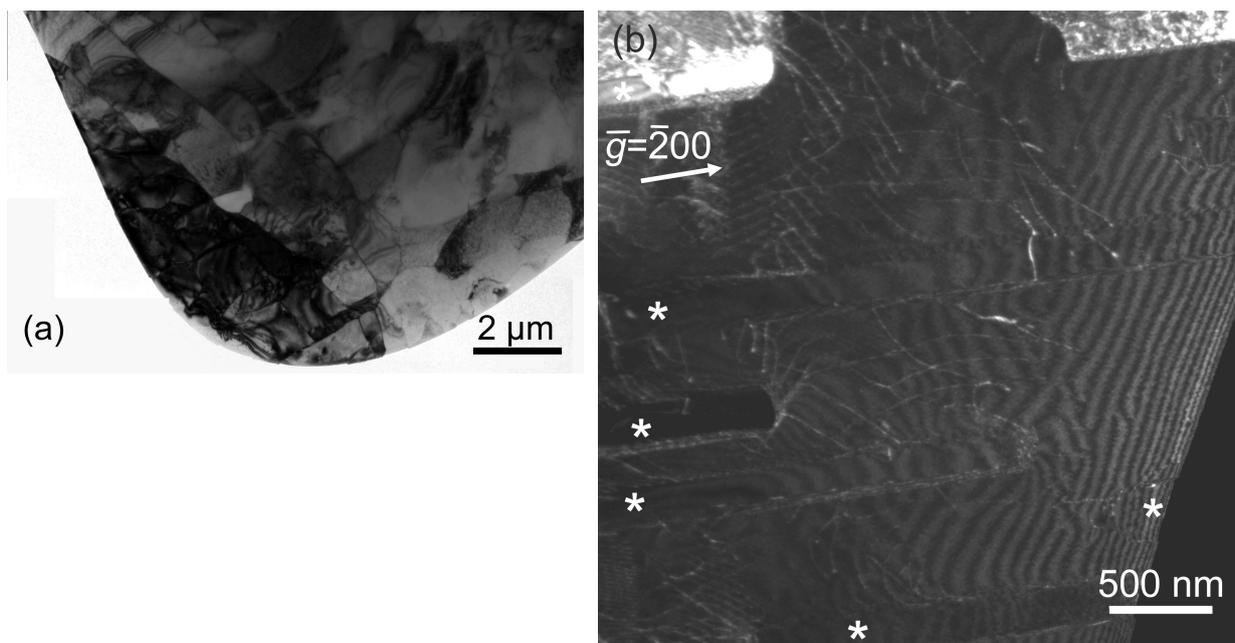


Abbildung 6.33: (a) Hellfeldbild mit Kleinwinkelkorngrenzen (Zellstruktur) von Al₆₂Ti₃₈ nach Kriechverformung bei 1000 °C, $\sigma = 50 \dots 100 \dots 120 \text{ MPa}$, $\epsilon = 20 \%$ und (b) Zweistrahl Dunkelfeldabbildung der Versetzungen in lamellaren Bereichen in Al₆₂Ti₃₈ nach Kriechverformung bei 1000 °C. Die r-Al₂Ti Lamellen sind mit einem Stern (*) gekennzeichnet. Die Versetzungen treten fast ausschließlich im γ -TiAl und an den Grenzflächen zwischen r-Al₂Ti und γ -TiAl auf.

Beim Gusszustand der Al₆₀Ti₄₀ Legierung wurde mit $Q_{\text{creep}} = 550 \text{ kJ mol}^{-1}$ eine signifikant höherer Aktivierungsenergie berechnet. Eine plausible Erklärung für diese Beobachtung könnte die Instabilität dieser Mikrostruktur sein. Die im Gusszustand der Legierung

vorhandenen kleinen, fein verteilten, metastabilen Al_5Ti_3 Domänen lösen sich während der Verformung auf. Aus DTA Messungen am MPIE in Düsseldorf ist bekannt, dass die Umwandlungstemperatur von Al_5Ti_3 im $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC bei 859 °C liegt. Der Auflösungsprozess erfolgt mit steigender Temperatur schneller. Da die Al_5Ti_3 Domänen bei Anwesenheit als Hindernis für die Versetzungsbewegung wirken können, sollte sich die Kriechfestigkeit der Legierung erwartungsgemäß erhöhen. Mit steigender Temperatur wird aber eine starke Abnahme der Kriechbeständigkeit beobachtet, was die Annahme der Auflösung der metastabilen Phase stützt. Eine TEM Hellfeldaufnahme der verformten Mikrostruktur von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand nach 12 h Kriechen bei 1050 °C ist in Abbildung 6.34 dargestellt. Eine solche feine Zellstruktur mit Kleinwinkelkorngrenzen ist in der Regel nicht in dispersions- oder teilchenverstärkten Legierungen zu beobachten. Wären die Al_5Ti_3 Domänen während der Kriechverformung immer noch anwesend, würden sie ein Pinning der Versetzungen bewirken und die daraus resultierende Ausbildung energetisch günstiger Kleinwinkelkorngrenzen unterdrücken oder mindestens dehnungsbezogen verzögern.

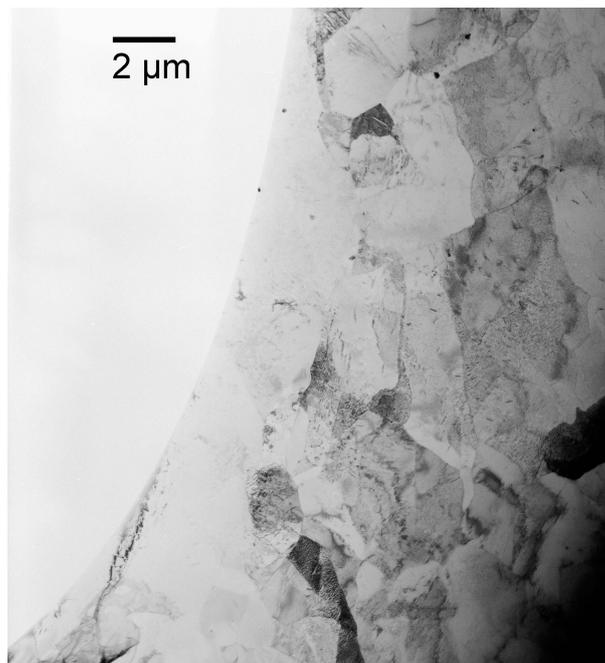


Abbildung 6.34: TEM Hellfeldaufnahme mit Kleinwinkelkorngrenzen der verformten Mikrostruktur von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand nach Kriechen bei 1050 °C , $\sigma = 60\text{ MPa}$ und $\varepsilon = 12\%$.

Die durch die Bildung der Kleinwinkelkorngrenzen hervorgerufene mikrostrukturelle Umordnung ist neben dem daraus resultierenden Rückgang der Kriechfestigkeit eine weitere Erklärung für die beobachtete hohe Aktivierungsenergie im Gusszustand der $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ Legierung. Im Gegensatz dazu liegen bei den beiden Wärmebehandlungszuständen die Werte wieder in Nähe der Aktivierungsenergie für Interdiffusion in $\gamma\text{-TiAl}$.

Die hohen Werte für die scheinbare Aktivierungsenergie des Kriechens der ternären Legierung können auf das Legierungselement Niob zurückgeführt werden. Aus der Literatur [90] ist bekannt, dass Niob bei Ti-reichen TiAl Legierungen zu einer Erhöhung der Aktivierungsenergie für Diffusion führt. Beide Gefügevariationen der Legierung zeigen im TEM die gleiche verformte Mikrostruktur nach dem Kriechen, was das fast identische Kriechverhalten der Legierung erklärt. Es wurden zwei Proben (eine im Gusszustand, die andere nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h und Abschrecken im Wasser) der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ Legierung nach einem Kriechversuch bei 1000 °C untersucht. Wie auch schon bei den binären Proben beobachtet, bestehen beide Proben aus γ -TiAl mit feinen Al_5Ti_3 Ausscheidungen und $r\text{-Al}_2\text{Ti}$. Sowohl γ -TiAl als auch $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ treten wieder sowohl globular als auch lamellar im verformten Gefüge auf. Im globularen γ -TiAl sind überwiegend Zellstrukturen von Kleinwinkelkorngrenzen und kaum bewegliche Versetzungen zu finden. Eine entsprechende TEM Aufnahme ist in Abbildung 6.35 dargestellt. In den lamellaren Bereichen wurden die Versetzungen wieder fast ausschließlich in der γ -TiAl Phase bzw. in den Grenzflächen zwischen $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ und γ -Ti gefunden. Der abgeschätzte Wert der Versetzungsdichte im lamellaren γ -TiAl liegt bei ca. $15 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$. In lamellarem $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ ist die Versetzungsdichte erheblich geringer. Außerdem wurde in der $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase eine deutlich geringere Nb Konzentration gemessen werden, was darauf schließen lässt, dass Niob bevorzugt im γ -TiAl eingebaut wird [79].

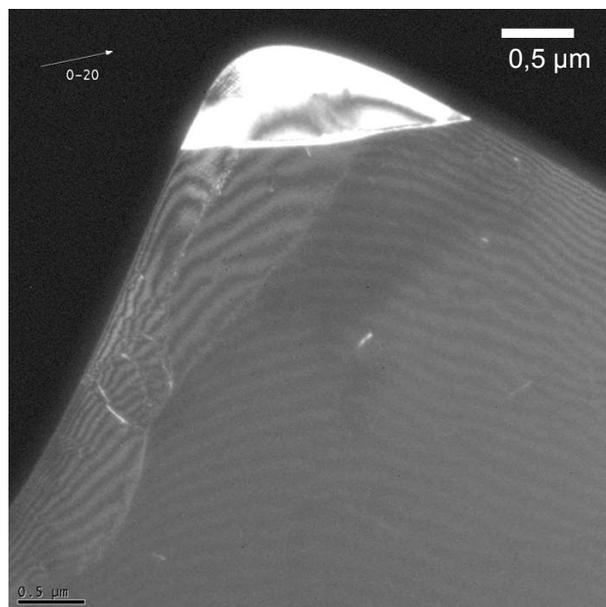


Abbildung 6.35: TEM Zweistrahl Hellfeldbild mit Kleinwinkelkorngrenzen und wenigen Versetzungen von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}\text{Nb}_2$ nach Kriechverformung bei 1000 °C, $\sigma = 30 \dots 50 \dots 80 \text{ MPa}$, $\varepsilon = 20 \%$. Dabei ist die plastische Verformung trotz unterschiedlicher Laststufen mit der von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ bei 1000 °C vergleichbar.

Alle ermittelten Werte dieser Analyse sowohl für die Spannungsexponenten als auch für die Aktivierungsenergien sind in guter Übereinstimmung mit denen von Al-reichen einphasigen γ -TiAl Legierungen [92] sowie vollständig lamellaren Ti-reicher TiAl Legierungen [95]. Bei diesen Legierungen bestimmen Kriechvorgänge an den Phasengrenzen und eine Veränderung der Mikrostruktur durch Rekristallisation und Phasenumwandlung die Kriechfestigkeit und Aktivierungsenergie. Im Gegensatz dazu scheint die Mikrostruktur der vorliegenden Legierungen (mit Ausnahme von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$) bei Temperaturen, die um etwa 200 K höher liegen, als bei oben genannten Legierungen [92, 95], weitestgehend stabil.

Ein eigenartiges Kriechverhalten der $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand wurde bei 1050 °C beobachtet, wenn die Probe für längere Zeit (hier 40 h) bei sehr geringer mechanischer Belastung (< 5 MPa) bei Prüftemperatur ausgelagert wurde. Verglichen mit den Kriechraten im Sekundärkriechen von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand bei 1050 °C aus Abbildung 6.26 steigt die Kriechbeständigkeit der Legierung nach dieser Behandlung um ca. eine Größenordnung bei vergleichbarer Kriechspannung (Abb. 6.36).

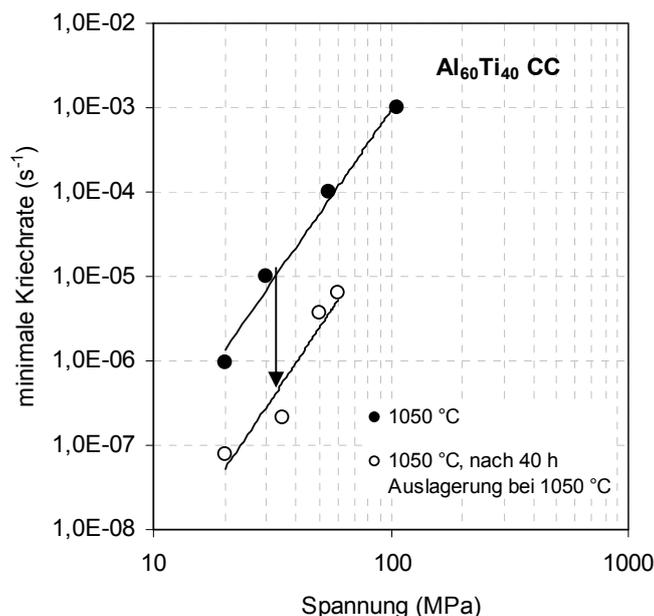


Abbildung 6.36: Sekundärkriechen im Druck bei 1050 °C von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC (volle Symbole) und nach Auslagerung der Legierung über 40 h bei 1050 °C (offene Symbole).

Dies ist ein weiteres Indiz für die Instabilität der Mikrostruktur des Gusszustandes dieser Legierung. Es ist denkbar, dass die Auflösung der (nano-verteilten) metastabilen Al_5Ti_3 Phase und die anschließende Entstehung der thermodynamisch stabilen $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Phase in Form sehr feiner Partikel oder Platten in kleinen interpartikulären Abständen ein Grund für die beobachteten niedrigen Kriechraten sein könnte. Dagegen spricht, dass die Mikrostruktur der wärmebehandelten Legierung (plattenförmig bzw. lamellar) keinen Einfluss auf das

Kriechverhalten hatte. Diese Platten oder Lamellen waren aber deutlich größer als die oben angesprochenen feinen, nanoskaligen Partikel. Ob dieser Effekt genutzt werden könnte, eine stabile Mikrostruktur mit erhöhter Kriechbeständigkeit bei $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ zu erhalten, kann im Moment nicht zweifelsfrei behauptet werden. Weitere Versuche und intensive TEM Untersuchungen wären notwendig, um dieses Phänomen vollständig zu verstehen. Bei $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ konnte dieses Verhalten der Kriechfestigkeitserhöhung durch Vorauslagerung nicht beobachtet werden.

6.4.3 Hochtemperaturverhalten des einkristallinen Probenmaterials

Anhand der aus den mikrostrukturellen Untersuchungen (EBSD, FIB) gewonnenen Kenntnisse über Kristallorientierung und Lamellenausrichtung sollten für mechanische Versuche Druckproben mit definierter Lamellenorientierung (parallel, senkrecht und 45° zur Belastungsrichtung) entnommen werden. Die Probenherstellung mittels Funkenerosion wurde von der Firma WMI GmbH ermöglicht. Aufgrund der hohen Sprödigkeit des einkristallinen Probenmaterials erwies sich die Herstellung und Präparation der Druckproben als extrem schwierig. Einige Proben brachen bereits beim Erodieren, andere beim Schleifen und Polieren der Probenoberflächen. Insgesamt stand der Arbeit daher nur eine limitierte Anzahl von Proben zur Verfügung. An den vorhandenen Proben wurden isotherme einachsige Druckversuche bei Dehnraten von 10^{-3} bis 10^{-5} s^{-1} bis zum Erreichen einer konstanten Spannung („*steady state*“) bei Temperaturen von 800, 900 und 1050 °C durchgeführt. In Abbildung 6.37 ist die Versuchsführung am Beispiel einer Probe von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenausrichtung senkrecht zur Belastungsrichtung bei 1050 °C dargestellt.

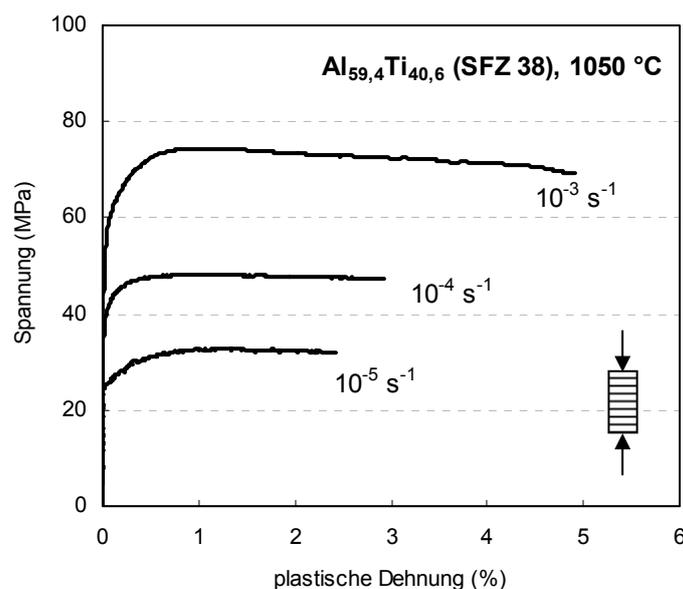


Abbildung 6.37: Druckversuche bei Dehnraten von 10^{-3} bis 10^{-5} s^{-1} von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenausrichtung senkrecht zur Belastungsrichtung bei 1050 °C.

Aus den so ermittelten Spannungen wurde die kritische Schubspannung τ_{krit} nach dem *Schmid'schen Schubspannungsgesetz* aus Gleichung (16) berechnet.

$$\tau = \sigma \cos \lambda \cos \theta \quad (16)$$

Mit Hilfe dieser Gleichung kann aus der äußeren angelegten Spannung und der Lage des betrachteten Gleitsystems die im Kristall wirkende Schubspannung berechnet werden. Wird die kritische Schubspannung τ_{krit} erreicht, beginnt das einkristalline Material zu fließen [96]. Die Lage eines Gleitsystems innerhalb einer Probe ist in Abbildung 6.38 schematisch dargestellt.

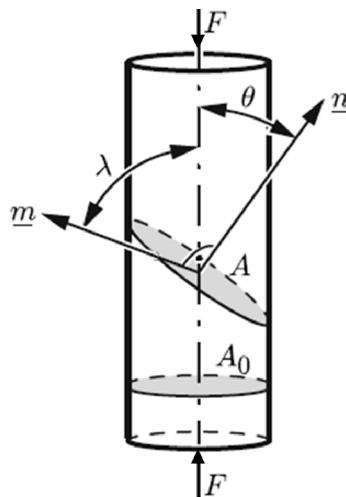


Abbildung 6.38: Lage eines Gleitsystems innerhalb einer Probe [96] mit Gleitrichtung \underline{m} und Normalenvektor der Gleitebene \underline{n} .

Die Einheitsvektoren \underline{n} und \underline{m} stehen stets senkrecht aufeinander. Damit kann der Schmidfaktor $m = \cos \lambda \cos \theta$ maximal den Wert 0,5 annehmen, für den Fall $\lambda = \theta = 45^\circ$. Die ermittelte Fließspannung des Einkristalls ist dann doppelt so groß wie die zur Aktivierung des Gleitsystems notwendige Schubspannung. Nimmt der Schmidfaktor nicht den Maximalwert an, d.h. die Orientierung des Gleitsystems ist nicht optimal, ist die Fließspannung entsprechend größer. Nach der Versetzungstheorie bestimmt die Schubspannung die plastische Verformung und Abgleitvorgänge finden nur auf bestimmten Gleitsystemen statt [96]. Die Gleitsysteme in kubisch flächenzentrierten (kfz) Metallen zeigt Tabelle 6.5.

Tabelle 6.5: Gleitsysteme in kfz-Metallen.

Gleitebene	Gleitrichtung	Anzahl Ebenen	Richtungen pro Ebene	Anzahl (gesamt)
{111}	$\langle 1\bar{1}0 \rangle$	4	3	12

In dieser Arbeit wurde die leichte Tetragonalität der $L1_0$ Struktur von γ -TiAl vernachlässigt und angenommen, dass die gleichen Gleitsysteme wie in kfz-Metallen aktiviert werden. Die Kristallorientierung des Einkristalls wurde mittels EBSD Analyse ermittelt. Damit konnten die Winkel zwischen äußerer Kraft und Gleitebene bzw. Gleitrichtung bestimmt werden. Da, wie aus Tabelle 6.5 ersichtlich, ein Kristall mehrere unterschiedliche Gleitsysteme besitzt, wurden die Schmidfaktoren aller möglichen Gleitsysteme berechnet. Das Gleitsystem mit dem größten Schmidfaktor wird zuerst aktiviert, da es am günstigsten zur äußeren Kraft orientiert ist. Mit diesem Wert wurde dann die kritische Schubspannung τ_{krit} nach Gleichung (16) berechnet.

Vom Einkristall $Al_{59,4}Ti_{40,6}$ (SFZ 38) konnte die größte Anzahl von Druckproben präpariert und das mechanische Verhalten der Legierung in Abhängigkeit von der Lamellenorientierung und der Temperatur untersucht werden. In Abbildung 6.39 ist die Temperaturabhängigkeit der kritischen Schubspannung des Einkristalls mit einer Lamellenorientierung senkrecht zur Belastungsrichtung dargestellt. Die kristallographische Belastungsrichtung ist die (100) Richtung. Damit ergibt sich für die [111] Gleitebene und der dazugehörigen $(1\bar{1}0)$ Gleitrichtung ein maximaler Schmidfaktor von $m = 0,408$.

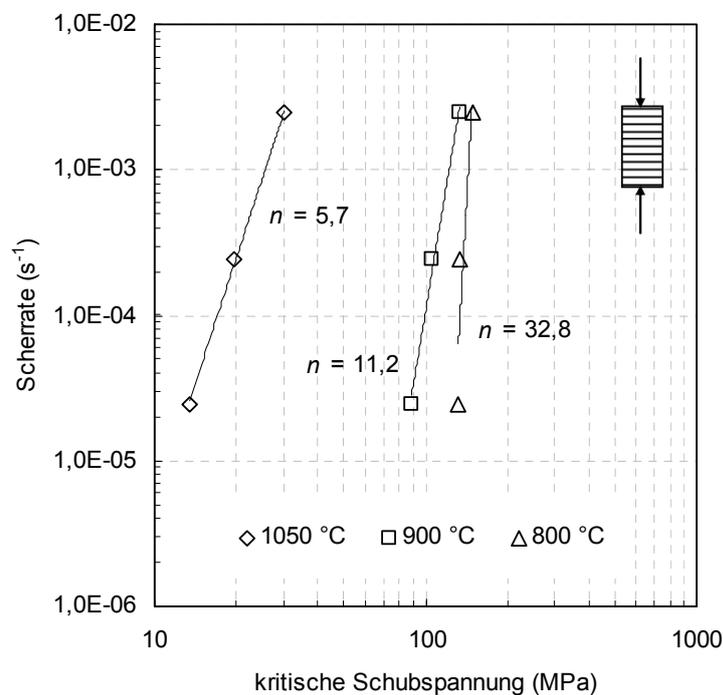


Abbildung 6.39: Sekundärkriechen im Druck von $Al_{59,4}Ti_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenorientierung senkrecht zur Belastungsrichtung bei Temperaturen von 800, 900 und 1050 °C.

Bei 800 und 900 °C zeigt der Einkristall, besonders bei einer Dehnrage von 10^{-3} s^{-1} , fast identische Werte der kritischen Schubspannung. Die viel höheren Werte des Spannungsexponenten n deuten auf schwache Korngrenzen im Fall der Polykristalle hin. Ein Vergleich mit der Kriechbeständigkeit eines Polykristalls ähnlicher Zusammensetzung wird in einem späteren Abschnitt gezeigt. Bei 800 °C ist allerdings der Einfluss der Verformungsgeschwindigkeit auf die kritische Schubspannung noch geringer. Der Spannungsexponent ist mit $n > 30$ sehr groß. Mit zunehmender Temperatur bis 1050 °C fällt die kritische Schubspannung des Einkristalls sehr stark ab.

Makroskopisch zeigen die verformten Druckproben bei allen Prüftemperaturen ein auffällig anisotropes Verformungsverhalten. Besonders verdeutlicht wird dies an einer Probe, die bei 900 °C über 16 % plastisch verformt wurde, dargestellt in Abbildung 6.40b und c. Während die Probe in y-z Richtung stark ausgebaucht ist, liegen die Seitenflächen der Probe in x-z Richtung noch fast parallel zueinander. Dieses Verformungsverhalten ist darauf zurückzuführen, dass die plastische Verformung in der Probe bevorzugt über ein Gleitsystem (mit dem größten Schmidfaktor) erfolgt. Ein identisches Verhalten wurde auch bei Druckversuchen an $\gamma\text{-TiAl}/\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ PST Kristallen beobachtet [97].

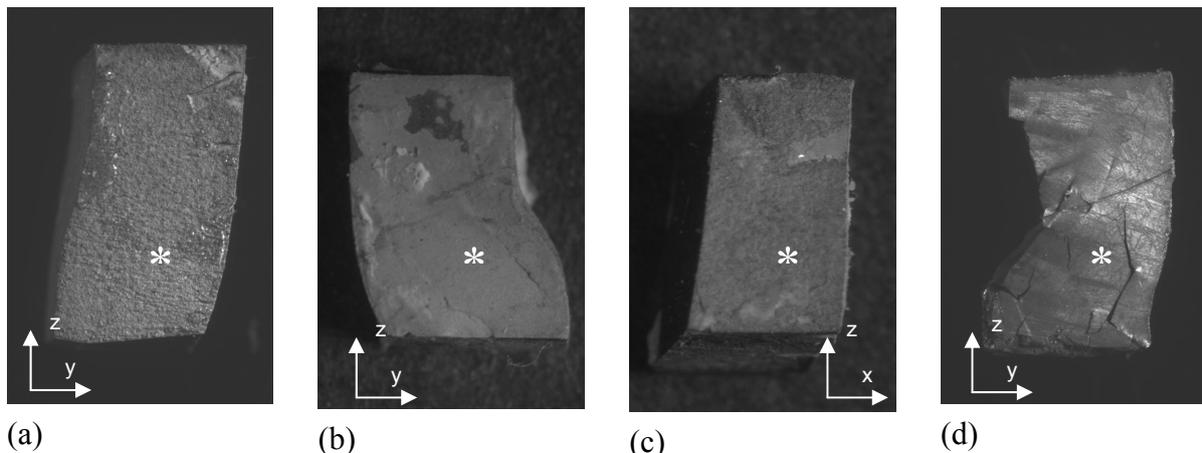


Abbildung 6.40: Stereomikroskopaufnahmen verformter Druckproben des $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls bei (a) 1050 °C, $\epsilon > 10 \%$, (b) und (c) 900 °C, $\epsilon > 16 \%$ und (d) 800 °C, $\epsilon > 8 \%$. Die Lamellenorientierung im Ausgangszustand war senkrecht zur Belastungsrichtung. Die mit einem Stern (*) gekennzeichneten Bereiche sind in den Aufnahmen der FIB Untersuchung (Abb.6.41) dargestellt.

Des Weiteren sind Unterschiede bei Temperaturen von 800 und 1050 °C erkennbar (Abbildung 6.40a und d). Lassen sich die Proben zwischen 900 und 1050 °C sehr gut plastisch verformen, weist dagegen die bei 800 °C verformte Probe ein relativ sprödes Verformungsverhalten auf. Eine große Anzahl von Oberflächenrissen ist auf der Druckprobe erkennbar. Zudem sind Teile der Probe während der Versuchsführung abgebrochen, was zusätzlich auf eine hohe Sprödigkeit schließen lässt. Trotz makroskopisch spröden Verhaltens

erreichte die Probe im Druckversuch bei allen Dehnraten den Bereich konstanter Spannung. Die Gültigkeit der Verformungskennwerte kann zumindest für die ersten zwei Laststufen angenommen werden, da hier die Dehnungen noch gering waren und die Proben erst in der dritten Laststufe abzuscheren begannen.

Bei mikrostrukturellen Untersuchungen (FIB) an den verformten Druckproben offenbarten sich in Abhängigkeit von der Prüftemperatur signifikante Unterschiede in der Mikrostruktur (Abb. 6.41).

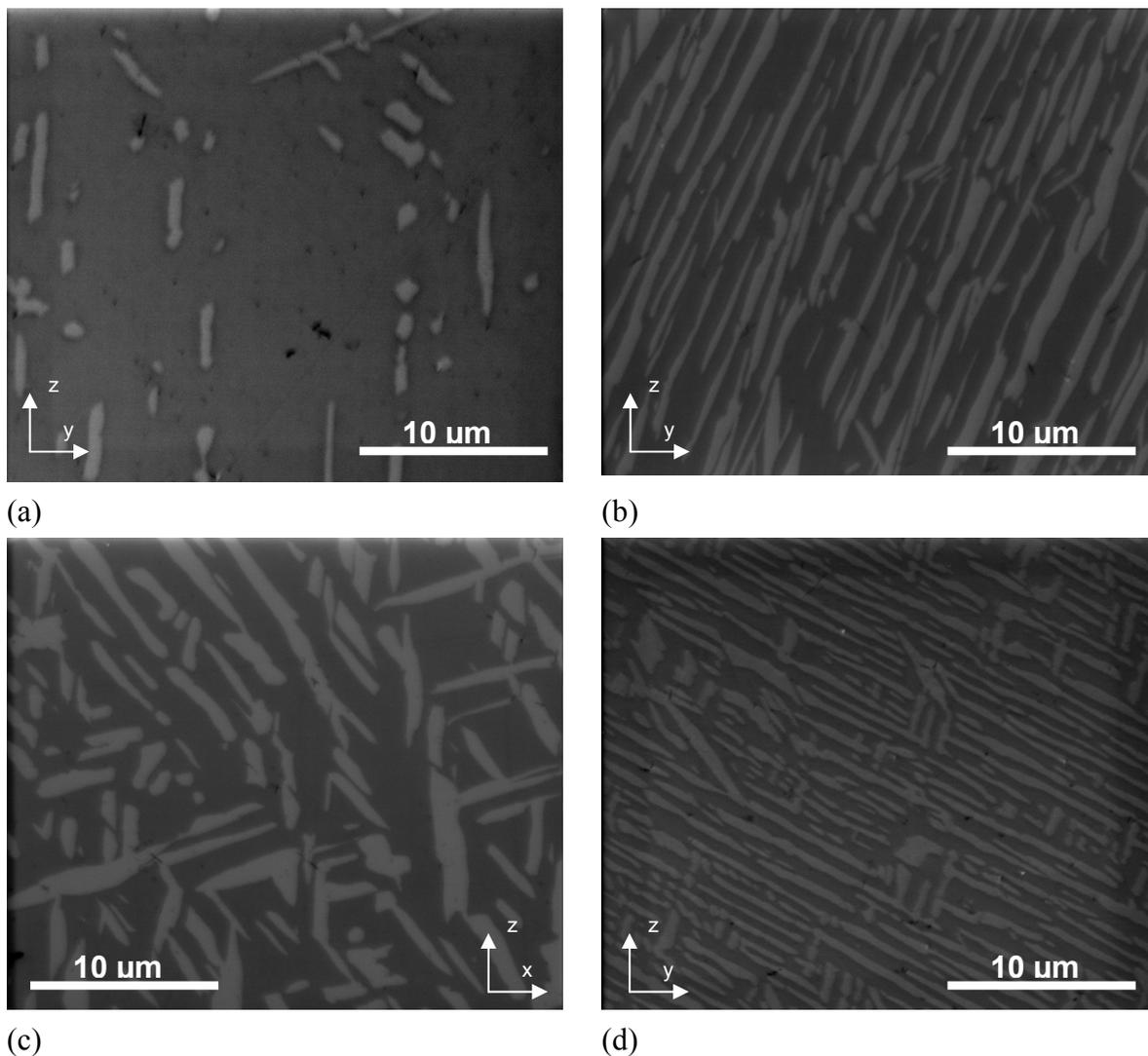


Abbildung 6.41: FIB Aufnahmen verformter Druckproben des $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) Einkristalls bei Temperaturen von (a) $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\epsilon > 10\%$, (b) und (c) $900\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\epsilon > 16\%$ und (d) $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\epsilon > 8\%$. Die Lamellenorientierung im Ausgangszustand war senkrecht zur Belastungsrichtung. Zur besseren Beurteilung der mikrostrukturellen Änderung des verformten Gefüges ist die Ausrichtung der FIB Aufnahmen mit den Stereomikroskopaufnahmen aus Abbildung 6.40 identisch.

Bei einer Prüftemperatur von 1050 °C löst sich das lamellare Gefüge vollständig auf (Abb. 6.41a). Die verformte Mikrostruktur ist fast einphasig. Die nur noch vereinzelt gefundenen ungerichteten Bereiche der r-Al₂Ti Phase entstehen wahrscheinlich erst wieder während der Abkühlung in der Prüfmaschine. Die vollständige mikrostrukturelle Umordnung während der Verformung wird mit großer Wahrscheinlichkeit für den starken Rückgang der Festigkeit bei 1050 °C verantwortlich sein.

Bei 900 °C Prüftemperatur bleibt die lamellare Mikrostruktur des Ausgangszustandes zum Teil noch erhalten (Abb. 6.41b). Lamellenbreite und Lamellenabstand nehmen aber deutlich zu. In einigen Bereichen sind nicht lamellare, grobe Formationen im Gefüge zu finden. In x-z Richtung hat sich dagegen die gerichtete lamellare Struktur vollständig aufgelöst (Abb. 6.41c). Es ist also eher von einem plattenförmigen Gefüge in der Probe auszugehen. Auffällig ist auch die vollständige Orientierungsänderung der Lamellen bzw. Platten. War zum Prüfungsbeginn die Lamellenorientierung noch senkrecht zur Belastungsrichtung, scheinen die Lamellen während der plastischen Verformung unter einem Winkel von etwa 60 ° abzugleiten. Die scheinbar ungewöhnlich große Abweichung vom Ausgangszustand ist auf die hohe plastische Verformung (> 16 %) und auf die instabile Mikrostruktur zurückzuführen. Die Abgleitvorgänge liefern auch eine gute Erklärung für das makroskopisch anisotrope Verformungsverhalten der Druckproben. Bei 800 °C (Abb. 6.41d) bleibt die lamellare Mikrostruktur grundsätzlich erhalten. Ein Abgleiten der Lamellen während der plastischen Verformung ist auch hier zu erkennen aber nicht so stark ausgeprägt wie bei 900 °C.

Die Untersuchung der Abhängigkeit der kritischen Schubspannung von der Lamellenorientierung ist nur bis zu einer Temperatur von 900 °C sinnvoll. Bei 1050 °C löst sich, wie oben gezeigt, die lamellare Mikrostruktur vollständig auf. Leider konnte aufgrund des limitierten Probenmaterials nur der Unterschied zwischen den beiden Extremfällen, Lamellenorientierung parallel und senkrecht zur Belastungsrichtung, untersucht werden. In Abbildung 6.42 ist die kritische Schubspannung über der Scherrate beider Orientierungen bei 900 °C in doppel-logarithmischer Darstellung aufgetragen. Die kristallographische Belastungsrichtung im Kristall mit paralleler Lamellenorientierung ist die ($\bar{3}01$) Richtung. Damit ergibt sich für die $[11\bar{1}]$ Gleitebene und der dazugehörigen $(1\bar{1}0)$ Gleitrichtung ein maximaler Schmidfaktor von $m = 0,49$.

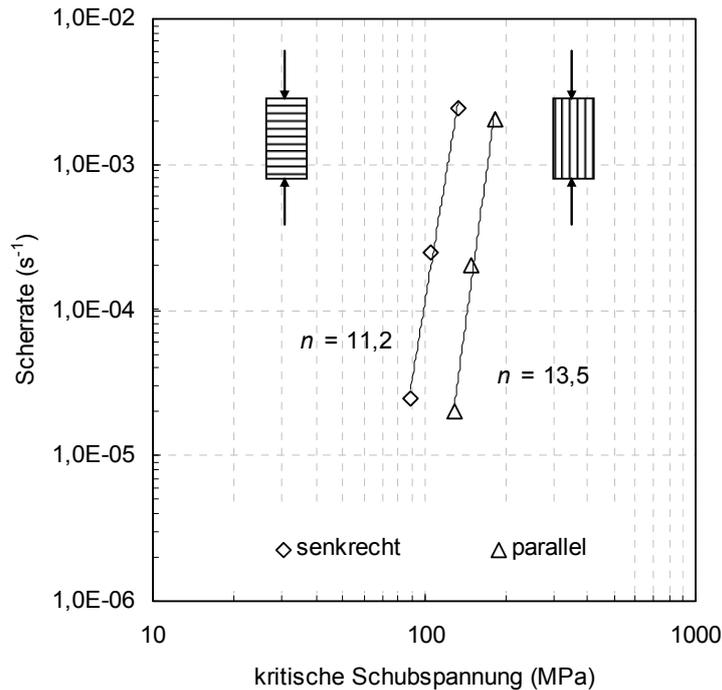


Abbildung 6.42: Abhängigkeit der kritischen Schubspannung von der Lamellenorientierung und der Verformungsgeschwindigkeit (Scherrate) von $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ (SFZ 38) bei 900 °C .

Die Lamellenausrichtung parallel zur Belastungsrichtung zeigt eine höhere Kriechbeständigkeit als die zur Belastungsrichtung senkrechte Orientierung der Lamellen. Diese Abhängigkeit wurde auch bei den $\gamma\text{-TiAl}/\alpha_2\text{-Ti}_3\text{Al}$ PST Kristallen beobachtet [19, 98]. Der Einfluss mikrostruktureller Parameter wie Breite und Abstand der Lamellen auf die mechanischen Eigenschaften konnte in dieser Arbeit nicht untersucht werden. Es konnte aber gezeigt werden, dass die Mikrostruktur Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften des einkristallinen Materials hat. Im Vergleich dazu führte beim polykristallinen Material die Variation der Mikrostruktur zu keiner Veränderung des Kriechverhaltens.

Bei der Berechnung der kritischen Schubspannung im polykristallinen Material tritt an die Stelle des Schmidfaktors der Taylorfaktor M . Für kfz Materialien hat er den Wert 3,1. Zwischen der im Druckversuch ermittelten Fließspannung σ_F und der kritischen Schubspannung τ_{krit} besteht die Beziehung [96]:

$$\sigma_F = M\tau_{krit} \quad (17)$$

Im Vergleich mit dem von der chemischen Zusammensetzung etwa gleichen Polykristall $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ hat das einkristalline Material eine höhere kritische Schubspannung (Abb. 6.43). Das kann, jedenfalls bei 900 °C , auf die gerichtete Lamellenorientierung im Einkristall zurückgeführt werden. Bei 1050 °C hat sich die gerichtete lamellare Mikrostruktur des

Einkristalls vollständig aufgelöst, siehe Phasendiagramm in Abbildung 3.1. Die Probe besteht bei dieser Temperatur nur noch aus γ -TiAl. Die Al_2Ti Phase hat hier keinen Einfluss auf die kritische Schubspannung.

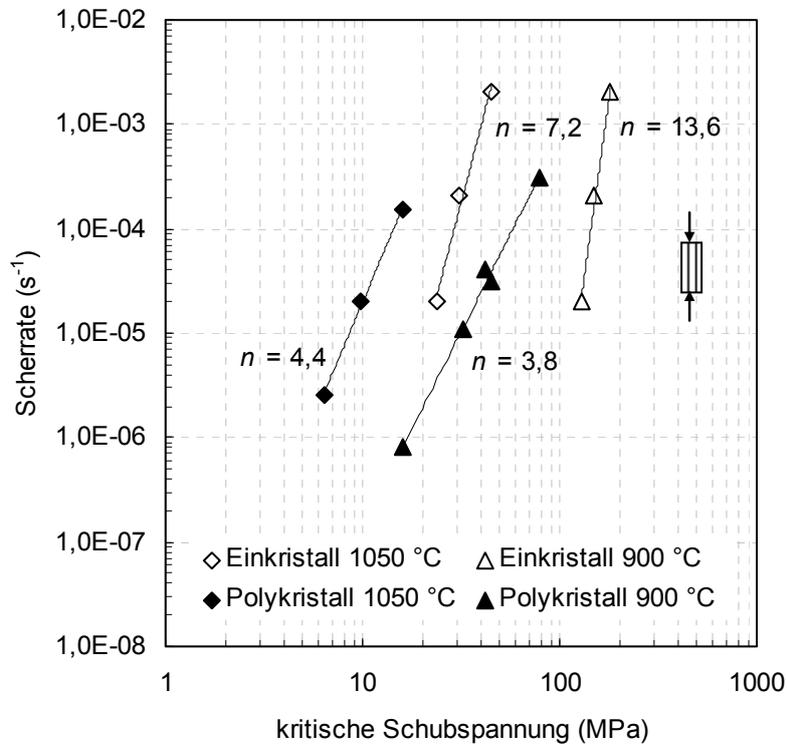


Abbildung 6.43: Vergleich des Kriechverhaltens vom $Al_{60}Ti_{40}$ WBH1 (Polykristall) mit einkristallinem Material $Al_{59,4}Ti_{40,6}$ (SFZ 38) mit Lamellenorientierung parallel zur Belastungsrichtung.

Auch die Spannungsexponenten des Einkristalls sind im Vergleich zum polykristallinen Material deutlich höher. Wobei beim einkristallinen Material eine klare Temperaturabhängigkeit des Spannungsexponenten zu beobachten ist. Im Einkristall wird das Gleitsystem mit dem größten Schmidfaktor aktiviert. Die plastische Verformung erfolgt bevorzugt über dieses Gleitsystem. Makroskopisch resultiert dieses Verhalten in einer anisotropen Verformung der einkristallinen Druckproben. Die polykristallinen Proben zeigen ein homogenes Verformungsverhalten, welches durch die Aktivierung von fünf unabhängigen Gleitsystemen in jedem Korn ermöglicht wird. Die Erhöhung der kritischen Schubspannung als auch die der Spannungsexponenten kann sowohl auf die gerichtete lamellare Mikrostruktur als auch auf die Aktivierung nur eines Gleitsystems während der plastischen Verformung und wie oben erwähnt auch auf schwache Korngrenzen im Polykristall zurückgeführt werden.

6.4.4 Bruchzähigkeitsuntersuchungen

Aufgrund des stark riss- und porenbehafteten Probenmaterials konnte nicht für jede Temperatur und Legierungsvariante ein gültiger Wert für die Bruchzähigkeit ermittelt werden. Von den wärmebehandelten Zuständen der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ und der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ Legierung konnten keine Biegeproben hergestellt werden. Es ist somit zu berücksichtigen, dass eine lückenlose Charakterisierung des Probenmaterials nicht möglich war und die statistische Absicherung der Werte nicht gegeben ist

Dreipunktbiegeversuche

Das Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM) ermöglicht die quantitative Erfassung des Versagens angerissener Bauteile als Folge instabiler Rissausbreitung und damit die experimentelle Ermittlung der Bruchzähigkeit K_{Ic} . Die Kraft-Durchbiegungs-Kurven, die während der Dreipunktbiegeversuche aufgenommen wurden, zeigten bei allen Legierungsvarianten ein linear-elastisches Verformungsverhalten bis zum Bruch, was die Anwendung des LEBM Konzeptes ermöglichte. Die Bedingungen nach Gleichung (6) und (7) für die Berechnung gültiger Bruchzähigkeitswerte wurden in allen Versuchen erfüllt. Die nach Gleichung (4) berechneten Bruchzähigkeitswerte sind in Tabelle 6.6 zusammengefasst und die Temperaturabhängigkeit am Beispiel von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ in Abbildung 6.44 graphisch dargestellt.

Tabelle 6.6: Bruchzähigkeit K_{Ic} ($\text{MPa m}^{1/2}$) in Abhängigkeit von der Temperatur.

T (°C)	$\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC	$\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH1	$\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH2	$\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC	$\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC
RT	1,24	2,35	2,68	2,62	1,96
600	-	-	-	2,56	
700	-	-	-	2,27	3,41
800	5,33	3,85	4,61	3,14	3,22
850	5,68	-	4,84	-	-
900	6,36	3,91	-	3,74	3,35

Die Bruchzähigkeit steigt mit Temperaturerhöhung bei allen Legierungsvarianten an. Der Gusszustand von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ hat bei Raumtemperatur die geringste Bruchzähigkeit, zeigt aber die besten Bruchzähigkeitswerte bei hohen Temperaturen. Einen Einfluss auf die niedrigen Werte bei Raumtemperatur könnte die metastabile Al_5Ti_3 Phase gehabt haben, die verspröden auf die Legierung wirkt [44]. Bei Temperaturerhöhung (Umwandlungstemperatur 859 °C) lösen sich die Al_5Ti_3 Domänen auf und bewirken so den starken Anstieg der Bruchzähigkeit. Im Vergleich dazu ist der Anstieg der beiden

wärmebehandelten Legierungen Al₆₀Ti₄₀ WBH1 und WBH2 geringer. Diese besitzen zwar bei Raumtemperatur eine höhere Bruchfestigkeit, fallen bei hohen Temperaturen im Vergleich zum Gusszustand aber leicht ab. Generell muss jedoch festgehalten werden, dass alle untersuchten Legierungen und Zustände auf im Vergleich zu konventionellen metallischen Konstruktionswerkstoffen sehr niedrigen Werten verbleiben. Die Bruchzähigkeitswerte klassischer Ti-reicher TiAl Legierungen liegen bei Raumtemperatur schon zwischen 10 und 35 MPa m^{1/2} [17, 19] und damit deutlich über den hier ermittelten Werten für Al-reiche TiAl Legierungen.

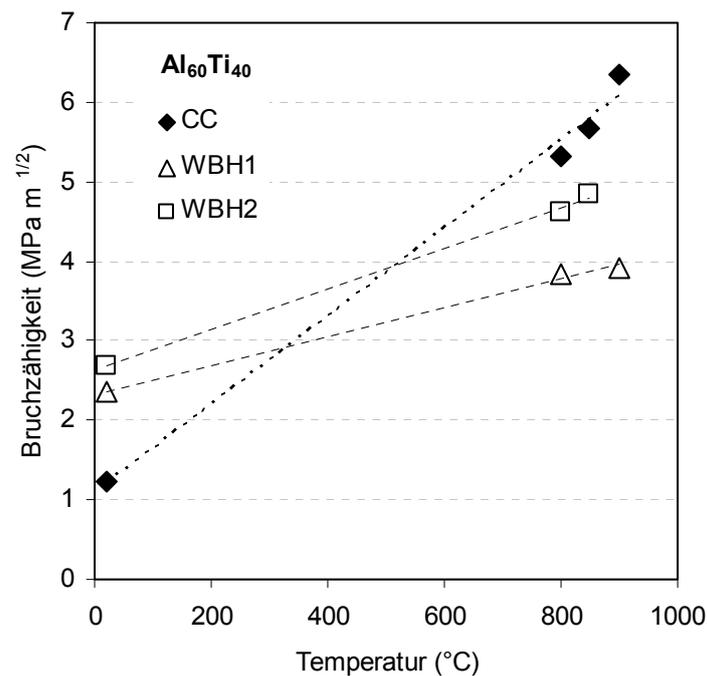


Abbildung 6.44: Temperaturabhängigkeit der Bruchzähigkeit von Al₆₀Ti₄₀.

Bei bruchmechanischen Untersuchungen an zweiphasigen α_2 -Ti₃Al und γ -TiAl Legierungen konnte gezeigt werden, dass eine lamellare Mikrostruktur eine deutliche Verbesserung der Bruchzähigkeit bewirkt [17]. Die Al₆₀Ti₄₀WBH1 Legierung mit annähernd lamellarer, plattenförmiger Mikrostruktur besitzt über den getesteten Temperaturbereich eine geringere Bruchzähigkeit als die Al₆₀Ti₄₀WBH2 Legierung mit globularen Ausscheidungen. Mögliche Gründe für dieses unerwartete Verhalten könnten zum einen das nicht vollständig lamellar ausgebildete Gefüge und die relativ grobe Plattenstruktur sein. Zum anderen sind die Al₂Ti Platten regellos im Korn angeordnet und nicht unidirektional. Des Weiteren ist zu vermuten, dass keine der beiden Phasen (γ -TiAl und r -Al₂Ti) aufgrund der geringen strukturellen Unterschiede eine starke Barriere gegen Risswachstum darstellt. Zur besseren Beurteilung der Rissausbreitung und des Bruchverhaltens bei Raumtemperatur wurden die Bruchflächen der Al₆₀Ti₄₀ Proben am REM untersucht (Abb. 6.45).

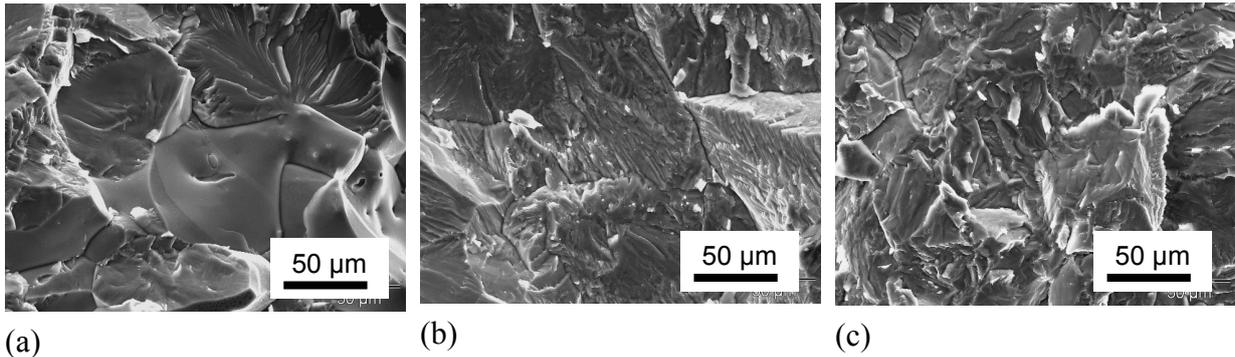


Abbildung 6.45: REM Bilder der Bruchflächen von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ bei RT im Gusszustand (a) und nach einer Wärmebehandlung WBH1 (b) und WBH2 (c).

Alle Legierungsvarianten von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ offenbaren ein extrem sprödes Bruchverhalten mit sowohl transkristallinem als auch interkristallinem Bruchanteil. Im Gusszustand der Legierung überwiegt der interkristalline Bruchcharakter. Wohingegen in beiden Wärmebehandlungszuständen ein vorwiegend transkristallines Bruchbild vorherrschend ist. Bei $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH1 ist sehr gut das plattenförmige Gefüge erkennbar. In Abbildung 6.46 ist die Bruchfläche um 30° gekippt dargestellt. Die Bruchcharakteristik dieser Plattenstruktur wird hier noch deutlicher.

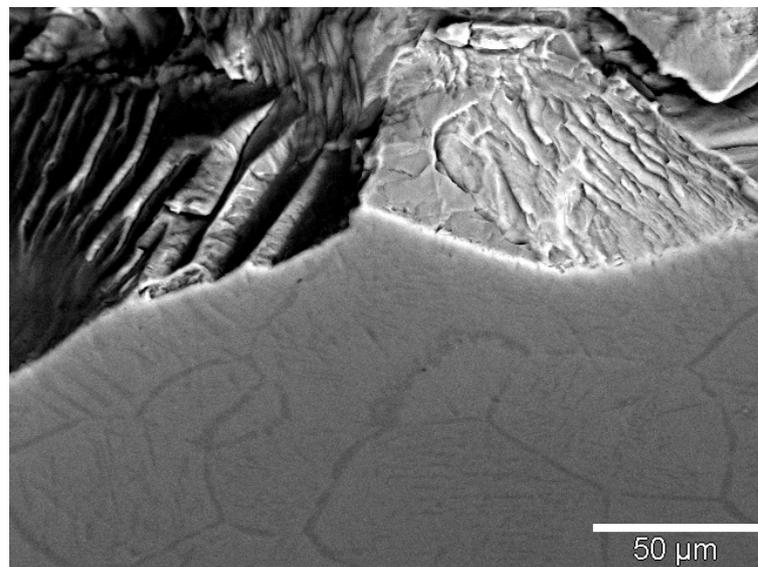
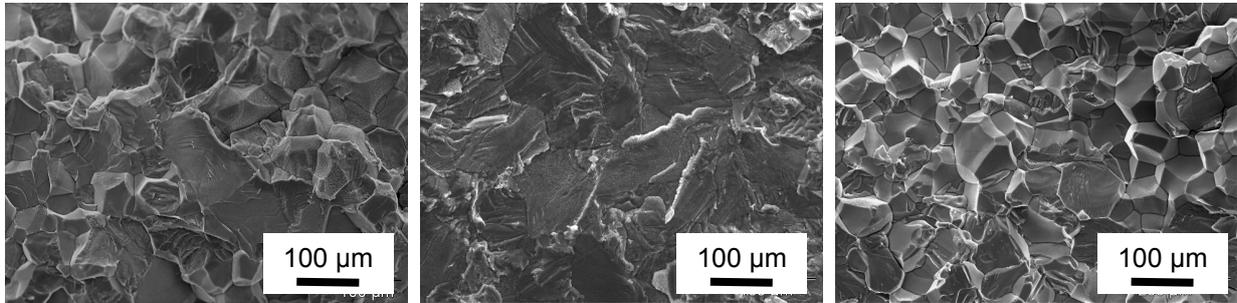


Abbildung 6.46: Bruchfläche von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH 1, um 30° gekippt.

Die $r\text{-Al}_2\text{Ti}$ Platten stellen kein energetisch hohes Hindernis gegen Rissausbreitung dar. Die Risse verlaufen sowohl entlang der Korngrenzen als auch quer durch die Plattenstruktur der Körner. Die im Vergleich zum Gusszustand etwas höhere Bruchzähigkeit könnte aus dem größeren transkristallinen Anteil und der dadurch eventuell höheren Rissfläche resultieren. Rissumleitung und Auffangen der Risse durch die Lamellen bzw. Platten wurde nicht beobachtet.

Auch die Versuchsführung bei hohen Temperaturen ändert an der Bruchcharakteristik der Legierungen nur wenig, siehe Abbildung 6.47. Der transkristalline Anteil im Bruchbild und damit die Gesamtrissfläche nehmen mit steigender Temperatur tendenziell zu. Dadurch erhöht sich auch die Bruchzähigkeit. Insgesamt bleibt aber der extrem spröde Charakter bei allen Legierungsvarianten erhalten



(a)

(b)

(c)

Abbildung 6.47: Bruchflächen bei 800 °C von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im (a) Gusszustand, (b) nach WBH 1 sowie (c) nach WBH 2.

Die Bruchzähigkeitswerte bei Raumtemperatur von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ im Gusszustand liegen auf dem Niveau der wärmebehandelten Legierungsvarianten von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$. Die Bruchflächen zeigen auch hier einen gemischt interkristallinen/transkristallinen Charakter. Mit steigender Temperatur erhöht sich die Bruchzähigkeit nur wenig und bleibt im gesamten getesteten Temperaturbereich unterhalb der bei $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ ermittelten Werte. Die transkristallinen Anteile im Bruchbild nehmen auch hier mit der Temperatur leicht zu.

Eindruckbruchmechanik

Alle Legierungszustände wurden bei insgesamt sechs Laststufen von HV5 bis HV50 mittels Eindruckbruchmechanik untersucht. An der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ Legierung im Gusszustand als auch nach der Wärmebehandlung konnten keine gültigen Werte ermittelt werden. Die Proben zerbrachen schon bei der geringsten Laststufe. Bei den anderen Legierungsvarianten konnte die Eindruckbruchmechanik erfolgreich durchgeführt werden. An allen Eindrücken wurden Risse festgestellt, die zur Auswertung genutzt werden konnten. Dabei waren schon bei rein qualitativer Betrachtung Unterschiede erkennbar. Abbildung 6.48 verdeutlicht das am Beispiel von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$.

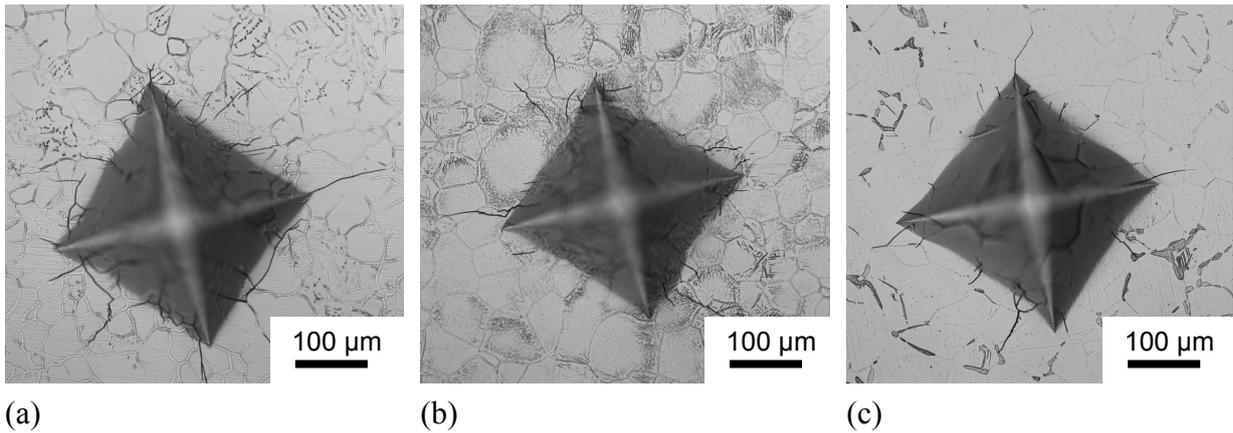


Abbildung 6.48: Vickershärteeindruck HV20 bei $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im Gusszustand (a) und nach Wärmebehandlung WBH1 (b) und WBH2 (c).

Die Legierung im Gusszustand (Abb. 6.48a) hatte bei gleicher Prüflast deutlich mehr und längere Risse als die beiden wärmebehandelten Proben (Abb. 6.48b und c). Die wenigsten Risse wurden bei der plattenförmigen $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH1 und der lamellaren $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ WBH Legierung festgestellt. Dennoch hatte der Rissverlauf bei allen Legierungsvarianten sowohl transkristallinen als auch interkristallinen Charakter, was auch schon bei den Untersuchungen der Bruchflächen der konventionellen Bruchmechanik festgestellt wurde. Die ermittelten Werte der Risslängensumme Σl je Laststufe wurde in Abbildung 6.49 zusammengefasst.

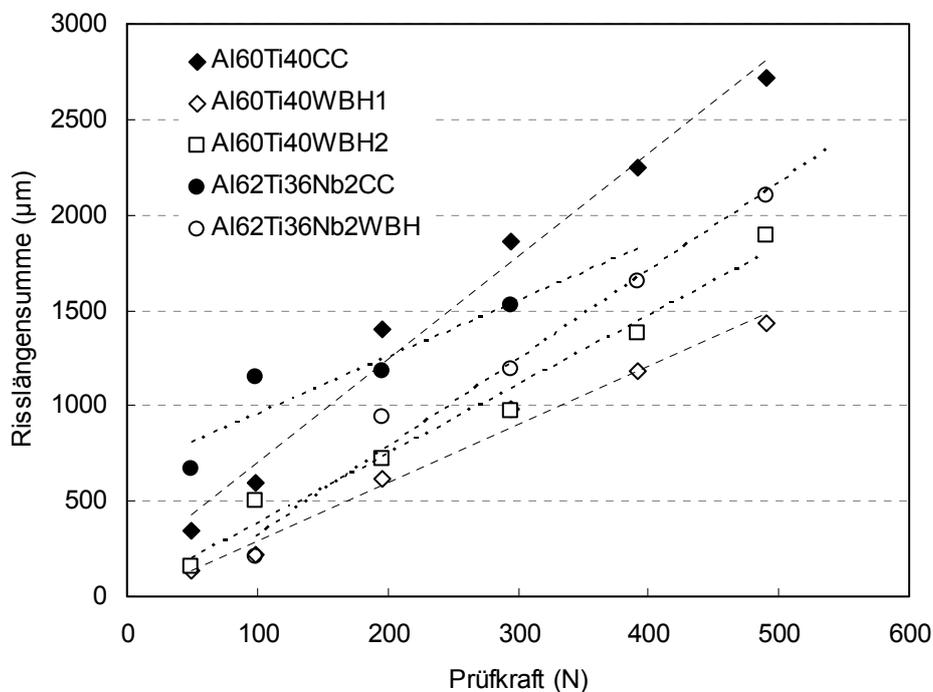


Abbildung 6.49: Abhängigkeit der Risslängensumme von der Prüfkraft.

Nach Palmquist [72] kann die Risslänge als Maß für den Rissausbreitungswiderstand angenommen werden. Aus dem linearen Zusammenhang zwischen Prüfkraft und Risslängensumme berechnet sich durch Extrapolation der Geradengleichung die kritische Kraft F_K , bei der erstmals Risse an den Härteeindrücken auftreten. Der Kehrwert des Anstiegs charakterisiert hier den Rissausbreitungswiderstand R . In Tabelle 6.7 sind die Ergebnisse der getesteten Legierungsvarianten dargestellt.

Tabelle 6.7: Rissausbreitungswiderstand R und die kritische Kraft F_K .

	Al ₆₀ Ti ₄₀ CC	Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH1	Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH2	Al ₆₂ Ti ₃₆ Nb ₂ CC	Al ₆₂ Ti ₃₆ Nb ₂ WBH
R (N μm^{-1})	0,185	0,328	0,277	0,338	0,217
F_K (N)	-29,5	3,3	-6,9	-223	28

Der ermittelte Rissausbreitungswiderstand liegt bei allen Legierungsvarianten auf sehr niedrigem Niveau. Die größten Werte konnten bei Al₆₀Ti₄₀ WBH1 mit plattenförmigen Gefüge und der ternären Legierung im Gusszustand berechnet werden. Insgesamt betrachtet, sind aber keine signifikanten Unterschiede zwischen den Legierungsvariationen festzustellen. Auffällig ist, dass bei 3 von 5 Materialien negative kritische Kräfte berechnet wurden. Ursache dafür können zum einen eventuell vorhandenen Mikrorisse und Gefügefehler, zum anderen mögliche Eigenspannungen an der Oberfläche sein.

Ein Nachteil dieser Auswertemethode ist, dass es bei gleichen Prüfkraften aber unterschiedlicher Härte der Legierungen auch zu unterschiedlichen Deformationen kommt. Deshalb wird davon ausgegangen, dass die Risse im inhomogenen Spannungsfeld des Eindrucks solange wachsen, bis an ihrer Spitze die Spannungsintensität K_I gleich der örtlichen Bruchzähigkeit K_{Ic} des Gefüges ist. Mittels eines vereinfachten Modells nach Perrot [76] kann die Spannungsintensität bzw. Bruchzähigkeit nach Gleichung (9) berechnet werden. Die Ergebnisse der Eindringbruchmechanik und der Dreipunktbiegeversuche sind in Tabelle 6.8 zusammengefasst. Zur besseren Unterscheidung werden die Bruchzähigkeitswerte der Eindruckbruchmechanik hier K_{Ic}^* genannt.

Tabelle 6.8: Vergleich der Bruchzähigkeiten mittels Eindruckbruchmechanik (K_{Ic}^*) und Dreipunktbiegeversuche (K_{Ic}) bei Raumtemperatur.

	Al ₆₀ Ti ₄₀ CC	Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH1	Al ₆₀ Ti ₄₀ WBH2	Al ₆₂ Ti ₃₈ CC	Al ₆₂ Ti ₃₈ WBH	Al ₆₂ Ti ₃₈ Nb ₂ CC	Al ₆₂ Ti ₃₈ Nb ₂ WBH
K_{Ic} (MPam ^{1/2})	1,24	2,35	2,86	2,62	-	1,96	-
K_{Ic}^* (MPam ^{1/2})	1,32 ± 0,20	2,61 ± 0,40	2,07 ± 0,27	-	-	1,15 ± 0,37	2,11 ± 0,71

Diskussion

Die Ergebnisse der Eindringbruchmechanik bestätigen den schon mittels konventioneller Bruchmechanik festgestellten extrem spröden Charakter aller Legierungsvarianten. Der Widerstand gegen Risswachstum und die damit verbundene Rissbildungsarbeit liegen im Vergleich zu anderen spröden Materialien [72, 73, 75] auf sehr niedrigem Niveau. Auch der Rissverlauf zeigt bei allen Legierungsvarianten sowohl transkristallinen als auch interkristallinen Charakter. Die r-Al₂Ti Platten bzw. Lamellen stellen keine starken Barrieren gegen Rissausbreitung dar und somit hat die Variation der Mikrostruktur nur geringen Einfluss auf die Bruchzähigkeit. Inwiefern sich die gebildeten Rissflächen unterscheiden, lässt sich durch die Bruchflächenaufnahmen nur qualitativ abschätzen. Für eine quantitative Untersuchung würde sich ein Oberflächenmapping mittels Rasterkraftmikroskopie anbieten, was aber im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt wurde.

Diese Ergebnisse spiegeln sich auch in den Bruchzähigkeiten wieder. Die ermittelten Werte aller Legierungsvarianten liegen deutlich unter einem K_{Ic} Wert von 10 MPa m^{1/2}, der die untere Grenze für die Anwendung als Konstruktionswerkstoff darstellt. Die Bruchzähigkeitswerte bei Raumtemperatur aus den Dreipunktbiegeversuche und der Eindruckmechanik liegen quantitativ in einem ähnlichen Bereich und zeigen hinsichtlich des Gefügeeinflusses ähnliche Tendenzen. Die Gusszustände der Legierungen haben die jeweils geringste Bruchzähigkeit. Durch Wärmebehandlung und die Ausbildung einer lamellaren Mikrostruktur kann die Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur aber nur geringfügig verbessert werden. Die hohe Standardabweichung der ermittelten Bruchzähigkeiten ist aber kritisch zu bewerten. Es muss bei diesen niedrigen Werten davon ausgegangen werden, dass schon kleinste Fehler im Material großen Einfluss auf die ermittelten Werte haben. Hinsichtlich der relativ schwierigen Herstellung sind Fehler im Material jedoch kaum zu vermeiden. Zudem sind bearbeitungsbedingt eingebrachte Mikrorisse in den Proben aufgrund der sehr geringen Schadenstoleranz des Materials nicht auszuschließen.

Abschließend bleibt festzustellen, dass zum aktuellen Zeitpunkt der Legierungsentwicklung das Material zur Anwendung als Konstruktionswerkstoff aufgrund der geringen Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur nur sehr begrenzt möglich ist. Auch durch die Ausbildung zweiphasiger lamellarer Mikrostrukturen ließ sich der Widerstand gegen Risswachstum nur geringfügig erhöhen.

6.5 Berechnung der Kriechspannung im Dreipunktbiegeversuch

Eine gute Möglichkeit zur Ermittlung der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur (DBTT) besonders bei spröden Materialien bietet der Dreipunktbiegeversuch. Bis zum Erreichen von DBTT verhält sich das Material bis zum Versagen linear elastisch. Das Berechnen der Biegespannung ist in diesem Bereich sehr gut möglich. Bei DBTT beginnt der Werkstoff sich plastisch zu verformen. Oberhalb DBTT kann die plastische Verformung dann so weit zunehmen, dass es nicht mehr zum Bruch der Probe kommt. Die anliegende Last bleibt nach Erreichen einer maximalen Kraft weitgehend konstant. In diesem Fall kann von stationärem Kriechen ausgegangen werden. Die Biegeprobe verformt sich unter konstanter Biegespannung und konstanter (örtlicher) Verformungsgeschwindigkeit. Die Spannungsverteilung über den Balkenquerschnitt ist aber nicht mehr linear und die Berechnung der maximalen Biegespannung, wie im elastischen Fall, würde zu große Werte ergeben. Aufgrund dieser nicht-linearen Spannungsverteilung ist eine Berechnung nicht so einfach möglich.

Untersuchungen zum Kriechverhalten unter Vierpunktbiegebelastung wurden vorwiegend an keramischen Werkstoffen durchgeführt. Hier sind vor allem die Arbeiten von Terwilliger *et al.* [99] und Hollenberg *et al.* [100] zu nennen. Eine numerische Lösung zur Bestimmung des Materialverhaltens beim Kriechen im Dreipunktbiegeversuch zeigt Xu *et al.* in seiner Arbeit [101].

In dieser Arbeit wird im Folgenden für den Fall des stationären Kriechens im Dreipunktbiegeversuch eine analytische Lösung hergeleitet, die eine sehr gute Abschätzung der Biegespannung ermöglicht. Außerdem soll mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode (FEM) das Kriechverhalten unter Dreipunktbiegebeanspruchung numerisch berechnet werden und mit den Messwerten aus den Experimenten verglichen werden.

6.5.1 Analytische Berechnung der Kriechspannung im Dreipunktbiegeversuch

Modell und allgemeine Betrachtungen

Als Modell dient der aus der Technischen Mechanik bekannte ebene Biegebalken auf zwei Stützen (Abb. 6.50).

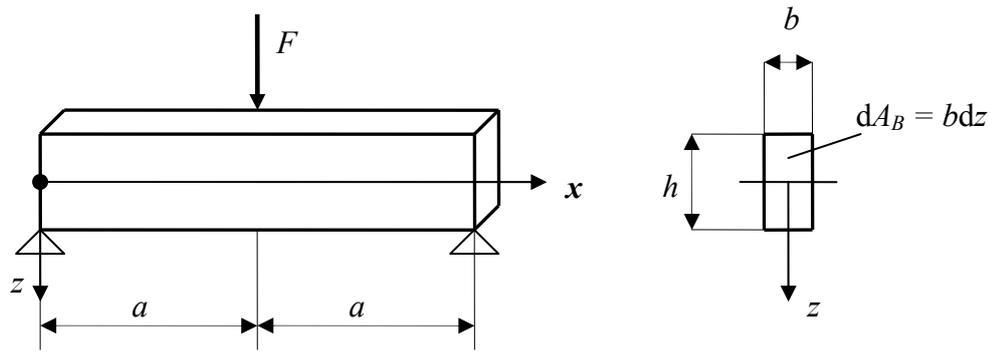


Abbildung 6.50: Biegebalken auf zwei Stützen mit Höhe h , Breite b und Länge $2a$.

Der Balken wird mittig von einer Kraft F belastet. Im Falle des Kriechens gilt das Kriechgesetz nach Norton aus Gleichung (18).

$$\dot{\varepsilon}_{cr} = A \sigma^n \quad (18)$$

Die Kriechgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{cr}$ berechnet sich aus der anliegenden Spannung σ , dem Spannungsexponenten n und einer temperaturabhängigen Materialkonstante A . Die Gesamtdehngeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}$, zusammengesetzt aus einem elastischen Anteil $\dot{\varepsilon}_{el}$ und der Kriechgeschwindigkeit $\dot{\varepsilon}_{cr}$ (plastischer Anteil), ergibt sich aus der Krümmungsänderung des Balkens $\dot{\chi}$ und z nach Gleichung (19).

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\chi} z \quad (19)$$

Für die Krümmungsänderung kann auch die zweite Ableitung der Durchbiegungsgeschwindigkeit des Balkens $-\dot{W}''$ eingesetzt werden. Es gilt für die Spannung $\sigma = E \varepsilon_{el}$ oder mit der Gesamtdehnung ε ausgedrückt $\sigma = E (\varepsilon - \varepsilon_{cr})$. Die Konstante E ist der Elastizitätsmodul des Balkens. Für die Spannungsänderung folgt dann nach dieser Beziehung:

$$\dot{\sigma} = E (\dot{\varepsilon} - \dot{\varepsilon}_{cr}). \quad (20)$$

und mit Gleichung (18) und (19) eingesetzt:

$$\dot{\sigma} = E(\dot{\chi}z - A\dot{\sigma}^n). \quad (21)$$

Beim stationären Kriechen bleibt die Spannung (in einer bestimmten Faser) im Balken konstant. Die Spannungsänderung ist also $\dot{\sigma} = 0$. Damit vereinfacht sich Gleichung (21) zu:

$$\dot{\chi}z = A\dot{\sigma}^n. \quad (22)$$

Für die weiteren Betrachtungen wird die Spannung verwendet. Dazu wird Gleichung (22) folgendermaßen umgestellt:

$$\sigma^n = \frac{1}{A} \dot{\chi}z \quad (23)$$

$$\sigma = \frac{1}{A^{\frac{1}{n}}} \dot{\chi}^{\frac{1}{n}} z^{\frac{1}{n}}.$$

Der allgemeine Ansatz zur Bestimmung des Biegemoments M im Querschnitt des Balkens (Abb. 58) ist Gleichung (24).

$$M = \int_{A_B} \sigma z dA_B \quad (24)$$

In Gleichung (24) wird das Flächenelement des Balkenquerschnitts $dA_B = b dz$ eingesetzt.

$$M = 2b \int_0^{h/2} \sigma z dz \quad (25)$$

Und mit Gleichung (23) ergibt sich für das Biegemoment M folgende Lösung:

$$M = 2b \frac{1}{A^{\frac{1}{n}}} \dot{\chi}^{\frac{1}{n}} \int_0^{h/2} z^{\frac{1}{n}} z dz. \quad (26)$$

Das entsprechende Widerstandsmoment I_n für stationäres Kriechen berechnet sich nach Gleichung (27).

$$I_n = 2b \int_0^{b/2} z^n z dz \quad (27)$$

In Gleichung (26) wird nun der Ausdruck für das Widerstandsmoment aus Gleichung (27) durch I_n ersetzt und nach der Krümmungsänderung umgestellt.

$$M = \frac{\dot{\chi}^{\frac{1}{n}}}{A^{\frac{1}{n}}} I_n \quad (28)$$

$$\dot{\chi} = M^n A \frac{1}{I_n^n}$$

Für den Ausdruck $\frac{A}{I_n^n}$ wird eine Konstante B definiert und die Krümmungsänderung durch die zweite Ableitung der Durchbiegung des Balkens $-\dot{W}''$ ersetzt [102, 103].

$$-\dot{W}'' = BM^n \quad (29)$$

Berechnung der Durchbiegungsgeschwindigkeit

Dazu wird nun der freigeschnittene Balken mit den resultierenden Kräften und Momenten betrachtet (Abb. 6.51).

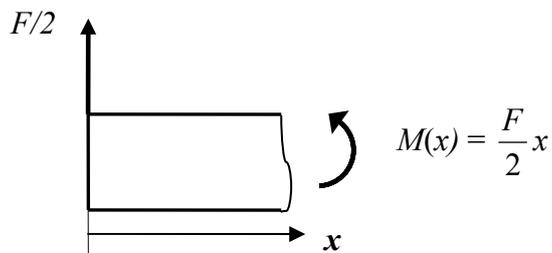


Abbildung 6.51: freigeschnittener Biegebalken mit resultierenden Kräften und Momenten.

Das Biegemoment $M(x)$ wird in Gleichung (29) eingesetzt. Durch zweifache Integration erhält man die Durchbiegungsgeschwindigkeit \dot{W} .

$$\begin{aligned}\dot{W}'' &= -B \left(\frac{F}{2} \right)^n x^n \\ \dot{W}' &= -B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{x^{n+1}}{n+1} + C_1\end{aligned}\tag{30}$$

$$\dot{W} = -B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{x^{n+2}}{(n+2)(n+1)} + C_1 x + C_2$$

Die Randbedingungen lauten:

$$\begin{aligned}x = 0 & & \dot{W}(0) &= 0 \\ x = a & & \dot{W}'(a) &= 0\end{aligned}$$

Im Lager des Balkens, also entsprechend der Randbedingung für $x = 0$, ist die Durchbiegungsgeschwindigkeit \dot{W} gleich null. Damit resultiert nach Gleichung (30) für die Konstante $C_2 = 0$. Für die zweite Randbedingung $x = a$, an der Stelle des größten Biegemoments, soll die Verdrehung des Balkens \dot{W}' gleich null sein. In Gleichung (30) eingesetzt ergibt sich für die Konstante C_1 folgender Wert:

$$C_1 = B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{a^{n+1}}{n+1}.\tag{31}$$

Aus Gleichung (30) und (31) folgt für die Durchbiegungsgeschwindigkeit:

$$\begin{aligned}\dot{W} &= -B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{x^{n+2}}{(n+2)(n+1)} + B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{a^{n+1}}{n+1} x \\ &= B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{x}{n+1} \left[a^{n+1} \frac{x^{n+1}}{n+2} \right].\end{aligned}\tag{32}$$

Und mit $x = a$ gilt für die Durchbiegungsgeschwindigkeit an der Stelle der Krafteinwirkung folgende Gleichung:

$$\begin{aligned}
\dot{W}(a) &= B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{a}{n+1} \left[a^{n+1} \frac{a^{n+1}}{n+2} \right] \\
&= B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{a^{n+2}}{n+1} \left[1 - \frac{1}{n+2} \right] \\
&= B \left(\frac{F}{2} \right)^n \frac{a^{n+2}}{n+2}.
\end{aligned} \tag{33}$$

[102, 103]

Berechnung der Spannung beim stationären Kriechen

Durch Division der Gleichung (23) durch Gleichung (28) und Umstellen erhält man folgenden Ausdruck für die Spannung σ :

$$\sigma = z^n \frac{1}{I_n} M. \tag{34}$$

Wird jetzt das Biegemoment M in Abhängigkeit von der Kraft F und der Koordinate x in Gleichung (37) eingesetzt, berechnet sich die Spannung nach:

$$\sigma = \frac{F}{2} x z^n \frac{1}{I_n}. \tag{35}$$

Für die maximale Spannung an der Randfaser des Balkens gilt:

$$\sigma_{\max} = \frac{F}{2} a \left(\frac{h}{2} \right)^n \frac{1}{I_n}. \tag{36}$$

[102, 103]

Berechnung der Dehnrate beim stationären Kriechen

Die Dehnrate berechnet sich aus der Krümmungsänderung $\dot{\chi}$ in Abhängigkeit von der Koordinate z nach Gleichung (19). Wird für $\dot{\chi}$ Gleichung (28) eingesetzt, ergibt sich für die Dehnrate:

$$\dot{\varepsilon} = M^n A \frac{1}{I_n^n} z \quad (37)$$

und in Abhängigkeit des Biegemoments M von F und x :

$$\dot{\varepsilon} = \left(\frac{F}{2} x \right)^n A \frac{1}{I_n^n} z. \quad (38)$$

Die maximale Dehnrate an der Randfaser des Balkens ist

$$\dot{\varepsilon}_{\max} = \left(\frac{F}{2} a \right)^n A \frac{h}{2} \frac{1}{I_n^n}. \quad (39)$$

[102, 103]

6.5.2 Modell zur Numerischen Berechnungen im Dreipunktbiegeversuch

Das Kriechverhalten des Werkstoffs beim Dreipunktbiegeversuch sollte mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode (FEM) vorhergesagt werden. Die Berechnungen der Kriechspannung und Dehnung wurden mit ABAQUS 6.8-2 durchgeführt. Aus Symmetriegründen wurde zur Berechnung nur die Hälfte des Biegebalkens betrachtet. Das System wurde in über 600 dreidimensionale Maschen mit je 8 Knoten pro isoparametrisches Element (CPS8R) unterteilt. Die Krafteinwirkung erfolgte über 3 Knoten verteilt. Das Auflager (pinpoint) ist nur in einem Knoten verankert. Dahinter hat das Modell die Eigenschaften einer hochelastischen Scheibe [103, 104].

Das elastische Verhalten der Biegeprobe wird mit dem Elastizitätsmodul E und der Querkontraktionszahl ν beschrieben. Für beide Konstanten wurden die von Schfrik [105] gemessenen, temperaturabhängigen Werte für γ -TiAl eingesetzt. Diese gelten streng genommen nur bis zu einer Temperatur von 935 °C. Da es in dieser Arbeit nicht möglich war, den E-Modul genau zu bestimmen und in der Literatur keine Daten für Temperaturen oberhalb 935 °C existieren, wurde näherungsweise ein weiterer linearer Verlauf bis 1000 °C angenommen und so die Konstanten bestimmt.

Die Beschreibung des Kriechverhaltens erfolgt im Modell nach dem Kriechgesetz nach Norton aus Gleichung (18). Der Spannungsexponent n wurde aus den Druckkriechversuchen ermittelt. Die temperaturabhängige Materialkonstante A musste aus den Messwerten der jeweiligen Biegeversuche berechnet werden. Der Wert für die konstante Kraft wurde aus den Messwerten des Experiments abgelesen, in Gleichung (33) eingesetzt und nach A umgestellt.

6.5.3 Ergebnisse und Diskussion

Am Beispiel zweier Dreipunktbiegeversuche der $Al_{60}Ti_{40}$ Legierung im Gusszustand mit unterschiedlicher Prüfgeschwindigkeit ($0,245 \text{ mm h}^{-1}$ und $2,461 \text{ mm h}^{-1}$) soll gezeigt werden, wie gut Experiment, FEM Modell und analytische Lösung übereinstimmen. Probenabmessungen, Auflagerabstand und Materialkonstanten bei Prüftemperatur von $Al_{60}Ti_{40}$ CC wurden zur Optimierung in das Modell übernommen. Die Verformung der Probe wurde unter konstanter Verformungsgeschwindigkeit in Anlehnung an das Experiment simuliert und Spannung und Dehnung numerisch berechnet. In Abbildung 6.52 und 6.53 sind die Spannungs- und Dehnungsverteilung im FEM Modell dargestellt.

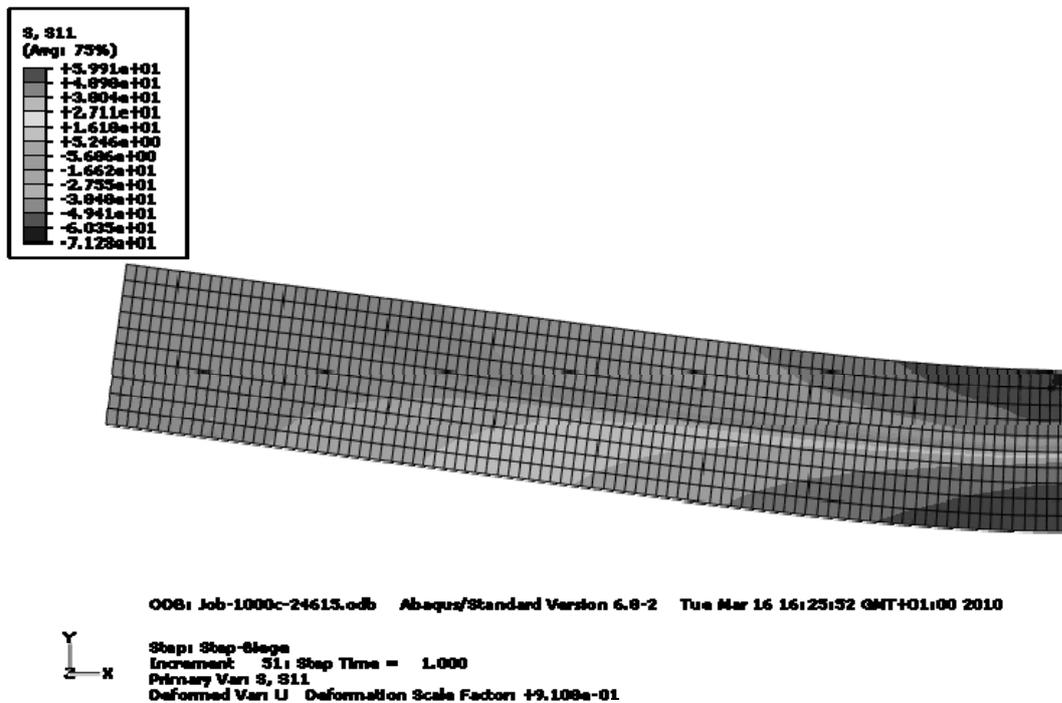


Abbildung 6.52: Spannungsverteilung im Dreipunktbiegeversuch von $Al_{60}Ti_{40}$ CC bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ und einer Prüfgeschwindigkeit von $2,461 \text{ mm h}^{-1}$, FEM Parameter: $E = 139,4 \text{ GPa}$, $\nu = 0,234$, $n = 4,2$, $A = 1,58 \cdot 10^{-9} \text{ h}^{-1} \text{ MPa}^{-n}$.

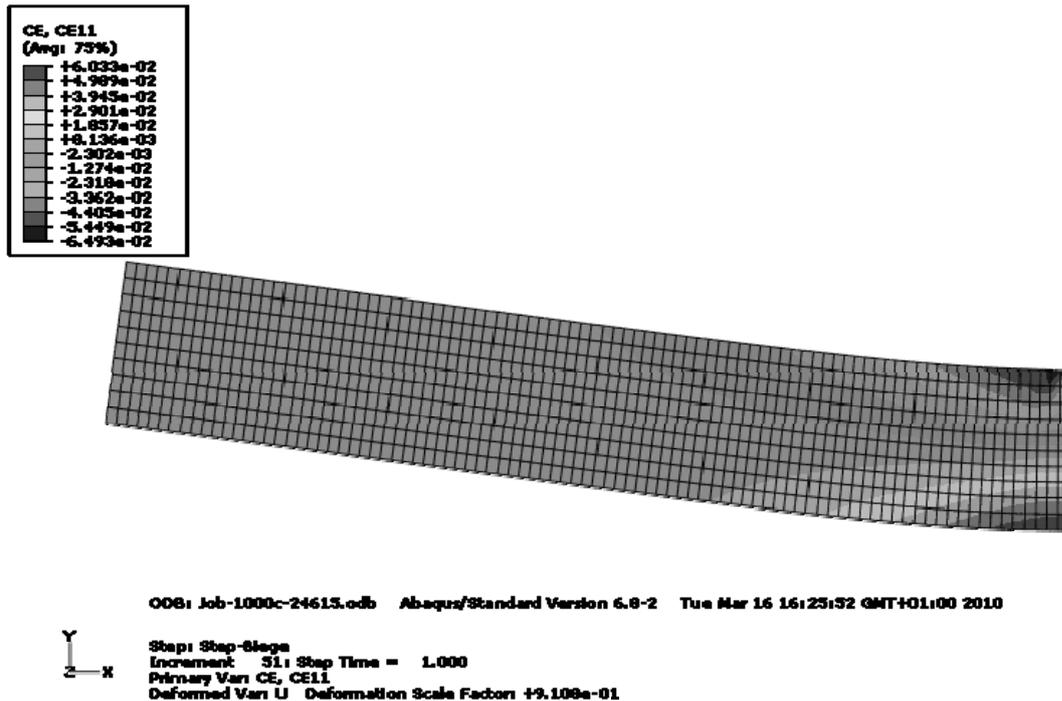
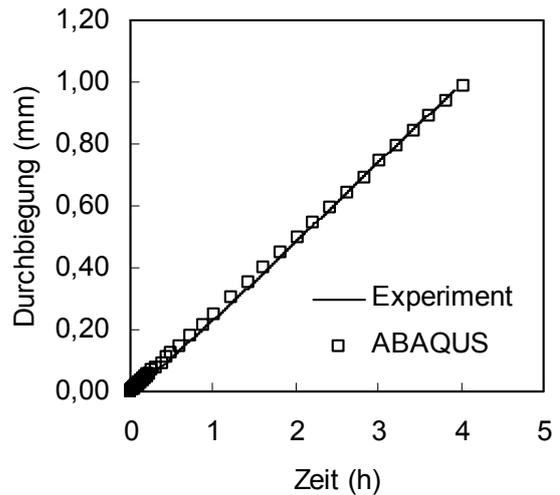
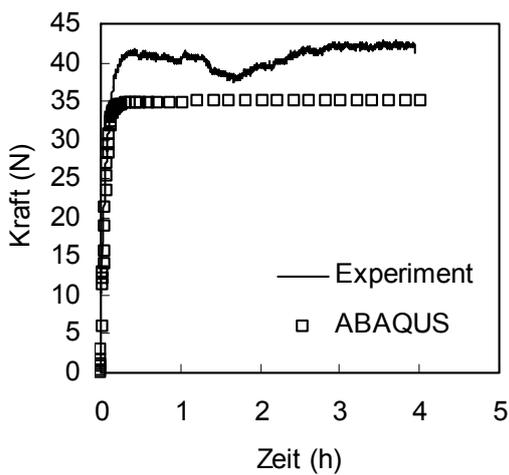


Abbildung 6.53: Dehnungsverteilung im Dreipunktbiegeversuch von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC bei 1000 °C und einer Prüfgeschwindigkeit von $2,461 \text{ mm h}^{-1}$, FEM Parameter: $E = 139,4 \text{ GPa}$, $\nu = 0,234$, $n = 4,2$, $A = 1,58 \cdot 10^{-9} \text{ h}^{-1} \text{ MPa}^{-n}$.

Werden die zeitlichen Verläufe von Kraft und Durchbiegung der numerischen Berechnung mit den Messwerten des Experiments verglichen, kann festgestellt werden, dass numerische und experimentelle Werte für beide Versuche gut übereinstimmen (Abb. 6.54). Allerdings bleiben die berechneten Kräfte im Modell etwas unter den gemessenen Werten des Experiments. Dies könnte auch an den von $\gamma\text{-TiAl}$ übernommenen elastischen Konstanten liegen.

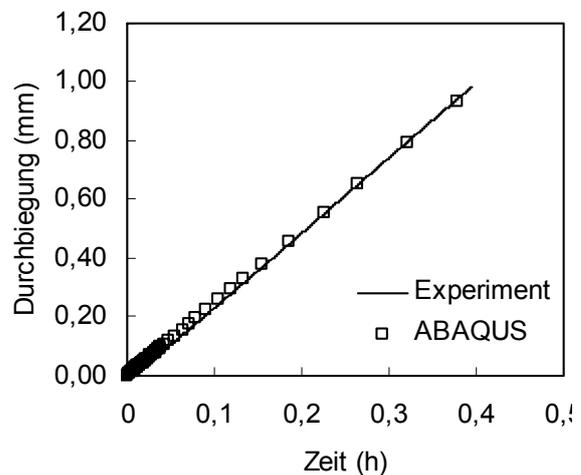
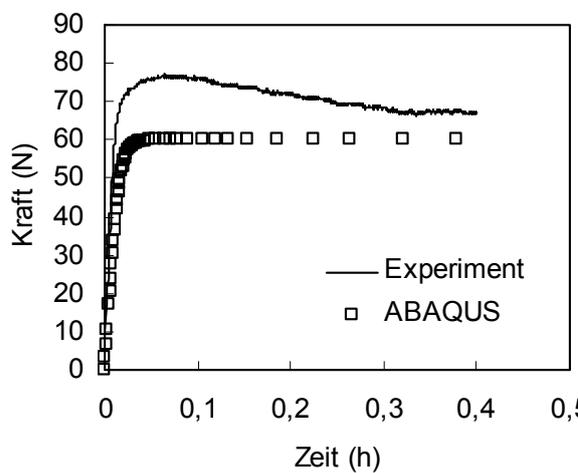
Mit Hilfe des FEM Modells und der numerischen Berechnung mit ABAQUS kann das Verformungsverhalten des Werkstoffs im Dreipunktbiegeversuch für den Fall des stationären Kriechens gut vorhergesagt werden.

Die numerisch berechnete Randfaserzugspannung der Dreipunktbiegeprobe beträgt $35,9 \text{ MPa}$ für $0,245 \text{ mm h}^{-1}$ und $59,9 \text{ MPa}$ für $2,461 \text{ mm h}^{-1}$. Zur analytischen Berechnung der Randfaserzugspannung werden Probenabmessung, Materialkonstanten und der experimentell ermittelte Wert der Kraft in stationären Bereich der Messkurve in Gleichung (36) eingesetzt. Die berechneten Werte für σ_{\max} sind in sehr guter Übereinstimmung mit dem numerisch berechneten Werten (siehe Tabelle 6.9).



(a)

(b)



(c)

(d)

Abbildung 6.54: Vergleich der experimentellen Messwerte des Dreipunktbiegeversuchs von $Al_{60}Ti_{40}$ CC bei $1000\text{ }^{\circ}C$ mit den mit ABAQUS numerisch berechneten Werten im FEM Modell, (a) Kraft-Zeit-Verlauf, (b) Durchbiegungs-Zeit-Verlauf für Prüfgeschwindigkeit $0,245\text{ mm h}^{-1}$ und (c), (d) für $2,461\text{ mm h}^{-1}$.

Tabelle 6.9: Vergleich der mit ABAQUS numerisch berechneten Werte mit der analytischen Lösung aus den experimentellen Messwerten.

\dot{W} (mm h ⁻¹)	ABAQUS		Analytische Lösung	
	σ_{\max} (MPa)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)	σ_{\max} (MPa)	$\dot{\epsilon}$ (s ⁻¹)
0,245	35,9	$1,66 \cdot 10^{-6}$	35,9	$2,00 \cdot 10^{-6}$
2,461	59,9	$1,63 \cdot 10^{-5}$	66,6	$2,01 \cdot 10^{-5}$

Die analytische Lösung bietet also auch eine sehr gute und einfache Möglichkeit, die Spannung bei stationärem Kriechen im Dreipunkbiegeversuch abzuschätzen. Zum Vergleich, die linear-elastische Berechnung der Randfaserbiegespannung hätte mit $\sigma_{\max} = 58 \text{ MPa}$ für $0,245 \text{ mm h}^{-1}$ und 105 MPa für $2,461 \text{ mm h}^{-1}$ viel zu große Werte ergeben und die tatsächliche Biegespannung weit überschätzt.

Werden die hier ermittelten Daten für stationäres Kriechen im Dreipunkbiegeversuch zusammen mit den Werten aus Druckkriechversuchen doppel-logarithmisch aufgetragen, kann festgestellt werden, dass die Ergebnisse beider Versuchsanordnungen gut übereinstimmen (Abb. 6.55). Die Legierung $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC zeigt bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ keinen Unterschied im Kriechverhalten zwischen der Druckspannung im Kriechversuch und der in der Randfaser wirkenden Zugspannung beim Biegeversuch.

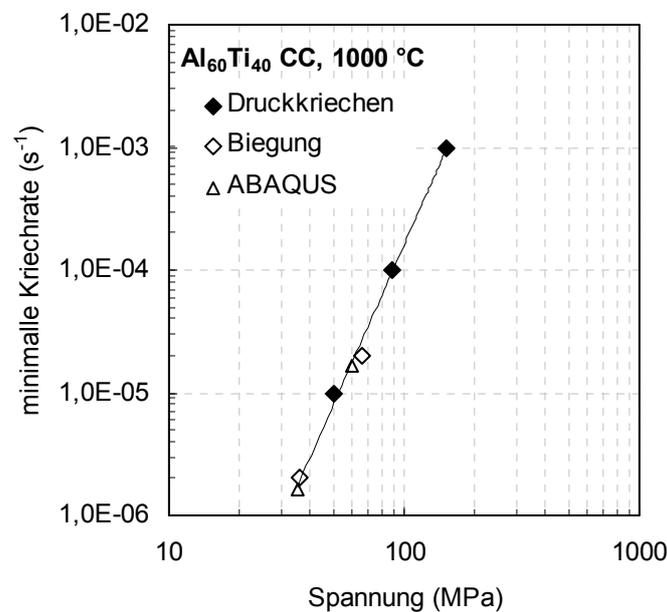


Abbildung 6.55: Zusammenfassung der Ergebnisse für stationäres Kriechen von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC bei $1000 \text{ }^\circ\text{C}$ aus Druckkriechversuchen (volle Symbole) und aus Dreipunktbiegeversuchen (offene Symbole).

Anzumerken bleibt, dass sowohl das hier vorgestellte FEM Modell als auch die analytische Lösung zur Berechnung der Randfaserspannung im Dreipunktbiegeversuch nicht beim vorzeitigen Versagen der Probe (z.B. durch Schädigung) im Primärbereich des Kriechens gültig sind, sondern nur bei stationären Kriechverhalten der Probe angewendet werden können.

6.6 Oxidationsverhalten

Nach Beendigung der Oxidationsversuche wurde die Masseänderung Δm bezogen auf die Probenoberfläche berechnet und über der Zeit aufgetragen. Zur weiteren Charakterisierung wurden die Proben eingebettet und metallographische Schliffe erstellt. Zur Verbesserung der Leitfähigkeit der Oxidschicht sowie zur Verminderung von elektrischen Aufladungen der Einbettmasse mussten die geätzten Proben vor eingehender Untersuchung am REM mit Gold besputtert werden.

Einfluss der Aluminiumkonzentration

Die Legierungsvariante $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC weist nach den ersten 10 Stunden (10 Zyklen von je 1 h) eine geringe Oxidationsgeschwindigkeit auf. Danach steigt die Oxidationsrate stark an und bleibt im weiteren Verlauf annähernd konstant (Abb. 6.56).

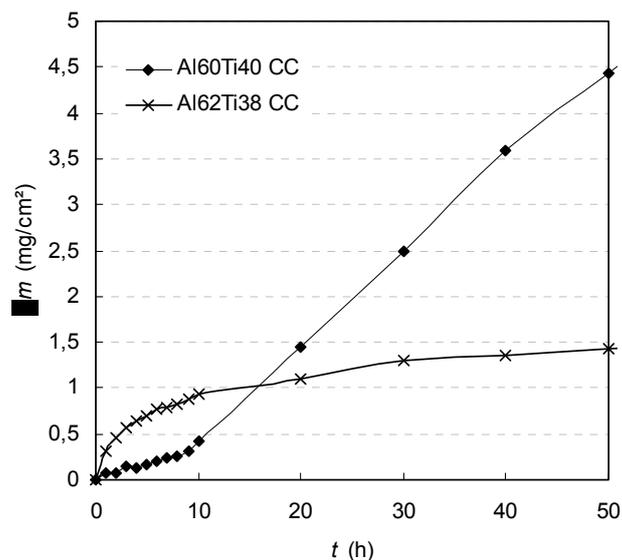


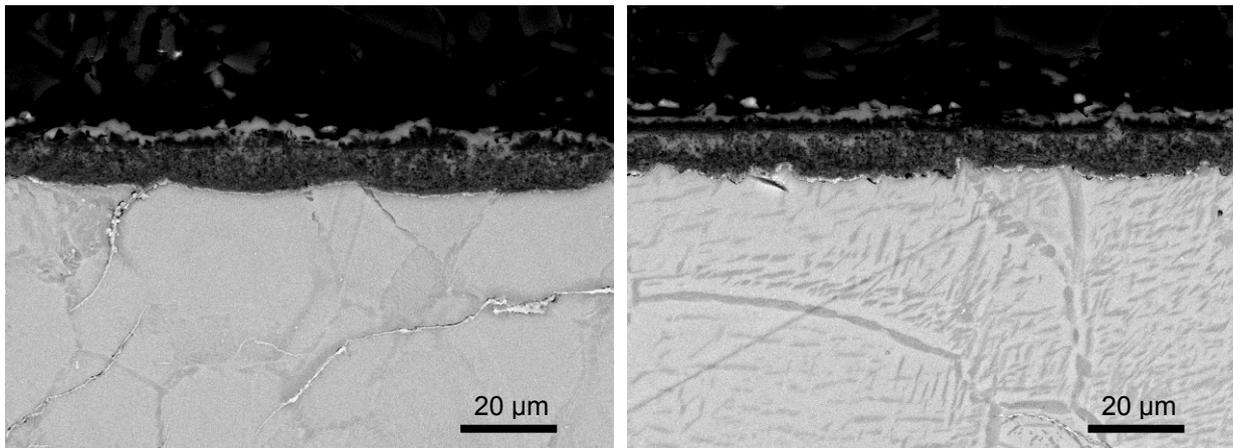
Abbildung 6.56: Zyklische Oxidationskurven (Ausschnitt bis 50 h) von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC bei 900 °C.

Bis zum Ende des Versuchs nach 200 h sinkt die Geschwindigkeit nur wenig. Die Oxidschicht hatte eine weiss/gelbliche Farbe und haftete relativ fest am Probenmaterial. Allerdings fanden sich nach etwa 70 h zunehmend abgeplatzte Oxidpartikel im Tiegel. Diese wurden in der Berechnung der Masseänderung mit berücksichtigt.

Mit zunehmender Aluminiumkonzentration steigt, wie erwartet, die Oxidationsbeständigkeit der TiAl Legierungen. Allerdings ist im Anfangsbereich (bis 10 Stunden) eine geringere Oxidationsbeständigkeit der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC Legierung zu verzeichnen. Die Oxidationsgeschwindigkeit nimmt aber schon nach wenigen Stunden stark ab (Abb. 6.56).

Die Oxidationskurve zeigt einen parabolischen Verlauf, bei der die Oxidationsgeschwindigkeit bis zum Ende des Versuchs stetig abnimmt.

Die Oxidschicht ist im Gegensatz zur $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC Legierung fest haftend und besitzt eine hellgraue Farbe (Al_2O_3). Zur metallographischen Untersuchung der Oxidschicht im Anfangsbereich des Experiments wurde je eine weitere Probe von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC für 5 x 1 Stunde an Luft oxidiert. Nach 5 Zyklen zeigen beide Legierungen fast identische Oxidschichten (Abb. 6.57). In beiden Fällen bildet sich eine sehr dünne TiO_2 Außenschicht, der sich eine 10-15 μm dicke Mischoxidschicht aus Al_2O_3 und TiO_2 anschließt.



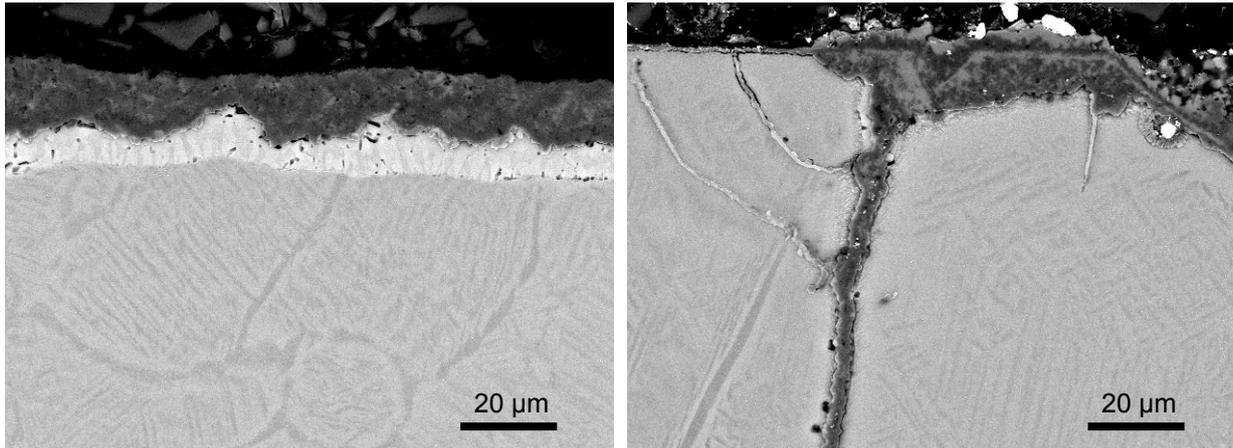
(a) $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC

(b) $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC

Abbildung 6.57: REM Bilder (BSE Modus) der Oxidationsproben nach 5 h bei 900 °C.

An der $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC Legierung wurden eine Vielzahl von Oberflächenrissen gefunden. Die Risse breiten sich bis zu 1 mm tief im Material aus. Die Rissflächen sind vollständig von einer Mischoxidschicht bedeckt (siehe Abb. 6.58b). Die schlechte Oxidationsbeständigkeit im Versuchsanfang kann, mit der durch die Oberflächenrisse resultierenden erhöhten Reaktionsfläche der Probe, erklärt werden. Die Oxidationsgeschwindigkeit sinkt, wenn die Risse vollständig durch Oxidbildung geschlossen sind.

Nach 200 h hat sich an der Probenoberfläche im Bereich der Risse eine ca. 20 μm dicke Mischoxidschicht gebildet, der sich, im Gegensatz zu $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC, eine etwa 10 μm dicke Al_2O_3 Schicht und eine TiO_2 Außenschicht anschließt. Entlang der rissfreien Bereiche der Probe beträgt die gesamte Oxidschichtdicke nur etwa 10 μm . Der Einfluss der Aluminiumkonzentration auf das Oxidationsverhalten ist hier deutlich sichtbar.



(a) Al₆₀Ti₄₀ CC

(b) Al₆₂Ti₃₈ CC

Abbildung 6.58: REM Bilder (BSE Modus) der Oxidationsproben nach 200 h bei 900 °C.

Mit Reduzierung der Oberflächenrisse ließe sich die Oxidationsbeständigkeit, gerade im Anfangsbereich der Oxidation, noch weiter steigern. Auf Grund der geringen Oxidschichtdicken, besonders an den rissfreien Abschnitten der Probe, ist auch der Bereich der Aluminiumverarmung wesentlich geringer. Eine quantitative Aussage über die Zusammensetzung der Oxidschicht konnte mittels EDX-Analyse nicht getroffen werden. Die EDX-Messung ergab hier eine Konzentration von 55 at. % Aluminium. Im übrigen Material konnte die nominelle Zusammensetzung der Legierung nachgewiesen werden. Die Al₆₀Ti₄₀ CC Legierung bildet eine ca. 15-20 µm dicke, fein strukturierte Mischoxidschicht aus Al₂O₃ und TiO₂ (Abb. 6.58a). Dem schließt sich eine Aluminium verarmte Zone an (heller Bereich im BSE-Bild). Die EDX-Messung ergab hier eine Aluminiumkonzentration von nur 36 at. %. Im restlichen Material konnte auch hier wieder die nominelle Zusammensetzung nachgewiesen werden.

Einfluss der Mikrostruktur auf das Oxidationsverhalten

Die durch eine Wärmebehandlung generierte lamellare bzw. plattenförmige Mikrostruktur hat erheblichen Einfluss auf die Oxidationsbeständigkeit der Legierung. Abbildung 6.59 zeigt die zyklischen Oxidationskurven der Al₆₀Ti₄₀ Legierung im Gusszustand (CC) und nach einer Wärmebehandlung (WBH1). Bis zu einer Oxidationszeit von 10 Stunden (10 Zyklen von je 1 Stunde) nehmen der Guss- und Wärmebehandlungszustand den gleichen Kurvenverlauf. Während die Oxidationsgeschwindigkeit der Legierung im Gusszustand nach 10 Stunden stark ansteigt, wie bereits beschrieben, nimmt die Oxidationsrate von Al₆₀Ti₄₀ WBH1 stetig ab. Die Kurve hat einen parabolischen Verlauf, der bis nach 50 h in einem nahezu stationären Bereich übergeht, in dem die Oxidationsgeschwindigkeit gegen Null geht. Die Oxidschicht ist fest haftend und hellgrau (vergleichbar mit Al₆₂Ti₃₈ CC).

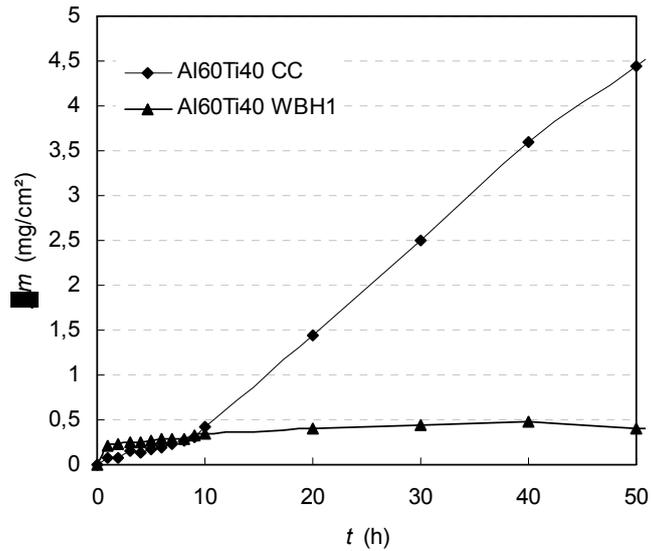


Abbildung 6.59: Zyklische Oxidationskurven bei 900 °C (Ausschnitt bis 50 h) von Al₆₀Ti₄₀ CC und Al₆₀Ti₄₀ WBH1.

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen zeigen im wärmebehandeltem Zustand nach einer Oxidationszeit von 200 h eine etwa 10 – 15 µm dicke Mischoxidschicht, mit einer anschließenden Al₂O₃ Schicht (2 µm), die von einer TiO₂ Deckschicht abgeschlossen wird (Abb.6.60). Im Übergangsbereich zwischen Metall und Oxidschicht wurde die nominelle Zusammensetzung nachgewiesen. Eine deutliche Aluminium- oder Titanverarmung des Materials in diesem Bereich konnte nicht gefunden werden.

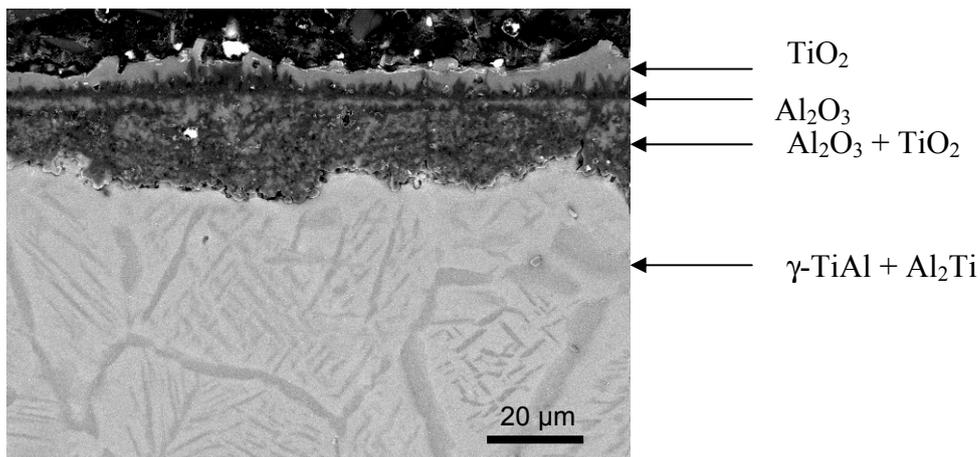


Abbildung 6.60: REM-Bild (BSE Modus) von Al₆₀Ti₄₀ WBH1 nach 200 h bei 900 °C.

Als Grund für die Verbesserung der Oxidationsbeständigkeit könnte die im Gegensatz zum Gussgefüge von Al₆₀Ti₄₀ auftretende r-Al₂Ti Phase sein, die eine lokale Erhöhung der Aluminiumkonzentration bewirkt und so als Al-Reservoir zur Oxidschichtbildung dient.

Einfluss von Niob auf die Oxidationsbeständigkeit

Die höchste Oxidationsbeständigkeit zeigte die Legierungsvariante mit Niob. Der aus der Literatur [61, 62] bekannte Einfluss von Niob auf die Oxidationsbeständigkeit von TiAl Legierungen konnte auch an den hier untersuchten Legierungszusammensetzungen bestätigt werden. Die Massenzunahme von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC liegt schon zu Versuchsbeginn auf sehr niedrigem Niveau und bleibt bis zum Ende des Versuchs unterhalb von $0,5 \text{ mg/cm}^2$. In Abbildung 6.61 sind die Versuchsergebnisse der ternären und binären Legierung mit 62 at. % Al im Vergleich mit reinem γ -TiAl zusammengefasst.

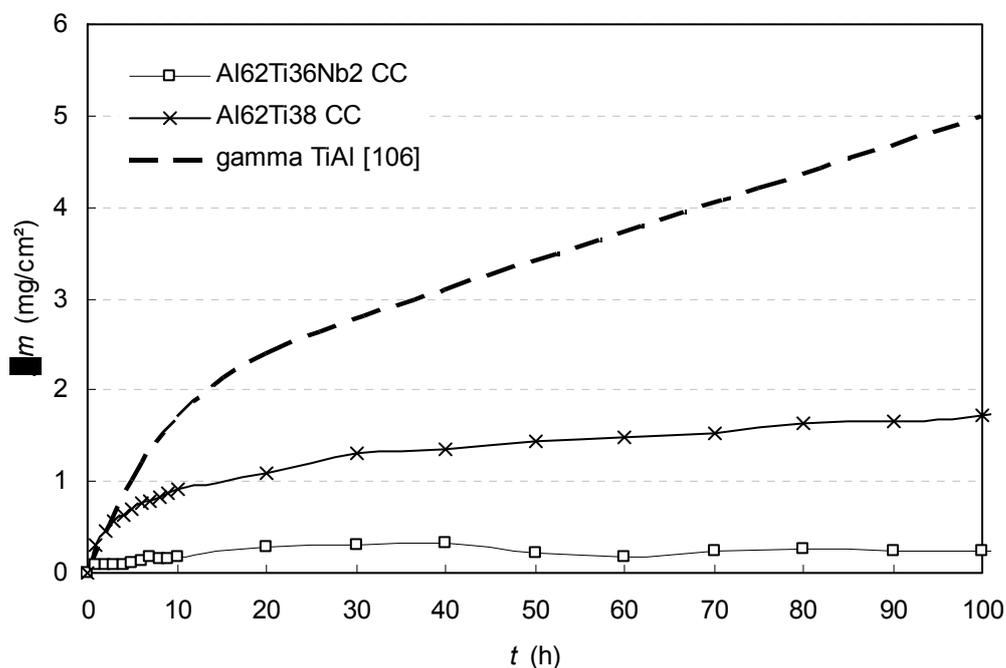


Abbildung 6.61: Zyklische Oxidationskurven bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$ (Ausschnitt bis 100 h) von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC und $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC im Vergleich mit γ -TiAl aus [106].

Es ist ersichtlich, dass sowohl eine Erhöhung der Aluminiumkonzentration als auch die Zugabe von 2 at. % Nb die Oxidationsbeständigkeit signifikant verbessert. Zur näheren Analyse wurden die Zunderkonstanten aller untersuchten Legierungsvarianten berechnet (Tab. 6.10). Die Zunderkonstante k ist der Anstieg aus dem Quadrat der oberflächenbezogenen Massenzunahme Δm über die Zeit t . Die sehr kleinen Werte verdeutlichen die sehr gute Oxidationsbeständigkeit der Legierungen. Nur die Zunderkonstante des Gusszustands von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ liegt etwas über dem Niveau von γ -TiAl.

Tabelle 6.10: Zunderkonstant k ($\text{mg}^2 \text{cm}^{-4} \text{h}^{-1}$) bei zyklischer Oxidation bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$.

$\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ CC	$\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ WBH1	$\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ CC	$\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC	$\gamma\text{-TiAl}$ aus [104]
0,56	0,002	0,028	0,001	0,243

Aus [61] ist bekannt, dass Niob die Auflösung des Aluminiumoxids im Titanoxid vermindert und die Bildung von Al_2O_3 an der Metall/Oxid-Grenzfläche begünstigt. REM Untersuchungen bestätigen diesen Effekt. Im Gegensatz zu den binären Legierungen bildet $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC eine 1-2 μm dicke, fest haftende Al_2O_3 Schicht, der sich eine Al verarmte Zone im Randbereich der Probe anschließt (Abb. 6.62). Mittels EDX wurde in dieser Zone eine Aluminiumkonzentration von nur 54 at. % bestimmt. Im restlichen Material konnte die nominelle Legierungszusammensetzung gemessen werden. Eine Mischoxidschicht oder TiO_2 konnte nicht gefunden werden.

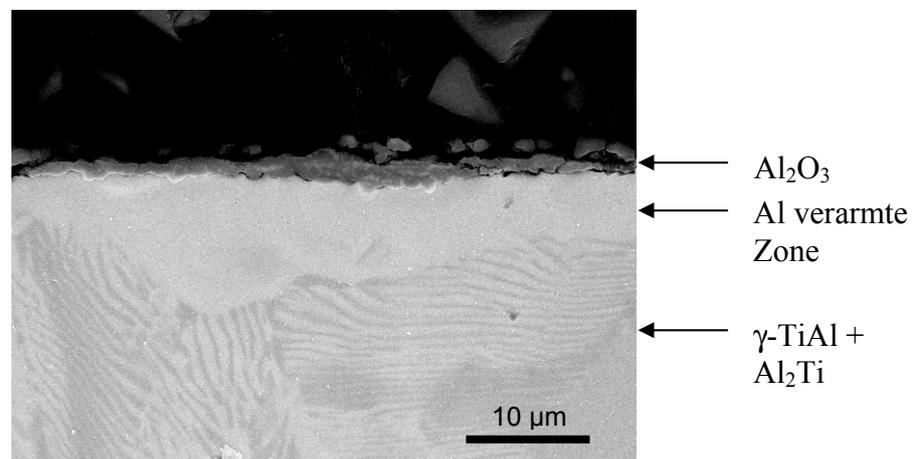


Abbildung 6.62: REM-Bild (BSE Modus) von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ CC nach 200 h bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$.

Zusammenfassend ist festzustellen, dass die hier untersuchten Al reichen TiAl Legierungen eine ausgezeichnete Oxidationsbeständigkeit besitzen, was es ermöglichte, alle Versuche zur mechanischen Charakterisierung ohne den Einsatz schützender Atmosphäre durchzuführen. Die Oxidationsbeständigkeit kann durch die Erhöhung der Aluminiumkonzentration, der Ausbildung einer lamellaren Mikrostruktur sowie durch das Hinzulegieren von 2 a. % Niob noch verbessert werden.

7. Zusammenfassung

Die Mikrostruktur des Gusszustandes aller Legierungsvarianten lässt bei lichtmikroskopischen und REM Untersuchungen ein jeweils einphasiges Material vermuten. XRD Untersuchungen, nach denen nur Beugungsmaxima der Phase γ -TiAl zu finden waren, scheinen dies zu bestätigen. Allerdings wurden bei TEM Untersuchungen deutlich komplizierte Feinstrukturen festgestellt. So wurden im Gusszustand von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ etwa 10 nm große, im Korn fein verteilte Ausscheidungen der metastabilen Phase Al_5Ti_3 gefunden. Die Mikrostruktur des Gusszustandes von $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ besteht aus einer γ -TiAl Matrix, in der zwei Ordnungsvarianten von h- Al_2Ti eingewachsen sind. Die Grenzflächen zwischen den beiden h- Al_2Ti -Varianten sind $\{310\}$ -Zwillingsflächen. Neben γ -TiAl und h- Al_2Ti konnten in Analogie zu $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ auch hier Al_5Ti_3 Ausscheidungen im γ -TiAl durch Elektronenbeugung nachgewiesen werden. Nach einer Wärmebehandlung bei 950 °C für 50 h (200 h bei $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$) und Abschrecken im Wasser verändert sich die Mikrostruktur der Legierungen erheblich. Bei $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ und der ternären Legierung $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{36}\text{Nb}_2$ entsteht eine feine γ -TiAl + r- Al_2Ti Mikrostruktur mit vereinzelt r- Al_2Ti Ausscheidungen an den Korngrenzen. Der wärmebehandelte Zustand von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ zeigt ein relativ grobes plattenförmiges Gefüge. Die r- Al_2Ti Platten wachsen dabei ausgehend von den Korngrenzen in die γ -TiAl Körner. An den Korngrenzen ist zudem auch globulares r- Al_2Ti zu finden.

Bei allen Legierungsvarianten konnte im Dreipunktbiegeversuch keine signifikante Duktilität unterhalb 900 °C gemessen werden. Mit Erhöhung der Aluminium Konzentration ($\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$) konnte die Biegefestigkeit verbessert werden. Allerdings erhöht sich auch die Sprödigkeit der Legierung und DBTT steigt auf über 950 °C. Das Bruchverhalten ist bei allen Legierungsvarianten gemischt interkristallin/transkristallin, wobei im Gusszustand der Legierungen die interkristallinen Anteile überwiegen. Oberhalb DBTT lässt sich das Material so gut plastisch verformen ($> 3 \%$), dass es nicht mehr zum Bruch der Probe kommt.

Der Widerstand gegen Risswachstum und die damit verbundene Rissbildungsarbeit liegen unterhalb DBTT auf sehr niedrigem Niveau. Die r- Al_2Ti Platten bzw. Lamellen stellen keine starken Barrieren gegen Rissausbreitung dar und somit hat die Variation der Mikrostruktur nur geringen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Diese Ergebnisse spiegeln sich auch in den Bruchzähigkeiten wieder. Die ermittelten Werte aller Legierungsvarianten liegen zwischen $1\text{-}3 \text{ MPa m}^{1/2}$ und begrenzen die Anwendung als Konstruktionswerkstoff stark.

Alle Legierungsvarianten weisen besonders in Hinblick auf die geringe Dichte von rund $3,8 \text{ g/cm}^3$ eine gute Kriechbeständigkeit bei 900 °C auf. Allerdings muss festgestellt werden, dass bei keiner Legierung signifikante Unterschiede im Kriechverhalten zwischen Gusszustand

und Wärmebehandlungszustand gemessen werden konnten. Obwohl die Mikrostrukturen von allen getesteten Legierungszuständen wesentliche Unterschiede aufweisen, spiegelt das Kriechverhalten diese mikrostrukturelle Variation nicht wieder.

Der für diese Legierungen gefundene Spannungsexponent $n \sim 4$ ist relativ unabhängig von der untersuchten Spannung und der Temperatur und deutet darauf hin, dass Versetzungsklettern der maßgebende Kriechmechanismus ist. Die Werte der scheinbaren Aktivierungsenergie des Kriechens für $\text{Al}_{62}\text{Ti}_{38}$ im Gusszustand als auch nach der Wärmebehandlung sind nahezu gleich und stimmen gut mit den Werten überein, die aus Interdiffusionsexperimenten von Al ($Q_{\text{Al}} = 358 \text{ kJ mol}^{-1}$) und Ti ($Q_{\text{Ti}} = 249 \text{ kJ mol}^{-1}$) in γ -TiAl aus der Literatur [87] bekannt sind. Auch zeigen beide Gefügevariationen der Legierung im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) die gleiche verformte Mikrostruktur nach dem Kriechen. Beim Gusszustand von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ wurde mit $Q_{\text{creep}} = 550 \text{ kJ mol}^{-1}$ eine signifikant höhere scheinbare Aktivierungsenergie berechnet, die auf die Instabilität dieser Mikrostruktur zurückzuführen ist.

In dieser Arbeit wurde für den Fall des stationären Kriechens im Dreipunktbiegeversuch eine analytische Lösung hergeleitet, die eine sehr gute Abschätzung der Biegespannung ermöglicht. Außerdem stimmte das mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode (FEM) numerisch berechnete Kriechverhalten unter Dreipunktbiegebeanspruchung mit den Messwerten aus den Druckkriechversuchen sehr gut überein.

Der $\text{Al}_{59,4}\text{Ti}_{40,6}$ Einkristall zeigt eine gut ausgeprägte lamellare γ -TiAl + r- Al_2Ti Mikrostruktur, die in Kristallzuchtrichtung gewachsen ist. Die EBSD Messung ergab an beiden Phasen die gleiche Kristallorientierung, die im gesamten Kristall unverändert bleibt. Die Lamellenausrichtung parallel zur Belastungsrichtung zeigt eine höhere Kriechbeständigkeit bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$ als die zur Belastungsrichtung senkrechte. Im Vergleich mit dem von der chemischen Zusammensetzung etwa gleichen Polykristall $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ hat das einkristalline Material eine höhere kritische Schubspannung, was, jedenfalls bei $900 \text{ }^\circ\text{C}$, auf die gerichtete Lamellenorientierung im Einkristall und die schwachen Korngrenzen des Polykristalls zurückgeführt werden kann. Auch die Spannungsexponenten des Einkristalls sind im Vergleich zum polykristallinen Material deutlich höher.

Die hier untersuchten Legierungszusammensetzungen besitzen eine ausgezeichnete Oxidationsbeständigkeit, was es ermöglichte, alle Versuche zur mechanischen Charakterisierung ohne den Einsatz schützender Atmosphäre durchzuführen. Die Oxidationsbeständigkeit kann durch die Erhöhung der Aluminiumkonzentration, die Ausbildung einer lamellaren Mikrostruktur sowie durch das Hinzulegieren von 2 a. % Niob weiter verbessert werden.

8. Anhang

8.1 Kristallstrukturen im Ti-Al Phasendiagramm

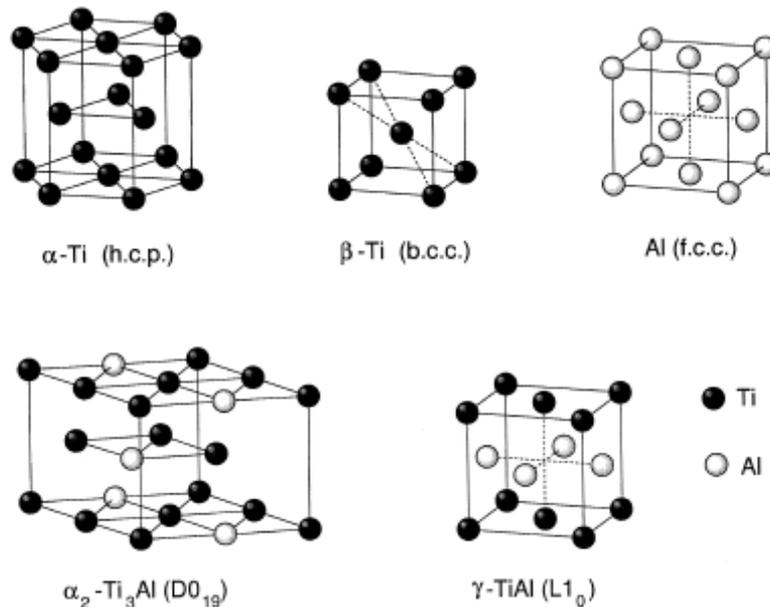


Abbildung 8.1: Die wichtigsten Kristallstrukturen im Ti-Al Phasendiagramm [87].

8.2 Kriechverhalten des polykristallinen Probenmaterials

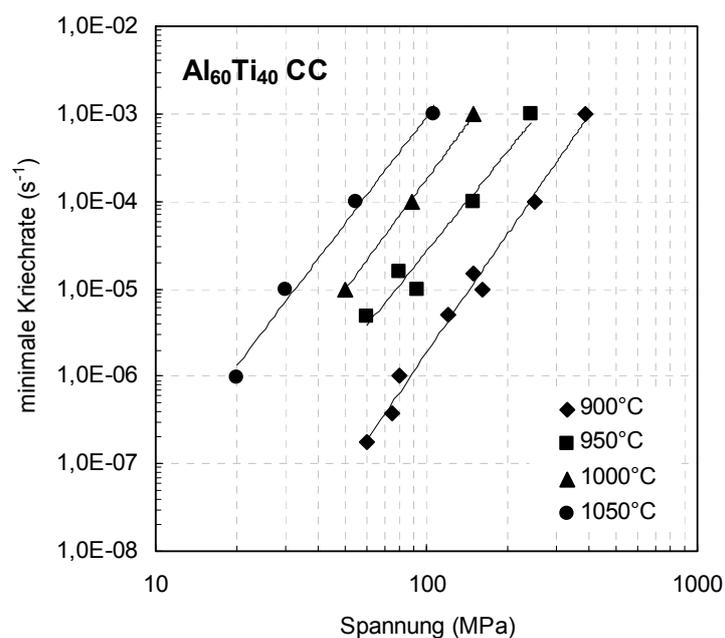


Abbildung 8.2: Sekundärkriechen im Druck von $\text{Al}_{60}\text{Ti}_{40}$ im gegossenen Zustand.

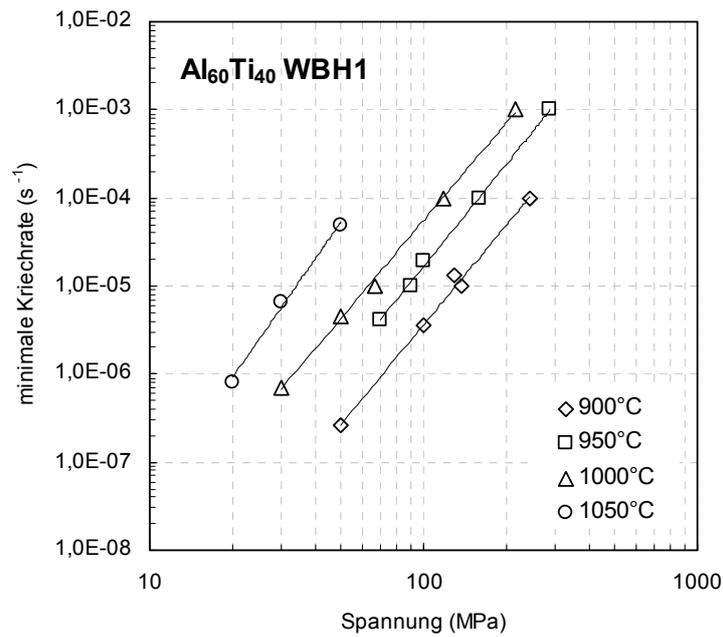


Abbildung 8.3: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₀Ti₄₀ im wärmebehandelten Zustand (WBH1).

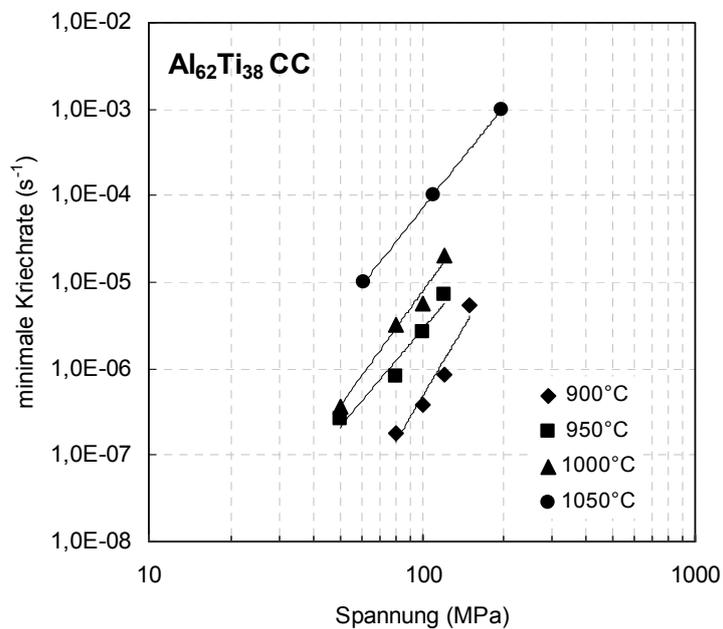


Abbildung 8.4: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₂Ti₃₈ im gegossenen Zustand.

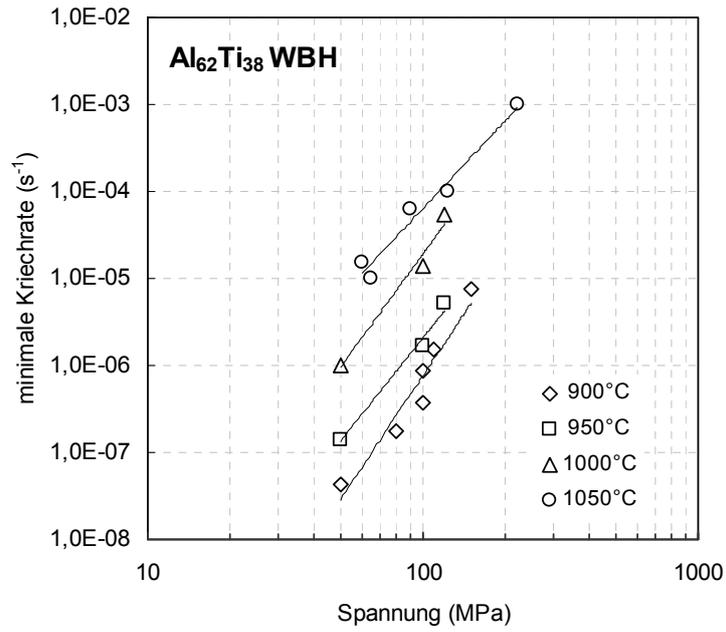


Abbildung 8.5: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₂Ti₃₈ im wärmebehandelten Zustand

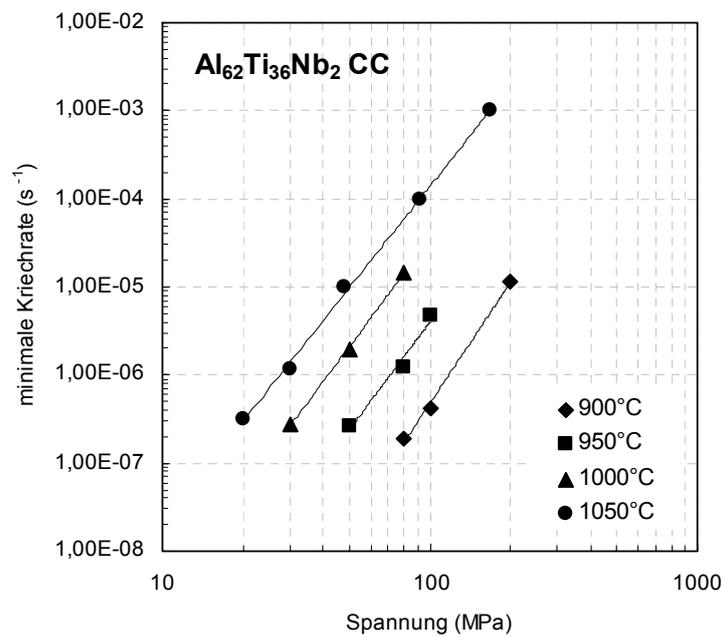


Abbildung 8.6: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₂Ti₃₆Nb₂ im gegossenen Zustand.

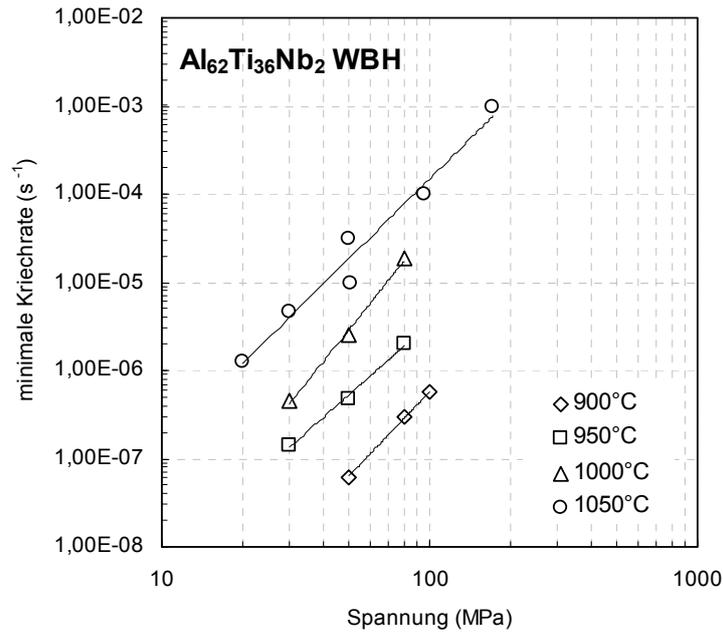


Abbildung 8.7: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₂Ti₃₆Nb₂ im wärmebehandelten Zustand.

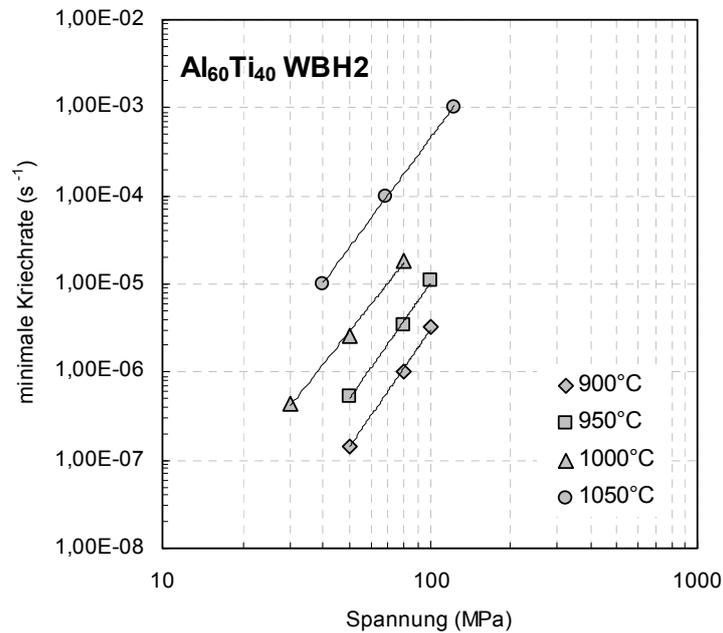


Abbildung 8.8: Sekundärkriechen im Druck von Al₆₀Ti₄₀ im wärmebehandelten Zustand (WBH2)

8.3 Oxidationsverhalten

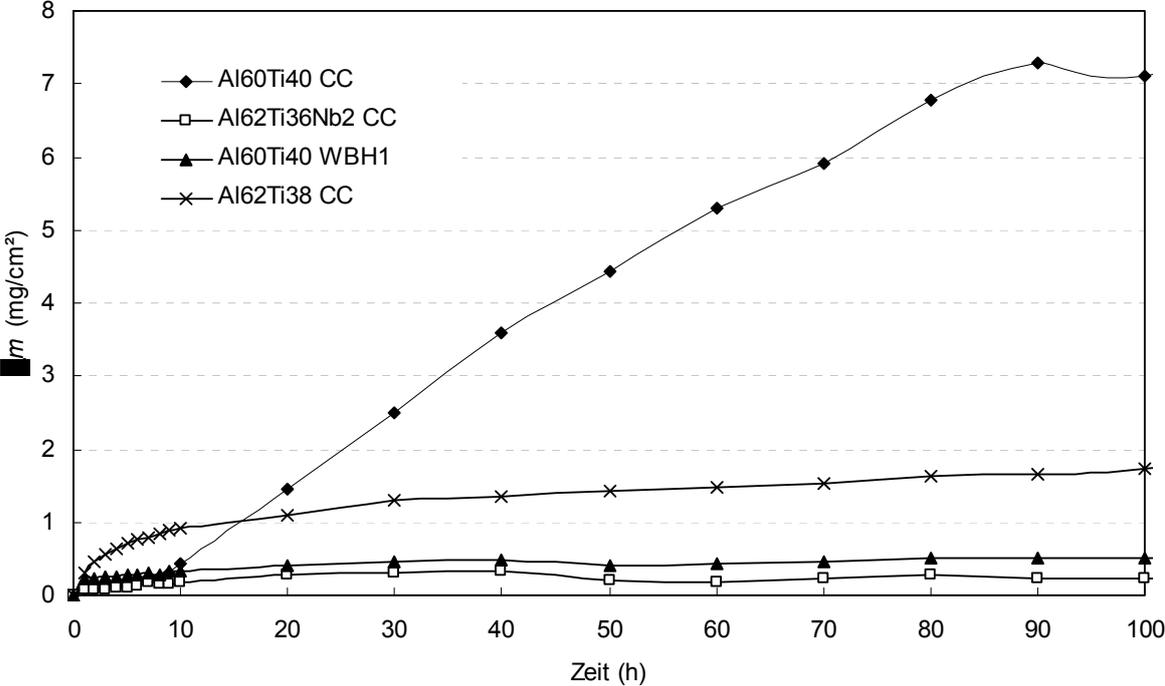


Abbildung 8.9: Zyklische Oxidationskurven bei 900 °C.

Literatur

- [1] J.B. McAndrew, H.D. Kessler, *J. Met.* 8 (1956), 1348.
- [2] D. Shechtman, M.J. Blackburn, H.A. Lipsitt, *Metall. Trans.* 5 (1974), 1373.
- [3] S.C. Huang, E.L. Hall, *Metall. Trans.* 22A (1991), 427.
- [4] S.C. Huang, in *Structural Intermetallics* (Eds: R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, M.V. Nathal), TMS, Warrendale, PA 1993, 299.
- [5] Y.-W. Kim, *J. Met.* 41 (1989), 24.
- [6] Y.-W. Kim, *J. Met.* 46 (1994), 30.
- [7] S.C. Huang, J.C. Chessnut, in *Intermetallic Compounds- Principles and Practise*, Vol. 2 (Eds: J.H. Westbrook, R.L. Fleischer), Wiley, UK 1994, 73.
- [8] R. Wagner, F. Appel, D. Dogan, P.J. Ennis, U. Lorenz, J. Müllauer, H.P. Nicolai, W. Quadackers, L. Singheiser, W. Smarsly, W. Vaidya, K. Wurzwallner, in *Gamma Titanium Aluminides* (Eds: Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi), TMS, Warrendale, PA 1995, 387.
- [10] J.C. Schuster, M. Palm: *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, Vol. 27, No. 3 (2006)
- [10] E.L. Hall, S.C. Huang, *J. Mater. Res.*, 4 (1989), 595.
- [11] E.L. Hall, S.C. Huang, in *Microstructure/Property Relationships in Titanium Aluminides and Alloys* (Eds: Y.-W. Kim, R.R. Boyer), TMS, Warrendale, PA 1991, 47.
- [12] H.E. Deve, A.G. Evans D.S. Shih, *Acta Metall. Mater.* 40 (1992), 1259.
- [13] R. Uemori, T. Hanamura, H. Morkawa, *Scripta Metal. Mater.* 26 (1992), 969 .
- [14] F. Appel, R. Wagner, *Mater. Sci. Eng. R22* (1998), 187.
- [15] Y.-W. Kim, D. M. Dimiduk, *J. Met.* 43 (1991), 40.
- [16] S.C. Huang, *Metall. Trans.* 23A (1992), 375.
- [17] Y.-W. Kim, *Mater. Sci. Eng. A* 192/193 (1995), 519.
- [18] M. Yamaguchi, H. Inui und K. ITO, *High-Temperature Structural Intermetallics*, *Acta Mater.* 48 (2000), 307.
- [19] H. Inui, H.M. Oh, A. Nakamura, M. Yamaguchi, *Acta metall. mater.* 40 (1992), 3059.
- [20] U. Hofmann und W. Blum, *Scripta Met. Mater.* Vol. 32, No. 3, (1995), 371.

- [21] D. S. Shih und G.K. Scarr, in High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys IV, vol. 213 of Mat. Res. Soc. Symp. Proc., ed. by L.A. Johnson, D.A. Pope und J.O. Stiegler, Materials Research Society, Pittsburgh (1991), 727.
- [22] A. Bartels, J. Seeger und H. Mecking, in High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys V, vol. 288 of Mat. Res. Soc. Symp. Proc., ed. by I. Baker, R. Darolia, J.D. Whittenberger und M. Y. Yoo, Materials Research Society, Pittsburgh (1993), 1179.
- [23] M. Es-Souni, A. Bartes und R. Wagner, Mater. Sci. Eng. A 171 (1993), 127.
- [24] D.I. Kimm und J. Wolfenstine, Scripta metall. mater. 30 (1994), 615.
- [25] R. W. Hayes und P.A. Quay, Scripta metall. mater. 30 (1994), 259.
- [26] B. Skrotzki, T. Rudolf und G. Eggeler, Z. Metallkd. 90 (1999), 6.
- [27] D.A. Wheeler, B. London, D.E. Larson Jr., Scripta Metal. Mater. 26 (1992), 939.
- [28] M.A. Morris, T.I. Lipe, Intermetallics 5 (1997), 329.
- [29] D.A. Wheeler, B. London und D.E. Larson, Scripta metall. mater. 26 (1992), 939.
- [30] H. Fukutomi, C. Hartig und H. Mecking, Z. Metallkd. 81 (1990), 272.
- [31] H. Kukutomi, K. Aoki, S. Takagi, M. Nobiki und H. Mecking, Intermetallics 2 (1994), 37.
- [32] D.S. Lee, D.M. Dimiduk und S. Krishnamurthy, in High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys V, vol. 288 of Mat. Res. Soc. Symp. Proc., ed. by I. Baker, R. Darolia, J.D. Whittenberger und M. Y. Yoo, Materials Research Society, Pittsburgh (1993), 823.
- [33] T. Fujiwara, A. Nakamura, M. Hosomi, S.R. Nishitani, Y. Shirai, M. Yamaguchi, Phil. Mag. A 61 (1990), 591.
- [34] H. Clemens, H. Kestler, Advanced Engineering Materials, Vol. 2, No. 9 (2000), 551.
- [35] M. Yamaguchi, H. Inu, in Intermetallic Compounds- Principles and Practise, Vol. 2 (Eds: J.H. Westbrook, R.L. Fleischer), Wiley, UK 1994, 147.
- [36] J.H. Schneibel, J.A. Horton, W.D. Porter, Mater. Sci. Eng. A 152 (1992), 126.
- [37] K.S. Kumar, S.A. Brown, Intermetallics, 4 (1996), 231.
- [38] M. Palm, F. Stein, in: Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto (Eds.), Gamma Titanium Aluminides 1999, TMS, Warrendale, USA, (1999), 161.
- [39] J. Braun, M. Ellner, Metall. Mater. Trans., 32A (2001), 1037.
- [40] M. Palm, L.C. Zhang, F. Stein, G. Sauthoff, Intermetallics 10 (2002), 523.

- [41] F. Stein, L.C. Zhang, G. Sauthoff, M. Palm, *Acta mater.* 49 (2001), 2919.
- [42] S. Wang, D. Fort, I.P. Jones, J.S. Abell, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 646 (2001), N5.43.41-N45.43.46.
- [43] K. Hayashi, T. Nakano, Y. Umakoshi, *Intermetallics* 10 (2002), 771.
- [44] L.C. Zhang, M. Palm, F. Stein, G. Sauthoff, *Intermetallics* 9 (2001), 229.
- [45] F. Stein, L.C. Zhang, M. Palm, G. Sauthoff, in: K.J. Hemker, D.M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J.M. Larsen, V.K. Sikka, M. Thomas, J.D. Whittenberger (Eds.), *Structural Intermetallics*, TMS, Warrendale, (2001), 495.
- [46] J. Braun, M. Ellner, X-ray high-temperature in situ investigation of the aluminide TiAl_2 (HfGa₂ type); *J. Alloys Compd.*, 309 (2000) 118-122.
- [47] A. Loiseau, C Vannuffel.: TiAl_2 : A reentrant phase in the Ti-Al system; *Phys. Status Solidi*, 107a (1988) 655-671.
- [48] T. Nakano, A. Negishi, K. Hayashi, Y. Umakoshi, Ordering Process of Al_5Ti_3 , h- Al_2Ti and r- Al_2Ti with F.C.C.-based Long-Period Superstructures in Rapidly Solidified Al-rich TiAl Alloys; *Acta mater.*, 47 (1999) 1091-1104.
- [49] T. Nakano, K. Hayashi, K. Ashida, Y. Umakoshi: Effect of Al_2Ti phase on plastic behavior in Ti-62.5at%Al single crystals; In: E.P. George, M.J. Mills, M. Yamaguchi (Eds.), *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 552 (1999) 591-596.
- [50] T. Nakano, K. Matsumoto, T. Seno, K. Oma, Y. Umakoshi: Effect of chemical ordering on the deformation mode of Al-rich Ti-Al single crystals; *Phil. Mag. A*, 74 (1996) 251-268.
- [51] T. Nakano, T. Seno, K. Hayashi, Y. Umakoshi: Effect of Al_5Ti_3 -type ordering on plastic behavior of Al-rich TiAl single crystals; In: T. Chandra, T. Sakai (Eds.), *THERMEC 97*, TMS, Warrendale PA, (1997) 1497-1503.
- [52] K. Hayashi, T. Nakano, Y. Umakoshi: Plastic deformation behaviour and deformation substructure in Al-rich TiAl single crystals deformed at high temperatures; *Sci. Technol. Adv. Mat.*, 2 (2001) 433-441.
- [53] H. Inui, K. Chikugo, K. Nomura, M. Yamaguchi: Lattice defects and their influence on the deformation behavior of single crystals of TiAl; *Mat. Sci. Eng.*, A329-331 (2002) 377-387.
- [54] K. Hayashi, T. Nakano, Y. Umakoshi: Meta-stable region of Al_5Ti_3 single-phase in time-temperature-transformation (TTT) diagram of Ti-62.5 at.% Al single crystal; *Intermetallics*, 10 (2002) 771-781.
- [55] C. Lei, Q. Xu, Y.-Q. Sun: TEM Investigation of Interfaces between Ti_3Al_5 and TiAl_2L ; *Phys. Status Solidi (a)*, 179 (2000) 77-82.

- [56] Lei, C., Xu, Q., Sun, Y.-Q.: Phase orientation relationships in the TiAl - TiAl₂ region; *Mat. Sci. Eng.*, A313 (2001) 227-236.
- [57] T. Koyama, M. Doi, S. Naito: Experimental and theoretical investigations of the phase transformation in Al-rich TiAl intermetallic compounds; *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*, 646 (2001) N2.2.1-N2.2.6.
- [58] T. Nakano, K. Hayashi, Y. Umakoshi: Formation and stability of transitional long-period superstructures in Al-rich TiAl single crystals; *Phil. Mag.*, A82 (2002) 763-777.
- [59] S. Hata, K. Higuchi, M. Itakura, N. Kuwano, T. Nakano, K. Hayashi, Y. Umakoshi: Short-range order in Al-rich γ -TiAl alloys studied by high-resolution transmission electron microscopy with image processing; *Phil. Mag. Lett.*, 82 (2002) 363-372.
- [60] A. Hellwig, M. Palm & G. Inden, *Intermetallics* 6, 1998, 79-94.
- [61] H. Jiang, M. Hirohasi, Y. Lu, H. Imanari: Effect of Nb on the high temperature oxidation of Ti-(0-50 at. %)Al, *Scripta Materialia* 46 (2002) 639-643.
- [62] B.G. Kim, G.M. Kim, C.J. Kim: Oxidation behaviour of TiAl-X (X = Cr, V, Si, Mo or Nb) intermetallics at elevated temperature, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 33, No. 7, pp. 1117-1125, 1995.
- [63] M. Blum, G. Jarczyk, H. Scholz, S. Pleier, P. Busse, H.J. Laudenberg, K. Segtrop, R. Simon: *Mater. Sci. Eng.* 329-331 (2001) pp. 616-620.
- [64] E.B. Bas und H. Stevens; Tiegellooses Zonenschmelzen hochschmelzender Metalle, *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Physik*, Vol.8, Nr. 5, (1967).
- [65] G. Behr, W. Löser, D. Souptel, G. Fuchs, I. Mazilu, C. Cao, A. Köhler, L. Schultz, B. Büchner: Crystal growth of rare-earth-transition metal borocarbides and silicides *J of Crystal Growth*, 310 (2008) 2268 – 2276.
- [66] G. Behr: private Mitteilung.
- [67] H. Schuhmann: *Metallographie*, 13., neubearbeitete Ausgabe, Stuttgart, deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1990.
- [68] Welz, B.: *Atomabsorptionsspektroskopie*, 3., völlig neu bearbeitete Auflage, Weinheim; Deerfield Beach, Florida, Basel: Verlag Chemie 1983.
- [69] D.R. Askeland: *Materialwissenschaften*, Spektrum Akademischer Verlag, 1996.
- [70] H. Blumenauer, G. Pusch: *Technische Bruchmechanik*, 3., stark überarbeitete Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Stuttgart, 1993.
- [71] H.A. Richard: Dissertation, Universität Kaiserslautern, 1979.
- [72] S. Palmquist: *Archiv für Eisenforschung* 33 (1962); 8:629.
- [73] K.H. Zum Gahr: *Z. Metallkunde* 69 (1978); 8:534.

- [74] H.J. Spies, K. Brock: *Neue Hütte* 27 (1982); 11:430.
- [75] W. Böhlke, K. Voigt: *Neue Hütte* 18 (1973); 1:41.
- [76] C.M. Perrot: *Wear* (1977); 45:293.
- [77] H. Blumenauer: *Werkstoffprüfung*, 6., stark überarbeitete Auflage, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Stuttgart, (1994).
- [78] C. Land and M. Schütze: The initial stages in the oxidation of TiAl, *Materials and Corrosion* 48, 13-22 (1997).
- [79] K.Kelm: persönliche Mitteilung.
- [80] P. Duwez, J.L. Taylor: *Trans. AIME*, 194 (1952) 70-71.
- [81] J.C. Schuster, H. Ipser: *Z. Metallkd.* 81 (1990) 389396.
- [82] R. Miida, S. Hashimoto, D. Watanabe: *Jap. J. Appl. Phys.* 21 (1982) L59-L61.
- [83] M. Yamaguchi, D.R. Johnson, H.N. Lee, H. Inui: *Intermetallics* 8 (2000) 511-517.
- [84] C.R. Barrett, W.D. Nix: *Acta Metall.* 13 (1965) 1247-1258.
- [85] H.J. Frost, M.F. Ashby: *Deformation-Mechanism-Maps*, in: *The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*, Pergamon Press, Oxford, 1982.
- [86] S. Karthikeyan, G.B. Viswanathan, M.J. Mills: *Acta Mater.* 52 (2004) 2577-2589.
- [87] Y. Mishin, C. Herzig: *Acta Mater.* 48 (2000) 589-623.
- [88] Y.W. Kim: *Acta metal. Mater.* Vol. 40, No.6 (1992) 1121-1134.
- [89] J.D.H. Paul, F. Appel, R. Wagner: *Acta mater.* Vol. 46, No. 4 (1998) 1075-1085.
- [90] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehringer, U. Fröbel, U. Lorenz: *Metall. Trans. A*, Vol. 34A (2003) 2149-2164.
- [91] J.-P. Poivier: *Creep in crystals*; Cambridge University Press, 1985:
- [92] R.W. Hayes, P.L. Martin: *Acta Metall. Mater.* 43 (1995), 2761-2772.
- [93] S. Kim, W. Cho, C.-P. Hong: *Material Science and Technology*, Nov. 1995, Vol. 11, 1147-1155.
- [94] J.A. Jiménez, M. Carsí, G. Frommeyer, S. Knippscher, J. Wittig, O.A. Ruano: *Intermetallics* 13 (2005), 1021-1029.
- [95] F. Appel, M. Oehringer, R. Wagner: *Intermetallics* 8 (2000) 1283.

- [96] J. Rösler, H. Harders, M. Bäker: *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe*, B.G. Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH, Wiesbaden 2003.
- [97] K. Kishida, H. Inui, M. Yamaguchi: *Intermetallics* 7 (1999) 1131-1139.
- [98] H. Umeda, K. Kishida, H. Inui, M. Yamaguchi: *Materials Science and Engineering A239-240* (1997) 336-343.
- [99] G.R. Terwilliger, H.K. Bowen, R.S. Gordon: *Creep of Polycrystalline MgO and MgO-Fe₂O₃ Solid Solution at High Temperature*; *Journal of The American Ceramic Society*, Vol. 53, No. 5 (1970).
- [100] G.W. Hollenberg, G.R. Terwilliger, R.S. Gordon: *Calculation of Stresses and Strains in Four-Point Bending Creep Tests*; *Journal of The American Ceramic Society*, Vol. 54, No. 4 (1971).
- [101] B.X. Xu, Z.F. Yue, G. Eggeler; *A numerical procedure for retrieving material creep properties from bending creep tests*; *Acta Materialia* 55 (2007) 6275-6283.
- [102] K. Naumenko, H. Altenbach: *Modeling of Creep for Structural Analysis*, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2007.
- [103] K. Naumenko: persönliche Mitteilung.
- [104] S. Kozhar: persönliche Mitteilung.
- [105] R.E. Schafrik: *Dynamic Elastic Moduli of the Titanium Aluminides*; *Metallurgical Transactions A*, Volume 8A (1977).
- [106] G.H. Meier: *Research on oxidation and embrittlement of intermetallic compounds in the U.S.*; *Materials and Corrosion* 47, 595-618 (1996).

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich bei der Erstellung dieser Arbeit fachlich und persönlich unterstützt haben und zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein Dank gilt:

Herrn Prof. Dr. M. Heilmaier für die Ermöglichung der Durchführung dieser Arbeit im Rahmen eines DFG Projekts, für die Betreuung und für sein Interesse am Fortgang der Arbeit. Auch möchte ich ihm für die Übernahme des Gutachtens danken.

Herrn Prof. Dr. J.H. Schneibel für die stete Hilfs- und Diskussionsbereitschaft und für die Begutachtung der Arbeit.

Herrn Dr. K. Naumenko und Herrn Dipl.-Ing. S. Kozhar für ihre große Hilfe bei der analytischen Herleitung und FEM Modellierung der Biegekriechversuche.

Herrn P. Schloth für seine Arbeit als studentische Hilfskraft und für seine Hilfs- und Diskussionsbereitschaft.

Des Weiteren gilt mein Dank allen Mitarbeitern und Kollegen vom IWF der Universität Magdeburg sowie meinen Projektpartnern vom MPIE in Düsseldorf, der Stiftung caesar in Bonn und von Access e.V. in Aachen, die einen Beitrag zum Gelingen dieser Arbeit geleistet haben.

Besonders bedanken möchte ich mich bei meiner Frau Alexandra, die mich jederzeit unterstützt hat. Auch möchte ich meiner Familie und meinen Freunden danken, die während dieser Zeit für mich da waren.

Lebenslauf

Daniel Sturm

geboren am 16.02.1978 in Magdeburg

1983 - 1990	Diesterweg-Oberschule in Genthin
1990 - 1996	Bismarck-Gymnasium Genthin
1996 - 1997	Zivildienst im Fachkrankenhaus Jerichow
1997 - 2005	Studium des Maschinenbaus an der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg Hauptstudium Allgemeiner Maschinenbau
2001	Wechsel zur Studienrichtung Werkstofftechnik
2005 - 2010	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoff-und Füge-technik der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg
Ab Mai 2006	DFG Projekt (PAK19) <i>Al-reiche TiAl-Legierungen</i> Beginn der Promotion
Januar/Februar 2008	Forschungsaufenthalt am IIT Madras in Indien
Seit April 2010	Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Fertigungstechnik und Qualitätssicherung der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg