

Montanuniversität Leoben

**Charakterisierung des Warmumformverhaltens
zweier Legierungen im System TiAl-Mo**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben durchgeführt.

Leoben, Juli 2014

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Leoben, Juli 2014

(Godor Flora)

Danksagung

Hiermit möchte ich meinen Betreuern Herrn Prof. Helmut Clemens und Frau Ass.Prof. Svea Mayer für die Ermöglichung der Durchführung dieser Arbeit sowie für die Unterstützung während der gesamten Zeit danken.

Mein ganz besonderer Dank gilt Herrn Dipl.-Ing. Robert Werner für die Betreuung meiner Tätigkeiten und für die vielen, fachlichen Diskussionen, die maßgeblich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Vielen Dank auch für die gründliche Korrektur der Arbeit!

Des Weiteren möchte ich mich bei allen Kollegen am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung für die Hilfe bei der Durchführung der Versuche bedanken.

Ich danke auch Frau Dr. Janny Lindemann für die Gleeble-Versuche sowie für die Bereitstellung von Probenmaterial für diese Arbeit.

Nicht zuletzt danke ich meiner Familie, die mir das Studium ermöglicht haben und mich während dieser Zeit immer unterstützt haben.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole	III
1 Einleitung und Aufgabenstellung	1
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Kristallographie und Phasencharakteristik von γ -TiAl-Mo-Legierungen	3
2.2 Einfluss der Legierungselemente	4
2.3 Erholung und Rekristallisation	5
2.4 Umformverhalten	7
2.4.1 Verformungsmechanismen in der γ -TiAl-Phase	8
2.4.2 Verformungsmechanismen in der β_0/β -Phase	9
2.4.3 Fließkurven	10
3 Experimentelles	13
3.1 Untersuchte Materialien	13
3.2 Gleeble-Umformversuche	14
3.3 Wärmebehandlungsstudie	14
3.4 REM-Untersuchungen	15
3.4.1 Metallographie	15
3.4.2 REM-Aufnahmen	15
3.4.3 Quantitative Gefügecharakterisierung	16
3.5 XRD-Untersuchungen	17
3.6 EBSD-Untersuchungen	17
3.6.1 Prinzip einer EBSD-Messung	17
3.6.2 Durchgeführte EBSD-Versuche	20
4 Simulation der Fließkurven	22
4.1 Modell nach Sellars-Tegart	22
4.1.1 Einlesen der Fließkurvendaten und Plotten der Fließkurven	23

4.1.2	Berechnung der Materialkonstanten $n(\epsilon)$	24
4.1.3	Berechnung der Materialkonstanten $\beta(\epsilon)$	24
4.1.4	Berechnung der Materialkonstanten $\alpha(\epsilon)$ und $n\alpha(\epsilon)$	25
4.1.5	Berechnung der Aktivierungsenergie $Q(\epsilon)$	27
4.1.6	Berechnung des Koeffizienten $A(\epsilon)$	28
4.1.7	Vergleich des ST-Modelles mit dem Experiment.....	29
4.2	Modell nach Hensel-Spittel.....	30
4.2.1	Berechnung der Hensel-Spittel-Fitfunktion.....	31
4.2.2	Vergleich des Hensel-Spittel-Modelles mit dem Experiment.....	32
5	Resultate und Diskussion.....	33
5.1	Ergebnisse aus dem Experiment.....	33
5.1.1	Ergebnisse der Wärmebehandlungsstudie.....	34
5.1.2	Charakterisierung der umgeformten Proben.....	37
5.1.3	Umformmechanismen.....	39
5.2	Ergebnisse aus der Simulation.....	48
5.2.1	Ergebnisse des Sellars-Tegart-Modells.....	48
5.2.2	Ergebnisse des Hensel-Spittel-Modells.....	51
5.3	Verknüpfung von Experiment und Simulation.....	53
6	Zusammenfassung.....	55
7	Literaturverzeichnis.....	58
	Anhang A: Gefügeaufnahmen.....	62
	Anhang B: Programmcode.....	66
	Anhang C: Tagungsbeitrag.....	101

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole

α	hexagonal dichtest gepackte Ti(Al)-Phase (ungeordnet)
α_2	hexagonal dichtest gepackte TiAl-Phase (geordnet)
at.%	Atomprozent
β	kubisch raumzentrierte TiAl-Phase (ungeordnet)
β_0	kubisch raumzentrierte TiAl-Phase (geordnet)
\mathbf{b}	Burgersvektor
BSE	Back Scattered Electrons (Rückstreuelektronen)
d_{Rxx}	rekristallisierte Korngröße
DSC	Differential Scanning Calorimetry (Differenzkalorimetermessung)
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction (Rückstreuelektronenbeugung)
EBSP	Electron Back Scatter Diffraction Pattern (Beugungsbild)
γ	tetragonal flächenzentrierte Phase (geordnet)
hdp	hexagonal dichtest gepackt
HIP	Hot-Isostatic Pressing (Heißisostatisch Pressen)
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
m.%	Massenprozent
REM	Rasterelektronenmikroskop
Rxx	Rekristallisation
T	Temperatur
tfz	tetragonal flächenzentriert
TiAl	Titanaluminid
TiAl-Mo	Titanaluminid-Legierung mit hohem Gehalt an Molybdän
TNM	Titanaluminid-Legierung mit hohen Gehalten an Niob und Molybdän
VAR	Vacuum Arc Remelting (Vakuumlichtbogenumschmelzen)

vol.% Volumenprozent

XRD X-Ray Diffraction (Röntgendiffraktometrie)

Z Zener-Hollomon-Parameter

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Strukturwerkstoffe sollen immer leichter und gleichzeitig fester sein, um den strengen Anforderungen der Automobil- und Luftfahrtindustrie zu genügen [1]. Es müssen demnach zukünftig Verbrennungsmotoren und Strahltriebwerke so ausgelegt sein, dass sowohl eine Reduktion des Treibstoffverbrauches und der schädlichen Emissionen (CO_2 , NO_x) als auch eine Verringerung der Lärmbelastung gewährleistet werden kann [2]. Bei der Umsetzung dieser Forderungen spielt die Entwicklung von neuen Leichtbauwerkstoffen eine zentrale Rolle. Daher wurde in den letzten beiden Jahrzehnten stark an intermetallischen γ -TiAl-Basislegierungen, welche das Potenzial haben, den Forderungen gerecht zu werden, geforscht. Die besonderen thermo-physikalischen Eigenschaften dieser Legierungsklasse beruhen hauptsächlich darauf, dass sämtliche Phasen bei niedrigen Temperaturen geordnet vorliegen und einen kovalenten Bindungsanteil aufweisen. Doch gerade dieser ist gleichzeitig für die Sprödigkeit des Materials verantwortlich und erschwert die Umformbarkeit [3]. TiAl-Werkstoffe zeichnen sich durch eine geringe Dichte, eine hohe spezifische Festigkeit, günstige Kriech-, Korrosions- und Oxidationseigenschaften sowie durch einen hohen Schmelzpunkt aus. Dieses Eigenschaftsprofil macht es möglich, derzeit eingesetzte, ca. doppelt so schwere Nickelbasislegierungen und Stähle durch innovative γ -TiAl-Basiswerkstoffe in Anwendungen, wie Turboladerlaufrädern im Automobilmotorenbau und Turbinenschaufeln der Niederdruckturbinen im Flugzeugtriebwerksbau, zu ersetzen [2,4].

Eine Herausforderung für den Einsatz von Bauteilen aus TiAl stellte aufgrund der Sprödigkeit lange Zeit die Herstellung mit konventionellen Umformverfahren dar. Daher ist es von besonderem Interesse, das Materialverhalten, insbesondere die Gefügeentwicklung, bei Hochtemperaturverformung zu studieren. Erst ein fundiertes Verständnis der Umformprozesse – sowohl auf mikroskopischer als auch auf makroskopischer Ebene – ermöglicht eine wirtschaftliche Verarbeitung bei optimierten Umformparametern. Um eine Verarbeitung durch konventionelles Schmieden bei gleichzeitig ausgewogenen mechanischen Eigenschaften zu ermöglichen, wurde eine spezielle TNM-Legierung (Titanaluminid-Legierung mit hohen Gehalten an Niob und Molybdän) entwickelt [2,5].

Damit teure Legierungselemente, wie das β -stabilisierende Niob in der TNM-Legierung, eingespart werden können, wird zurzeit an weiteren γ -TiAl-Basislegierungen geforscht. Zu diesen zählen die in dieser Arbeit behandelten γ -TiAl-Mo-Legierungen, in denen Niob durch einen höheren Molybdängehalt ersetzt wurde.

Ziel dieser Arbeit war es, das Umformverhalten von zwei γ -TiAl-Mo-Legierungen, welche sich in der chemischen Zusammensetzung lediglich im Aluminiumgehalt unterscheiden, bei Hochtemperaturverformung zu untersuchen. Dazu wurden isotherme Umformversuche im Labormaßstab an einem Gleeble[®]3500-Simulator bei verschiedenen Temperaturen (1150 °C – 1300 °C) und Dehnraten (0.005 s^{-1} – 0.5 s^{-1}) durchgeführt, wobei Fließkurven (Wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurven) aufgezeichnet wurden. Das Fließverhalten wurde im Simulationsteil der Arbeit mit zwei mathematischen Modellen (nach *Sellars-Tegart* und nach *Hensel-Spittel*) beschrieben, wobei die berechneten Fließkurven jenen aus dem Experiment ermittelten Kurven gegenübergestellt wurden.

Das Gefüge der verformten Proben, insbesondere die dynamisch rekristallisierten γ -Korngrößen, wurde metallographisch mittels Rasterelektronenmikroskop (REM) und Rückstreuungselektronenbeugung (engl. Electron Back Scatter Diffraction, EBSD) charakterisiert. Außerdem erfolgte eine Bestimmung der Phasenanteile mittels quantitativer Gefügeanalyse und Röntgendiffraktometerversuchen (engl. X-Ray Diffraction, XRD). Der Ausgangszustand direkt vor der Verformung wurde in einer Wärmebehandlungsstudie ebenfalls analysiert.

Abschließend konnte der aus der Simulation berechnete *Zener-Hollomon*-Parameter mit der experimentell ermittelten, dynamisch rekristallisierten γ -Korngröße über ein Potenzgesetz verknüpft werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Kristallographie und Phasencharakteristik von γ -TiAl-Mo-Legierungen

Intermetallische γ -TiAl-Mo-Basislegierungen bestehen wie auch TNM-Legierungen bei Raumtemperatur aus der hexagonal dichtest gepackten (hdp) α_2 -Ti₃Al-Phase, aus der kubisch raumzentrierten (krz) β_0 -TiAl-Phase und aus der tetragonal verzerrten γ -TiAl-Phase. Das γ -TiAl weist mit einem c/a -Verhältnis der Einheitszelle von 1.02 eine „pseudokubische“ Struktur auf. Das bedeutet, dass dieses eine nahezu kubisch flächenzentrierte (kfz) Struktur aufweist, welche jedoch durch die Anordnung der Ti- und Al-Atome leicht tetragonal verzerrt ist. Aufgrund dessen wird in weiterer Folge die γ -TiAl-Phase als tetragonal flächenzentriert (tfz) bezeichnet. Alle drei auftretenden Phasen liegen bei Raumtemperatur geordnet vor. Hinzu kommt, dass neben den metallischen Bindungen auch ein gerichteter kovalenter Bindungsanteil vorhanden ist, weswegen die Duktilität bei tiefen Temperaturen sehr gering ist. Bei höheren Temperaturen entordnen sich α_2 -Ti₃Al und β_0 -TiAl zu α (Ti) bzw. β (Ti), wodurch eine Umformbarkeit ermöglicht wird [2]. In **Tab. 2.1** sind die kristallographischen Strukturdaten der vorkommenden Phasen zusammengefasst, **Abb. 2.1** zeigt die dazugehörigen Elementarzellen für die Elemente Ti und Al ohne Berücksichtigung des Legierungselementes Mo [6].

Tab. 2.1: Kristallographische Strukturdaten (Raumgruppe, Kristallstruktur, Strukturbericht und Prototypen für die jeweilige Struktur) der bei γ -TiAl-Mo-Legierungen auftretenden Phasen [3].

Phase	Raumgruppe	Kristallstruktur	Strukturbericht	Prototyp
α (Ti)	P6 ₃ /mmc	hdp	A3	Mg
α_2 -Ti ₃ Al	P6 ₃ /mmc	hdp	D0 ₁₉	Ni ₃ Sn
β (Ti)	Im-3m	krz	A2	W
β_0 -TiAl	Im-3m	krz	B2	CsCl
γ -TiAl	P4/mmm	tfz	L1 ₀	AuCu

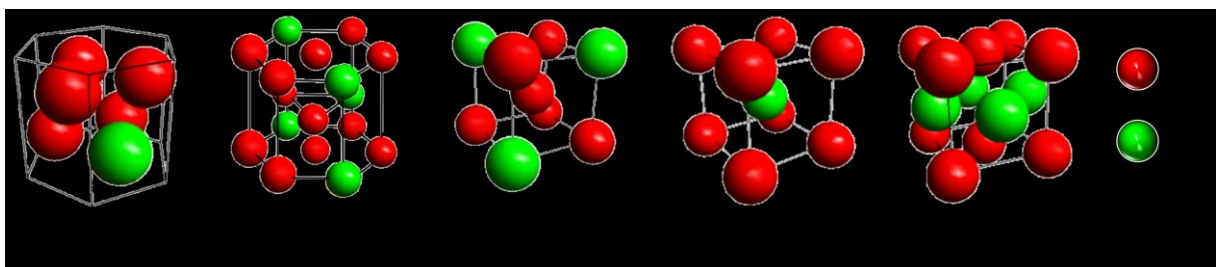


Abb. 2.1: Elementarzellen der häufigsten Phasen im System TiAl-Mo [6].

Der Volumenanteil an α_2 -Phase im Gefüge kann durch den Al-Gehalt und durch β -stabilisierende Legierungselemente eingestellt werden und hat einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften und das Umformverhalten. Die α_2 -Ti₃Al-Phase hat eine höhere Löslichkeit für interstitiell gelöste Verunreinigungen (O, N, C), somit kann die γ -TiAl-Phase reiner gehalten werden. Die auf die Versetzungen wirkende Peierlskraft wird reduziert, wodurch wiederum die Verformbarkeit der γ -Phase durch Erhöhung der Versetzungsmobilität auch bei tiefen Temperaturen verbessert werden kann. Zusätzlich wird wegen der Reduktion der Stapelfehlerenergie eine mechanische Zwillingbildung ermöglicht, die bei einphasigen γ -TiAl-Werkstoffen nicht auftritt [2,7]. Die γ -Phase besitzt zwar eine fcc Elementarzelle, liegt jedoch mit einem c/a -Verhältnis von 1.02 bei gleichen Anteilen von Ti und Al sehr nahe der kubisch flächenzentrierten (kfz) Elementarzelle. Mit steigendem Al-Gehalt nimmt die Tetragonalität zu, was sich negativ auf die Verformbarkeit bei tiefen Temperaturen auswirkt [2].

Die geordnete, krz β_0 -Phase verschlechtert die Hochtemperatureigenschaften bei Einsatztemperatur, wie zum Beispiel die Kriechbeständigkeit. Bei Umformtemperaturen hingegen liegt diese ungeordnet vor und ermöglicht erst eine gute Verarbeitbarkeit mit konventionellen Umformverfahren. Der Grund dafür liegt darin, dass im Kristallgitter des β (Ti) im Gegensatz zu den anderen Phasen genügend unabhängige Gleitsysteme vorhanden sind [8].

2.2 Einfluss der Legierungselemente

Die in dieser Arbeit untersuchten Legierungen besitzen als Hauptlegierungselemente Al, Mo, Si und B, auf deren Wirkungsweise in diesem Abschnitt eingegangen werden soll.

Prinzipiell sollen metallische Legierungselemente in TiAl-Werkstoffen Mischkristalle bilden, um so gezielt Stapelfehlerenergien oder Diffusionskoeffizienten modifizieren zu können. Nichtmetalle hingegen bilden neue Phasen und bewirken Ausscheidungshärtung oder Kornfeinung während des Erstarrens aus der Schmelze [9].

Aluminium

Durch den Al-Gehalt einer γ -TiAl-Legierung kann der Erstarrungspfad aus der Schmelze beeinflusst werden. Es kann eingestellt werden, welche Phase sich zuerst aus der Schmelze ausscheidet und welche Phasenfelder in weiterer Folge durchlaufen werden. Mit steigendem Al-Anteil wird die γ -Solvustemperatur der Legierung erhöht und die α/α_2 -Phase stabilisiert. Ferner konnte gezeigt werden, dass Al einen Einfluss auf die Duktilität der TiAl-Legierungen bei Raumtemperatur hat [3].

Molybdän

Im Gegensatz zu den bereits eingesetzten TNM-Legierungen wurde in den γ -TiAl-Mo-Legierungen das β -stabilisierende Nb durch einen höheren Gehalt an Mo ersetzt. Mo wird im Allgemeinen aus demselben Grund wie Nb zulegiert, um die Hochtemperatureigenschaften von γ -TiAl-Basislegierungen zu verbessern. Es ist ein ca. viermal so starker β -Stabilisator wie Nb, was mit Hilfe des β -Äquivalents ausgedrückt werden kann [10]. Mo verlangsamt die Diffusion in der α - und γ -Phase durch Erhöhung der Aktivierungsenergie für die Diffusion. Dies verbessert die Kriechfestigkeit und ermöglicht eine Anwendung bei höheren Temperaturen. Mo wirkt sich jedoch negativ auf die Oxidationsbeständigkeit aus [1,2].

Silizium

Da die α - und γ -Phase eine geringe Löslichkeit für Si besitzen, werden Silizide gebildet, welche eine Ausscheidungshärtung verursachen. Diese steigern somit ebenfalls die Oxidations- und Kriechbeständigkeit des Materials [3]. Hinzu kommt, dass Si, wie in [11] belegt ist, die γ -Solvustemperatur und den Existenzbereich der α/α_2 -Phase zu höheren Temperaturen verschiebt.

Bor

B bildet bevorzugt an (ehemaligen) β -Korngrenzen Titanboride, welche für die Kornfeinung verantwortlich sind. Für den genauen Mechanismus der Kornfeinung finden sich in der Literatur mehrere, teils kontroverse Beschreibungen. Einerseits wird die Kornfeinung einer heterogenen Keimbildung zugeschrieben [12–14], andererseits wird diese auch mit einer konstitutionellen Unterkühlung begründet [15]. Neuere Untersuchungen belegen jedoch, dass es vor der Bildung von α (Ti)-Mischkristallen zur Ausscheidung von Titanboriden kommt und somit eine heterogene Keimbildung zu feinerem Korn führt [12].

2.3 Erholung und Rekristallisation

Durch die plastische Verformung eines Materials, gefolgt von einer Wärmebehandlung, lassen sich mechanische Eigenschaften und Gefüge gezielt einstellen. Die Prozesse, die hierbei genutzt werden, sind Erholung und Rekristallisation.

Bei der Verformung steigt die Festigkeit durch Erhöhung der Versetzungsdichte stark an. Unter Erholung werden alle Vorgänge zusammengefasst, bei denen es zu einer gegenseitigen Auslöschung oder Umordnung von Versetzungen kommt. Rekristallisation dagegen ist stets mit der Bewegung und Neubildung von Großwinkelkorngrenzen verbunden und bewirkt, dass neue, defektfreie Kristalle gebildet werden [16,17].

Zudem wird unterschieden, ob die Vorgänge während oder nach der Umformung auftreten. Laufen die Prozesse bereits während des Verformens ab, so werden diese als dynamische Erholung und Rekristallisation bezeichnet. Hingegen werden Prozesse, die erst bei einer Wärmebehandlung im Anschluss an eine Kaltverformung auftreten, statische Erholung bzw. Rekristallisation genannt [16].

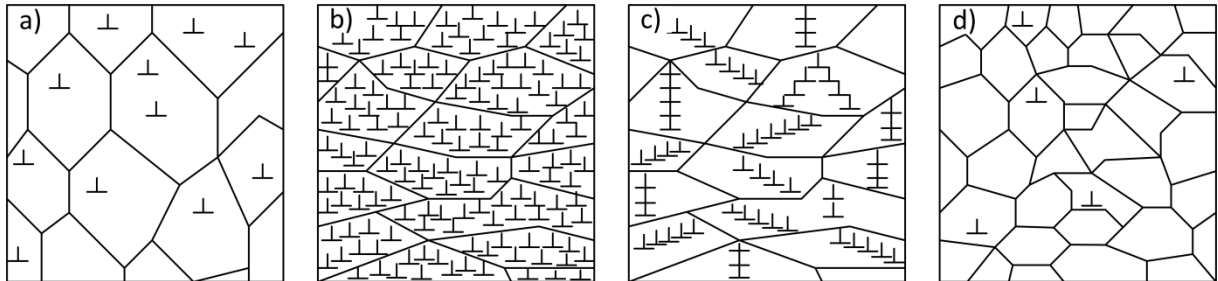


Abb. 2.2: Schematische Darstellung von Erholung und Rekristallisation, a) Ausgangszustand vor der Verformung, b) durch die Verformung verfestigt, c) Zustand nach Ablauf der Erholung, bzw. d) nach Ablauf der Rekristallisation

Wird ein Material umgeformt, so werden die Körner senkrecht zur Beanspruchungsrichtung gestreckt und die Defektdichte im Gefüge erhöht (**Abb. 2.2b**). Bei thermischer Aktivierung setzt sodann eine Erholung ein. Dies äußert sich dahingehend, dass sich Versetzungen an energetisch günstigen Positionen zu Kleinwinkelkorngrenzen anordnen oder sich teilweise auslösen (**Abb. 2.2c**). Die treibende Kraft für die primäre Rekristallisation stellt die in den Versetzungen gespeicherte Energie dar. Es werden dabei Keime gebildet, welche so lange wachsen, bis sie das verformte Gefüge aufgezehrt haben [16]. Das rekristallisierte Gefüge (**Abb. 2.2d**) besteht folglich aus neu gebildeten, versetzungsarmen Körnern, womit die Energie des Gesamtsystems minimiert wird [18]. Damit Rekristallisation einsetzt, sind ein kritischer Umformgrad (1 – 5 %), erhöhte Temperaturen sowie eine gewisse Auslagerungszeit notwendig. Die Temperatur, über welcher Rekristallisation stattfindet, kann für die meisten Metalle bzw. Legierungen mit $T_{Rxx} = 0.4 \times T_m$ abgeschätzt werden, wobei T_m [K] der jeweilige Schmelzpunkt ist. Den stärksten Einfluss auf das Endgefüge besitzt dabei der Verformungsgrad, da mit zunehmender Verformung die Versetzungsdichte erhöht wird. Das wiederum bewirkt, dass die Aktivierungsenergie für die Rekristallisation abnimmt [19].

Bei konstanter Glühzeit lässt sich der Zusammenhang zwischen rekristallisierter Korngröße, Glühtemperatur und Verformungsgrad im Rekristallisationsschaubild (**Abb. 2.3**) darstellen. Daraus ist ersichtlich, dass die Korngröße bei höherem Umformgrad und niedrigerer Glühtemperatur kleiner ist [19]. Wird eine hohe Auslagerungstemperatur für längere Zeit gehalten, kann eine un stetige Kornvergrößerung (sekundäre Rekristallisation) auftreten. Charakteristisch dafür ist, dass einige Körner sehr stark wachsen, während andere ihre

ursprüngliche Größe kaum verändern. Dadurch bildet sich eine bimodale Korngrößenverteilung aus, was in der Regel unerwünscht ist [16].

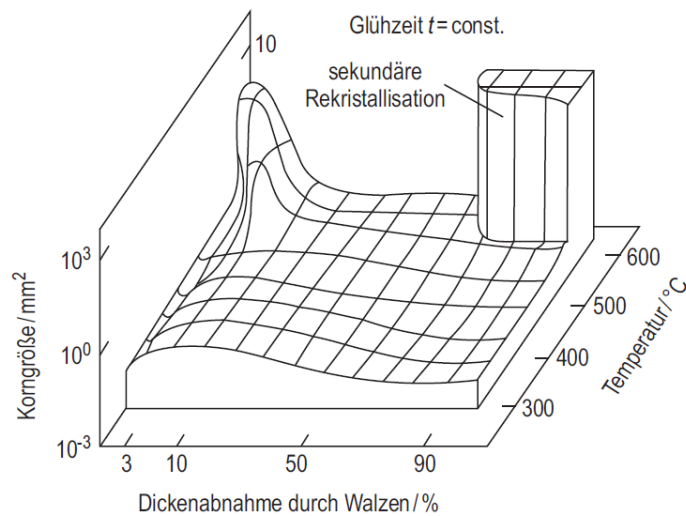


Abb. 2.3: Rekristallisationsschaubild für Reinaluminium. Das Diagramm enthält den Zusammenhang zwischen rekristallisierter Korngröße, Glüh Temperatur und Verformungsgrad bei einer bestimmten Aufheizrate und einer gewissen Glühdauer [20].

2.4 Umformverhalten

Intermetallische γ -TiAl-Basislegierungen weisen bei Raumtemperatur eine geringe Duktilität auf. Dies ist auf die geordnet vorliegenden Phasen, den kovalenten Bindungsanteil sowie auf einen Mangel von ausreichend unabhängigen Gleitsystemen zurückzuführen. Darüber hinaus ist im Material eine zu geringe Dichte an beweglichen Versetzungen vorhanden. Die Raumtemperaturduktilität kann jedoch durch Zulegieren von Mo, Nb und Cu verbessert werden, da diese Elemente die Stapelfehlerenergie senken und mechanische Zwillingsbildung ermöglichen [3].

In einem polykristallinen Material können sich einzelne Körner nicht frei verformen. Soll der Werkstoffzusammenhalt bestehen bleiben, müssen sich die Nachbarkörner dem Verbund anpassen. Dazu ist erforderlich, dass mehrere unabhängige Gleitsysteme aktiviert werden, wobei für eine duktile Umformbarkeit mindestens fünf solcher benötigt werden [21]. Daher ist es wichtig, die in den unterschiedlichen Phasen vorhandenen Gleitsysteme zu kennen, um das Verformungsverhalten besser verstehen zu können. Da die in dieser Arbeit betrachteten γ -TiAl-Mo-Legierungen bei Raumtemperatur hauptsächlich aus den Phasen β_0 und γ aufgebaut sind, soll im Folgenden auf die Besonderheiten der Verformungsmechanismen dieser beiden Phasen eingegangen werden. Für die *Miller*-Indizes wird im Weiteren die Notation nach *Hug* mit gemischten Klammersausdrücken für Richtungen $\langle uvw \rangle$ und Ebenen

{hkl) verwendet. Diese Schreibweise bedeutet, dass alle Variationen der ersten zwei Indizes erlaubt sind, der dritte Index hingegen fix ist [22].

2.4.1 Verformungsmechanismen in der γ -TiAl-Phase

Die tfz γ -TiAl-Phase ist aus abwechselnden Ebenen mit Ti- und Al-Atomen aufgebaut, wie in **Abb. 2.4b** gezeigt ist. Aufgrund des geringen c/a -Verhältnisses (siehe Abschnitt 2.1) können die Gleitebenen in der tfz Einheitszelle von jenen der kfz abgeleitet werden. Da die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der tfz Elementarzelle jedoch nicht alle gleich lang sind, ist die Symmetrie im Vergleich zum kfz System verringert, woraus sich einige Einschränkungen für das Gleiten von Versetzungen ergeben. Das Gleiten tritt prinzipiell auch im γ -TiAl bevorzugt auf dichtest gepackten Ebenen entlang dichtest gepackter Richtungen auf. Den kürzesten zulässigen Burgersvektor ($\mathbf{b} = 1/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle$) auf der (111)-Ebene stellt der in **Abb. 2.4a** mit „1“ gekennzeichnete Vektor dar. Verformungen in dieser Richtung sind auch im kfz Kristall möglich, daher werden diese als gewöhnliche Versetzungen (engl. Ordinary Dislocations) bezeichnet [3]. Die Translation über $\mathbf{b} = \langle 100 \rangle$ wird auch perfekte Versetzung genannt, liegt jedoch nicht auf der (111)-Ebene und wurde nur bei hohen Temperaturen beobachtet.

Das Bewegen einer Versetzung mit dem Burgersvektor $\mathbf{b} = 1/2 \langle 0\bar{1}1 \rangle$ ist nicht erlaubt, da dieses eine Antiphasengrenzfläche erzeugen würde und somit die Energie des Systems erhöhen würde. Daher muss sich eine Versetzung auf der (111)-Ebene mit dem doppelt so langen Burgersvektor $\mathbf{b} = \langle 0\bar{1}1 \rangle$ bewegen (in **Abb. 2.4a** mit „2“ gekennzeichnet), was Supergleiten (engl. Super Slip) genannt wird [3].

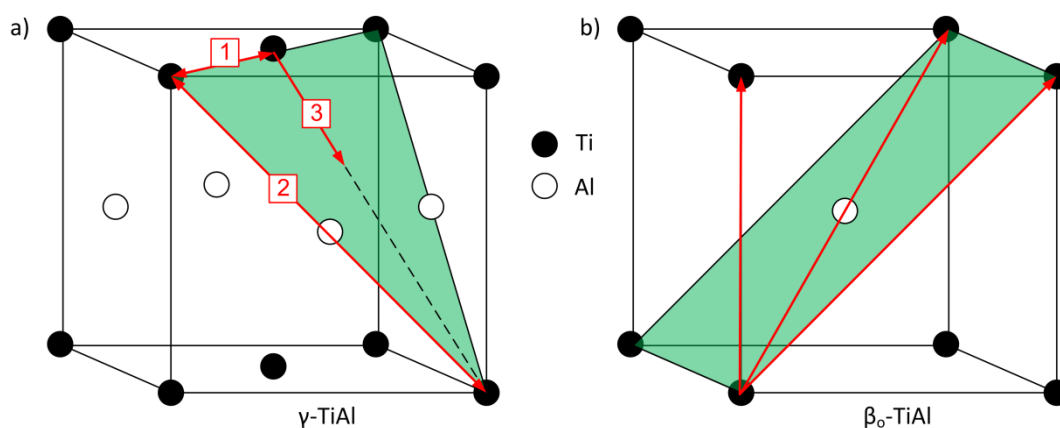


Abb. 2.4: Einheitszellen mit eingezeichneten Gleitsystemen für a) γ -TiAl und b) β_0 -TiAl.

Den dritten dominierenden Versetzungsmechanismus in der γ -Phase stellt die mechanische Zwillingsbildung dar. Versetzungen, welche sich entlang $\mathbf{b} = 1/6 \langle 11\bar{2} \rangle$ (in Analogie zu Shockley-Partialversetzungen im kfz Kristall) bewegen, werden daher als Zwillingsversetzungen (engl. Twinning Dislocations) bezeichnet [3,8] und sind in **Abb. 2.4a** mit „3“

markiert. Zusätzlich ist auch eine Versetzungsbewegung mit dem längeren *Burgersvektor* $\mathbf{b} = 1/2 \langle 11\bar{2} \rangle$ möglich, welche ebenfalls zu den Superversetzungen gezählt werden.

Im Folgenden ist eine Zusammenfassung der Verformungsmechanismen in der γ -TiAl-Phase gegeben:

- $\mathbf{b} = 1/2 \langle 1\bar{1}0 \rangle$: gewöhnliche Versetzungen („1“)
- $\mathbf{b} = \langle 0\bar{1}1 \rangle$: Superversetzungen („2“)
- $\mathbf{b} = 1/2 \langle 11\bar{2} \rangle$: Superversetzungen („3“)
- $\mathbf{b} = 1/6 \langle 11\bar{2} \rangle$: Zwillingsversetzungen („3“)

2.4.2 Verformungsmechanismen in der β_0/β -Phase

Über die Verformungsmechanismen der β - bzw. β_0 -Phase als Gefügebestandteil eines mehrphasigen Werkstoffes gibt es in der Literatur nur sehr wenige Informationen. Bisher wurden hauptsächlich die Mechanismen bei der Umformung von einphasigem β oder β_0 untersucht [3].

Das Gleiten von Versetzungen erfolgt auch in der ungeordneten krz Phase entlang der dichtest gepackten $\langle 111 \rangle$ -Richtungen mit dem *Burgersvektor* $\mathbf{b} = 1/2 \langle 111 \rangle$. Im Gegensatz zum kfz Gitter kann hier keine eindeutig bevorzugte Gleitebene definiert werden, da keine dichtest gepackten Ebenen existieren. Gleiten wurde auf drei möglichen Ebenenfamilien beobachtet: auf den nahezu dichtest gepackten $\{110\}$ -Ebenen, auf den $\{112\}$ - sowie auf den $\{123\}$ -Ebenen [3]. In der ungeordneten β -Phase gibt es laut dem Mises-Kriterium eine ausreichende Zahl unabhängiger Gleitsysteme für eine Verformung [23].

Die geordnete β_0 -Phase besitzt im Vergleich zum ungeordneten, krz Kristall eine reduzierte Symmetrie, wodurch sich Einschränkungen für die Verformung ergeben. Die B2-Struktur kann aus zwei ineinandergeschobenen, primitiv kubischen Gittern aufgebaut werden (**Abb. 2.4b**). Das Gleiten mit dem *Burgersvektor* $\mathbf{b} = 1/2 \langle 111 \rangle$, das in der ungeordneten krz Phase bevorzugt abläuft, ist im geordneten Zustand nicht möglich, da es eine Antiphasengrenzfläche erzeugen würde. Stattdessen laufen die Versetzungen entlang den $\langle 100 \rangle$ -, $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 111 \rangle$ -Richtungen, welche in **Abb. 2.4b** eingezeichnet sind. Wird das Material entlang $\langle 100 \rangle$ verformt, so stehen nur drei unabhängige Gleitsysteme zur Verfügung, was für die Umformung eines polykristallinen Materials nicht ausreicht. Wird jedoch die $\langle 111 \rangle$ -Richtung mit ihren fünf unabhängigen Gleitsystemen aktiviert, so kann auch die B2-Struktur duktil verformt werden.

2.4.3 Fließkurven

Eine Fließkurve (wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurve) ergibt sich durch Auftragung der Fließspannung k_f (wahre Spannung σ) gegen den Umformgrad φ (wahre Dehnung ε). Die Fließspannung k_f errechnet sich aus der Umformkraft bezogen auf den aktuellen Probenquerschnitt, der Umformgrad φ aus dem Logarithmus der Endlänge durch die Anfangslänge der Probe [21]. Der Zusammenhang zwischen der technischen Dehnung ($\varepsilon_t = \frac{l-l_0}{l_0}$) und dem Umformgrad bzw. der wahren Dehnung ist durch Gl. (2.1) gegeben.

$$\varphi = \int_{l_0}^l \frac{dl}{l} = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{l_0 + l - l_0}{l_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon_t) \quad (2.1)$$

Unter Berücksichtigung der Volumenkonstanz $A \cdot l = A_0 \cdot l_0$ lautet der Zusammenhang zwischen wahrer Spannung ($\sigma = F/A$) und der technischen Spannung ($\sigma_t = F/A_0$) wie folgt:

$$\sigma = \sigma_t \cdot e^\varphi = \sigma_t \cdot (1 + \varepsilon_t) \quad (2.2)$$

Die Fließkurve beginnt definitionsgemäß am Ende der Hooke'schen Gerade und ist somit nur für den plastischen Bereich definiert. Da die elastischen Dehnungen viel kleiner als die plastischen sind, können bei technischen Umformprozessen die elastischen Dehnungsanteile vernachlässigt werden. Die plastische Dehnung entspricht daher der Gesamtdehnung, der das Material ausgesetzt ist. Bei Warmumformung wird die Fließspannung stark von der Temperatur selbst und von der Dehnrate $\dot{\varepsilon} = d\varepsilon/dt$ beeinflusst. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Fließspannung ab, was auf Erholungs- und Rekristallisationsvorgänge, die der Verfestigung während der Verformung entgegenwirken, zurückzuführen ist (**Abb. 2.5**). Gleichzeitig wird die Fließspannung mit steigender Dehnrate erhöht [24]. Beim Umformen wird ein Teil der eingebrachten Umformarbeit in Wärme umgewandelt, der Rest wird als innere Energie gespeichert. Dadurch kommt es während der Verformung zu einer Erwärmung des Materials, was den Verlauf der Fließkurve beeinflussen kann [21].

Der *Zener-Hollomon-Parameter* Z , eine temperaturkompensierten Dehnrate, beschreibt den Zusammenhang zwischen der Temperatur T (in [K]) und der Dehnrate $\dot{\varepsilon}$,

$$Z = Z(\dot{\varepsilon}, T) = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2.3)$$

wobei Q die Aktivierungsenergie für die Verformung und R die ideale Gaskonstante ist. Der *Zener-Hollomon-Parameter* Z ist groß, wenn die Temperatur T niedrig und die Umformrate $\dot{\varepsilon}$ hoch ist. Gleichzeitig bedeutet ein höherer Z -Wert, dass die Triebkraft für die Rekristallisation aufgrund einer hohen Versetzungsdichte ausgeprägter ist, was zu feinerem Korn führt [25]. Die rekristallisierte Korngröße d_{Rxx} [μm] kann wiederum gemäß Gl. (2.4) mit

dem *Zener-Hollomon*-Parameter über ein Potenzgesetz verknüpft werden, worin k und m Konstanten darstellen:

$$d_{\text{Rxx}} = k \cdot Z^{-m} \quad (2.4)$$

Bei doppeltlogarithmischer Auftragung der experimentell ermittelten Werte für die rekristallisierte Korngröße über die berechneten *Zener-Hollomon*-Parameter ergibt sich ein linearer Zusammenhang, wobei die Steigung m charakteristisch für das jeweilige Material ist.

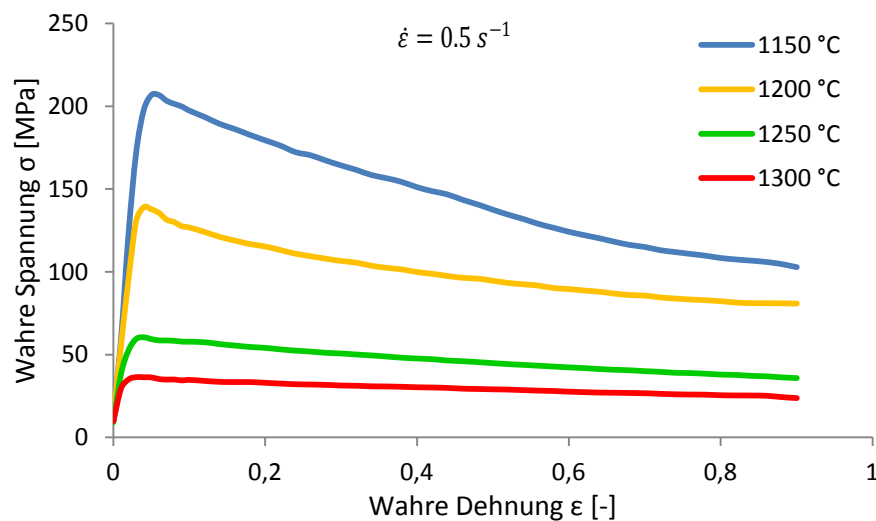


Abb. 2.5: Vergleich der Fließkurven der Ti-41Al-3Mo-Legierung nach Umformung bei 1150 °C, 1200 °C, 1250 °C und 1300 °C mit einer Dehnrates von 0.5 s^{-1} .

Für Werkstoffzustände, in welchen starke Rekristallisationseffekte auftreten, können die Fließkurven in drei Bereiche unterteilt werden. Als Beispiel hierfür dient die in **Abb. 2.5** dargestellte Fließkurve der Ti-41Al-3Mo-Probe nach Verformung bei 1150 °C mit einer Dehnrates von 0.5 s^{-1} (blaue Kurve). Im ersten Teil der Kurve steigt die Fließspannung stark an, da sich das Material verfestigt. Versetzungen werden durch das Aufstauen an Gitterfehlern am Gleiten gehindert. Die in den Kristallen gespeicherte Energie nimmt zu und es muss eine höhere Kraft für eine Weiterverformung aufgewendet werden. Nach Erreichen des Maximums sinkt die Fließspannung im zweiten Bereich der Kurve wieder aufgrund des Einsetzens von dynamischen Entfestigungsvorgängen. Das Abflauen von zeit- und temperaturabhängiger Erholung und Rekristallisation bewirkt, dass durch die Bildung neuer Körner Gitterfehler sowie Versetzungen abgebaut werden. Der Abfall der Fließspannung ist, wie auch aus **Abb. 2.5** ersichtlich wird, umso größer, je niedriger die Umformtemperatur oder je höher die Dehnrates ist [26]. Wird das Material weiterverformt, so wird im dritten Teil der Fließkurve eine konstante Spannung erreicht. Die Fließspannung ist unabhängig vom Verformungsgrad, wenn Verfestigung und Entfestigung im Gleichgewicht stehen.

Den zweiten möglichen Fließkurvenverlauf weist die in **Abb. 2.5** dargestellte Kurve der Ti-41Al-3Mo-Probe nach Verformung bei 1300 °C mit einer Umformrate von 0.5 s^{-1} (rote Kurve) auf. Zu Beginn steigt auch bei dieser die Fließspannung aufgrund der Verfestigung an. Diese Kurve besitzt jedoch kein ausgeprägtes Maximum, es wird sofort ein konstantes Spannungsniveau eingenommen, wobei auch hier Verfestigung und Entfestigung im Gleichgewicht stehen. Solch eine Fließkurve wird bei Materialzuständen beobachtet, bei denen keine starke Rekristallisation abläuft und die Entfestigung hauptsächlich durch dynamische Erholungsvorgänge bedingt ist.

3 Experimentelles

3.1 Untersuchte Materialien

Die beiden γ -TiAl-Basislegierungen mit den nominellen Zusammensetzungen Ti-41Al-3Mo-0.5Si-0.1B (kurz: Ti-41Al) sowie Ti-45Al-3Mo-0.5Si-0.1B (kurz: Ti-45Al) wurden mittels Vakuumlichtbogenumschmelzen und anschließendem Abguss in Permanentkokillen (durchgeführt bei GfE Metalle und Materialien GmbH, Nürnberg, Deutschland) hergestellt. Diese wurden zur Beseitigung von Gussporen zusätzlich bei 1210 °C und 200 MPa für 4 h heiß-isostatisch gepresst (engl. Hot-Isostatic Pressing, HIP) und im Ofen abgekühlt (Kühlrate $<8 \text{ Kmin}^{-1}$). In **Tab. 3.1** sind die nominellen sowie die aktuellen Zusammensetzungen der untersuchten Legierungen zusammengefasst. Neben den Hauptlegierungselementen (Ti, Al, Mo, Si und B) sind auch geringe Mengen an zusätzlichen Elementen bzw. Verunreinigungen (H, N, O, C, Fe, Cu und Ni) nachweisbar.

Tab. 3.1: Chemische Zusammensetzung (nominell und aktuell) der Legierungen Ti-41Al und Ti-45Al in [at.%].

Legierung		Chemische Zusammensetzung [at.%]										
		Ti	Al	Mo	Si	B	Fe	Cu	C	O	H	N
Ti-41Al	nominell	55.4	41	3	0.5	0.1	-	-	-	-	-	-
	aktuell	Rest	41.3	2.94	0.43	0.07	0.024	0.003	0.017	0.095	0.04	0.006
Ti-45Al	nominell	51.4	45	3	0.5	0.1	-	-	-	-	-	-
	aktuell	Rest	45.2	2.98	0.09	0.50	0.061	0.006	0.005	0.075	0.002	0.001

Aus dem Rohmaterial, welches nach dem heiß-isostatischen Pressen einen Durchmesser von 60 mm besaß, wurden für die Umformversuche zylinderförmige Proben mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 15 mm und für die Wärmebehandlungsstudie rechteckige Proben (20×10×10 mm) herausgearbeitet.

Differenzkalorimetermessungen (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC), durchgeführt an der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus (BTU Cottbus), dienten zur Ermittlung der Phasenumwandlungstemperaturen beider Legierungen. Die Messungen wurden, wie in [27] beschrieben, im Temperaturbereich von 1000 °C bis 1450 °C durchgeführt.

3.2 Gleeble-Umformversuche

An den Zylinderproben wurden Umformversuche mit einer Gleeble[®]3500 an der BTU Cottbus durchgeführt. Dabei handelt es sich um einen Umformsimulator, mit welchem die reale Belastung des Materials während des Fertigungsprozesses oder im Betrieb nachgestellt werden kann [28].

Die Probe wird, wie in **Abb. 3.1** gezeigt, in die Probenkammer eingebaut und mittels Widerstandsheizung auf Umformtemperatur erwärmt. Die Temperaturmessung erfolgt an der Probenoberfläche über Thermoelemente. Nach einer kurzen Haltezeit wird der eigentliche Druckversuch unter Vakuum oder Schutzgas gestartet, wobei die Umformkraft F über zwei bewegliche Kolben auf die Probe übertragen wird. Wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurven (Fließkurven) resultieren aus der Umrechnung von gemessener Kraft F und Längenänderung Δl auf wahre Spannung σ bzw. wahre Dehnung ϵ nach Gl. (2.1) und (2.2).

Im Zuge dieser Arbeit wurde das Material mit einer Aufheizrate von 5 K s^{-1} auf die jeweilige Umformtemperatur erhitzt und 300 s lang gehalten, um einen Temperatenausgleich innerhalb der Probe zu gewährleisten. Danach erfolgte die Verformung der Proben im Vakuum (10^{-4} mbar) bei 1150 °C , 1200 °C , 1250 °C und 1300 °C mit Dehnraten von 0.005 s^{-1} , 0.05 s^{-1} und 0.5 s^{-1} bis zu einer wahren Dehnung von $\epsilon = 0.9$. Nach Erreichen des Endumformgrades wurde die Heizung abgeschaltet und die Proben in der Vakuumkammer abgekühlt.

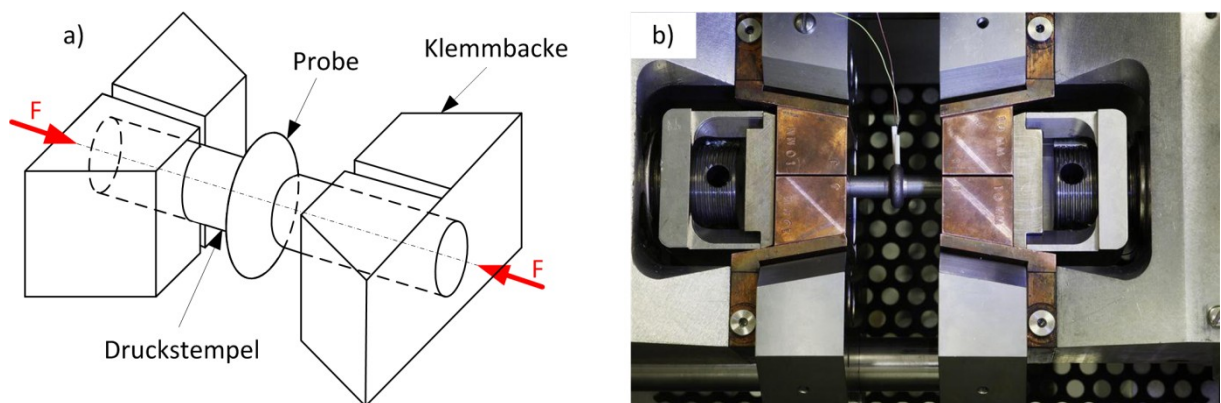


Abb. 3.1: a) Schematische Darstellung des Gleeble-Versuches und b) Probenkammer des Gleeble[®]3500 mit eingebauter Probe [28].

3.3 Wärmebehandlungsstudie

Eine an beiden Legierungen (Ti-41Al und Ti-45Al) durchgeführte Wärmebehandlungsstudie im Hochtemperaturofen RHF 1600 diente zur Charakterisierung des Gefüges direkt vor der

Verformung. Die Proben wurden hierbei erwärmt, 5 bzw. 60 min gehalten und anschließend mit Wasser abgeschreckt. Auf diese Weise kann der Gefügestand, der bei hohen Temperaturen vorliegt, „eingefroren“ werden, da aufgrund des raschen Kühlens diffusionsgesteuerte Phasenumwandlungen unterdrückt werden.

Die Glühtemperaturen entsprachen den Umformtemperaturen aus den Gleeble-Versuchen (1150 °C, 1200 °C, 1250 °C sowie 1300 °C). Die Kurzzeitauslagerung wurde mit 5 min gewählt, da dies auch der Haltezeit vor der Gleeble-Umformung entspricht. Um einen Vergleich mit einem gleichgewichtsnahen Gefügestand zu erhalten, wurden außerdem Langzeitauslagerungen mit 60 min durchgeführt. Zusätzlich erfolgte eine Wärmebehandlung von Ti-45Al-Proben bei 1260 °C und 1280 °C (5 und 60 min) sowie bei 1250 °C (10 min), um einen genaueren Phasenverlauf in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur generieren zu können.

3.4 REM-Untersuchungen

3.4.1 Metallographie

Zur Gefügestrukturcharakterisierung und zur Ermittlung der Phasenzusammensetzungen der Ausgangszustände, nach der Wärmebehandlung bzw. nach der Umformung erfolgte eine metallographische Präparation sämtlicher Proben. Die verformten Proben wurden hierfür zentrumsnahe parallel zur Belastungsrichtung zerteilt und in leitfähige Einbettmasse (Polyfast) eingebettet. Anschließend konnten die Proben geschliffen und mit kolloidalem Siliziumdioxid vibrationspoliert werden.

Die Proben im Ausgangszustand sowie nach der Wärmebehandlung wurden uneingebettet präpariert, um auch mittels Röntgendiffraktometermessungen (engl. X-Ray Diffraction, XRD) die Phasenanteile bestimmen zu können. Das Schleifen bzw. elektrolytische Polieren erfolgte gemäß [29], um eigenspannungsfreie Oberflächen zu erhalten.

3.4.2 REM-Aufnahmen

Das Rasterelektronenmikroskop (REM) Zeiss EVO 50 mit einer LaB₆-Kathode, wie es in [29] beschrieben ist, diente zur mikroskopischen Gefügestrukturcharakterisierung. Sämtliche Aufnahmen wurden im Rückstreuungselektronenkontrast (engl. Back Scattered Electrons, BSE) mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV angefertigt, um einen optimalen Phasenkontrast zu erzielen. Die Bilder wurden im Zentrum der Proben mit 200-, 500- und 1500-facher Vergrößerung aufgenommen.

In den BSE-Bildern kommt der Phasenkontrast wegen der verschiedenen Ordnungszahlen zustande, wobei Bereiche mit höherer Ordnungszahl heller erscheinen (**Abb. 3.2**). Der Grund dafür liegt darin, dass mit steigender Ordnungszahl auch die Elektronendichte zunimmt und es zu vermehrter, elastischer Wechselwirkung des Elektronenstrahls mit dem untersuchten Material kommt. Dadurch nimmt auch der Rückstreukoeffizient zu und mehr Elektronen gelangen zum BSE-Detektor. Die bei Raumtemperatur geordnete β_0 -Phase erscheint wegen der höheren Konzentration an Mo hellgrau, die geordnete α_2 -Phase mittelgrau, die geordnete γ -Phase mit der höchsten Al-Konzentration hingegen dunkelgrau [30].

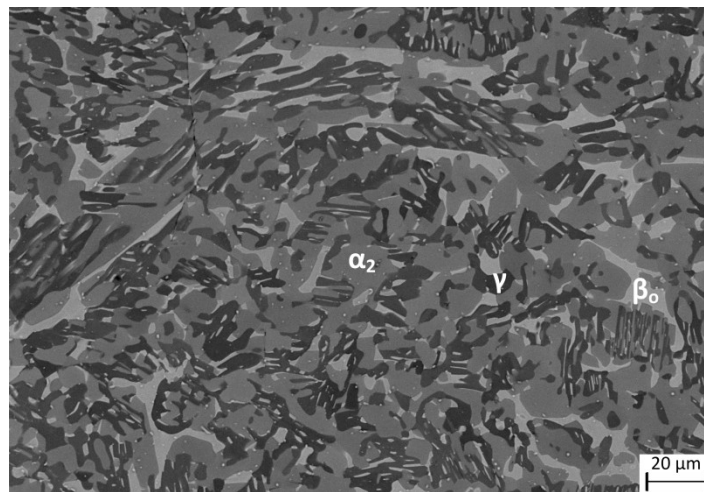


Abb. 3.2: REM-Aufnahme der Ti-45Al-Legierung im BSE-Modus nach 10-minütiger Wärmebehandlung bei 1250°C; die β_0 -Phase erscheint hellgrau, die α_2 -Phase mittelgrau, die γ -Phase dunkelgrau.

3.4.3 Quantitative Gefügecharakterisierung

Zur Ermittlung der Phasenanteile der verformten und wärmebehandelten Proben wurde an den zuvor aufgenommenen REM-Bildern eine quantitative Gefügecharakterisierung nach dem Linienschnittverfahren gemäß [29] durchgeführt. Um die Phasenkontraste zu erhöhen, wurden die Bilder zunächst im Adobe Photoshop CS5 in Graustufen konvertiert und mit dem Scharfzeichnungs- bzw. Weichzeichnungsfilter bearbeitet. Für eine Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist bei der Bildbearbeitung darauf zu achten, dass bei allen Aufnahmen die gleichen Einstellungen verwendet werden. Die Ermittlung der Phasenanteile (α_2 , β_0 , γ) erfolgte mit der Software Analysis Pro der Firma Olympus. Die so erhaltenen Ergebnisse dienen als Vergleichswerte für nachfolgende XRD- und Rückstreuelektronenbeugungsversuche (engl. Electron Back Scatter Diffraction, EBSD).

3.5 XRD-Untersuchungen

Eine weitere Möglichkeit zur großflächigen Ermittlung von Phasenanteilen stellen XRD-Untersuchungen dar. Alle wärmebehandelten Proben sowie die ursprünglichen Herstellzustände nach dem Gießen und HIPen (Ti-41Al und Ti-45Al) wurden auf dem Diffraktometer Bruker-AXS D8 Advance mit $\text{CuK}\alpha$ -Strahlung in *Bragg-Brentano*-Anordnung untersucht. Die Versuche erfolgten an nicht eingebetteten Proben gemäß [29] mit einem Kathodenstrom von 40 mA und einer Beschleunigungsspannung von 40 kV in einem Winkelbereich von 11° bis 83° . Für die Aufzeichnung der Messsignale diente der Sol-X-Detektor mit vorgeschaltetem *Göbel*-Spiegel.

Mit einer *Rietveld*-Analyse ist es möglich, aus den gemessenen Diffraktogrammen die Phasenanteile in [m.%] mit einer Genauigkeit von ± 2 [m.%] zu berechnen, wofür die Software Topas der Firma Bruker AXS verwendet wurde. Als Beispiel ist in **Abb. 3.3** das Diffraktogramm (Auftragung von Intensität gegen 2Θ) der Ti-45Al-Legierung nach 5-minütiger Wärmebehandlung bei 1200°C gezeigt, worin die Hauptpeaks der auftretenden Phasen hervorgehoben sind. Für eine detaillierte Beschreibung der XRD-Messung und der *Rietveld*-Analyse sei auf [31] verwiesen.

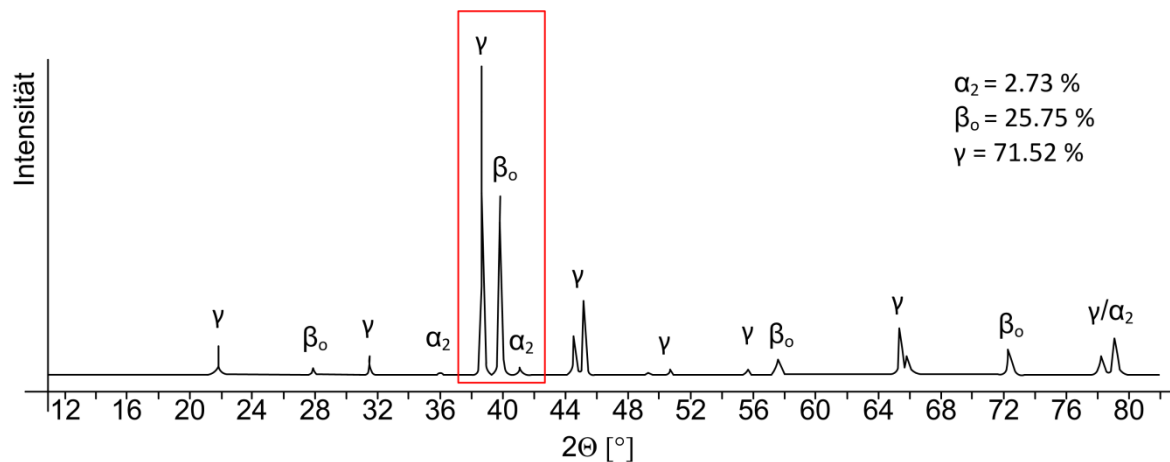


Abb. 3.3: Diffraktogramm der Ti-45Al-Legierung nach 5-minütiger Wärmebehandlung bei 1200°C . Hervorgehoben sind die Hauptpeaks der Phasen α_2 , β_0 und γ .

3.6 EBSD-Untersuchungen

3.6.1 Prinzip einer EBSD-Messung

EBSD-Messungen dienen zur Bestimmung von kristallographischen Orientierungen mit sehr hoher Auflösung und werden in speziell ausgerüsteten REM durchgeführt, wobei der schematische Aufbau aus **Abb. 3.4** hervorgeht.

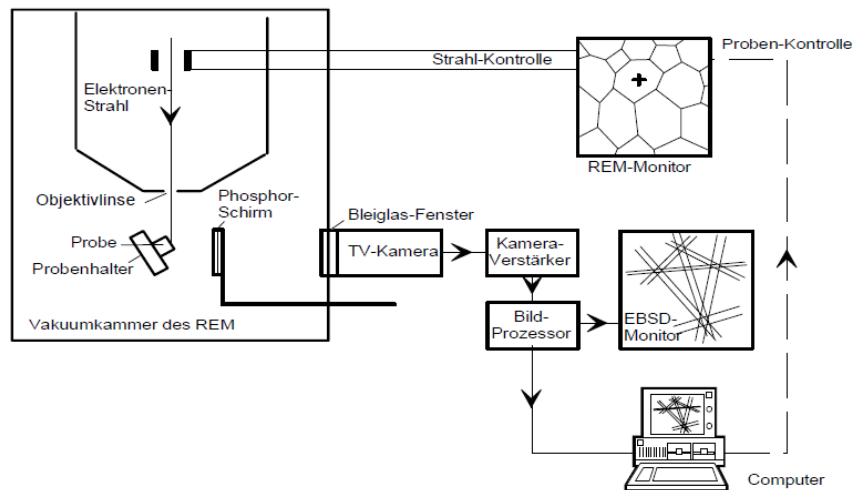


Abb. 3.4: Schematischer Aufbau eines EBSD-Systems [32].

Die Voraussetzungen für diese Messungen sind, dass sich das Material für REM-Untersuchungen eignet (leitfähig, kein Ausdampfen im Vakuum, etc.) sowie kristallin ist und die Oberfläche rein (keine Oxide) und frei von Spannungen ist. Die zu untersuchenden Proben müssen daher speziell präpariert werden, um Verformungsschichten, die beim Schleifen entstehen, und Eigenspannungen an der Oberfläche zu entfernen. Zusätzlich soll die Oberfläche möglichst eben sein. Dies kann erzielt werden, indem die Proben mit einer geeigneten Siliziumoxidsuspension vibrationspoliert oder elektrolytisch poliert werden [33].

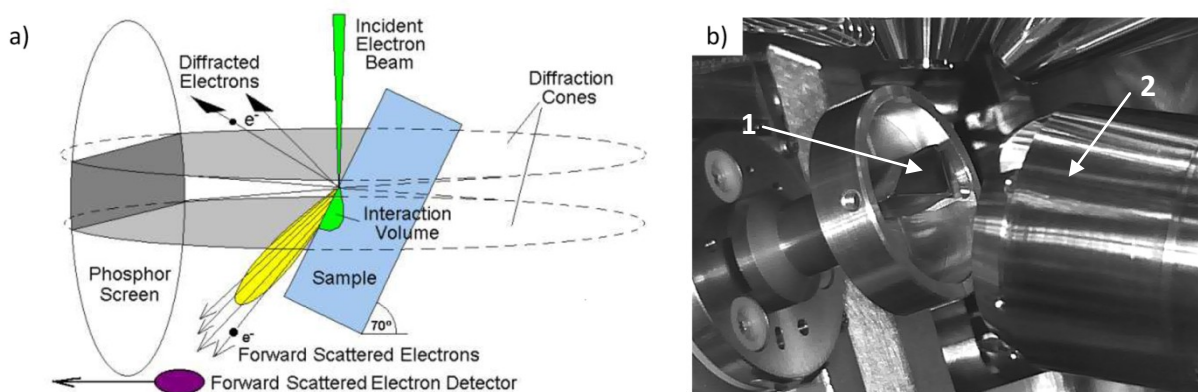


Abb. 3.5: a) Aufbau einer EBSD-Messanordnung, der Primärelektronenstrahl trifft unter 20° auf die Probe und wird an den Netzebenen gebeugt [32] und b) in der Vakuummutter eingebaute Probe (1) mit eingefahrenem EBSD-Detektor (2).

Die Probe wird in der Vakuummutter des REM platziert und um 70° zur Horizontalen verkippt (**Abb. 3.5**). Der Primärelektronenstrahl trifft dann unter 20° auf die Probe und wird an jenen Netzebenen des Kristalls gebeugt, welche die *Bragg*-Bedingung (Gl. (3.1)) erfüllen,

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (3.1)$$

wobei d_{hkl} dem Normalabstand der Netzebenen $\{hkl\}$, Θ dem *Braggwinkel* (Winkel zwischen Netzebenen und Elektronenstrahl), n der Beugungsordnung und λ der Wellenlänge des Elektronenstrahls entspricht. Der auf diese Weise entstehende Beugungskegel (auch *Kosselkegel* genannt) steht in bestimmter geometrischer Beziehung mit den Netzebenen im Kristall. Da die Öffnungswinkel der Doppelkegel in der Regel sehr groß sind und nahe bei 180° liegen, können diese als Verlängerung der Netzebenen des Kristalls betrachtet werden. Die Beugungskegel schneiden dann den Phosphorschirm und liefern das Realraumbild der Netzebenen. Die so erhaltenen Linien am Detektor werden nach ihrem Entdecker *Kikuchi-Linien* genannt [34].

Eine *Kikuchi-Linie* entsteht durch die Beugung einer Ebenenfamilie, wobei jede Linie mit den *Miller-Indizes* der Ebenen eindeutig beschrieben werden kann. Der Schnittpunkt zwischen den detektierten Linien am Phosphorschirm entspricht der Schnittpunkt der Ebenen und stellt somit die Zonenachse dar. Die Winkelbeziehungen des Kristalls werden durch die *Kikuchi-Linien* ebenfalls abgebildet. Die Position der Bänder hängt von den kristallographischen Orientierungen ab und die Bandbreite ist proportional zum Netzebenenabstand d_{hkl} [33].

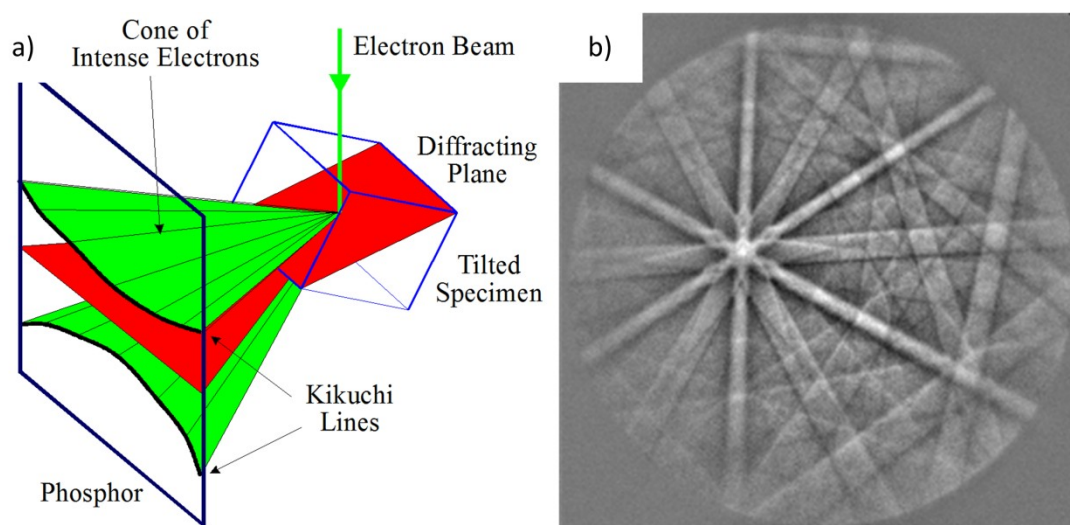


Abb. 3.6: a) Entstehung von *Kikuchi-Linien* am Phosphorschirm [35] und b) EBSD-Pattern der β -TiAl-Phase mit den detektierten *Kikuchi-Linien*.

Die *Bragg-Bedingung* ist stets für mehrere Ebenenfamilien erfüllt, daher werden am Detektor in jedem abgerasterten Punkt mehrere *Kikuchi-Linien* detektiert. Das auf diese Weise entstehende Beugungsbild wird auch Electron Back Scatter Diffraction Pattern (EBSP, **Abb. 3.6**) genannt und beinhaltet die Winkelabhängigkeit, die Kristallsymmetrie und die Orientierungsinformation des Kristalls [32]. Die Auswertung des Beugungsbildes erfolgt über eine *Hough-Transformation*.

3.6.2 Durchgeführte EBSD-Versuche

Die Proben müssen gründlich gereinigt werden, bevor sie in die Vakuumkammer des REM eingebaut werden. Für die Messungen wurde das REM bzw. EBSD des FIB-System Versa 3D HiVAC mit der Software OIM Data Collection 7 der Firma EDAX TSL verwendet.

Die Beschleunigungsspannung wurde für alle Untersuchungen mit 20 kV und der Arbeitsabstand mit 14 mm gewählt. Für die „Spot Size“ wurde der Wert 3 eingestellt, was bei einer LaB₆-Kathode einem Elektronenstrahldurchmesser von 20 nm entspricht [36]. Die Probe wurde um 70° zur Horizontalen verkippt und die EBSD-Kamera eingefahren. Anschließend erfolgte über die Software die Einstellung sämtlicher *Hough*-Parameter und das Hineinladen der Hintergrundinformation in Form eines verrauschten Hintergrundbildes (möglichst großer Bereich) der aktuellen Probenposition. Für die in der Probe vorliegenden Phasen mussten geeignete Strukturfiles aus der Datenbank gewählt werden. Dabei ergab sich auch bei den in dieser Arbeit untersuchten Legierungen Ti-41Al und Ti-45Al das in der Literatur bereits mehrfach beschriebene Problem, dass die tfz γ -TiAl-Phase nicht korrekt detektiert werden kann [37,38]. Grund dafür ist, dass die γ -Phase „pseudokubisch“ ist. Das bedeutet, dass die γ -Phase zwar tfz ist, aber eine nahezu kubische Struktur aufweist, da das c/a -Verhältnis der Einheitszelle sehr nahe bei 1 liegt (siehe Abschnitt 2.1). Aus diesem Grund wurden Testmessungen mit Strukturfiles von verschiedenen tetragonalen und kubischen Einheitszellen durchgeführt. Ein Vergleich der Ergebnisse (**Abb. 3.7**) zeigt, dass das Strukturfile für die tfz γ -Phase schlechtere Resultate als jenes einer kfz Phase mit ähnlichen Zellparametern liefert. Bei Verwendung des tfz Strukturfiles können einzelne Körner nicht als geschlossen erkannt werden, wobei vor allem Korngrenzbereiche nicht sauber detektiert werden.

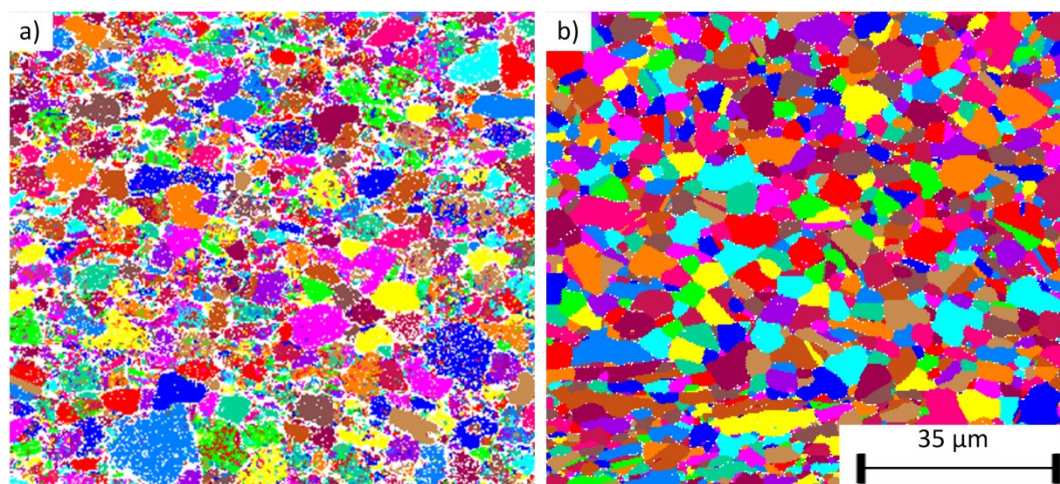


Abb. 3.7: Resultat der EBSD-Messung an der Ti-45Al-Legierung nach Umformung bei 1200 °C mit 0.005s^{-1} unter Verwendung a) eines tfz-Strukturfiles und b) eines kfz-Strukturfiles für die γ -TiAl-Phase.

Nach mehreren Testmessungen und Vergleich der Strukturparameter mit Resultaten aus den XRD-Messungen konnte gezeigt werden, dass für die untersuchten Legierungen die Strukturfiles „Aluminium“ für die tfz γ -Phase, „Titanium (Beta)“ für die krz β_0 -Phase und „AlTi₃“ für die hdp α_2 -Phase aus der Datenbank der Firma EDAX am geeignetsten sind (**Abb. 3.7b**).

Ein weiterer wichtiger Aspekt für die Messungen ist die Wahl des Messbereiches und der Schrittweite beim Abrastern. Wird der Bereich zu klein gewählt, so ist die statistische Aussagekraft der Ergebnisse nicht ausreichend. Wird der Scanbereich jedoch sehr groß oder die Schrittweite klein gewählt, ist das Ergebnis zwar genauer, die Dauer einer EBSD-Messung ist jedoch um ein Vielfaches länger. Daher wurde bei den in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen ein Bereich von $90 \times 90 \mu\text{m}$ mit einer Schrittweite von $0.3 \mu\text{m}$ abgerastert. Nach Beendigung der Messungen wurden außerdem von den gescannten Bereichen REM-Aufnahmen im BSE-Kontrast gemacht.

Die Auswertung der Rohdaten der EBSD-Versuche erfolgte mit Hilfe der Software OIM Analysis 7 der Firma EDAX TSL. Mit dieser ist es beispielsweise möglich, aus den Rohdaten der EBSD-Versuche Karten von Phasenanteilen (*Phase Maps*) zu erstellen, wie aus **Abb. 3.8a** hervorgeht. Des Weiteren können Karten generiert werden, in denen Korngrößen (*Grain Maps*), Orientierungen (*Orientation Maps*) oder Korngrenzen (*Grain Boundary Maps*) phasenaufgelöst oder vom gesamten Bereich dargestellt werden (**Abb. 3.8b-d**).

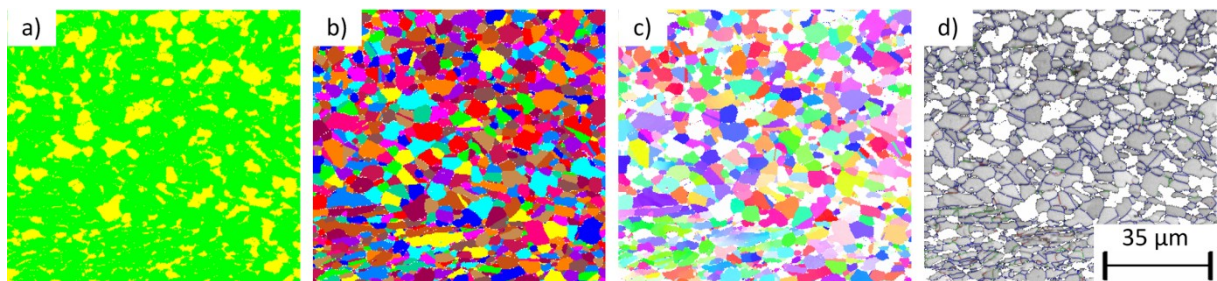


Abb. 3.8: Ti-45Al-Probe nach Umformung bei $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ mit 0.005 s^{-1} , Auswertung der EBSD-Rohdaten a) nach Phasenanteilen (Phase Map), b) nach Korngrößen (Grain Map), c) nach Orientierungen (Orientation Map) und d) nach Art der Korngrenze (Grain Boundary Map).

4 Simulation der Fließkurven

In einem weiteren Teil der Arbeit galt es, das Fließverhalten beider Legierungen mit Hilfe von zwei unterschiedlichen Modellen zu beschreiben und mit den experimentell ermittelten Fließkurven zu vergleichen. Für die Simulation wurde dabei der *Mathematica*-Programmcode, welcher in Anhang B beigefügt ist, verwendet. Die zur Auswertung verwendeten Programmcodes wurden in der Dissertation von R. Werner [39] entwickelt. Im Nachfolgenden sollen beide Modelle anhand des Programmcodes für die Ti-45Al-Legierung erläutert werden. Bei der Modellierung der zweiten Legierung wurde analog vorgegangen, falls nicht anders angegeben.

4.1 Modell nach Sellars-Tegart

Das *Sellars-Tegart*-Modell (ST-Modell) stellt eine Art der Konstitutivanalyse dar, welches auf einem *Arrhenius*-Ansatz aufgebaut ist. Es erlaubt eine Beschreibung des Fließverhaltens von mechanisch beanspruchten Bauteilen aus reinen Metallen oder Legierungen bei unterschiedlichen Umformparametern. Die Abhängigkeit der Fließspannung von Umformtemperatur und Dehnrates ist für kleine Spannungswerte durch einen Potenzansatz nach Gl. (4.1), für hohe Spannungswerte hingegen durch einen Exponentialansatz nach Gl. (4.2) gegeben.

$$Z = Z(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{\bar{Q}(\varepsilon)}{RT}\right) = C(\varepsilon) \cdot \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)^{\bar{n}(\varepsilon)} \quad (4.1)$$

$$Z = Z(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{\bar{Q}(\varepsilon)}{RT}\right) = B(\varepsilon) \cdot \exp\left[\bar{\beta}(\varepsilon) \cdot \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)\right] \quad (4.2)$$

In den obigen Gleichungen ist Z der *Zener-Hollomon*-Parameter, ε die wahre Dehnung, $\dot{\varepsilon}$ die Dehnrates, $\bar{Q}(\varepsilon)$ der arithmetische Mittelwert der Aktivierungsenergie der Verformung, R die ideale Gaskonstante, T die Temperatur in [K] und $\bar{n}(\varepsilon)$ der mittlere Spannungsexponent. $C(\varepsilon)$, $B(\varepsilon)$, $\bar{\beta}(\varepsilon)$, $\bar{n}(\varepsilon)$ und $Q(\varepsilon)$ sind für einen Dehnungswert materialspezifische Konstanten. Die beiden Gleichungen können zu einer Beziehung nach Gl. (4.3) kombiniert werden, in welcher $A(\varepsilon)$ und $\bar{\alpha}(\varepsilon)$ wiederum Materialkonstanten darstellen [40,41].

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{\bar{Q}(\varepsilon)}{RT}\right) = A(\varepsilon) \cdot \sinh[\bar{\alpha}(\varepsilon) \cdot \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)]^{\bar{n}_{\alpha}} \quad (4.3)$$

Sämtliche Parameter des Modelles wurden über eine lineare Regression, welche auf der Methode der kleinsten Fehlerquadrate beruht, für jeden diskreten Dehnungswert ε

bestimmt. Die Berechnungen wurden für diese Arbeit mit Hilfe des Programmcodes in Anhang B (Teil I, Abschnitte 1 bis 7) durchgeführt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde das Programm in sieben Abschnitte untergliedert. Die Nummerierungen der Abschnitte entsprechen jenen der Unterkapitel, welche im Folgenden näher beschrieben werden.

4.1.1 Einlesen der Fließkurvendaten und Plotten der Fließkurven

In Abschnitt 1 werden zu Beginn die experimentell ermittelten Daten für beide Modelle eingelesen. Hierbei werden für die Ti-45Al-Legierung die drei untersuchten Dehnraten $\{0.005, 0.05, 0.5\} \text{ s}^{-1}$ sowie die Umformtemperaturen $\{1150, 1200, 1250\} \text{ }^\circ\text{C}$ verwendet, da es in diesem Bereich nur geringe Schwankungen in den gemessenen β_0 - und γ -Phasenanteilen gibt. Aus der Kombination der Umformparameter ergibt sich für die weitere Rechnung eine $(i \times j) = (3 \times 3)$ -Matrix, wobei die Zeilen den Dehnraten $\dot{\epsilon}_i$ und die Spalten den Temperaturen T_j entsprechen. Im Unterschied dazu wird bei der Ti-41Al-Legierung mit einer $(i \times j) = (3 \times 2)$ -Matrix gearbeitet, da die Legierung lediglich bei $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ konstante β_0 - und γ -Phasenanteile aufweist.

Aus den experimentellen Daten werden im ersten Abschnitt sechs Fließkurven erstellt, drei für konstante Dehnraten und drei für konstante Temperaturen. In diesen werden die wahren Spannungswerte gegen die wahren Dehnungswerte aufgetragen, welche sich während der Umformung aus Umrechnung von Kraft bzw. Längenänderung nach Gl. (2.1) und (2.2) ergeben. Exemplarisch sind in **Abb. 4.1** die Fließkurven für eine konstant gehaltene Dehnrade von 0.05 s^{-1} bei unterschiedlichen Umformtemperaturen gezeigt.

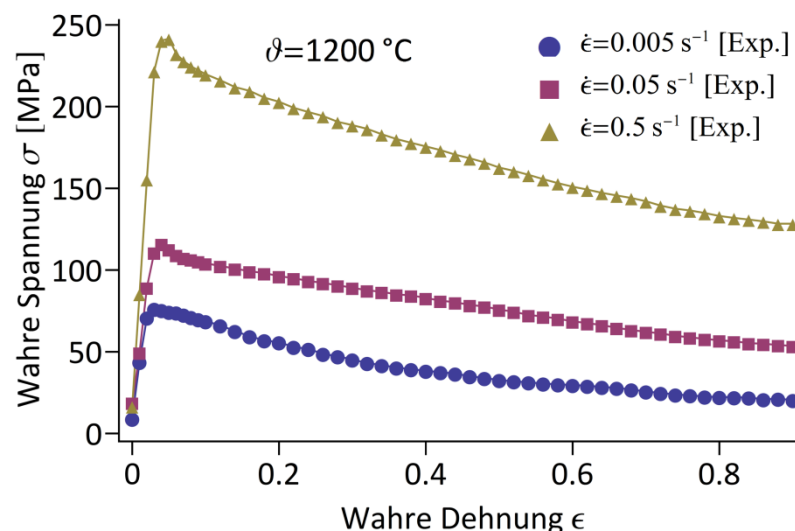


Abb. 4.1: Experimentell aufgenommene Fließkurven der Ti-45Al-Legierung bei einer Dehnrade von 0.05 s^{-1} und verschiedenen Umformtemperaturen; aufgetragen sind hierbei die wahre Spannung σ gegen die wahre Dehnung ϵ .

4.1.2 Berechnung der Materialkonstanten $\bar{n}(\epsilon)$

Durch Logarithmieren von Gl. (4.1) entsteht folgender Zusammenhang:

$$\ln \dot{\epsilon}_i + \frac{\bar{Q}(\epsilon)}{R} \cdot \frac{1}{T_j} = \ln C(\epsilon) + n_j(\epsilon) \cdot \ln \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j) \quad (4.4)$$

für $i = \text{variabel}$, $j = \text{konst.}$ und $i, j = \{1, 2, 3\}$

In einer doppeltlogarithmischen Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_i$ gegen $\ln \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j)$ ergeben sich durch eine lineare Regression, welche auf der Methode der kleinsten Fehlerquadrate beruht, drei Geraden für die drei konstant gehaltenen Umformtemperaturen. Der arithmetische Mittelwert der einzelnen Steigungen, welche laut Gl. (4.4) den $n_j(\epsilon)$ -Werten entsprechen, liefert die gesuchte Materialkonstante $\bar{n}(\epsilon)$. Diese Vorgangsweise lässt sich für jeden Dehnungsschritt aus dem Experiment wiederholen, wobei im Bereich von $\epsilon = 0$ bis 0.9 in Summe 51 Dehnungswerte aufgezeichnet wurden. Um die diskreten Punkte funktionell zu beschreiben, werden eine lineare Interpolationsfunktion sowie eine nichtlineare Regression berechnet. In **Abb. 4.2** sind die Zusammenhänge zwischen der Materialkonstanten $\bar{n}(\epsilon)$ und ϵ dargestellt, wobei in weiterer Folge nur die Interpolationsfunktionen verwendet werden.

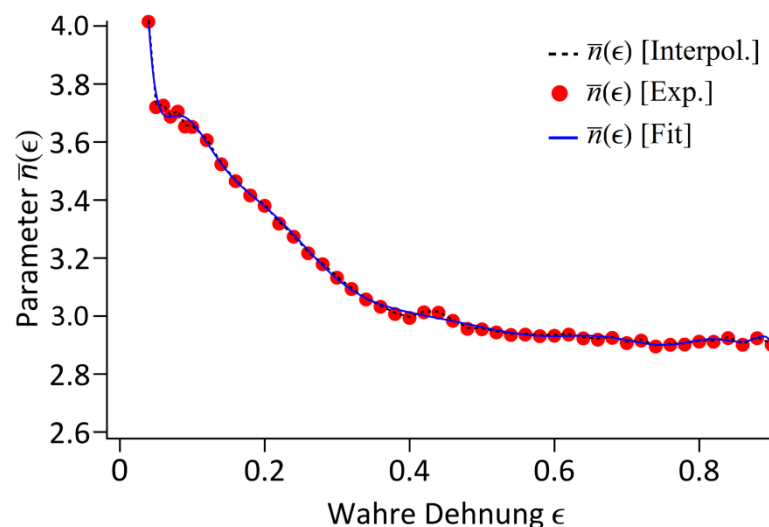


Abb. 4.2: Abhängigkeit des Spannungsexponenten $\bar{n}(\epsilon)$ von der wahren Dehnung ϵ ; dargestellt sind die lineare Interpolationsfunktion (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (Punkte) und das nichtlineare Fitpolynom (durchgezogene Linie).

4.1.3 Berechnung der Materialkonstanten $\bar{\beta}(\epsilon)$

Für die Bestimmung des Parameters $\bar{\beta}(\epsilon)$ wird Gl. (4.2) logarithmiert, wodurch sich folgende Beziehung ergibt:

$$\ln \dot{\varepsilon}_i + \frac{\bar{Q}(\varepsilon)}{R} \cdot \frac{1}{T_j} = \ln B(\varepsilon) + \beta_j(\varepsilon) \cdot \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}_i, T_j) \quad (4.5)$$

für $i = \text{variabel}, j = \text{konst. und } i, j = \{1, 2, 3\}$

In einer einfachlogarithmischen Auftragung von $\ln \dot{\varepsilon}_i$ gegen $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}_i, T_j)$ lassen sich erneut drei Geraden (drei konstant gehaltene Umformtemperaturen) durch eine lineare Regression mit $\beta_j(\varepsilon)$ als jeweilige Steigung generieren. Der arithmetische Mittelwert der drei Steigungen ergibt wiederum die Materialkonstante $\bar{\beta}(\varepsilon)$. Wie aus **Abb. 4.3** hervorgeht, lässt sich diese Rechnung für alle diskreten Dehnungswerte wiederholen. Die berechneten $\bar{\beta}(\varepsilon)$ - ε -Wertepaare werden durch eine lineare Interpolationsfunktion und eine nichtlineare Regression funktionell erfasst.

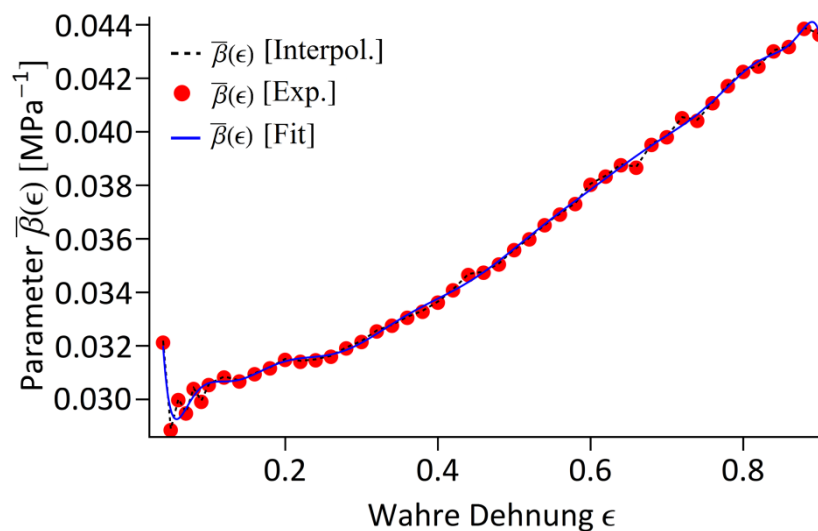


Abb. 4.3: Zusammenhang zwischen dem Parameter $\bar{\beta}(\varepsilon)$ und der wahren Dehnung ε ; abgebildet sind die lineare Interpolationsfunktion (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (Punkte) und der nichtlineare Fit (durchgezogene Linie).

4.1.4 Berechnung der Materialkonstanten $\bar{\alpha}(\varepsilon)$ und $\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\varepsilon)$

Die Konstante $\bar{\alpha}(\varepsilon)$ errechnet sich für jeden Dehnungsschritt nach Gl. (4.6) (**Abb. 4.4**) durch Division der beiden Größen $\bar{\beta}(\varepsilon)$ und $\bar{n}(\varepsilon)$, wobei erneut eine lineare Interpolation und eine nichtlineare Regression für die diskreten $\bar{\alpha}(\varepsilon)$ - ε -Wertepaare durchgeführt werden:

$$\bar{\alpha}(\varepsilon) = \frac{\bar{\beta}(\varepsilon)}{\bar{n}(\varepsilon)} \quad (4.6)$$

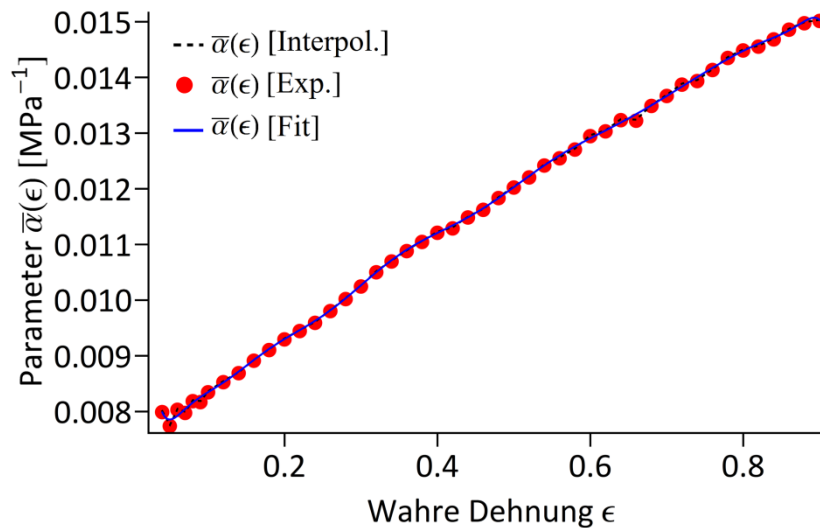


Abb. 4.4: Beziehung zwischen Konstante $\bar{\alpha}(\epsilon)$ und der wahren Dehnung ϵ ; gezeigt sind die lineare Interpolationsfunktion (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (Punkte) und der nichtlineare Fit (durchgezogene Linie).

Bei der Berechnung des Parameters $\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)$ wird Gl. (4.3) logarithmiert, was folgende Beziehung liefert:

$$\ln \dot{\epsilon}_i + \frac{\bar{Q}(\epsilon)}{R} \cdot \frac{1}{T_j} = \ln A(\epsilon) + n_{j,\bar{\alpha}}(\epsilon) \cdot \ln \sinh[\bar{\alpha}(\epsilon) \cdot \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j)] \quad (4.7)$$

für $i = \text{variabel}, j = \text{konst. und } i, j = \{1, 2, 3\}$

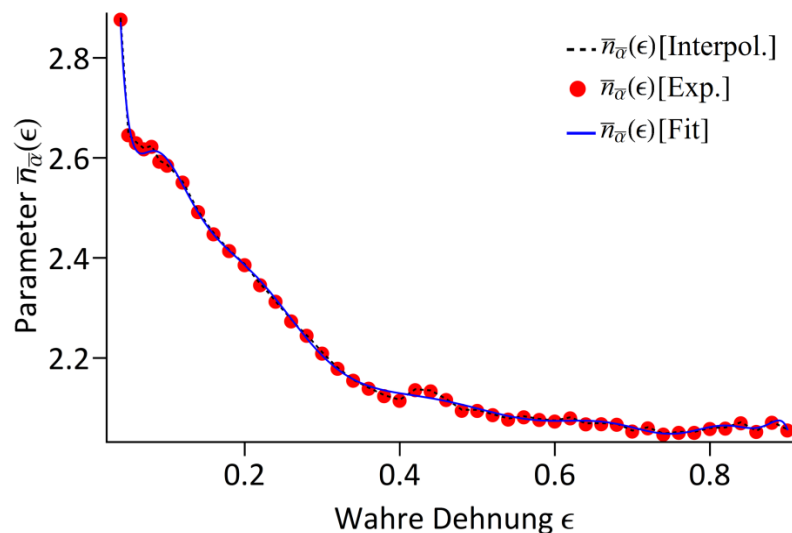


Abb. 4.5: Abhängigkeit der Konstante $\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)$ von der wahren Dehnung ϵ ; dargestellt sind die Interpolation (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Werte (Punkte) und der nichtlineare Fit (durchgezogene Linie).

In einer doppeltlogarithmischen Auftragung von $\ln \dot{\epsilon}_i$ gegen $\ln \sinh[\bar{\alpha}(\epsilon) \cdot \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j)]$ können analog drei Geraden durch lineare Regression aufgestellt werden, deren Steigungen die Werte für $n_{j,\bar{\alpha}}$ ergeben. Aus dem arithmetischen Mittelwert der drei Steigungen lässt sich

für jeden diskreten Dehnungswert die gesuchte Konstante $\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)$ und anschließend die dazugehörige lineare Interpolationsfunktion und die nichtlineare Regression berechnen, wie **Abb. 4.5** verdeutlicht.

4.1.5 Berechnung der Aktivierungsenergie $\bar{Q}(\epsilon)$

Die mittlere Aktivierungsenergie der Verformung $\bar{Q}(\epsilon)$ kann durch Logarithmieren und anschließende Umformung von Gl. (4.3) bestimmt werden:

$$\frac{\ln \dot{\epsilon}_i}{\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)} + \frac{Q_i(\epsilon)}{R \cdot \bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)} \cdot \frac{1}{T_j} = \frac{\ln A(\epsilon)}{\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)} + \ln \sinh[\bar{\alpha}(\epsilon) \cdot \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j)] \quad (4.8)$$

für $i = \text{variabel}, j = \text{konst. und } i, j = \{1, 2, 3\}$

Wird nun $\ln \sinh[\bar{\alpha}(\epsilon) \cdot \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j)]$ gegen $1/T_j$ (für drei konstant gehaltene Dehnraten $\dot{\epsilon}_i$) aufgetragen, so ergeben sich bei Durchführung einer linearen Regression drei Geraden mit den Steigungen $k_{i,\bar{\alpha}}(\epsilon)$. Die Steigungen stehen rein formal mit den Aktivierungsenergien $Q_i(\epsilon)$ für konstant gehaltene Dehnraten $\dot{\epsilon}_i$ in Zusammenhang, welche aus Gründen der i-Indizierung eingeführt werden. Die Bildung des arithmetischen Mittelwertes dieser drei Steigungen liefert für jeden diskreten Dehnungswert die Materialkonstante $\bar{k}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)$, welche auch als Temperatursensitivität bezeichnet wird:

$$\bar{k}_{\bar{\alpha}}(\epsilon) = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 k_{i,\bar{\alpha}}(\epsilon) = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \frac{Q_i(\epsilon)}{R \cdot \bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)} = \frac{\bar{Q}(\epsilon)}{R \cdot \bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)} \quad (4.9)$$

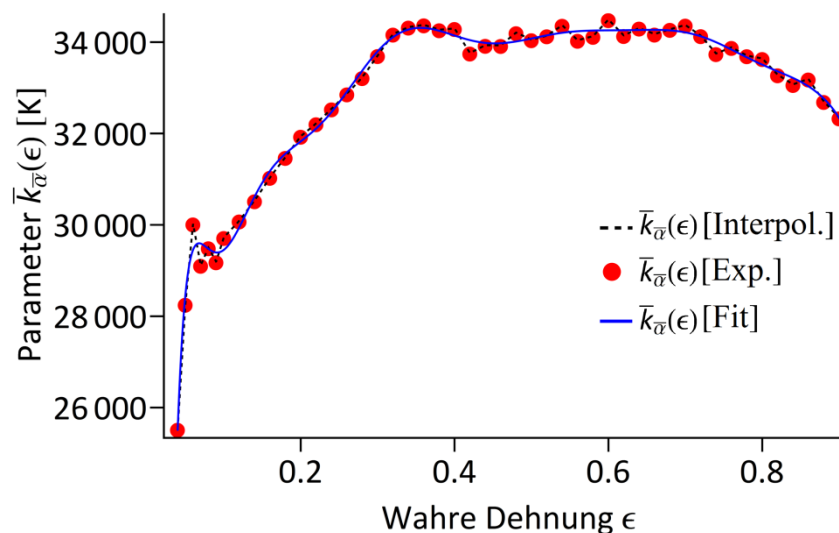


Abb. 4.6: Darstellung des Parameters $\bar{k}_{\bar{\alpha}}(\epsilon)$ in Abhängigkeit der wahren Dehnung ϵ ; abgebildet sind die Interpolationsfunktion (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (Punkte) und der nichtlineare Fit (durchgezogene Linie).

Unter Verwendung von $\bar{n}_{\bar{\alpha}}(\varepsilon)$ und $\bar{k}_{\bar{\alpha}}(\varepsilon)$ lässt sich die gemittelte Aktivierungsenergie $\bar{Q}(\varepsilon)$ repräsentativ für die $(i \times j)$ -Matrix für jeden Dehnungswert ε aus Gl. (4.9) berechnen. In **Abb. 4.6** und **Abb. 4.7** sind jeweils die diskreten $\bar{k}_{\bar{\alpha}}(\varepsilon)$ bzw. $\bar{Q}(\varepsilon)$ - ε -Wertepaare, die lineare Interpolationsfunktion sowie die nichtlineare Regression dargestellt.

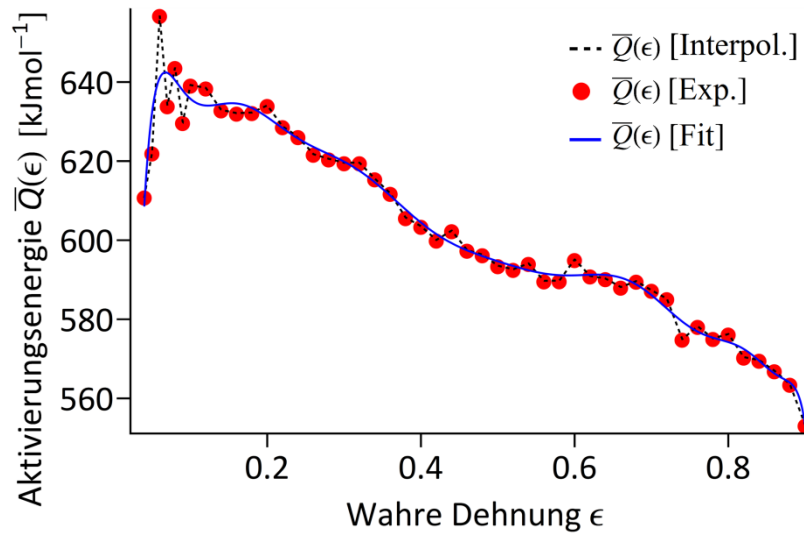


Abb. 4.7: Verknüpfung der Aktivierungsenergie $\bar{Q}(\varepsilon)$ mit der wahren Dehnung ε ; abgebildet sind die Interpolationsfunktion (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (Punkte) und der nichtlineare Fit (durchgezogene Linie).

4.1.6 Berechnung des Koeffizienten $A(\varepsilon)$

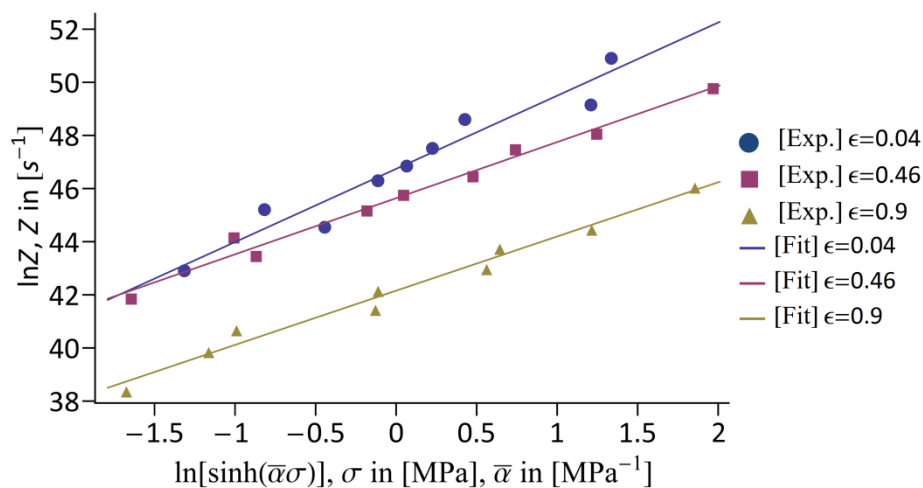


Abb. 4.8: Lineare Abhängigkeit der $\ln Z$ -Werte von $\ln[\sinh(\bar{\alpha}\sigma)]$; dargestellt sind die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (gefüllte Markierungen) sowie die zugehörigen Regressionsgeraden (Linie).

Aus Gl. (4.10) kann für die 9 Wertepaare (3 Dehnraten, 3 Umformtemperaturen) bei allen Dehnungsschritten ϵ der jeweilige *Zener-Hollomon*-Parameter Z berechnet werden. Eine Auftragung von $\ln Z(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j)$ gegen $\ln \left[\sinh \left(\bar{\alpha}(\epsilon) \cdot \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j) \right) \right]$ liefert als Ordinatenabschnitt den Koeffizienten $\ln A(\epsilon)$ für den jeweiligen Dehnungsschritt, wie in **Abb. 4.8** und **Abb. 4.9** dargestellt ist. Für diese Auftragungen werden die zuvor berechneten Parameter $\bar{\alpha}(\epsilon)$ und $\bar{Q}(\epsilon)$ benötigt.

$$\ln Z(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j) = \ln \dot{\epsilon}_i + \frac{\bar{Q}(\epsilon)}{R} \left(\frac{1}{T_j} \right) = \ln A(\epsilon) + \bar{n}_{\bar{\alpha}}(\epsilon) \cdot \ln \left[\sinh \left(\bar{\alpha}(\epsilon) \cdot \sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}_i, T_j) \right) \right] \quad (4.10)$$

für $i, j = \{1, 2, 3\}$

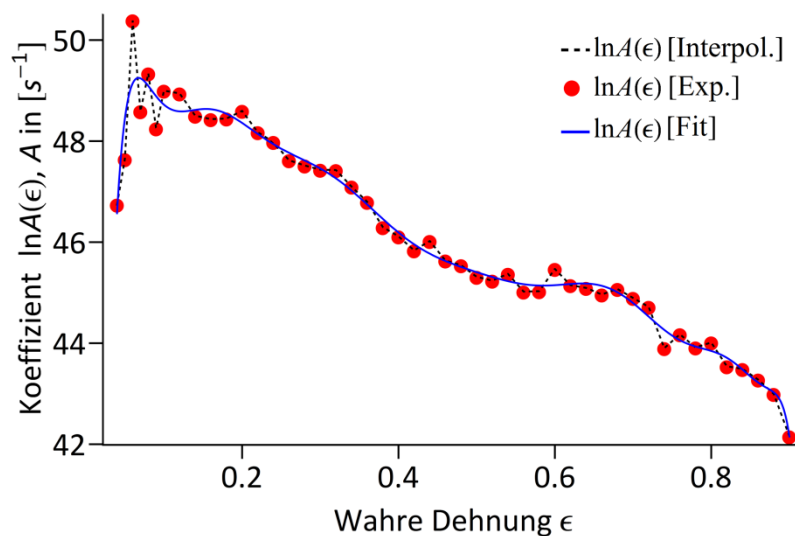


Abb. 4.9: Zusammenhang zwischen der Konstante $\ln A(\epsilon)$ und der wahren Dehnung ϵ ; eingetragen sind die lineare Interpolationsfunktion (gestrichelte Linie), die aus dem Experiment berechneten diskreten Wertepaare (Punkte) und der nichtlineare Fit (durchgezogene Linie).

4.1.7 Vergleich des ST-Modelles mit dem Experiment

Im letzten Teil des Programmcodes des ST-Modells (Abschnitt 7) werden die aus dem Modell berechneten Fließkurven generiert. Die wahre Spannung σ kann hierfür durch Umformung von Gl. (4.3) als Funktion der berechneten Interpolationsfunktionen der einzelnen Parameter dargestellt werden:

$$\sigma = \sigma_{ST} = \sigma_{ST}(\epsilon, \dot{\epsilon}, T) = \frac{1}{\bar{\alpha}(\epsilon)} \cdot \sinh^{-1} \left[\left(\frac{\dot{\epsilon} \exp(\bar{Q}(\epsilon)/RT)}{A(\epsilon)} \right)^{1/\bar{n}_{\bar{\alpha}}} \right] \quad (4.11)$$

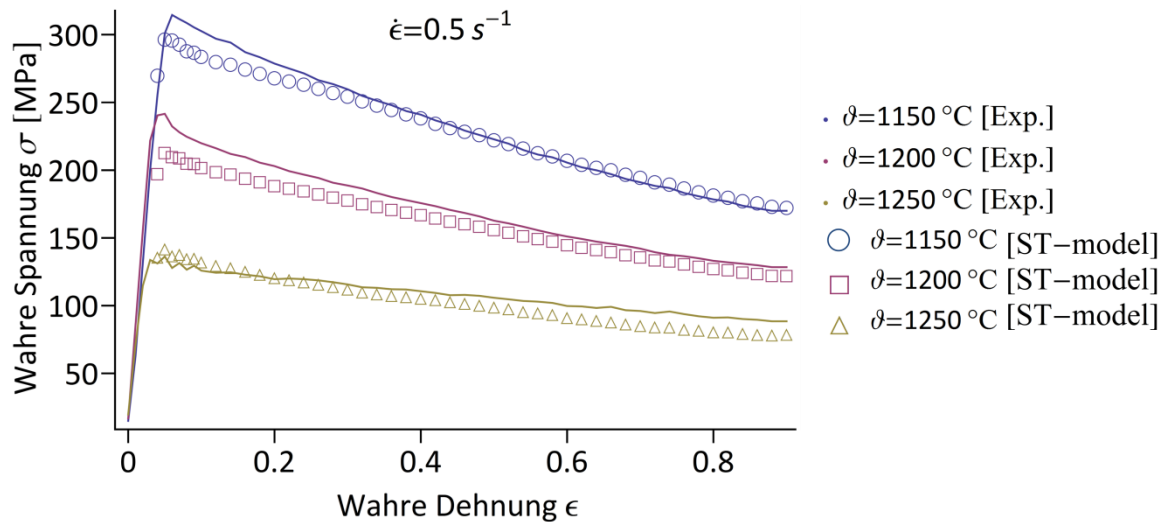


Abb. 4.10: Experimentell ermittelte (durchgezogene Linie) bzw. aus dem ST-Modell (offene Symbole) errechnete Fließkurven der Ti-45Al-Legierung für eine konstante Dehnrates von 0.5 s^{-1} bei den Umformtemperaturen 1150 °C , 1200 °C und 1250 °C .

Am Ende des Abschnittes werden die experimentell ermittelten Fließkurven und die berechneten Fließkurven für konstant gehaltene Dehnrates im selben Diagramm ausgegeben. In **Abb. 4.10** sind exemplarisch die Fließkurven für Umformtemperaturen von 1150 °C , 1200 °C und 1250 °C bei konstanter Dehnrates 0.5 s^{-1} gezeigt.

4.2 Modell nach Hensel-Spittel

Eine weitere Möglichkeit zur Beschreibung des Warmumformverhaltens bietet das *Hensel-Spittel*-Modell (HS-Modell). Es basiert auf einer Konstitutivgleichung (Gl. (4.12)), mit welcher das Fließverhalten in Abhängigkeit der Dehnung, der Dehnrates und der Temperatur beschrieben werden kann. Für die mathematische Beschreibung der Fließkurven wird ein materialspezifischer Anfangswert mit Faktoren (K_{ϑ} , K_{ε} und $K_{\dot{\varepsilon}}$) multipliziert, welche die Umformparameter Temperatur, Dehnung und Dehnrates beinhalten:

$$\sigma = \sigma_{\text{HS}} = \sigma_{\text{HS}}(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, \vartheta) = A_0 \cdot K_{\vartheta} \cdot K_{\varepsilon} \cdot K_{\dot{\varepsilon}} = A_0 \cdot [\exp(m_1 \cdot \vartheta)] \cdot [\varepsilon^{m_2} \cdot \exp(m_4/\varepsilon)] \cdot (1 + \varepsilon)^{(m_5 \cdot \vartheta)} \cdot \exp(m_7 \cdot \varepsilon) \cdot [\dot{\varepsilon}^{(m_3 + m_8 \cdot \vartheta)}] \quad (4.12)$$

In dieser Gleichung ist A_0 eine Konstante, ε die wahre Dehnung und ϑ die Umformtemperature in $[\text{°C}]$. Die Konstanten m_1 bis m_8 sind Exponenten, welche den Einfluss der Umformbedingungen auf die Fließspannung σ ausdrücken [42–44]. Im Rahmen dieser Arbeit erfolgte die Bestimmung der Parameter A_0 und m_1 bis m_8 basierend auf der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durch eine nichtlineare Regression. Die Modellierung des Fließverhaltens wurde mit Hilfe des Programmcodes in Anhang B (Teil II, Abschnitte 1 bis 3)

umgesetzt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurde das Programm erneut in mehrere Abschnitte untergliedert. Die Nummerierungen der Abschnitte entsprechen jenen der Unterkapitel, welche im Folgenden näher beschrieben werden.

4.2.1 Berechnung der Hensel-Spittel-Fitfunktion

In Teil II (Abschnitt 1) des Programmcodes erfolgt die Berechnung der HS-Fitfunktion für den experimentellen Fließkurvendatensatz. Es wird dabei auf die experimentellen Daten zurückgegriffen, welche in Abschnitt 1 von Teil I (Kapitel 4.1.1) hineingeladen wurden. Die Modellierung wird somit bei der Ti-41Al-Legierung erneut mit einer 3×2 -Matrix, bei der Ti-45Al-Legierung mit einer 3×3 -Matrix durchgeführt.

Es müssen vorweg sinnvoll gewählte Startwerte für die zu fittenden Parameter gesetzt werden. Danach wird die HS-Fitfunktion berechnet und ausgegeben. Des Weiteren werden für konstant gehaltene Dehnungswerte, Temperaturen oder Dehnraten 3D-Diagramme erstellt, in welchen die Fließspannung $\sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}, \vartheta)$ als Funktion der jeweils anderen beiden Parameter dargestellt wird. Beispielsweise wird für jeden Dehnungsschritt ϵ ein 3D-Diagramm generiert, welches zeigt, wie die Fließspannung σ von der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ und der Umformtemperatur ϑ abhängt (**Abb. 4.11**).

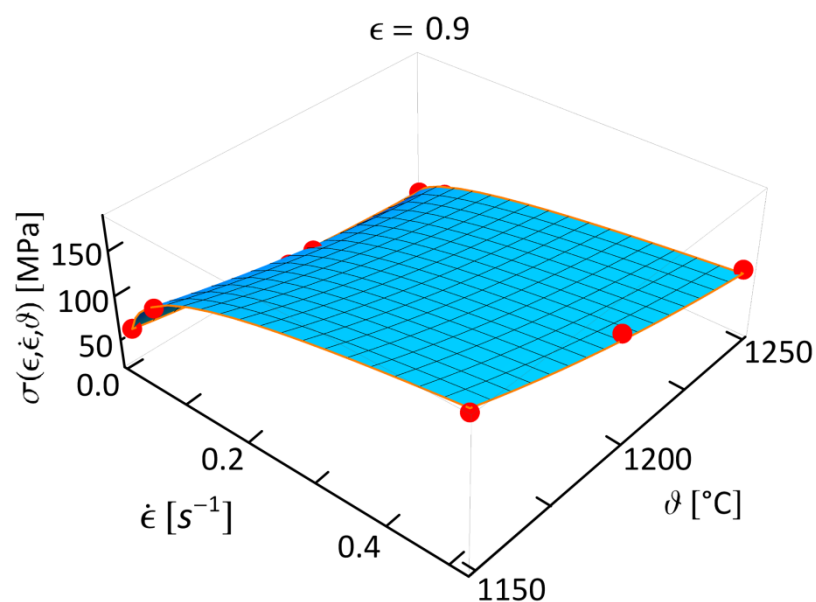


Abb. 4.11: HS-Flächenfit der Ti-45Al-Legierung; dargestellt wird die Fließspannung σ als Funktion der Dehnrates $\dot{\epsilon}$ und der Umformtemperatur ϑ bei konstanter Dehnung $\epsilon = 0.9$.

4.2.2 Vergleich des Hensel-Spittel-Modelles mit dem Experiment

In Teil II (Abschnitte 2 und 3) werden Diagramme ausgegeben, in welchen die berechneten Fitfunktionen aus dem HS-Modell und die experimentellen Datensätze gegenübergestellt sind. Hierfür werden sowohl 2D- als auch 3D-Plots für konstant gehaltene Umformtemperatur oder konstant gehaltene Dehnrage generiert. Als Beispiel dient der Vergleich der experimentellen und berechneten Fließkurven der Ti-45Al-Legierung bei einer konstanten Dehnrage von 0.5 s^{-1} und unterschiedlichen Umformtemperaturen in **Abb. 4.12**.

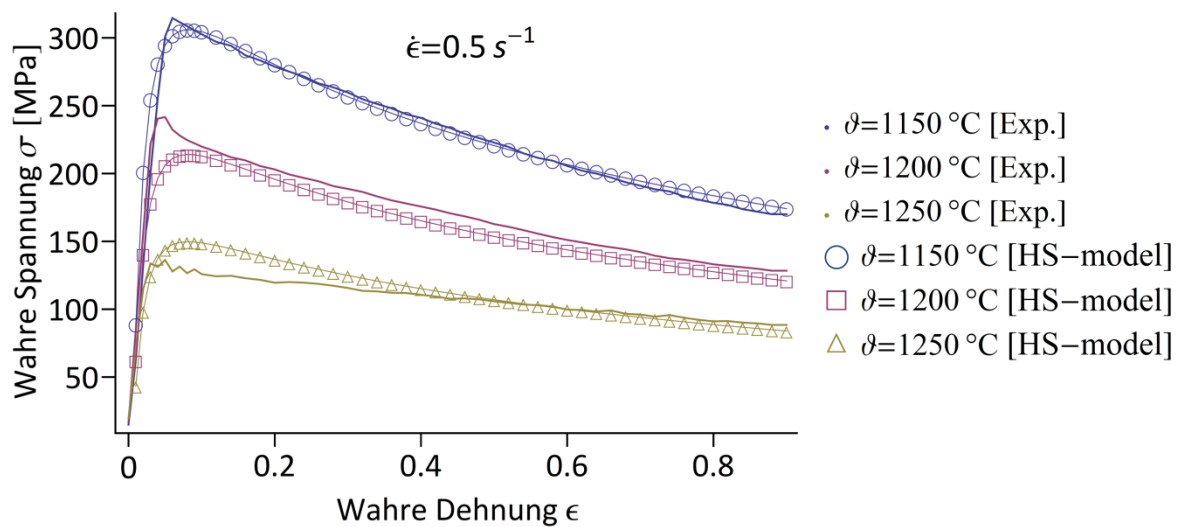


Abb. 4.12: Experimentell ermittelte (durchgezogene Linie) bzw. aus dem HS-Modell (offene Symbole) bestimmte Fließkurven der Ti-45Al-Legierung für eine konstante Dehnrage von 0.5 s^{-1} bei den Umformtemperaturen 1150 °C, 1200 °C und 1250 °C.

5 Resultate und Diskussion

5.1 Ergebnisse aus dem Experiment

In **Abb. 5.1** sind die Gefügaufnahmen der Herstellzustände der Legierungen Ti-41Al und Ti-45Al nach dem HIPen gezeigt. Erstere Legierung setzt sich bei Raumtemperatur aus 5.54 % α_2 , 33.46 % β_0 und 61 % γ , zweitere aus 1.64 % α_2 , 21.37 % β_0 und 76.99 % γ zusammen, wobei die Gehalte mit Hilfe von XRD-Messungen bestimmt wurden. Die Gefüge sind somit nahezu zweiphasig, es konnten nur sehr geringe α_2 -Gehalte gemessen werden, die jedoch aufgrund der Messungenauigkeiten vernachlässigbar sind.

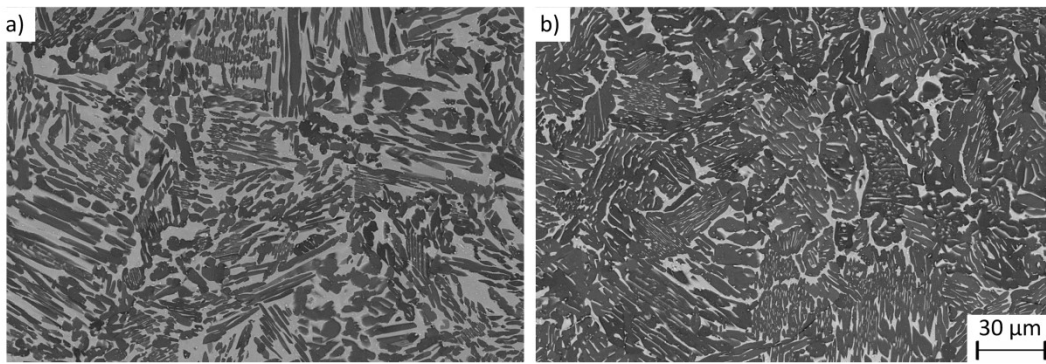


Abb. 5.1: REM-Bilder der Herstellzustände aufgenommen im BSE-Modus für a) Ti-41Al und b) Ti-45Al.

Die wichtigsten Phasenumwandlungstemperaturen beider Legierungen wurden mit DSC-Messungen bestimmt. In **Abb. 5.2** sind die DSC-Kurven (Wärmestrom in Abhängigkeit der Temperatur bei einer Aufheizrate von 20 Kmin⁻¹ ermittelt) mit den gemessenen Peaktemperaturen dargestellt. Die γ -Solvustemperatur T_γ der Ti-41Al-Legierung liegt bei 1245 °C, die der Ti-45Al-Legierung bei 1305 °C. Die β -Ordnungsumwandlung findet in der ersten Legierung bei 1200 °C, in der zweiten bei 1265 °C statt. Die gemessenen Phasenumwandlungstemperaturen liegen im Allgemeinen bei der Legierung mit 41 at.% Al um ca. 60 °C tiefer, was auf den geringeren γ -Phasenanteil, bedingt durch den niedrigeren Al-Gehalt, zurückzuführen ist.

Die Untersuchungen der wärmebehandelten sowie der umgeformten Proben wurden nach Abschrecken auf Raumtemperatur durchgeführt. Bei rascher Abkühlung treten Ordnungsumwandlungen von α in α_2 und von β in β_0 auf, sonstige Reaktionen werden jedoch unterdrückt, sodass keine Verschiebung der Phasenanteile erfolgt. Im Weiteren werden daher die Bezeichnungen der bei Raumtemperatur geordnet vorliegenden Phasen α_2 , β_0 und γ verwendet.

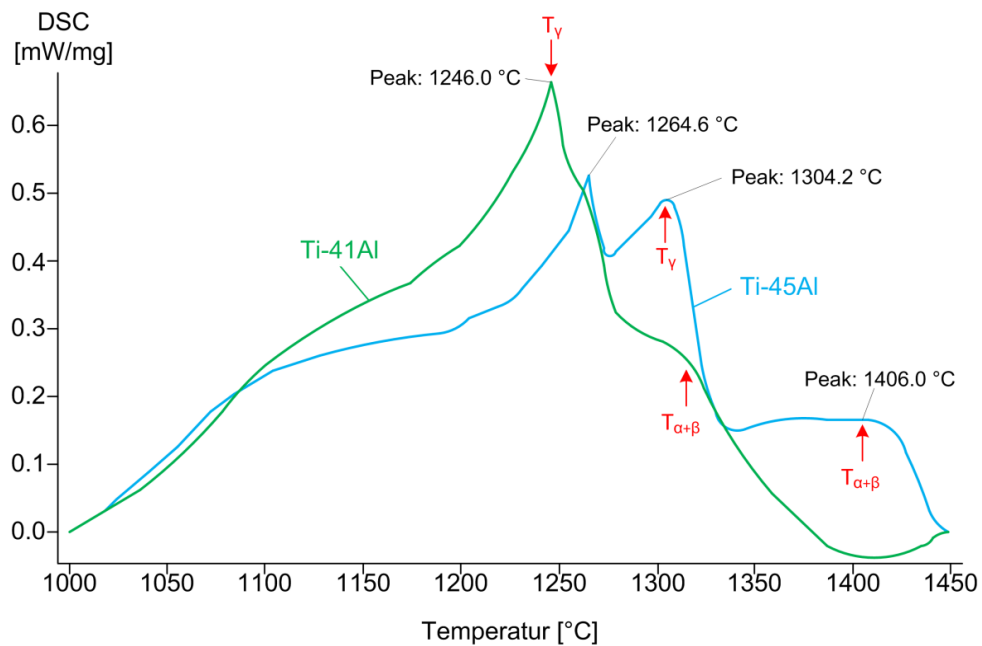


Abb. 5.2: DSC-Kurven für die Legierungen Ti-41Al (grüne Kurve) und Ti-45Al (blaue Kurve) mit den wichtigsten Peaktemperaturen (ermittelt bei einer Aufheizrate von 20 Kmin⁻¹).

5.1.1 Ergebnisse der Wärmebehandlungsstudie

Die Phasenanteile der wärmebehandelten Proben wurden durch XRD-Messungen und mit einer quantitativen Gefügeanalyse nach dem Flächenverfahren an REM-Aufnahmen bestimmt. Zusätzlich wurden zwei Proben mit EBSD untersucht, um die Ergebnisse der unterschiedlichen Methoden vergleichen zu können. Wie aus **Abb. 5.3** hervorgeht, liefern die verwendeten Verfahren nahezu gleiche Resultate. Die α_2 -Phase wurde bei allen weiteren EBSD-Untersuchungen aus Gründen der schlechten Detektierbarkeit für die Bestimmung der Phasenanteile nicht berücksichtigt, sofern der zuvor mit XRD bestimmte Gehalt an α_2 deutlich unter 5 % lag.

Mit der Wärmebehandlungsstudie konnte generell gezeigt werden, dass das Gefüge erst nach erfolgter Langzeitauslagerung (60 min) in einem gleichgewichtsnahen Zustand vorliegt. Nach der 5-minütigen Kurzeitauslagerung, welche dem Zustand vor Beginn der Warmumformung nahe kommt, befindet sich das Gefüge im Ungleichgewicht. Wie aus **Abb. 5.4** ersichtlich, sind die Unterschiede in den Phasenanteilen zwischen Ungleichgewicht und Gleichgewicht umso größer, je höher die Auslagerungstemperatur ist, was auf Unterschiede in den Diffusionsprozessen zurückzuführen ist. Bei der Ti-41Al-Legierung besteht das Gefüge von Raumtemperatur bis 1200 °C aus den Phasen β_0 -TiAl, γ -TiAl und sehr geringen Anteilen an α_2 -Ti₃Al. Die Ti-45Al-Legierung ist hingegen bis 1250 °C nahezu zweiphasig und setzt sich ebenfalls aus den Phasen β_0 -TiAl, γ -TiAl zusammen. Beide Legierungen zeigen mit steigender Temperatur einen Abfall im γ -Gehalt und ein Ansteigen des α_2 -Gehaltes (**Abb. 5.4**).

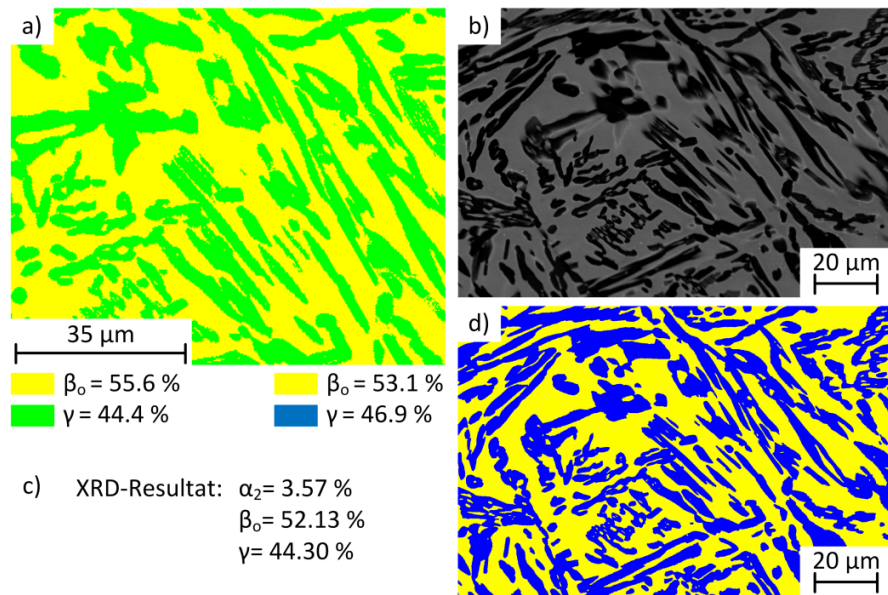


Abb. 5.3: Phasenanalyse an der Ti-41Al-Legierung nach 5-minütiger Wärmebehandlung bei 1200 °C und anschließendem Wasserabschrecken; dargestellt sind das REM-Bild der untersuchten Stelle im BSE-Modus (b) und die Ergebnisse der Phasenanalyse mittels a) EBSD, c) XRD und d) Flächenschnittverfahren an dem in Graustufen konvertierten REM-Bild.

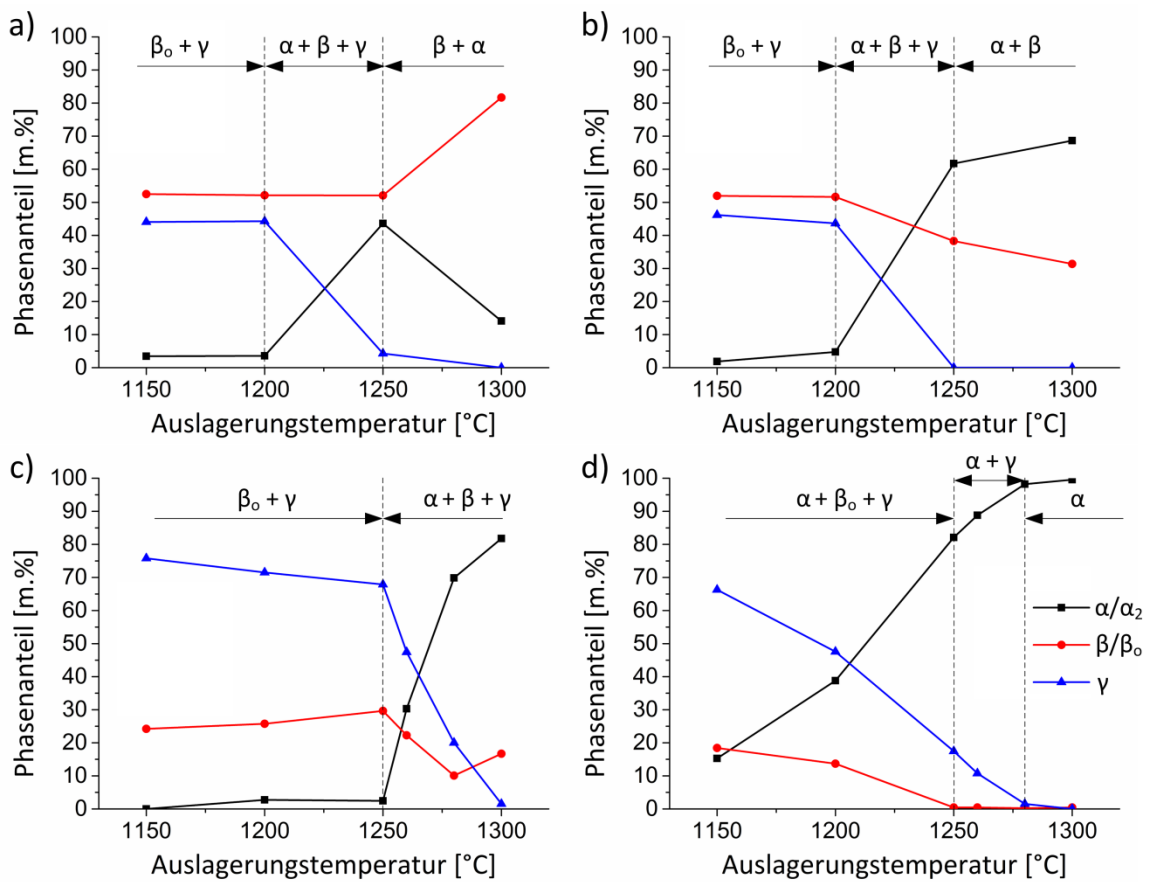


Abb. 5.4: Phasenfraktionsverläufe (ermittelt aus XRD-Versuchen) der Ti-41Al-Legierung (a,b) und Ti-45Al-Legierung (c,d) nach 5-minütiger Auslagerung (a,c) und nach 60-minütiger Auslagerung (b,d) mit den vorliegenden Phasen bei der jeweiligen Auslagerungstemperatur; sämtliche Proben wurden nach der Auslagerung mit Wasser abgeschreckt.

Es erfolgte außerdem eine Charakterisierung der Legierungen durch in-situ-Synchrotronuntersuchungen [11]. Hierbei wurden die Proben mit einer Aufheizrate von 2 Kmin^{-1} bis 1400 °C kontinuierlich erwärmt. Die so erhaltenen Phasenfraktionsverläufe (**Abb. 5.5**) entsprechen jenen der durchgeführten 5-minütigen Auslagerungen (**Abb. 5.4a,c**).

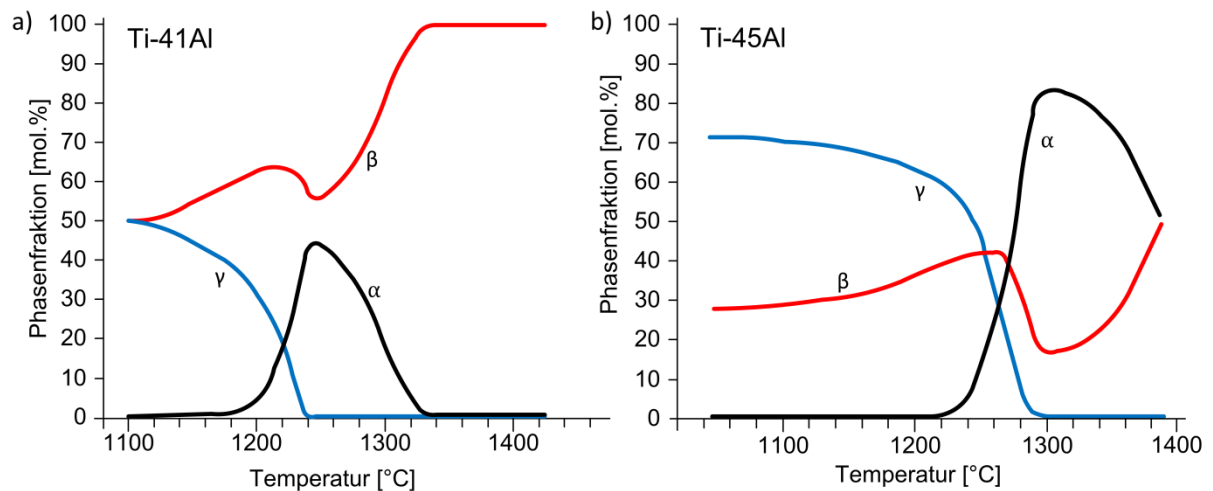


Abb. 5.5: Phasenfraktionsverläufe der Ti-41Al-Legierung (a) und Ti-45Al-Legierung (b) ermittelt aus Synchrotronuntersuchungen mit einer Aufheizrate von 2 Kmin^{-1} . Es wurde eine Temperaturkorrektur der Daten um 20 °C vorgenommen.

Die Gefüge der Proben nach Kurzeit- und Langzeitauslagerung wurden mittels REM untersucht. Die Aufnahmen sind für die Ti-41Al-Legierung in **Abb. 5.6** und für die Ti-45Al-Legierung in **Abb. 5.7** gezeigt. Auch anhand der Mikrostrukturen ist zu erkennen, dass die Unterschiede zwischen Kurzeit- und Langzeitauslagerung mit steigender Temperatur deutlich zunehmen.

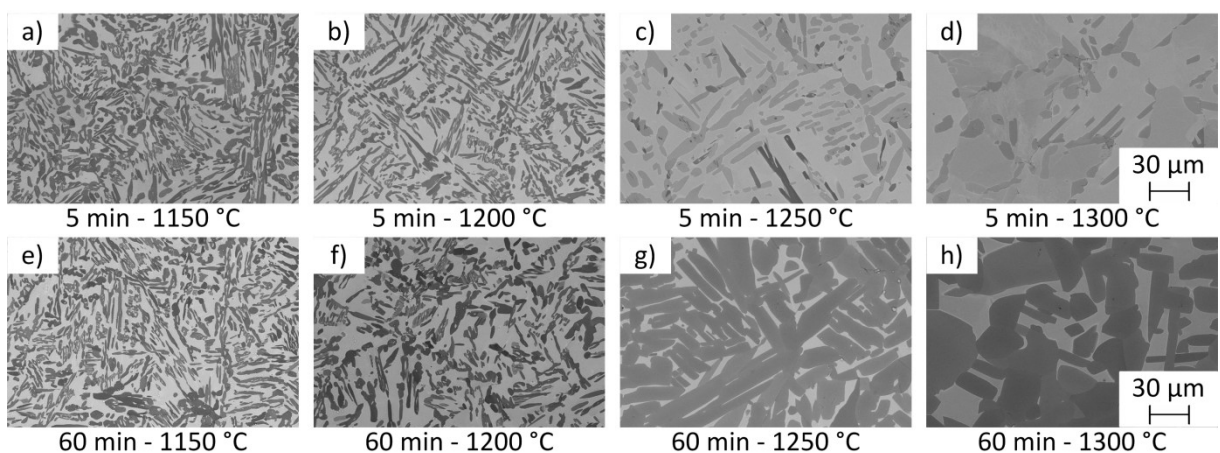


Abb. 5.6: REM-Bilder (aufgenommen im BSE-Modus) der Ti-41Al-Legierung nach erfolgter Kurzeit- und Langzeitauslagerung im Temperaturbereich von 1150 °C bis 1300 °C und anschließendem Wasserabschrecken.

Wie aus **Abb. 5.6** hervorgeht, ist das Gefüge der Ti-41Al-Legierung nach 5- und 60-minütiger Auslagerung nahezu zweiphasig und besteht aus konstant bleibenden Anteilen an β_0 und γ . Erst ab 1250 °C sind deutlich α_2 -Ti₃Al-Körner zu erkennen, wobei der Anteil an α_2 bei längerer Auslagerung zunimmt. Bei 1300 °C ist das Gefüge erneut zweiphasig und setzt sich nach der Kurzeitlagerung aus 67.6 % β_0 und 18.4 % α_2 , nach der Langzeitalagerung aus 31.4 % β_0 und 68.7 % α_2 zusammen.

Die Ti-45Al-Legierung bleibt bei 5-minütiger Wärmebehandlung bis 1250 °C nahezu zweiphasig und besteht wiederum aus konstant bleibenden β_0 - und γ -Anteilen, wie aus **Abb. 5.7** ersichtlich ist. Dagegen sind bei Langzeitalagerung bereits ab 1150 °C ca. 15 % α_2 vorhanden, wobei der α_2 -Anteil mit der Auslagerungstemperatur und der Auslagerungszeit zunimmt. Bei 1300 °C wird das α -Einphasenfeld erreicht (**Abb. 5.7h**).

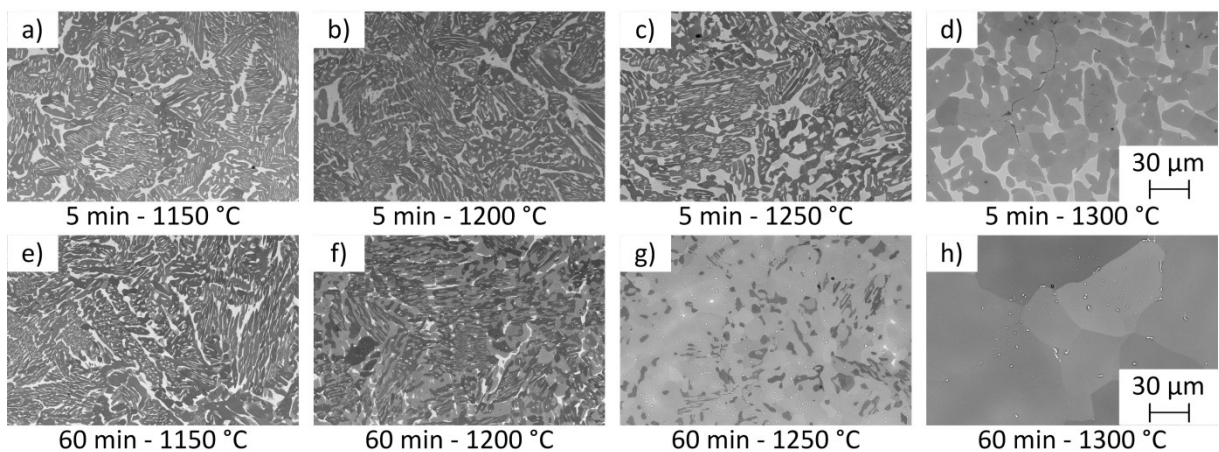


Abb. 5.7: REM-Bilder (aufgenommen im BSE-Modus) der Ti-45Al-Legierung nach erfolgter Kurzeitalagerung (a-d) und Langzeitalagerung (e-h) im Temperaturbereich von 1150 °C bis 1300 °C und anschließendem Wasserabschrecken.

5.1.2 Charakterisierung der umgeformten Proben

Die isothermen Druckversuche wurden bei 1150 °C, 1200 °C, 1250 °C und 1300 °C mit Dehnraten von 0.005 s⁻¹, 0.05 s⁻¹ und 0.5 s⁻¹ durchgeführt. Die experimentell aufgenommenen Fließkurven, welche aus Umrechnung von Kraft und Längenänderung nach Gl. (2.1) und (2.2) berechnet werden, sind in **Abb. 5.8** exemplarisch für 1200 °C bei variablen Dehnraten dargestellt. Bei beiden Legierungen kann für die betrachteten Umformparameter ein ähnliches Fließverhalten, wie bereits in Kapitel 2.4.3 beschrieben, beobachtet werden. Zu Beginn der Warmumformung verfestigt der Werkstoff aufgrund der Erhöhung der Versetzungsdichte, bis die Maximalspannung erreicht ist. Danach setzen Erholungs- und Rekristallisationsvorgänge ein, die eine Entfestigung und somit einen Abfall der Fließspannung bewirken. Bei höheren Dehnungswerten wird eine sättigungsnaher Zustand

erreicht, für welche die Fließspannung unabhängig von der Dehnung ist. In diesem Bereich der Fließkurve stehen Verfestigung und Entfestigung im Gleichgewicht.

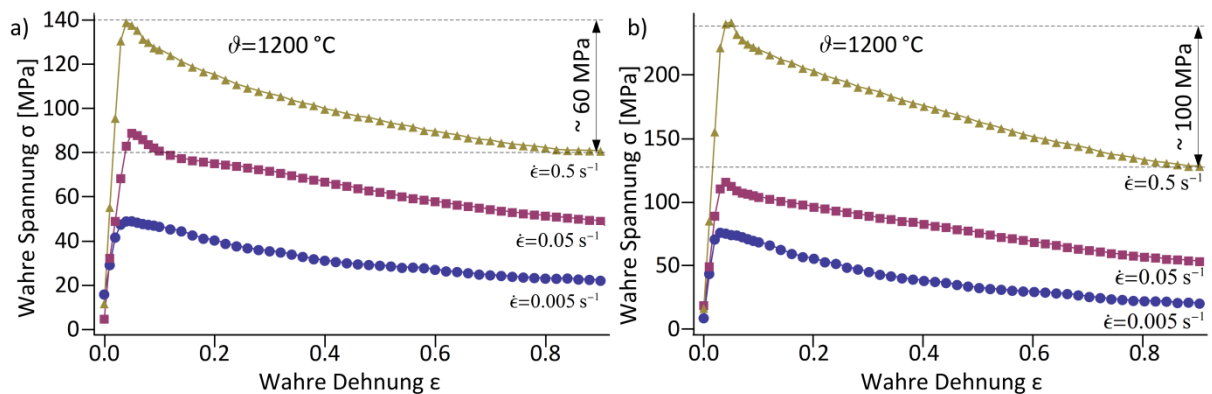


Abb. 5.8: Experimentelle Fließkurven der Legierungen a) Ti-41Al und b) Ti-45Al umgeformt bei 1200 °C mit unterschiedlichen Dehnraten.

In **Abb. 5.8** ist ersichtlich, dass die Maximalwerte der Fließspannungen in der Ti-45Al-Legierung höher liegen. Dies ist darauf zurückzuführen, dass in dieser Legierungsvariante aufgrund des höheren Al-Gehaltes bei Umformtemperatur weniger β_0 -TiAl vorliegt. Die Fließspannung steigt ebenfalls mit zunehmender Dehnrates und sinkender Temperatur. Das Material reagiert bei rascherem Umformen fester, da weniger Zeit für Versetzungsbewegung vorhanden ist. Je höher die Umformtemperatur hingegen ist, umso mehr begünstigt die thermische Aktivierung die Versetzungsbewegung [45]. Der Spannungsabfall nach dem Maximum ist einer Entfestigung durch einsetzende Rekristallisationsvorgänge zuzuschreiben [26]. Wie aus **Abb. 5.8** deutlich wird, ist der Abfall der Fließspannung bei der Ti-45Al-Legierung, welche den höheren γ -Anteil besitzt, stärker. Diese Tatsache lässt darauf schließen, dass hauptsächlich in der γ -Phase Rekristallisation abläuft. Des Weiteren steigt der Spannungsabfall mit zunehmender Dehnrates und sinkender Temperatur.

Nach der Umformung wurden REM-Bilder im Zentrum der Proben aufgenommen. Als Beispiel sind die Gefüge beider Legierungen nach Verformung bei 1200 °C mit unterschiedlichen Dehnrates in **Abb. 5.9** dargestellt. Für die REM-Aufnahmen bei anderen Umformparametern sei auf Anhang A verwiesen. Wie auch die Wärmebehandlungsstudie gezeigt hat, ist die Ti-41Al-Legierung bei 1150 °C und 1200 °C nahezu zweiphasig (β_0 und γ). Die Ti-45Al-Legierung ist nach Verformung bis 1250 °C ebenfalls nahezu zweiphasig (β_0 und γ). Bei höheren Temperaturen steigt der Anteil an α_2 -Phase und der γ -Anteil sinkt.

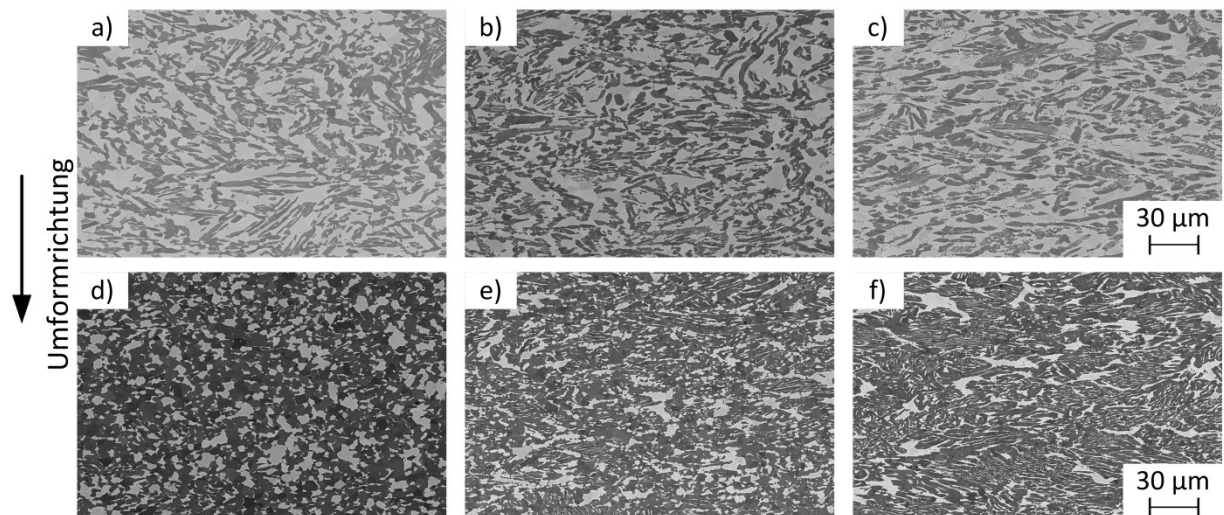


Abb. 5.9: REM-Aufnahmen (BSE-Modus) der bei 1200 °C umgeformten Ti-41Al-Proben (a-c) und Ti-45Al-Proben (d-f) mit Dehnraten von 0.005 s^{-1} (a,d), 0.05 s^{-1} (b,e) und 0.5 s^{-1} (c,f).

5.1.3 Umformmechanismen

Die dynamisch rekristallisierten Korngrößen d_{Rxx} wurden für beide Legierungen sowohl phasenspezifisch als auch für den gesamten untersuchten Bereich mit Hilfe von Korngrenzkarten aus EBSD-Messungen bestimmt. Die gemessenen Korngrößen sind dabei, wie auch in [26,41] berichtet, umso kleiner, je größer die Dehnrates bzw. je niedriger die Umformtemperatur ist. Dieser Umstand wird auch durch Kombinieren der Gl. (2.3) und (2.4) verdeutlicht:

$$Z = \dot{\epsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \propto \frac{1}{d_{\text{Rxx}}} \quad (5.1)$$

Ein Vergleich der Kornmorphologie und Korngrößen beweist, dass beide vorliegenden Phasen (β_0 und γ) an der Verformung beteiligt sind, obwohl die β_0 -Phase bei den betrachteten Umformtemperaturen geordnet vorliegt und somit die härteste Phase im System TiAl darstellt. In [46] wird für eine Ti-44Al-2Mo-Legierung ebenfalls berichtet, dass die Verformung sowohl in der geordneten β_0 -Phase als auch in der γ -Phase abläuft. Die Autoren konnten nachweisen, dass sich zu Beginn des Umformprozesses zunächst die γ -Phase verformt. REM- und TEM-Untersuchungen belegen, dass im γ -TiAl hauptsächlich gewöhnliche $1/2 \langle 110 \rangle$ -Versetzungen und $1/6 \langle 112 \rangle$ -Zwillinge und nur wenige $\langle 011 \rangle$ -Superversetzungen vorhanden sind (siehe Kapitel 2.4.1). Erst bei höheren Fließspannungen oder bei ausreichender Spannungskonzentration an β_0/γ -Korngrenzen beginnt die Verformung auch in der β_0 -Phase, wobei gewöhnliche $\langle 100 \rangle$ -Versetzungen und $\langle 111 \rangle$ -Superversetzungen auf $\{110\}$ -Ebenen aktiviert werden [46].

In Anhang A sind für beide Legierungen Zusammenstellungen der Orientierungskarten der β_0 - und γ -Phase bei unterschiedlichen Umformparametern dargestellt.

Umformmechanismen in der Ti-45Al-Legierung

Nach der Kurzzeitauslagerung bei 1200 °C (**Abb. 5.10** und **Abb. 5.11**), welche den Zustand direkt vor Beginn der Umformung widerspiegelt, ist zu erkennen, dass das Gefüge aus wenigen großen, unregelmäßig geformten und vielen kleinen β_0 - und γ -Körnern besteht. Generell beinhaltet die Ti-45Al-Legierung bei 1150 °C, 1200 °C und 1250 °C ca. 25 % β_0 und 75 % γ . Daher bildet im Gegensatz zur Ti-41Al-Legierung die γ -Phase eine nahezu durchgängige Matrix, in welcher β_0 -Körner eingebettet sind. In **Abb. 5.10c** und **Abb. 5.11c** sind Korngrenzenkarten der untersuchten Bereiche gezeigt, wobei Großwinkelkorngrenzen (Verkippwinkel > 15 °) blau und Kleinwinkelkorngrenzen (Verkippwinkel < 5 °) rot dargestellt werden. Korngrenzen mit einem Verkippwinkel von 5 – 15 ° werden grün gekennzeichnet. Die einzelnen Körner sind nach der Wärmebehandlung durch Großwinkelkorngrenzen abgetrennt, wobei innerhalb eines Kornes keine weiteren Subzellen detektiert wurden. Die maximale β_0 -Korngröße nach erfolgter Kurzzeitauslagerung beträgt ca. 12 μm , die maximale γ -Korngröße 32 μm . Betrachtet man den Zustand nach Umformung bei 1200 °C mit einer Dehnrates von 0.005 s⁻¹, so ist auffällig, dass die mittlere Korngröße deutlich kleiner ist, die größten detektierten β_0 - und γ -Körner liegen nur mehr im Bereich von 8 μm (**Abb. 5.12b** und **Abb. 5.13b**). Das Gefüge setzt sich ausschließlich aus globularen Körnern zusammen, welche mit Großwinkelkorngrenzen umrandet sind, was ein Anzeichen für eine ablaufende dynamische Rekristallisation in beiden Phasen ist. Nach Umformung mit diesen Parametern kann daher davon ausgegangen werden, dass der Großteil des Gefüges rekristallisiert vorliegt.

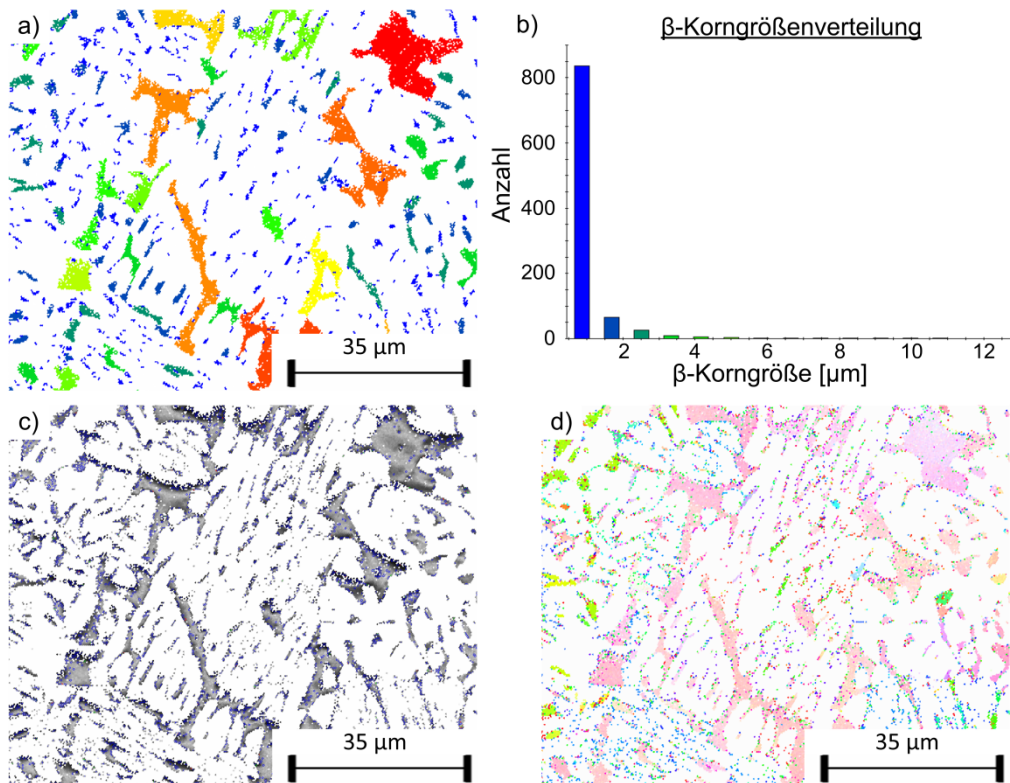


Abb. 5.10: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der β_0 -Phase nach 5-minütiger Wärmebehandlung der Ti-45Al-Legierung bei 1200 °C.

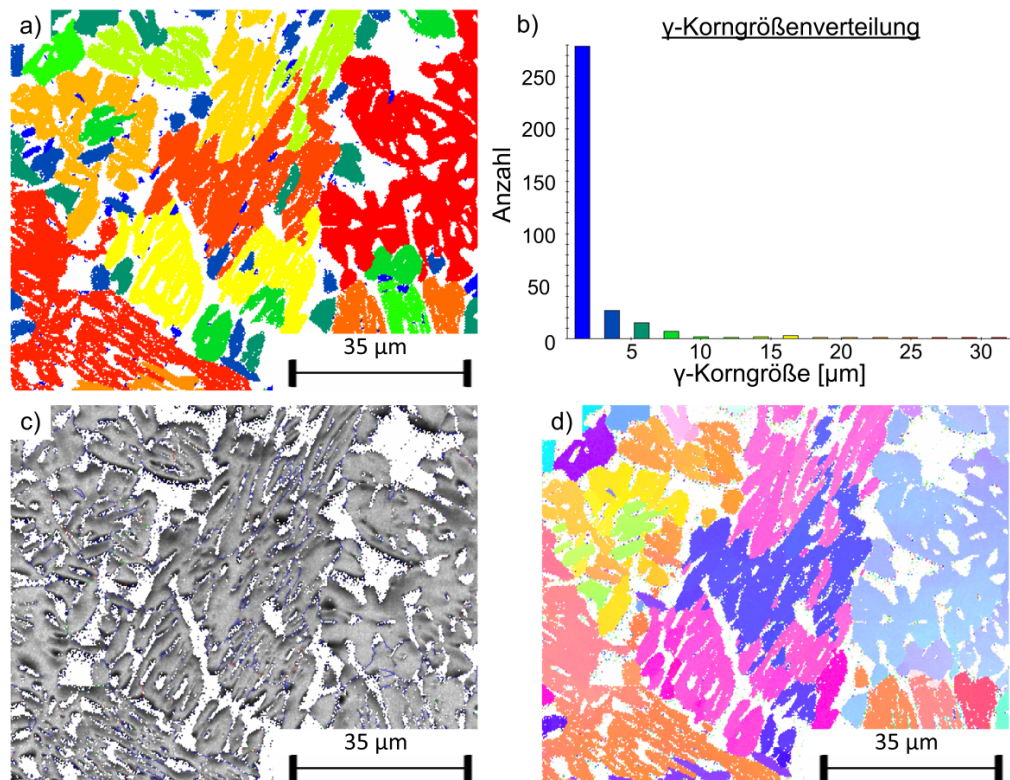


Abb. 5.11: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der γ -Phase nach 5-minütiger Wärmebehandlung der Ti-45Al-Legierung bei 1200 °C.

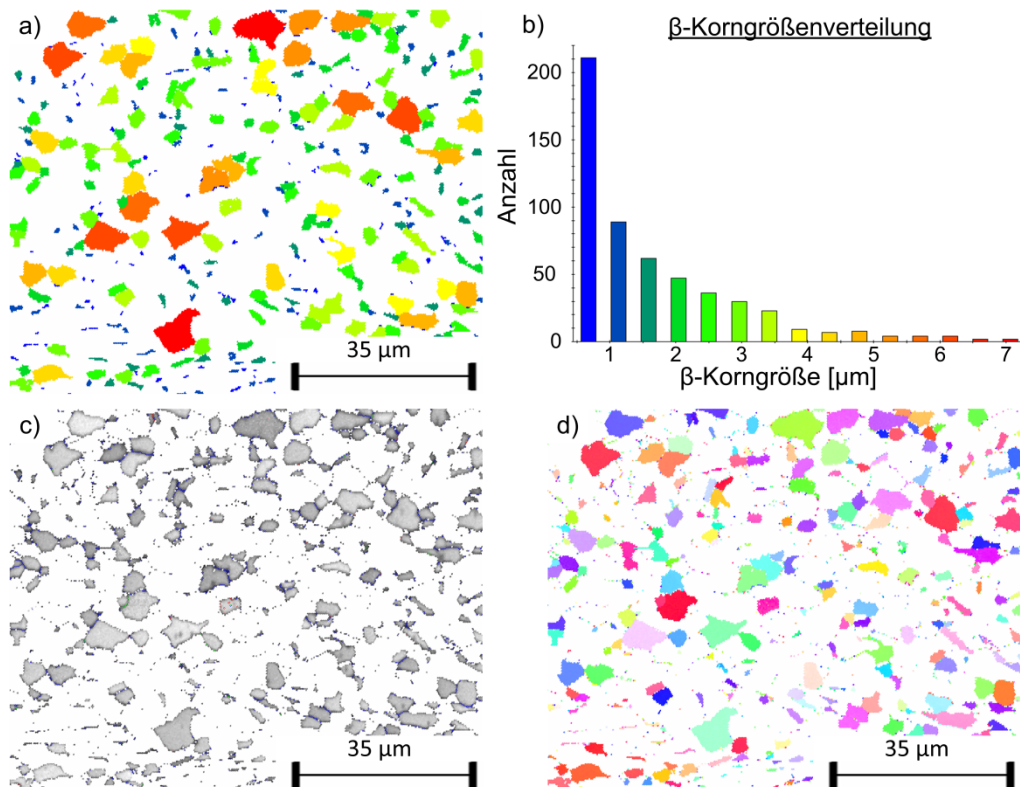


Abb. 5.12: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der β_0 -Phase nach Umformung der Ti-45Al-Legierung bei 1200 °C mit einer Dehnrates von 0.005 s^{-1} .

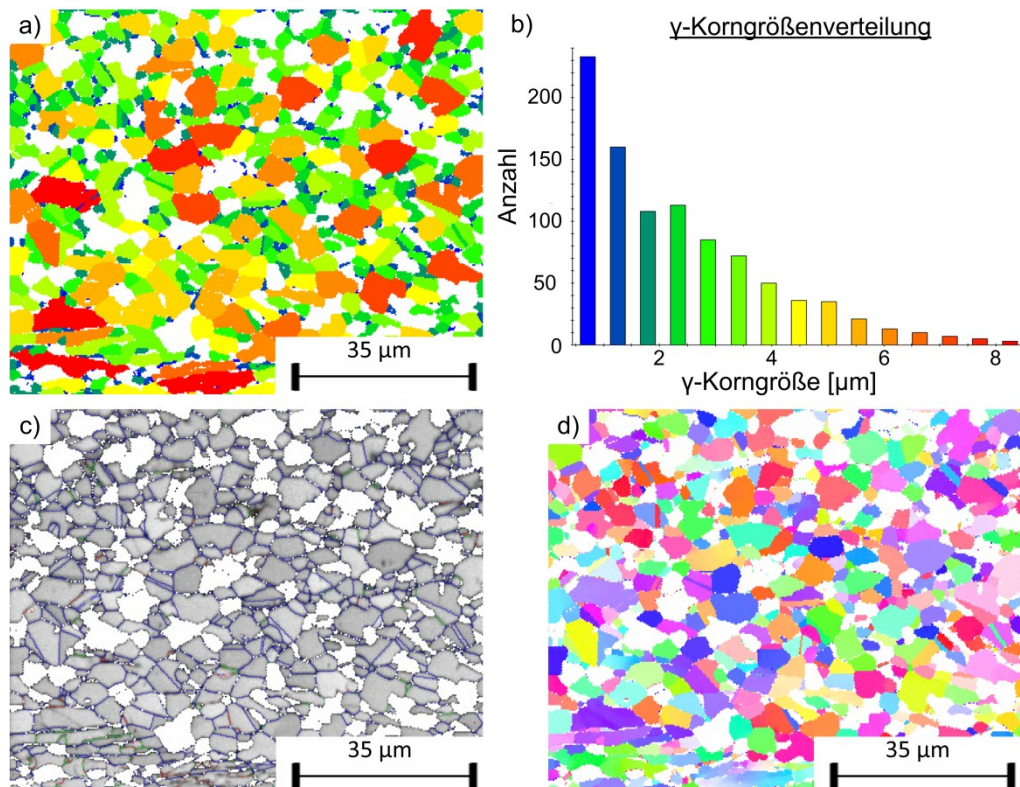


Abb. 5.13: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte (mit Pfeilen markiert sind entstandene Zwillinge) der γ -Phase nach Umformung der Ti-45Al-Legierung bei 1200 °C mit einer Dehnrates von 0.005 s^{-1} .

Mit zunehmender Dehnrates werden die Körner immer stärker senkrecht zur Umformrichtung gestreckt, wie aus **Abb. 5.9** hervorgeht. In der γ -Phase ist zwischen den länglichen Körnern nach rascher Umformung bzw. bei tieferen Umformtemperaturen ein Anteil an kleinen runden, rekristallisierten Körnern erkennbar. Mit Erhöhung der Dehnrates und Absenken der Umformtemperatur steigt der *Zener-Hollomon*-Parameter Z . Ein Anstieg des Z -Wertes bedeutet eine höhere Triebkraft für die Rekristallisation aufgrund der höheren Versetzungsdichte im Material, was sich in einer feineren rekristallisierten Korngröße äußert. Allerdings sinkt bei höheren Dehnrates und tieferen Temperaturen der Anteil an rekristallisierten Körnern. Das bedeutet, dass sich die γ -Phase nach rascher Umformung bei niedrigen Temperaturen einerseits aus größeren, nicht rekristallisierten Körnern, andererseits aus feinen, rekristallisierten Körnern zusammensetzt. Ähnliche Resultate wurden von mehreren Arbeitsgruppen veröffentlicht [26,47].

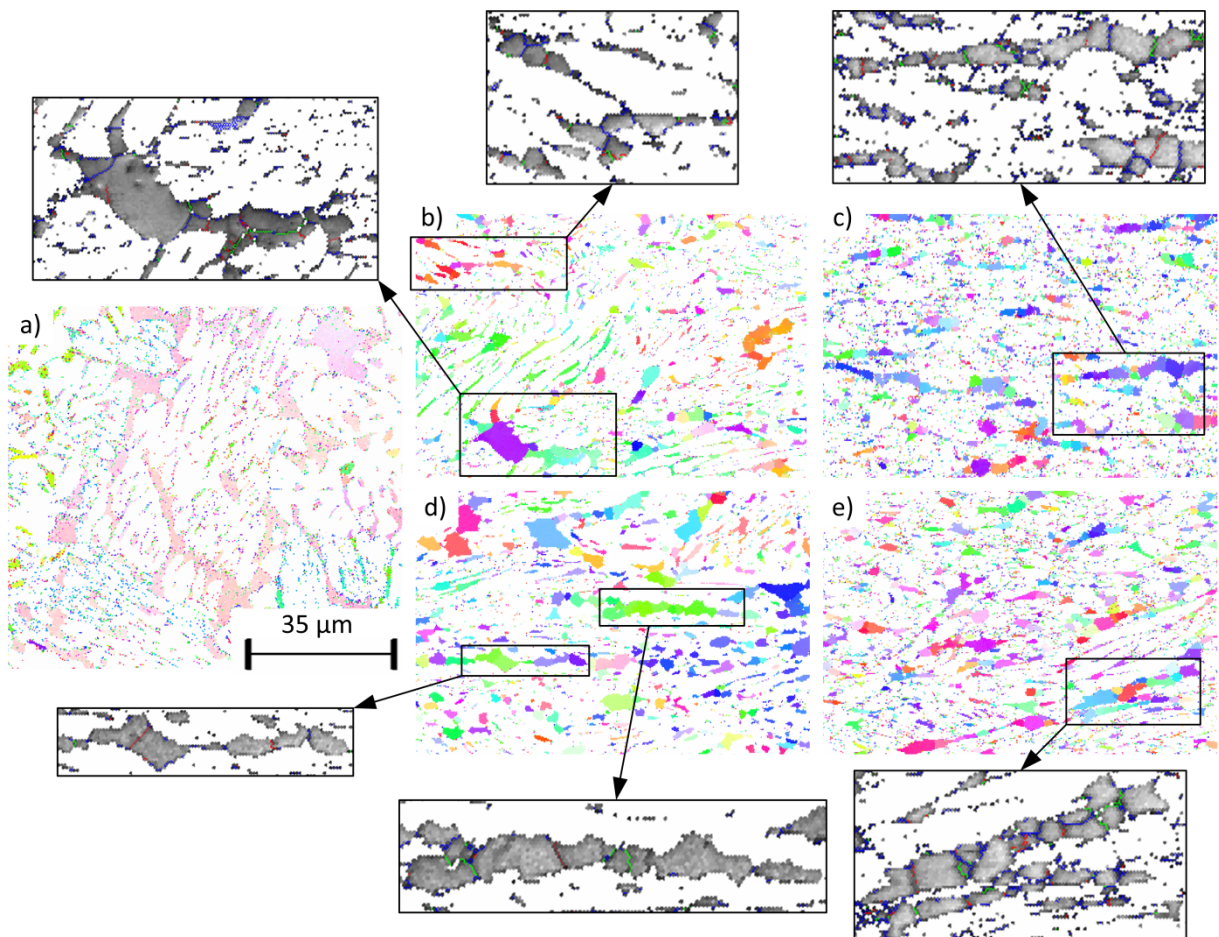


Abb. 5.14: Aus EBSD-Messungen an der Ti-45Al-Legierung generierte Orientierungskarten der β_0 -Phase nach Kurzauslagerung bei 1200 °C (a) sowie nach Umformung bei 1150 °C mit Dehnrates von 0.05 s^{-1} (b) und 0.5 s^{-1} (c) und bei 1200 °C mit 0.05 s^{-1} (d) und 0.5 s^{-1} (e). Für einzelne Bereiche sind vergrößert Korngrenzenkarten gezeigt.

In der β_o -Phase hingegen sind ausschließlich nach Umformung bei 1200 °C mit einer Dehnrate von 0.005 s^{-1} Anzeichen für eine ablaufende Rekristallisation vorhanden. In **Abb. 5.14** ist ein Überblick der Orientierungskarten für β_o -TiAl nach Wärmebehandlung (5 min) bei 1200 °C und nach Umformung bei 1150 °C und 1200 °C mit 0.05 s^{-1} und 0.5 s^{-1} gezeigt. Nach der Verformung sind die meisten β_o -Körner länglich ausgeprägt, wobei diese nochmals in Subkörner mit unterschiedlichen Orientierungen unterteilt sind. Die einzelnen Subkörner sind teilweise durch Kleinwinkelkorngrenzen (rot), teilweise durch Großwinkelkorngrenzen (blau) abgeteilt, wie in den vergrößerten Korngrenzenkarten in **Abb. 5.14** zu erkennen ist. Diese Tatsache könnte auf eine ablaufende kontinuierliche Rekristallisation, auch in-situ-Rekristallisation genannt, hindeuten. Diese stellt eine starke Form der Erholung dar, welche nach besonders ausgeprägter Kaltverformung oder bei Behinderung der Korngrenzenbewegung auftritt. Es entstehen über den gesamten verformten Bereich homogen Kleinwinkel- und Großwinkelkorngrenzen, das Gefüge wird dabei jedoch ohne Bewegung von Großwinkelkorngrenzen neu gebildet [16,17]. Die in-situ Rekristallisation wird beispielsweise durch materialspezifische Faktoren, wie umliegende Körner, eine beschränkte Anzahl unabhängiger Gleitsysteme und Ausscheidungen, oder auch durch die Materialvorgeschichte beeinflusst [48]. Für eine ablaufende in-situ Rekristallisation spricht auch, dass die Stapelfehlerenergie in der β -Phase sehr hoch ist, wodurch Erholungsvorgänge begünstigt werden. Für eine eindeutige Klärung dessen, ob es sich beim beschriebenen Prozess um Erholung oder Rekristallisation handelt, wären weitere, phasenspezifische Untersuchungen, wie beispielsweise in-situ-Synchrotronuntersuchungen während der Verformung, notwendig.

Umformmechanismen in der Ti-41Al-Legierung

Die Ti-41Al-Legierung besteht direkt vor der Verformung bei 1150 °C und 1200 °C aus ungefähr gleichen Anteilen an β_o und γ . Wie aus **Abb. 5.19a** ersichtlich ist, bildet die β_o -Phase in diesem Zustand eine nahezu durchgängige Matrix, in der längliche γ -Körner eingebettet sind. Dennoch kann auch bei dieser Legierung ein ähnliches Umformverhalten der β_o -Phase beobachtet werden. Nach der 5-minütigen Wärmebehandlung bei 1200 °C besteht das Gefüge aus großen, nahezu einheitlich orientierten β_o -Körnern (**Abb. 5.15d**) und länglichen γ -Körnern (**Abb. 5.16d**). Die maximalen Korngrößen betragen in beiden Phasen ca. 25 μm .

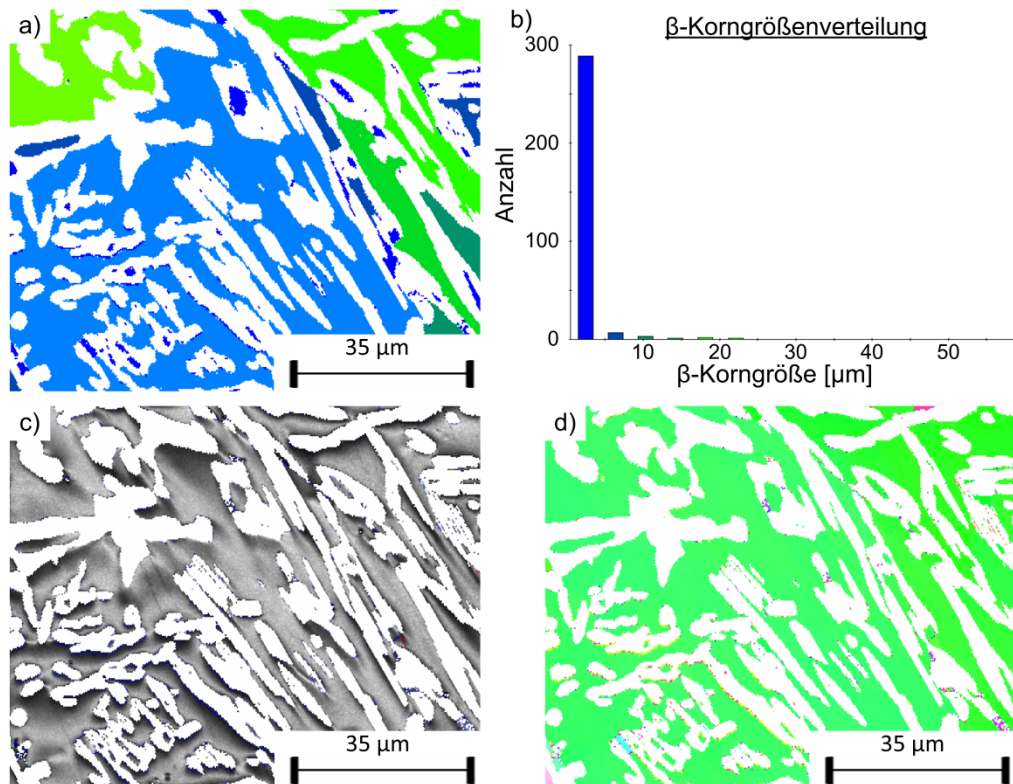


Abb. 5.15: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der β_0 -Phase nach 5-minütiger Wärmebehandlung der Ti-41Al-Legierung bei 1200 °C.

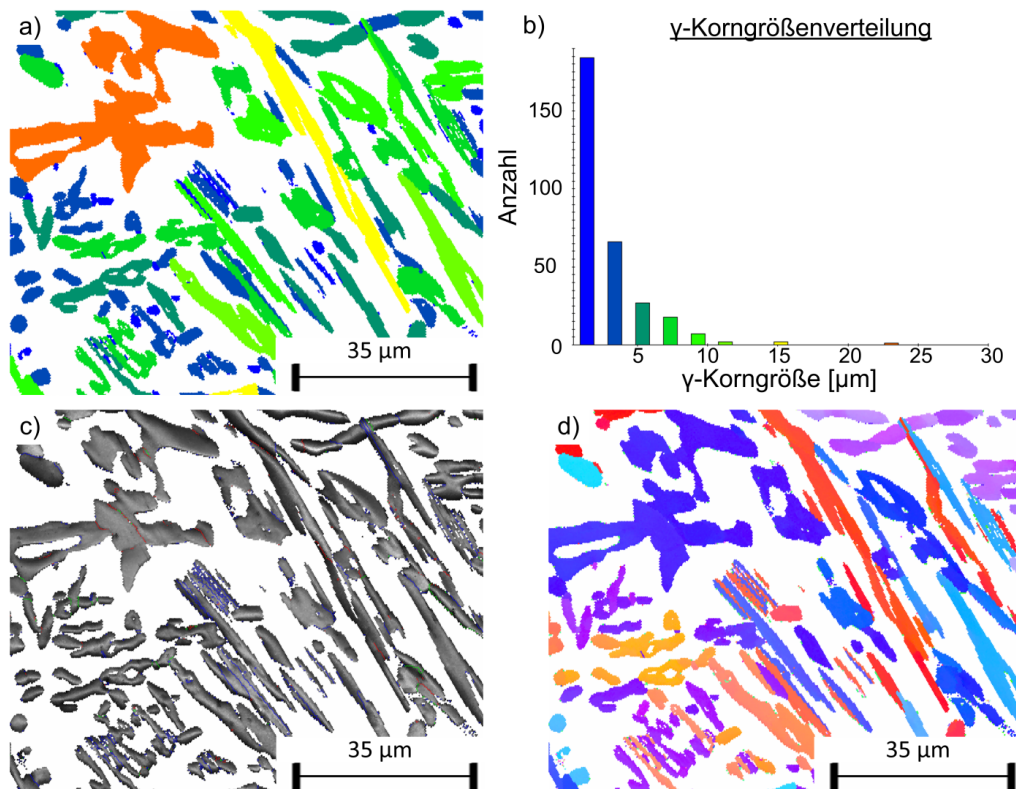


Abb. 5.16: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der γ -Phase nach 5-minütiger Wärmebehandlung der Ti-41Al-Legierung bei 1200 °C.

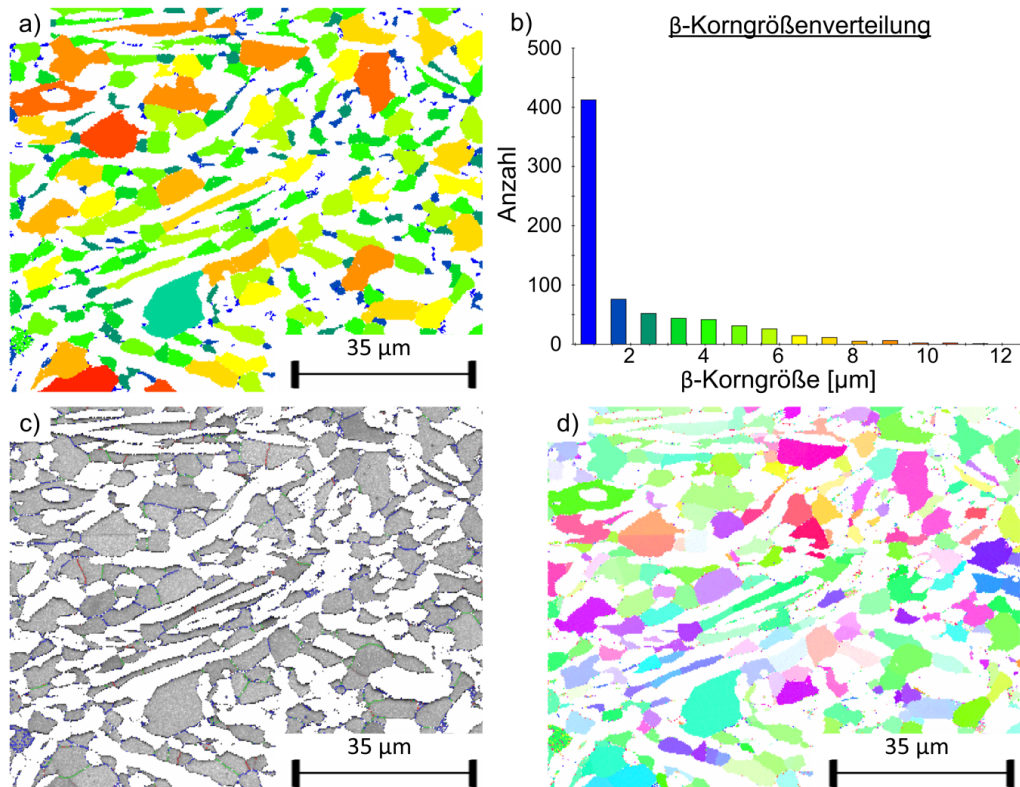


Abb. 5.17: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der β_o -Phase nach Umformung der Ti-41Al-Legierung bei 1200 °C mit einer Dehnrates von 0.005 s^{-1} .

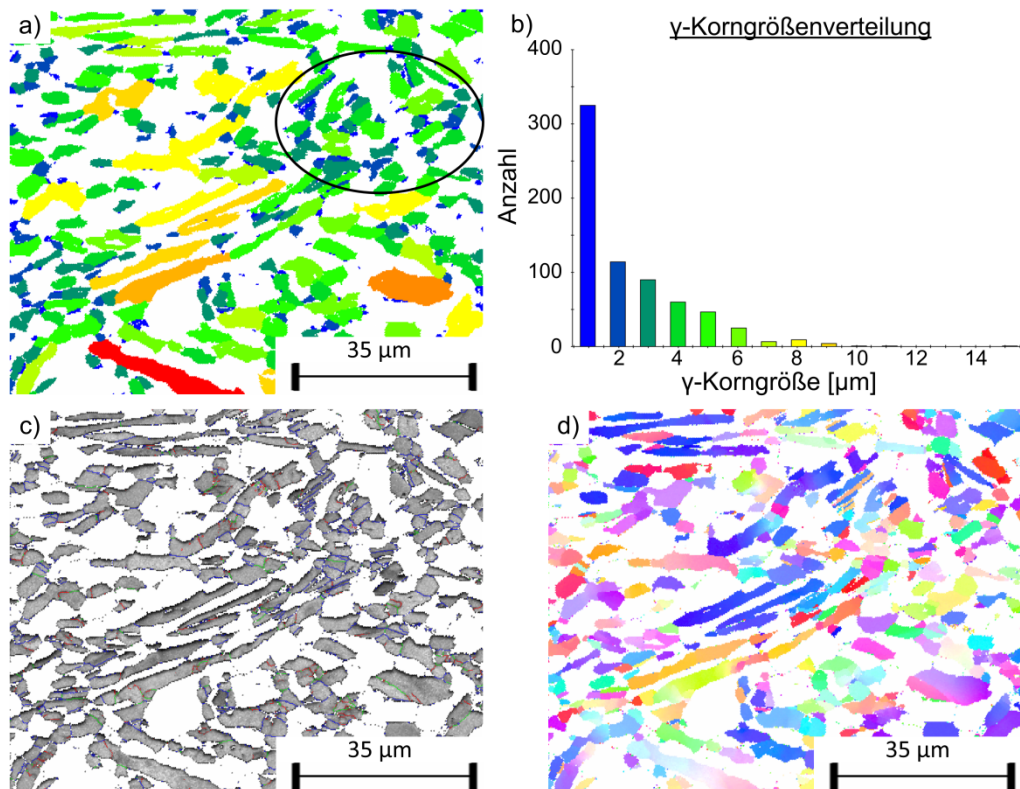


Abb. 5.18: a) Korngrößenkarte mit b) zugehöriger Korngrößenverteilung, c) Korngrenzenkarte und d) Orientierungskarte der γ -Phase nach Umformung der Ti-41Al-Legierung bei 1200 °C mit einer Dehnrates von 0.005 s^{-1} .

Nach der Umformung liegen die größten β_o -Körner bei ca. 12 μm und die größten γ -Körner bei ca. 16 μm . Durch die Verformung bilden sich in beiden Phasen längliche Körner senkrecht zur Umformrichtung, in denen einzelne Subkörner durch Klein- und Großwinkelkorngrenzen abgetrennt sind (**Abb. 5.17** und **Abb. 5.18**). Daher kann für die Ti-41Al-Legierung geschlossen werden, dass in beiden Phasen die zuvor beschriebene in-situ-Rekristallisation abläuft. Wie in **Abb. 5.19** für verschiedene Umformparameter dargestellt, ist dieser Effekt vor allem in der β_o -Phase stark ausgeprägt. Die Vergrößerungen der Korngrenzenkarten beweisen, dass Klein- und Großwinkelkorngrenzen die länglichen Körner in kleinere Bereiche unterteilen.

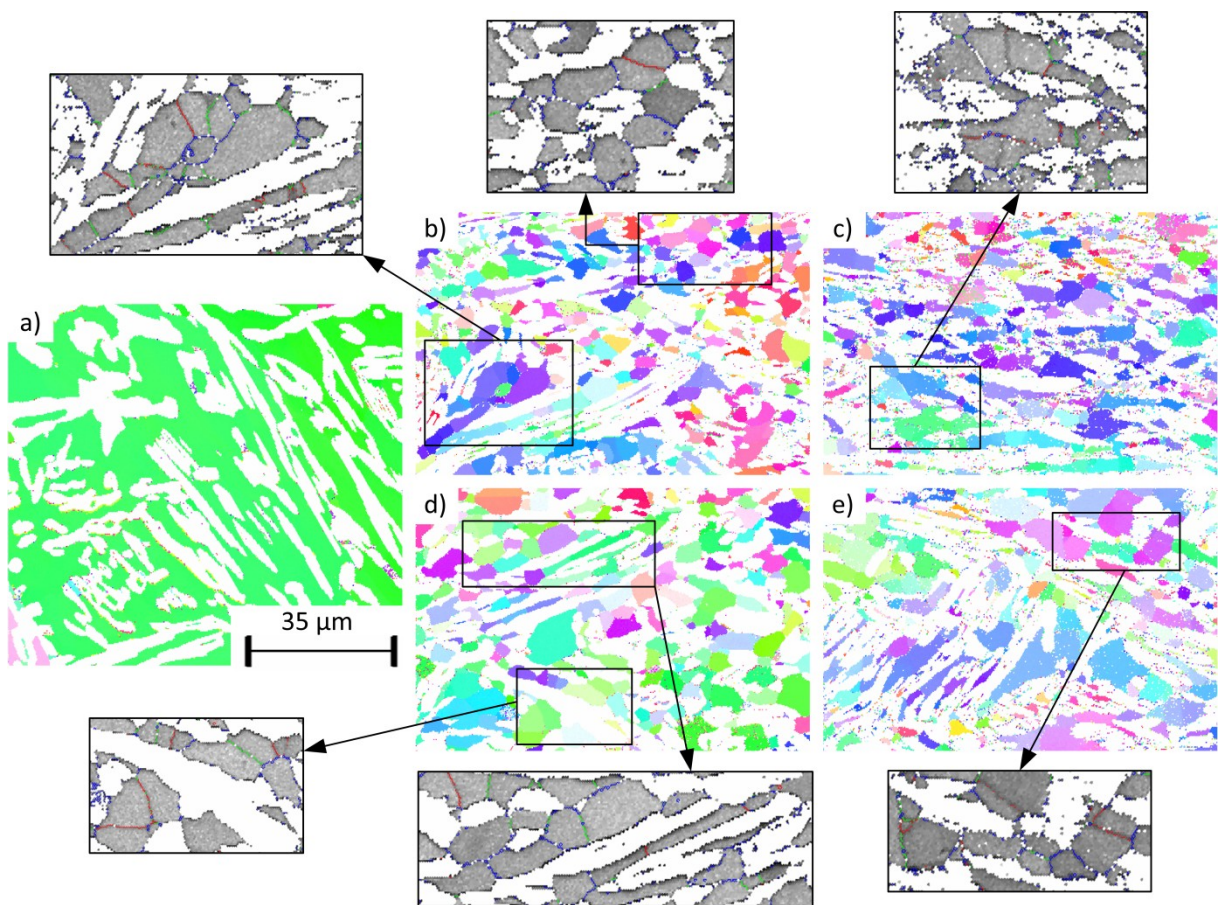


Abb. 5.19: Aus EBSD-Messungen an der Ti-41Al-Legierung generierte Orientierungskarten der β_o -Phase nach Kurzeitlagerung bei 1200 °C (a) sowie nach Umformung bei 1150 °C mit Dehnraten von 0.005 s^{-1} (b) und 0.05 s^{-1} (c) und bei 1200 °C mit 0.005 s^{-1} (d) und 0.05 s^{-1} (e). Für einzelne Bereiche sind vergrößert Korngrenzenkarten gezeigt.

In der γ -Phase können neben den länglichen Körnern, in welchen in-situ Rekristallisation abläuft, auch vermehrt globular ausgebildete Körner gefunden werden. In **Abb. 5.18a** ist ein solcher Bereich hervorgehoben. Die dazugehörige Korngrenzenkarte (**Abb. 5.18c**) beweist, dass diese Körner von Großwinkelkorngrenzen umrandet sind und innerhalb der Körner keine Kleinwinkelkorngrenzen detektiert wurden, was auf eine gewöhnliche dynamische Rekristallisation hindeutet. Diese Tatsache ist so begründbar, dass sich durch den hohen β_o -

Gehalt in der Legierung die γ -Phase nicht frei verformen kann. Da das Gefüge eine nahezu durchgängige β_0 -Matrix besitzt, wird ein Großteil der von außen aufgebracht Spannung von dieser Matrix aufgenommen. Ein Teil der γ -Körner dreht sich in diesem Fall lediglich in günstigere Positionen (z.B. senkrecht zur Verformungsrichtung) und zeigt bei weiterer Verformung Erholungsvorgänge. In anderen γ -Körnern wird aufgrund der guten Verformbarkeit der γ -Phase der kritische Umformgrad für das Einsetzen von Rekristallisation erreicht. Für eine eindeutige Klärung der ablaufenden Erholungs- und Rekristallisationsprozesse wären vor allem bei dieser Legierung phasenaufgelöste in-situ-Untersuchungen erforderlich.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass in beiden untersuchten Legierungen sowohl die β_0 - als auch die γ -Phase an der Verformung teilnehmen. Bei der Legierungsvariante mit 41 at.% Al bildet β_0 die Matrix und nimmt daher einen größeren Anteil der Spannungen auf. Die Legierung mit 45 at.% Al besitzt dagegen eine γ -Matrix, welche der Hauptträger der aufgebracht Spannungen ist. In beiden Phasen können Entfestigungsvorgänge beobachtet werden, wobei in der β_0 -Phase starke Erholung und in der γ -Phase vermehrt Rekristallisation stattfindet. In der γ -Phase wurden bei allen Proben kleine, globulare Körner detektiert, welche durch Großwinkelkorngrenzen abgeteilt sind. Der Anteil dieser ist jedoch abhängig von den Umformparametern und vom vorliegenden β_0 -Gehalt. Daraus kann geschlossen werden, dass im γ -TiAl vor allem dynamische Rekristallisationsprozesse für die gemessene Entfestigung in der Fließkurve verantwortlich sind. Gestützt wird diese Beobachtung durch die Tatsache, dass in der Legierungsvariante mit höherem γ -Anteil (Ti-45Al) nach Erreichen des Fließkurvenmaximums die Fließspannung stärker abfällt. Wie in Kapitel 5.1.2 beschrieben wurde, ist dieser Abfall der Spannung auf die Entfestigung durch Rekristallisationsvorgänge zurückzuführen. In verschiedenen Arbeitsgruppen wurden zumeist γ -TiAl-Basiswerkstoffe im $(\alpha/\alpha_2 + \gamma)$ oder $(\alpha/\alpha_2 + \beta_0 + \gamma)$ Phasenfeld untersucht, wobei auch diese berichten, dass in der γ -Phase während der Warmumformung bevorzugt Rekristallisation abläuft [3,26,49].

5.2 Ergebnisse aus der Simulation

5.2.1 Ergebnisse des Sellars-Tegart-Modells

Die berechneten Fließkurven wurden den experimentell bestimmten Fließkurvendaten, welche aus Umrechnung von Kraft bzw. Längenänderung nach Gl. (2.1) und (2.2) entstanden, gegenübergestellt. Aus Gründen der Vergleichbarkeit wurden für die Simulation nur die Daten der beiden Legierungen herangezogen, die aus der Verformung im $(\beta_0 + \gamma)$

Phasengebiet (vernachlässigbare Anteile an α_2) entstammen. Wie auch aus **Abb. 5.4** hervorgeht, besteht die Ti-41Al-Legierung bei 1150 °C und 1200 °C aus konstanten Anteilen an β_0 und γ . Die Ti-45Al-Legierung setzt sich dagegen bis 1250 °C aus konstanten β_0 - und γ -Gehalten zusammen. Folglich wurden die Berechnungen bei der Ti-41Al-Legierung mit einer 3×2-Matrix (3 Dehnraten, 2 Umformtemperaturen), bei der Ti-45Al-Legierung mit einer 3×3-Matrix (3 Dehnraten, 3 Temperaturen) durchgeführt. Das ST-Modell erlaubt eine gute Beschreibung der experimentellen Fließkurvendaten beider Legierungen. Mit Hilfe des Modelles kann sowohl der Verfestigungs- als auch der Entfestigungsbereich der Fließkurven mit ausreichender Genauigkeit beschrieben werden (**Abb. 5.20**).

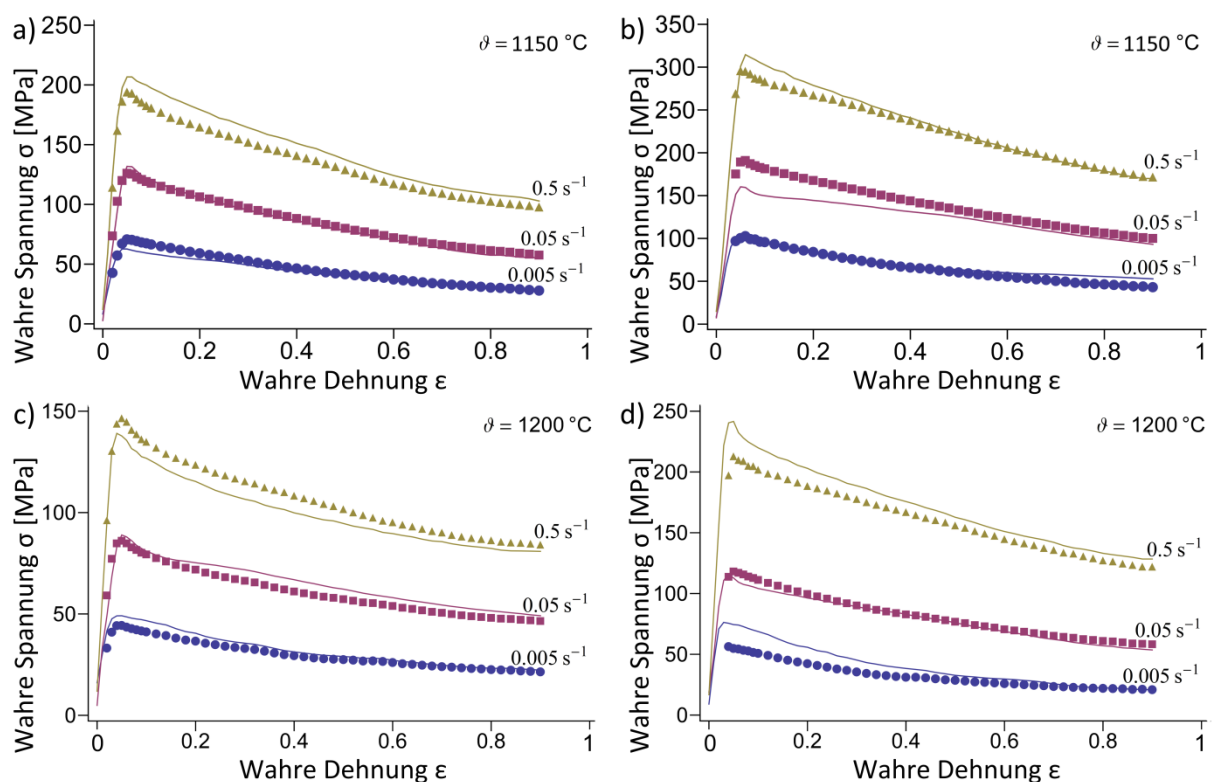


Abb. 5.20: Experimentell bestimmte (durchgezogene Linie) bzw. aus dem ST-Modell (Markierungen) berechnete Fließkurven der Ti-41Al-Legierung (a,c) und Ti-45Al-Legierung (b,d) nach Umformung bei 1150 °C (a,b) und 1200 °C (c,d) mit unterschiedlichen Dehnraten.

Der Nachteil dieses Verfahrens besteht darin, dass die Berechnungen nur für den experimentell bestimmten Datensatz, aus welchem die Konstitutivgleichung abgeleitet wurde, eine gute Näherung liefern. Bei einer Extrapolation zu höheren Dehnungswerten versagt das Modell, wie in **Abb. 5.21** dargestellt ist. Im Allgemeinen ist eine Extrapolierbarkeit zu höheren Dehnungen von großer Bedeutung, wenn die berechneten Fließkurven als Eingabedaten für Finite-Elemente-Simulationen verwendet werden sollen. Es

empfehlte sich dann zu einem anderen Modell, beispielsweise zu jenem nach *Hensel und Spittel*, überzugehen.

Unter Verwendung von Gl. (4.9) konnten die Aktivierungsenergien Q für jeden Dehnungsschritt ε bestimmt werden. In **Abb. 5.22** sind die Aktivierungsenergien beider Legierungen in Abhängigkeit der Dehnung ε dargestellt. Es ist ersichtlich, dass die Aktivierungsenergien einen ähnlichen Verlauf wie die Fließkurven selbst zeigen. Zu Beginn steigen die Energiewerte an, bis ein Maximum erreicht wird. Danach sinken die Werte kontinuierlich, im gemessenen Dehnungsbereich wird jedoch keine Sättigung erreicht. Beim Endumformgrad $\varepsilon = 0.9$ beträgt die Aktivierungsenergie Q der Ti-41Al-Legierung $266.99 \text{ kJmol}^{-1}$, die der Ti-45Al-Legierung $553.23 \text{ kJmol}^{-1}$. Wie aus **Abb. 5.20** hervorgeht, wurde bei der Legierungsvariante mit 45 at.% Al, welche den geringeren β_0 -Gehalt aufweist, die höhere Fließspannung gemessen. Mit steigendem β_0 -Phasenanteil sinken die Aktivierungsenergie der Verformung und folglich auch die aufzubringende Fließspannung. Daher muss neben den Parametern der Warmumformung auch der Anteil an β_0 im Gefüge genau eingestellt werden, um eine gute Verformbarkeit bzw. ein optimiertes Endgefüge zu gewährleisten. Bei Kenntnis der Aktivierungsenergien lässt sich unter Verwendung von Gl. (2.3) für verschiedene Dehnraten $\dot{\varepsilon}$ - Temperatur T - Wertepaare der *Zener-Hollomon*-Parameter Z berechnen.

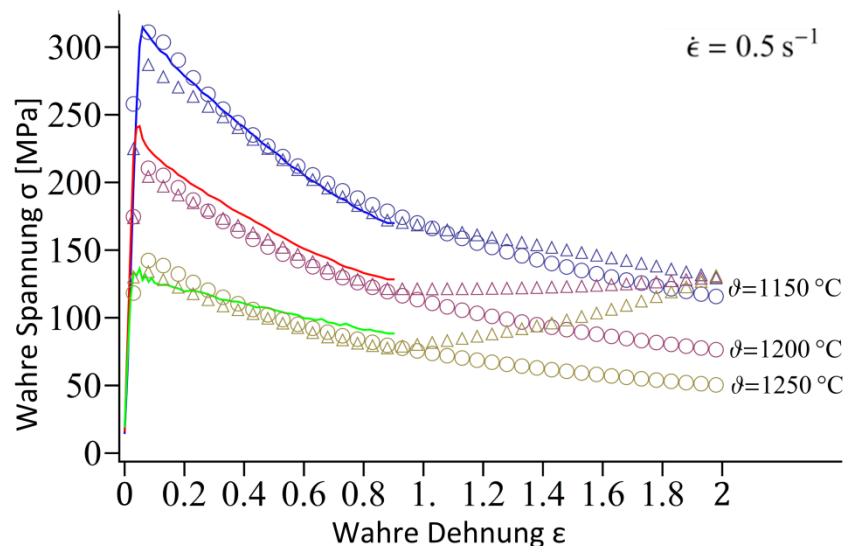


Abb. 5.21: Darstellung der experimentell bestimmten Fließkurven (durchgezogene Linie) sowie der aus dem ST-Modell (dreieckige Symbole) und dem HS-Modell (runde Symbole) berechneten Fließkurven der Ti-45Al-Legierung für eine konstante Dehnraten von 0.5 s^{-1} bei unterschiedlichen Umformtemperaturen.

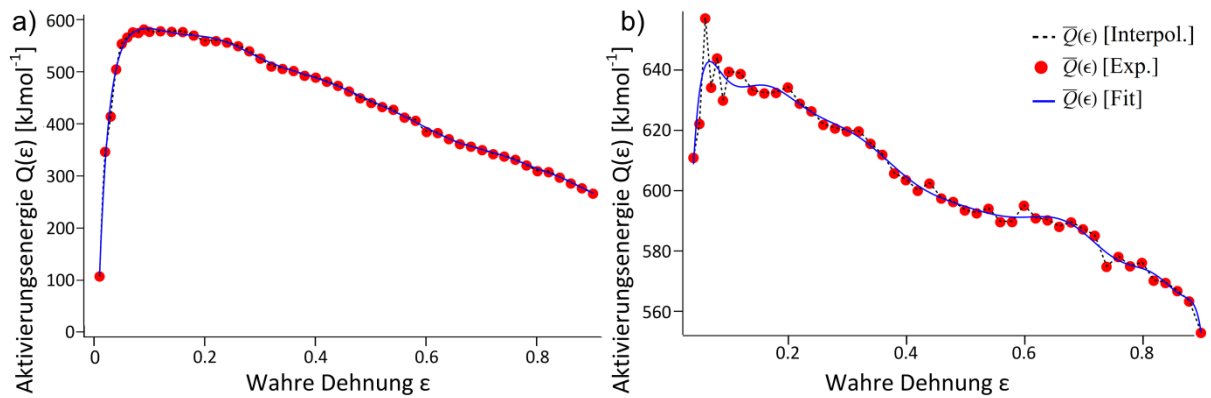


Abb. 5.22: Aktivierungsenergien Q in Abhängigkeit der Dehnung ε für die beiden Legierungen a) Ti-41Al und b) Ti-45Al.

5.2.2 Ergebnisse des Hensel-Spittel-Modells

Die Berechnungen wurden auch beim HS-Modell bei der Ti-41Al-Legierung mit einer 3×2 -Matrix (3 Dehnraten, 2 Umformtemperaturen) und bei der Ti-45Al-Legierung mit einer 3×3 -Matrix (3 Dehnraten, 3 Temperaturen) durchgeführt. Die aus dem HS-Modell berechneten Fließkurven wurden in weiterer Folge mit den experimentellen Daten verglichen, wobei die Ergebnisse in **Abb. 5.23** dargestellt sind.

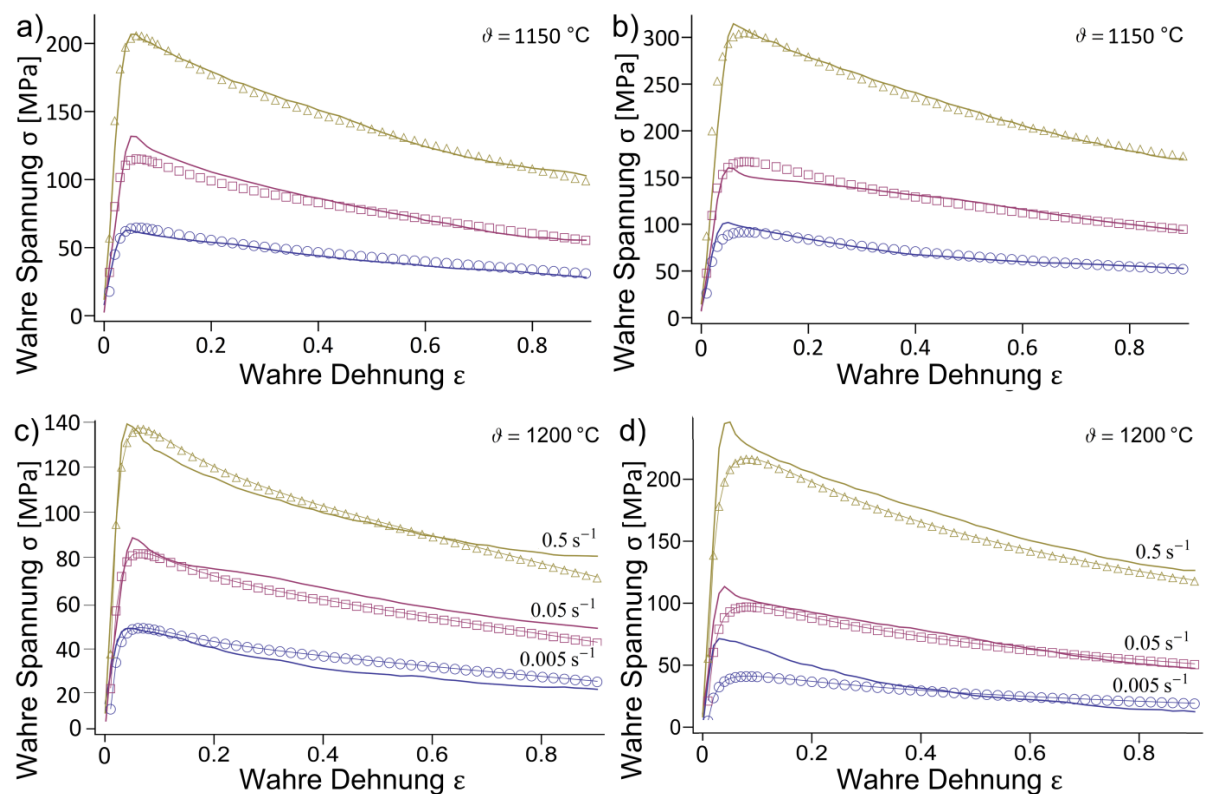


Abb. 5.23: Experimentell bestimmte (durchgezogene Linie) bzw. aus dem HS-Modell (Symbole) berechnete Fließkurven der Legierungen Ti-41Al (a,c) und Ti-45Al (b,d) nach Umformung bei 1150 °C (a,b) und 1200 °C (c,d) mit verschiedenen Dehnraten.

Das HS-Modell bietet eine sehr gute Näherung für die Fließkurven im experimentellen Datenbereich. Die Verfestigung zu Beginn der Umformung, die darauffolgende Entfestigung sowie der Sättigungsbereich können durch die Fitfunktion beschrieben werden. Der Vorteil dieses Fließkurvenansatzes besteht darin, dass dieser auch für die Extrapolation zu höheren Dehnungswerten verwendet werden kann (**Abb. 5.21** und **Abb. 5.24**). Damit sind die berechneten Fließkurven als Eingabedaten für eine Finite-Elemente-Umformsimulation geeignet. Ein weiterer Vorteil gegenüber dem ST-Modell ist die einfache programmtechnische Umsetzbarkeit. Die Berechnung sämtlicher HS-Parameter (A_0 und m_1 bis m_8) ist in einem Schritt durch einen nichtlinearen Flächenfit durchführbar, wodurch der Programmcode (siehe Anhang B) deutlich kürzer gehalten werden kann. In **Tab. 5.1** sind die berechneten Parameter der HS-Fitfunktion (Gl. (4.12)) für beide Legierungen zusammengefasst.

Tab. 5.1: Parameter der HS-Fitfunktion für die beiden Legierungen Ti-41Al und Ti-45Al.

Parameter	Einheit	Ti-41Al	Ti-45Al
A_0	[MPas]	2303990	377820
m_1	[°C ⁻¹]	-0.00872333	-0.00622528
m_2	[-]	-0.437465	-0.196918
m_3	[-]	0.916574	-1.24363
m_4	[-]	-0.0241143	-0.0192131
m_5	[°C ⁻¹]	0.00267539	-0.000253714
m_7	[-]	-2.0393	-0.172619
m_8	[°C ⁻¹]	-0.000578847	0.00130777

Mit dem HS-Modell wurden sowohl 2D- als auch 3D-Diagramme erstellt, welche die Abhängigkeit der Fließspannung σ von den Umformparametern beinhalten. Die Berechnungen mit diesem Modell verdeutlichen, wie aus **Abb. 5.24** ersichtlich ist, dass die Fließspannung bei höheren Dehnraten und tieferen Temperaturen stark ansteigt. Bei allen Umformparametern liegt die Fließspannung der Ti-45Al-Legierung aufgrund des geringeren β_0 -Gehaltes höher als bei der Legierungsvariante mit 41 at.% Al.

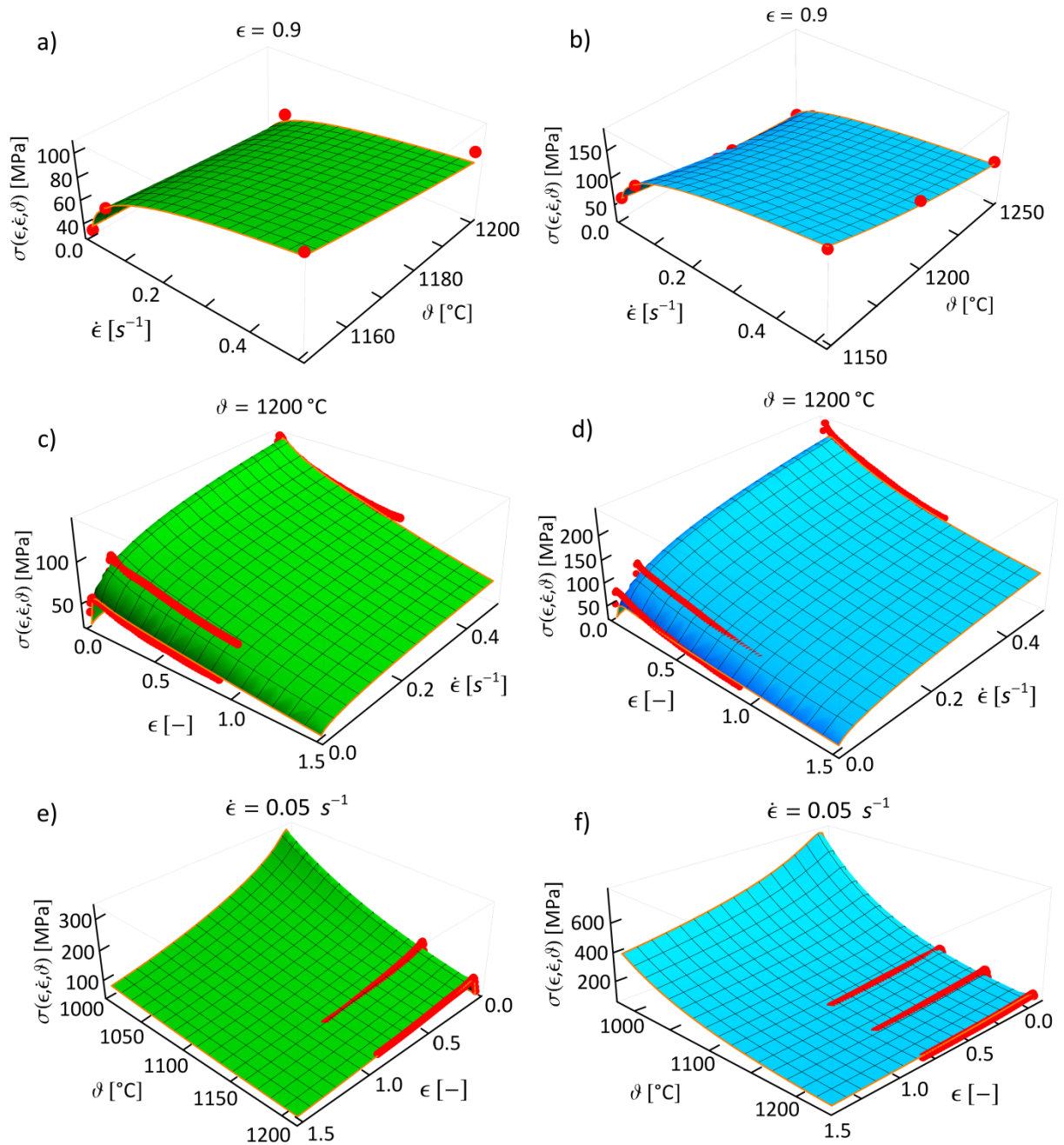


Abb. 5.24: Darstellung der nach dem HS-Modell berechneten Fließspannungsflächen $\sigma(\epsilon, \dot{\epsilon}, T)$ der Legierungen Ti-41Al (a,c,e) und Ti-45Al (b,d,f) für konstante Dehnungswerte ϵ (a,b), konstante Umformtemperaturen T (c,d) und konstante Dehnraten $\dot{\epsilon}$ (e,f) und Vergleich mit dem Experiment.

5.3 Verknüpfung von Experiment und Simulation

Im letzten Teil der Arbeit erfolgte die Zusammenführung der experimentell bestimmten rekristallisierten Korngröße mit dem berechneten *Zener-Hollomon*-Parameter. Dazu konnte ein Potenzgesetz der Form $d_{\text{Rxx}} = k \cdot Z^{-m}$ (Gl. 2.4) aufgestellt werden. Die rekristallisierte Korngröße d_{Rxx} wurde hierfür durch die Korngrößenkarten aus den EBSD-Messungen

bestimmt. Für die Auswertung wurden ausschließlich die rekristallisierten γ -Korngrößen herangezogen, da durch die EBSD-Messungen gezeigt werden konnte, dass hauptsächlich die γ -Phase rekristallisiert. In der β_0 -Phase laufen, wie in Kapitel 5.1.3 beschrieben, vor allem Erholungsvorgänge ab. Der *Zener-Hollomon-Parameter* $Z(\dot{\epsilon}, T)$ konnte gemäß Gl. (2.3) über die Aktivierungsenergie der Verformung (aus dem ST-Modell errechnet) beim Endumformgrad $\epsilon = 0.9$ für unterschiedliche Dehnraten-Temperatur-Paarungen berechnet werden.

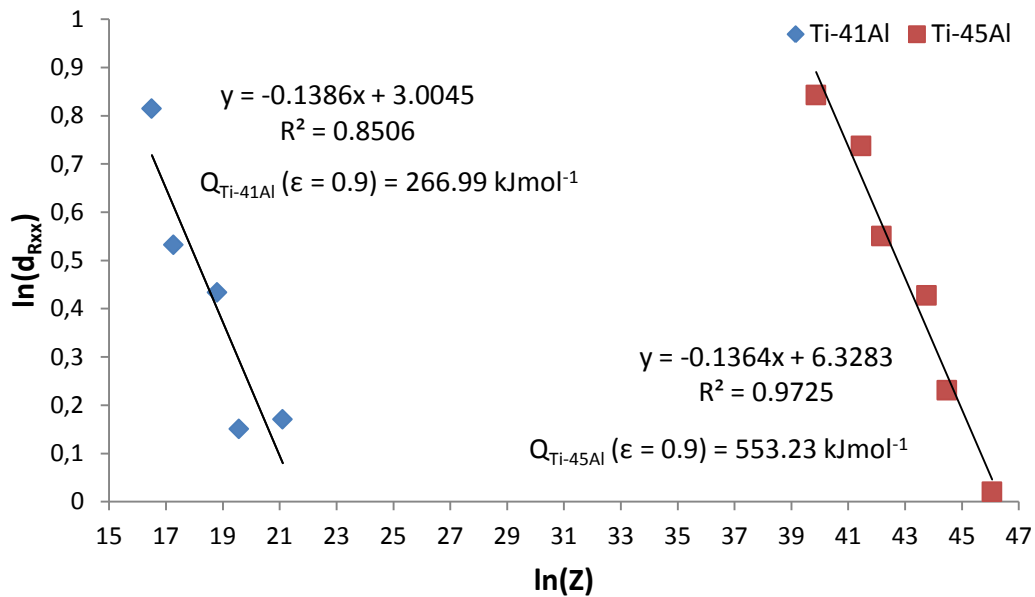


Abb. 5.25: Verknüpfung der dynamisch rekristallisierten γ -Korngröße d_{Rxx} mit dem *Zener-Hollomon-Parameter* Z (berechnet aus den angegebenen Aktivierungsenergien für unterschiedliche $\dot{\epsilon}$ - T -Paarungen) für die beiden Legierungen Ti-41Al und Ti-45Al.

Bei doppeltlogarithmischer Auftragung der rekristallisierten Korngröße über den *Zener-Hollomon-Parameter* ergibt sich gemäß Gl. 2.4 ein linearer Zusammenhang, welcher in **Abb. 5.25** gezeigt ist. Die Steigung m der Geraden entspricht dabei einer materialspezifischen Konstante und beträgt für beide Legierungen -0.14 . In der Literatur werden für verschiedene γ -TiAl-Basislegierungen ähnliche Werte berichtet [26].

6 Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit war es, das Umformverhalten von zwei sich im Al-Gehalt unterscheidenden, hoch β_0 -haltigen γ -TiAl-Mo-Legierungen zu untersuchen. Verschiedene Arbeitsgruppen haben in den vergangenen Jahren das Verformungsverhalten von γ -TiAl-Basislegierungen erforscht. Zumeist handelte es sich dabei um Umformungen im Zweiphasengebiet ($\alpha/\alpha_2 + \gamma$) oder im Dreiphasengebiet ($\alpha/\alpha_2 + \beta + \gamma$). In der Literatur finden sich hingegen bislang wenige Informationen bezüglich der Warmumformung von Legierungen mit hohem Gehalt an geordnetem β_0 . In der vorliegenden Arbeit wurde daher das Gefüge zweier γ -TiAl-Basislegierungen mit den nominellen Zusammensetzungen Ti-41Al-3Mo-0.5Si-0.1B (kurz: Ti-41Al) und Ti-45Al-3Mo-0.5Si-0.1B (Ti-45Al) nach Hochtemperaturverformung charakterisiert. Hierfür wurden isotherme Druckversuche an einem Gleeble[®] 3500-Simulator bei 1150 °C, 1200 °C, 1250 °C und 1300 °C mit Dehnraten von 0.005 s⁻¹, 0.05 s⁻¹ und 0.5 s⁻¹ bis zu einer wahren Dehnung von 0.9 durchgeführt. Zusätzlich erfolgte eine Untersuchung des Fließverhaltens, wobei die experimentell aufgezeichneten Warmfließkurven durch zwei unterschiedliche Modelle mathematisch beschrieben wurden.

Eine an beiden Legierungen durchgeführte Wärmebehandlungsstudie diente zur Charakterisierung des Gefüges direkt vor der Verformung, wobei die Glühtemperaturen jenen aus den Umformversuchen entsprachen. Es wurden dabei sowohl Kurzzeit- als auch Langzeitauslagerungen (5 bzw. 60 min) durchgeführt. Die 5-minütige Wärmebehandlung spiegelt den Zustand direkt vor der Umformung wider, die 60-minütige Auslagerung stellt einen gleichgewichtsnahen Zustand dar. Die Gefüge der Ausgangszustände, der wärmebehandelten sowie der verformten Proben wurden am REM betrachtet. Komplementär dienten XRD- und EBSD-Messungen zur Bestimmung der Phasenanteile. Aus den EBSD-Untersuchungen konnten überdies Rückschlüsse auf das dynamische Erholungs- bzw. Rekristallisationsverhalten der Legierungen gezogen werden.

Durch die Wärmebehandlungen konnte gezeigt werden, dass das Gefüge erst nach erfolgter Langzeitauslagerung in einem gleichgewichtsnahen Zustand vorliegt, wohingegen sich das Gefüge bei der Umformung im Ungleichgewicht befindet. Die beiden untersuchten Legierungen setzen sich von Raumtemperatur bis 1200 °C (Ti-41Al) bzw. 1250 °C (Ti-45Al) aus den Phasen β_0 -TiAl, γ -TiAl und sehr geringen Anteilen an α_2 -Ti₃Al zusammen. Aus Gründen der Vergleichbarkeit erfolgte die Modellierung des Fließverhaltens für beide Legierungen in dem Temperaturbereich konstanter Phasenanteile.

Während der Hochtemperaturverformung wurden Fließkurven (Auftragung von Fließspannung gegen Umformgrad) aufgezeichnet. Bei beiden Legierungen weisen die Fließkurven ähnliche Verläufe auf. Dennoch legen es die durchgeführten EBSD-Messungen nahe, dass im Gefüge unterschiedliche Mechanismen für das Fließverhalten verantwortlich sind. Während die γ -Phase in beiden Legierungen rekristallisiert, laufen in der β_o -Phase, welche eine hohe Stapelfehlerenergie besitzt, hauptsächlich starke Erholungsvorgänge (in-situ Rekristallisation) ab. Für eine eindeutige Klärung dessen, ob Erholung oder Rekristallisation in den einzelnen Phasen für die auftretende Entfestigung verantwortlich ist, müssten phasenaufgelöste in-situ-Synchrotronuntersuchungen während der Umformung durchgeführt werden.

Die Umformversuche haben gezeigt, dass die Wahl der Umformparameter einen wesentlichen Einfluss auf die Verformbarkeit und auf die Qualität des Endgefüges hat. Je höher die Dehnrates und je niedriger die Umformtemperatur sind, umso kleiner sind auch die gemessenen Korngrößen. Allerdings steigt dann die Fließspannung stark an. Ferner spielt der Gehalt an β_o -TiAl, der bei Umformtemperatur im Gefüge vorliegt, eine entscheidende Rolle. Mit steigendem β_o -Phasenanteil sinken die Aktivierungsenergie der Verformung und folglich auch die aufzubringende Fließspannung. Deswegen wurden bei der Legierungsvariante mit 45 at.% Al, welche den geringeren β_o -Gehalt aufweist, bei allen betrachteten Umformparametern die höheren Fließspannungen gemessen.

Im zweiten Teil der Arbeit wurden die experimentell aufgezeichneten Fließkurven durch das *Sellars-Tegart*- sowie durch das *Hensel-Spittel*-Modell beschrieben. Für den Datenbereich, in welchem die Versuche durchgeführt wurden, erlauben beide Modelle eine genaue Reproduktion der Fließspannungen. Sowohl die Verfestigung als auch die Entfestigung werden mit ausreichender Genauigkeit wiedergegeben. Für eine Extrapolation zu Dehnungswerten außerhalb der experimentellen Werte ($\epsilon > 0.9$) ist jedoch nur das Modell nach *Hensel-Spittel* geeignet. Mit Hilfe des *Sellars-Tegart*-Modells erfolgte über die Berechnung der Aktivierungsenergie der Verformung die Bestimmung des *Zener-Hollomon*-Parameters $Z(\dot{\epsilon}, T)$ beim Endumformgrad. Abschließend konnte der *Zener-Hollomon*-Parameter mit der experimentell bestimmten, rekristallisierten Korngröße über ein Potenzgesetz verknüpft werden. Dieses Gesetz stellt somit ein Bindeglied zwischen den durchgeführten Versuchen und der mathematischen Modellierung des Fließverhaltens dar.

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche haben gezeigt, wie wichtig ein gründliches Studieren des Umformverhaltens, vor allem bei neuen Werkstoffen, ist. Eine Variation der chemischen Zusammensetzung eines Materials hat einen großen Einfluss auf die Umformbarkeit. Sowohl die Phasenanteile, welche bei der Umformung im Gefüge

vorliegen, als auch die Umformparameter selbst müssen für eine bestmögliche Verformbarkeit exakt eingestellt werden. Erst durch die genaue Kenntnis der Prozesse, welche während der Umformung im Material ablaufen, wird eine kostengünstige Verarbeitung mit konventionellen Verfahren ermöglicht. Durch die Umformung können außerdem gezielt mechanische Eigenschaften bzw. die Gefüge der Werkstoffe für unterschiedliche Anwendungen eingestellt werden. Die Optimierung der Umformprozesse spielt daher eine entscheidende Rolle in der Entwicklung von neuen, innovativen Werkstoffen für komplexe Bauteile.

7 Literaturverzeichnis

- [1] H. Clemens, S. Mayer, Design, Processing, Microstructure, Properties, and Applications of Advanced Intermetallic TiAl Alloys, *Advanced Engineering Materials*. 15 (2013) 191–215.
- [2] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallische γ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht – eine Fortsetzung, *Praktische Metallographie*. 48 (2011) 64–100.
- [3] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, Wiley-VHC, Weinheim, Deutschland, 2011.
- [4] W. Wallgram, T. Schmoelzer, L. Cha, G. Das, V. Güther, H. Clemens, Technology and mechanical properties of advanced γ -TiAl based alloys, *International Journal of Materials Research*. 100 (2009) 1021–1030.
- [5] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, A. Bartels, Design of Novel β -Solidifying TiAl Alloys with Adjustable β/β_2 -Phase Fraction and Excellent Hot-Workability, *Advanced Engineering Materials*. 10 (2008) 707–713.
- [6] M. Schloffer, *Gefüge und Eigenschaften der intermetallischen TNM-Legierung*, Dissertation, Montanuniversität Leoben, Österreich, 2013.
- [7] F. Appel, R. Wagner, Microstructure and deformation of two-phase γ -titanium aluminides, *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 22 (1998) 187–268.
- [8] H. Clemens, T. Schmoelzer, M. Schloffer, E. Schwaighofer, S. Mayer, G. Dehm, Physical Metallurgy and Properties of β -solidifying TiAl Based Alloys, *Materials Research Society Symposium Proceedings*. 1295 (2011) 95–100.
- [9] C. Leyens, M. Peters, *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VHC, Weinheim, Deutschland, 2003.
- [10] M. Takeyama, S. Kobayashi, Physical metallurgy for wrought gamma titanium aluminides, *Intermetallics*. 13 (2005) 993–999.
- [11] T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, T. Lippmann, P. Staron, A. Stark, H. Clemens, The effect of Si on phase fractions and transition temperatures of a TiAl-Mo alloy, *Annual Report, Desy, Hamburg, Deutschland*, 2010.
- [12] U. Hecht, V. Witusiewicz, A. Drevermann, J. Zollinger, Grain refinement by low boron additions in niobium-rich TiAl-based alloys, *Intermetallics*. 16 (2008) 969–978.

- [13] B.J. Inkson, C.B. Boothroyd, C.J. Humphreys, Boron segregation in a (Fe,V,B) TiAl based alloy, *Journal de Physique IV*. 3 (1993) 397–402.
- [14] D. Gosslar, Kornfeinung borhaltiger Hochtemperatur-Leichtbaulegierungen auf Basis der intermetallischen Phase γ -TiAl, Dissertation, Technischen Universität Hamburg-Harburg, Deutschland, 2012.
- [15] T.T. Cheng, Mechanism of grain refinement in TiAl alloys by boron addition - an alternative hypothesis, *Intermetallics*. 8 (2000) 29–37.
- [16] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer-Verlag, Berlin, Deutschland, 2007.
- [17] R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas, D. Juul Jensen, M.E. Kassner, et al., Current issues in recrystallization: A review, *Materials Science and Engineering A*. 238 (1997) 219–274.
- [18] H. Clemens, Vorlesung "Metallkunde 1," Montanuniversität Leoben, Österreich, 2011.
- [19] E. Hornbogen, G. Eggeler, E. Werner, *Werkstoffe*, Springer-Verlag, Berlin, Deutschland, 2009.
- [20] O. Dahl, F. Pawlek, Kornordnung und Kornwachstum bei Walzblechen, *Zeitschrift Für Metallkunde*. 28 (1936) 266–271.
- [21] K. Lange, *Umformtechnik*, Springer-Verlag, Berlin, Deutschland, 2002.
- [22] G. Hug, A. Loiseau, P. Veyssiere, Weak-Beam Observation of a Dislocation Transition in TiAl, *Philosophical Magazine A*. 57 (1988) 499.
- [23] J.P. Hirth, J. Lothe, *Theory of Dislocations*, Krieger, Melbourne, Australien, 1992.
- [24] R. Doege, B.A. Behrens, *Handbuch Umformtechnik*, Springer-Verlag, Berlin, Deutschland, 2007.
- [25] W. Roberts, B. Ahlblom, A nucleation criterion for dynamic recrystallization during hot working, *Acta Metallurgica*. 26 (1978) 801–813.
- [26] H.Y. Kim, W.H. Sohn, S.H. Hong, High temperature deformation of Ti – (46 – 48) Al – 2W intermetallic compounds, *Materials Science and Engineering A*. 251 (1998) 216–225.
- [27] G.W.H. Höhne, W. Hemminger, H.J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, Springer-Verlag, Berlin, Deutschland, 1996.
- [28] BTU Cottbus, Materialkennwerteermittlung, <http://www.tu-cottbus.de/fakultaet3/de/fuegetechnik/lehrstuhl/leistungsangebot/pruefen.html>, (2014).

- [29] M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, G. Hawranek, F. Schimansky, F. Pyczak, H. Clemens, The Characterisation of a Powder Metallurgically Manufactured TiAlTM Titanium Aluminide Alloy Using Complimentary Quantitative Methods, *Praktische Metallographie*. 48 (2011) 594–604.
- [30] A. Gaitzenauer, M. Müller, H. Clemens, P. Voigt, R. Hempel, S. Mayer, Eigenschaftsoptimiertes Warmumformen einer intermetallischen Titanaluminid-Legierung, *BHM*. 157 (2012) 319–322.
- [31] L. Spiess, G. Teichert, R. Schwarzer, *Moderne Röntgenbeugung: Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, Deutschland, 2009.
- [32] S. Weiß, Vorlesung “Grundlagen der Elektronenmikroskopie - Rasterelektronen-Timikroskopie 4 - EBSD,” Universität Duisburg-Essen, Deutschland, 2010.
- [33] E. Boehm-Courjault, Vorlesung “Electron Backscatter Diffraction - Prinziple and Applications,” École polytechnique fédérale de Lausanne, Schweiz, 2014.
- [34] C. Kirchlechner, A. Hohenwarter, Vorlesung “Metallkundliche Arbeitsverfahren,” Montanuniversität Leoben, Österreich, 2012.
- [35] G. Lloyd, SEM Electron Back Scatter Diffraction, Summer School, Leeds, England, 2010.
- [36] L. Spiess, Vorlesung “Einführung Bedienung REM XL30,” TU Ilmenau, Deutschland, 2012.
- [37] Oxford-Instruments, EBSD analysis of TiAl alloys for texture and interphase boundary analysis, (2006).
- [38] S.R. Dey, E. Bouzy, A. Hazotte, EBSD characterisation of massive γ nucleation and growth in a TiAl-based alloy, *Intermetallics*. 14 (2006) 444–449.
- [39] R. Werner, Laufende Dissertation, Montanuniversität Leoben, Österreich, 2014.
- [40] C.M. Sellars, W.J. McTegart, On the mechanism of hot deformation, *Acta Metallurgica*. 14 (1966) 1136–1138.
- [41] R. Werner, E. Schwaighofer, M. Schloffer, H. Clemens, J. Lindemann, S. Mayer, Constitutive analysis and microstructure evolution of the high- temperature deformation behavior of an advanced intermetallic multi-phase γ -TiAl-based alloy, *Advanced Materials Research*. 922 (2014) 807–812.
- [42] A. Hensel, T. Spittel, *Kraft- und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren*, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Deutschland, 1978.

- [43] M. El Mehtedi, F. Musharavati, S. Spigarelli, Modelling of the flow behaviour of wrought aluminium alloys at elevated temperatures by a new constitutive equation, *Materials and Design*. 54 (2014) 869–873.
- [44] N.S. Viii, S.B. Heidelberg, Part 2: Non-ferrous Alloys - Light Metals, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011.
- [45] E. Macherauch, H.W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffprüfung*, Vieweg+Teubner, Wiesbaden, Deutschland, 2011.
- [46] M.A. Morris, Y.G. Li, Deformation mechanisms and slip transfer in a Ti-44Al-2Mo alloy, *Materials Science and Engineering: A*. 197 (1995) 133–145.
- [47] H.Z. Niu, Y.Y. Chen, S.L. Xiao, F.T. Kong, C.J. Zhang, High temperature deformation behaviors of Ti-45Al-2Nb-1.5V-1Mo-Y alloy, *Intermetallics*. 19 (2011) 1767–1774.
- [48] T. Sakai, H. Miura, A. Goloborodko, O. Sitdikov, Continuous dynamic recrystallization during the transient severe deformation of aluminum alloy 7475, *Acta Materialia*. 57 (2009) 153–162.
- [49] V. Seetharaman, S.L. Semiatin, Influence of temperature transients on the hot workability of a two-phase gamma titanium aluminide alloy, *Metallurgical and Materials Transactions A*. 27 (1996) 1987–2004.

Anhang A

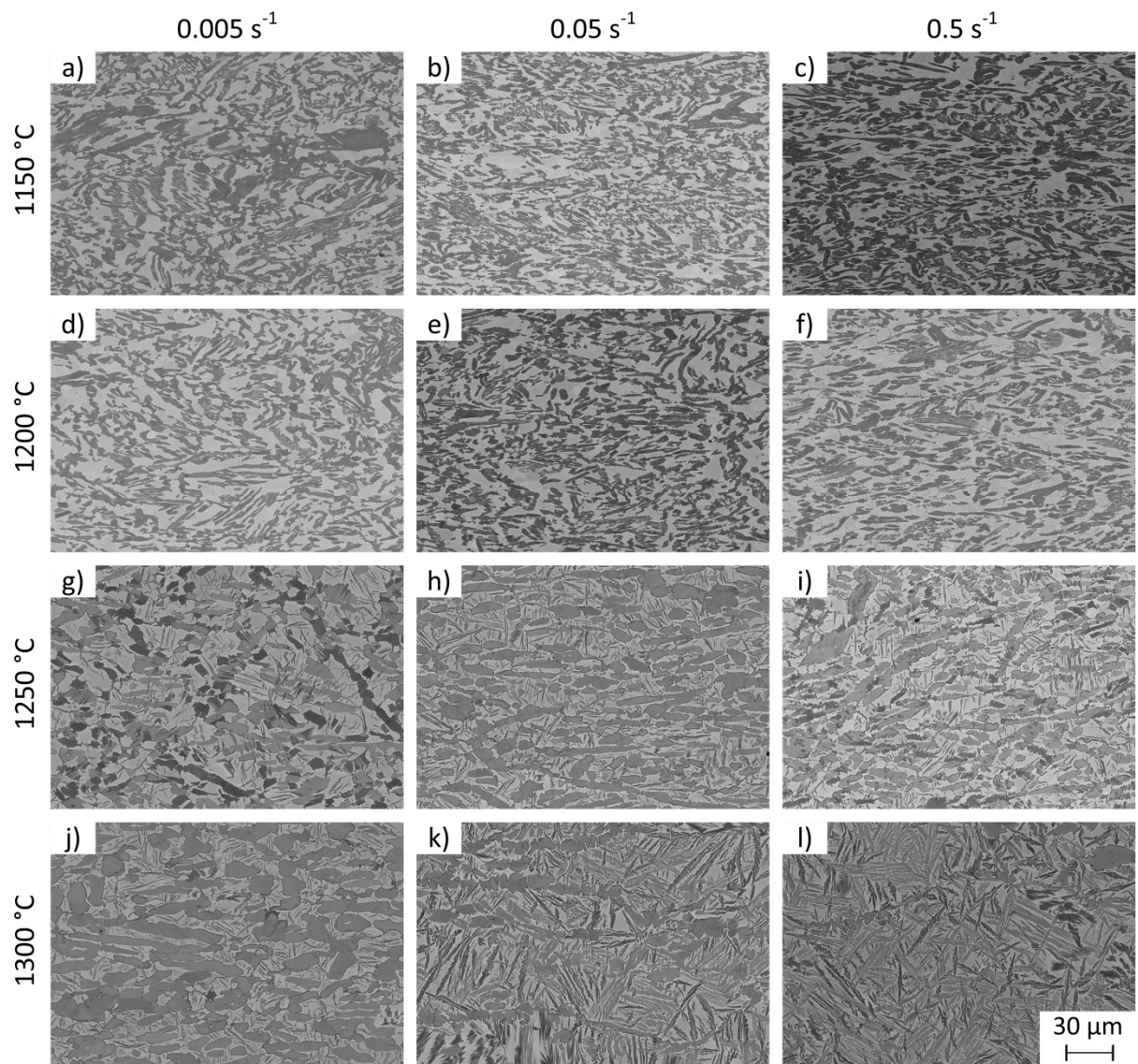


Abb. 1: REM-Aufnahmen (BSE-Modus) der Ti-41Al-Legierung nach Umformung bei 1150 °C , 1200 °C , 1250 °C und 1300 °C mit Dehnraten von 0.005 s^{-1} , 0.05 s^{-1} und 0.5 s^{-1} .

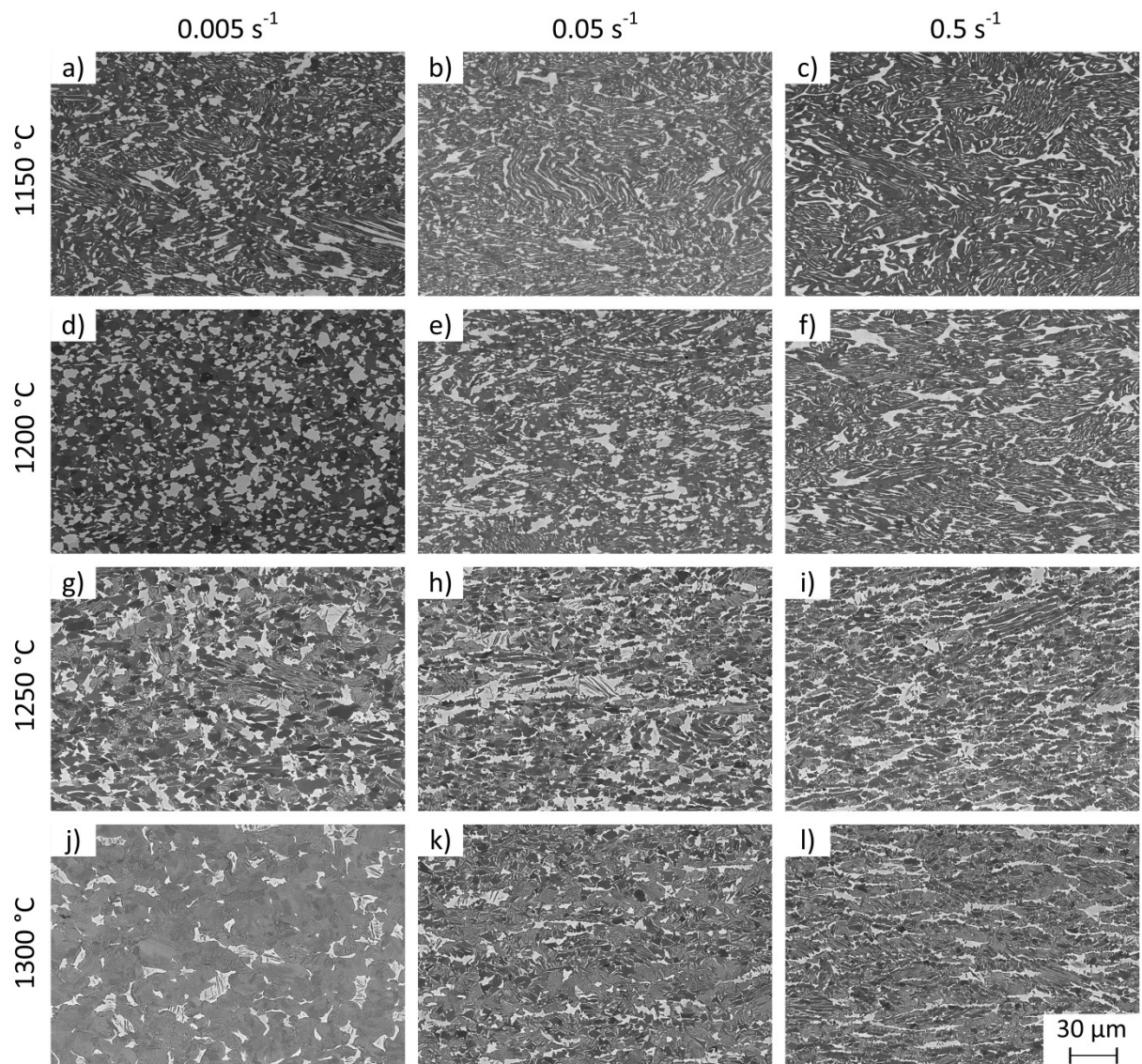


Abb. 2: REM-Aufnahmen (BSE-Modus) der Ti-45Al-Legierung nach Umformung bei $1150 \text{ }^\circ\text{C}$, $1200 \text{ }^\circ\text{C}$, $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ mit Dehnraten von 0.005 s^{-1} , 0.05 s^{-1} und 0.5 s^{-1} .

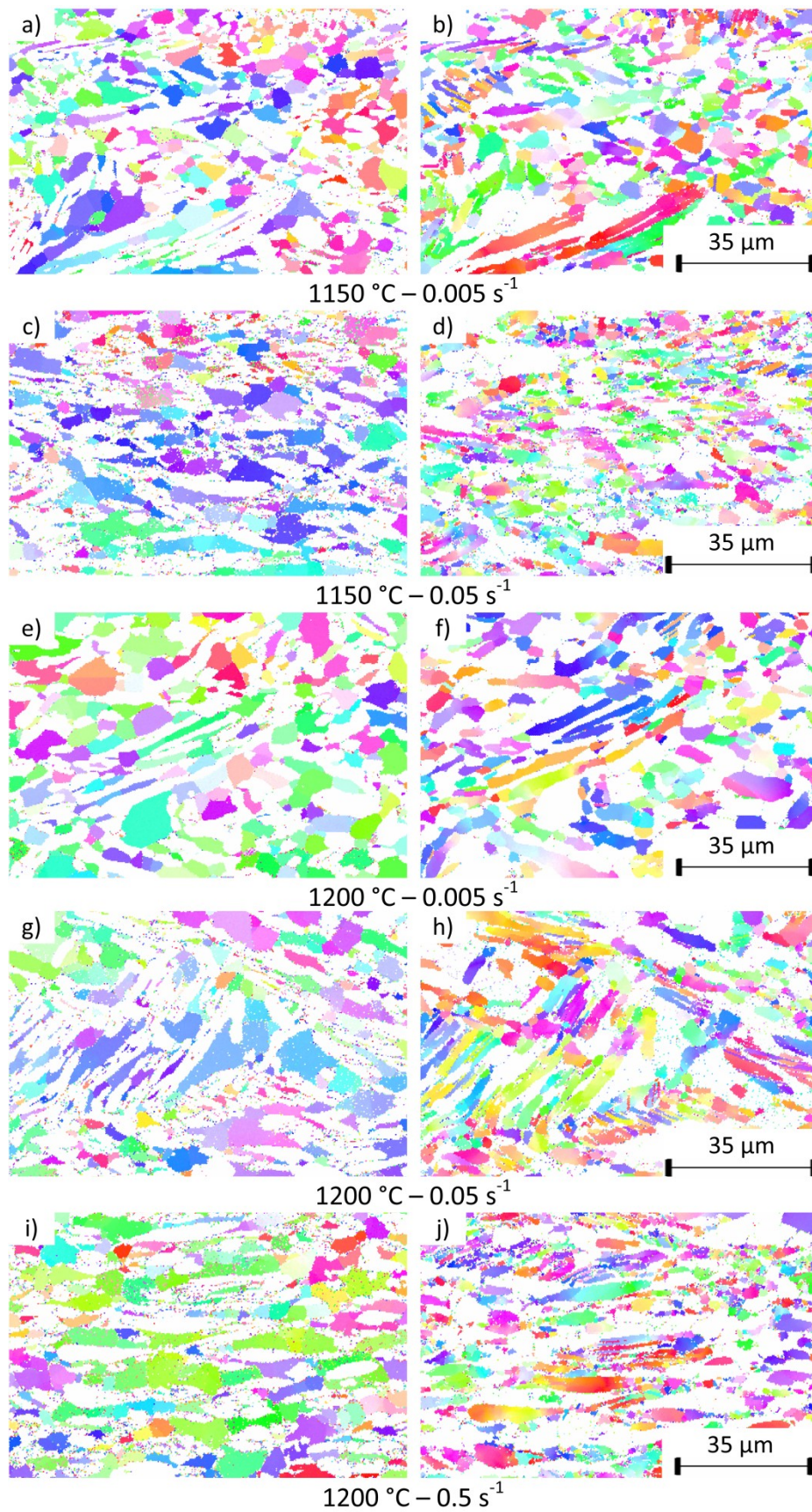


Abb. 3: Aus EBSD-Messungen generierte Orientierungskarten der Ti-41Al-Legierung für die β_0 -Phase (a,c,e,g,i) und für die γ -Phase (b,d,f,h,j) nach Umformung mit den angegebenen Parametern.

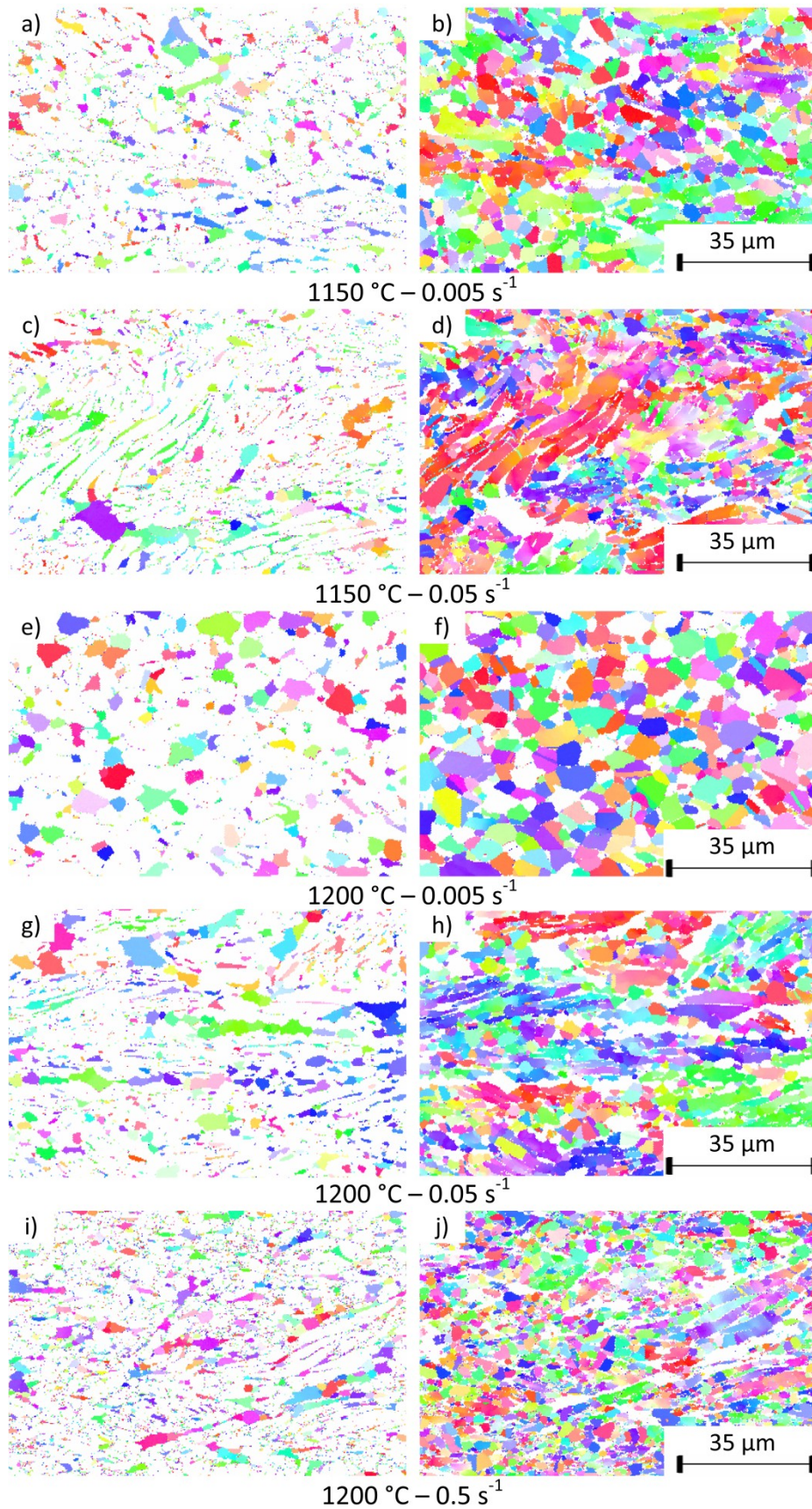


Abb. 4: Aus EBSD-Messungen generierte Orientierungskarten der Ti-45Al-Legierung für die β_0 -Phase (a,c,e,g,i) und für die γ -Phase (b,d,f,h,j) nach Umformung mit den angegebenen Parametern

Anhang B

Programmcode

Anhang C

„Gefügecharakterisierung intermetallischer γ -TiAl-Legierungen nach Hochtemperaturverformung“

Autoren:

F. Godor, R. Werner, J. Lindemann, H. Clemens, S. Mayer

Erschienen in:

Prakt. Met. Sonderband 46 (2014) 113-118.

GEFÜGECHARAKTERISIERUNG INTERMETALLISCHER γ -TiAl- LEGIERUNGEN NACH HOCHTEMPERATURVERFORMUNG

F. Godor*, R. Werner*, J. Lindemann**, H. Clemens*, S. Mayer*

*Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, Leoben, Österreich

**GfE Fremat GmbH, Freiberg, Deutschland

KURZFASSUNG

In der vorliegenden Arbeit wurde das Gefüge zweier intermetallischer γ -TiAl-Basislegierungen, welche sich in der chemischen Zusammensetzung im Al-Gehalt unterscheiden, nach Hochtemperaturverformung analysiert. Zur Untersuchung des dynamischen Rekristallisationsverhaltens dieser Legierungen wurden isotherme Umformversuche an einem Gleeble®3500-Simulator durchgeführt. Die Experimente erfolgten im Temperaturbereich von 1150 °C bis 1300 °C mit Dehnraten von 0.005 s⁻¹, 0.05 s⁻¹ und 0.5 s⁻¹ bis zu einer wahren Dehnung von 0.9. Die verformten Gefügezustände, insbesondere die dynamisch rekristallisierten Korngrößen der mehrphasigen Legierungen, wurden mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) und Rückstreuungselektronenbeugung (engl. Electron Back Scatter Diffraction, EBSD) charakterisiert. Die aus den Versuchen erhaltenen rekristallisierten Korngrößen konnten mit dem aus einer Simulation berechneten Zener-Hollomon-Parameter über ein Potenzgesetz verknüpft werden.

1. EINLEITUNG

In den letzten beiden Jahrzehnten wurde für Anwendungen in der Automobil- und Luftfahrtindustrie vermehrt an neuen Leichtbauwerkstoffen, wie den intermetallischen TiAl-Basislegierungen, geforscht. Diese zeichnen sich durch eine geringe Dichte, eine hohe spezifische Festigkeit sowie durch günstige Korrosions- und Oxidationseigenschaften aus. Aufgrund der Sprödigkeit stellte die Herstellung durch konventionelle Umformverfahren lange Zeit eine Herausforderung für den Einsatz von TiAl-Bauteilen dar [1,2]. Daher ist es von besonderem Interesse, das Materialverhalten bei Warmumformung zu studieren. Erst ein fundiertes Verständnis der Umformprozesse – sowohl auf mikroskopischer als auch auf makroskopischer Ebene – ermöglicht eine wirtschaftliche Verarbeitung mit optimierten Parametern.

In verschiedenen Arbeitsgruppen wurde das Verformungsverhalten von zumeist dreiphasigen γ -TiAl-Legierungen untersucht. In der Literatur finden sich hingegen bislang wenige Informationen bezüglich der Warmumformung von Legierungen mit hohem β_0 -Gehalt [3,4]. Im Rahmen dieser Arbeit wurde daher das Gefüge zweier TiAl-Legierungen mit den nominellen Zusammensetzungen Ti-41Al-3Mo-0.5Si-0.1B und Ti-45Al-3Mo-0.5Si-0.1B (in at.%) nach Hochtemperaturverformung untersucht. Bei Raumtemperatur setzen sich die Legierungen aus den drei Phasen β_0 -TiAl, γ -TiAl und α_2 -Ti₃Al (sehr geringer Anteil) zusammen. In dieser Arbeit wurde das Fließverhalten durch Analysieren der Fließkurven untersucht und das Gefüge nach der Warmumformung charakterisiert.

2. CHARAKTERISIERUNG DES WARMUMFORMVERHALTENS

2.1 EXPERIMENTELLES

Die beiden γ -TiAl-Basislegierungen mit den nominellen Zusammensetzungen Ti-41Al-3Mo-0.5Si-0.1B (kurz: Ti-41Al) sowie Ti-45Al-3Mo-0.5Si-0.1B (Ti-45Al) wurden mittels Vakuumlichtbogenumschmelzen und anschließendem Abguss in Permanentkokillen (durchgeführt bei GfE Metalle und Materialien GmbH in Deutschland) hergestellt. Diese wurden zur Beseitigung von Gussporen zusätzlich bei 1210 °C und 200 MPa für 4 h heiß-isostatisch gepresst und im Ofen abgekühlt (Kühlrate $<8 \text{ Kmin}^{-1}$). Aus dem Material wurden rechteckige Proben ($20 \times 10 \times 10 \text{ mm}$) für eine Wärmebehandlungsstudie sowie zylinderförmige Proben mit einem Durchmesser von 10 mm und einer Länge von 15 mm für Warmumformversuche herausgearbeitet.

Die Umformversuche erfolgten mit einem Gleeble[®]3500-Simulator bei Umformtemperaturen von 1150 °C, 1200 °C, 1250 °C und 1300 °C mit Dehnraten von 0.005 s^{-1} , 0.05 s^{-1} und 0.5 s^{-1} bis zu einer wahren Dehnung von 0.9. Die Proben wurden über eine Widerstandsheizung mit 5 Ks^{-1} auf Umformtemperatur erhitzt, 300 s lang durchwärmt und danach im Vakuum bei 10^{-4} mbar verformt. Wahre Spannung-wahre Dehnung-Kurven resultierten aus der Umrechnung von gemessener Kraft und Verlängerung. Nach Erreichen des Endumformgrades wurde die Heizung abgeschaltet und die Proben in der Vakuumkammer gekühlt.

Eine an beiden Legierungen durchgeführte Wärmebehandlungsstudie diente zur Untersuchung des Gefüges direkt vor der Verformung. Die Proben wurden hierbei erwärmt, 5 bzw. 60 min ausgelagert (Kurz- bzw. Langzeitauslagerung) und anschließend mit Wasser abgeschreckt. Die Glühtemperaturen entsprachen dabei jenen aus den Umformversuchen (1150 °C, 1200 °C, 1250 °C und 1300 °C).

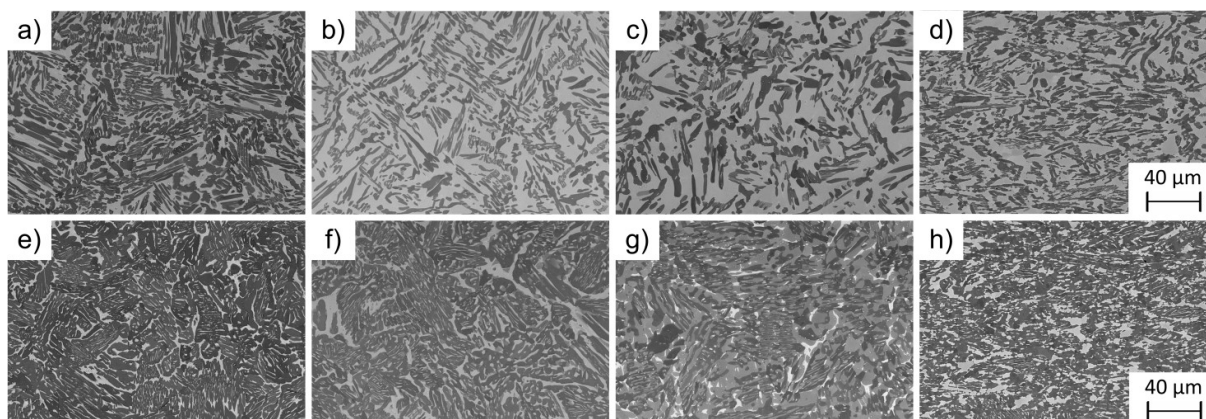


Abb. 1: REM-Bilder (im BSE-Modus) der beiden Legierungen Ti-41Al (a-d) und Ti-45Al (e-h). Vergleich der Ausgangszustände (a,e), der Kurzzeitauslagerungen bei 1200 °C (b,f), der Langzeitauslagerungen bei 1200 °C (c,g) und der Verformungsgefüge (d,h) nach Umformung bei 1200 °C mit einer Dehnrate von 0.05 s^{-1} (siehe Text).

Die Präparation sämtlicher Proben erfolgte für eine metallographische Charakterisierung gemäß [5]. Die Gefüge der Ausgangszustände, der wärmebehandelten sowie der verformten Proben wurden am REM Zeiss EVO 50 im Rückstreuелеktronenmodus (engl. Back Scattered Electrons, BSE) untersucht (Abb.1a-h). Röntgendiffraktometer- (engl. X-Ray Diffraction, XRD) und EBSD-Untersuchungen dienten zur Bestimmung der Phasenanteile. Aus den EBSD-Messungen konnten überdies Rückschlüsse auf das dynamische Rekristallisationsverhalten der Legierungen gezogen werden. In Abb. 2a-d sind exemplarisch Korngrößenkarten und die zugehörigen Korngrößenverteilungen zur Bestimmung der

rekristallisierten γ -Korngröße dargestellt. Alle weiteren Details der Versuchsdurchführungen können [6] entnommen werden.

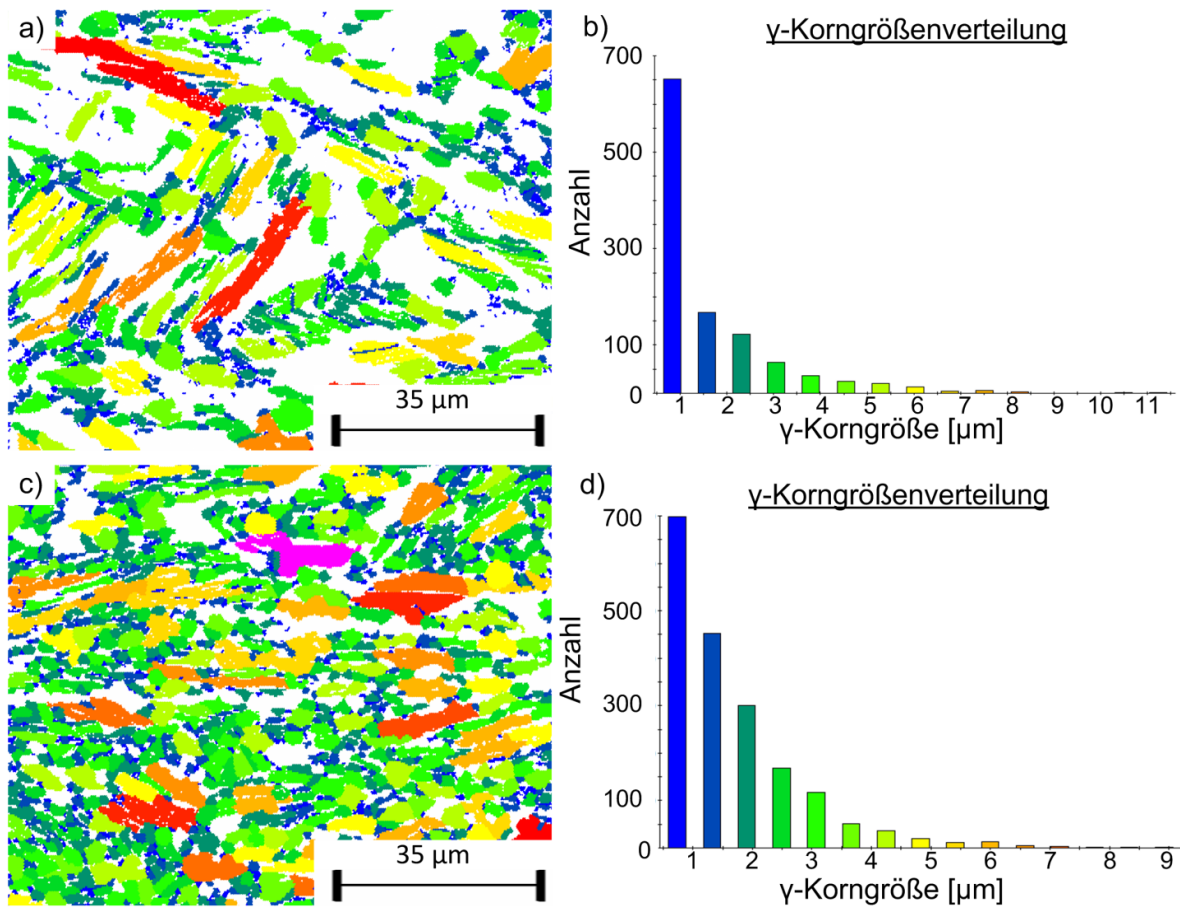


Abb. 2: Korngrößenverteilungen der Legierungen Ti-41Al (a,b) und Ti-45Al (c,d). EBSD-Messungen erfolgten an Gleeble-Proben nach Umformung bei 1200 °C mit 0.05 s^{-1} .

2.2 SIMULATION

In einem weiteren Teil der Arbeit erfolgte unter Verwendung einer Konstitutivanalyse eine mathematische Beschreibung der experimentell ermittelten Fließkurven. Hierfür wurde das Modell nach Sellars und Tegart (ST-Modell) [7], das auf einem Arrhenius-Ansatz beruht (Gl. 1), gewählt.

$$Z = Z(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T) = \dot{\varepsilon} \cdot e^{\frac{Q(\varepsilon)}{RT}} = f(\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)) = A(\varepsilon) \cdot \sinh(\alpha(\varepsilon) \cdot \sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T))^{n(\varepsilon)} \quad (1)$$

In dieser Gleichung steht Z für den Zener-Hollomon-Parameter als eine temperaturkompensierte Dehnrates, $\dot{\varepsilon}$ für die Dehnrates, $Q(\varepsilon)$ für die Aktivierungsenergie der Verformung, R für die ideale Gaskonstante, T für die Temperatur in [K] und $\sigma(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$ für die wahre Spannung. Die Parameter $A(\varepsilon)$, $\alpha(\varepsilon)$, $n(\varepsilon)$ sowie $Q(\varepsilon)$ sind vom jeweiligen Werkstoff abhängig und werden laut Gl. 1 für einen bestimmten Dehnungswert als konstant angenommen. Der aus dem Modell ermittelte Zener-Hollomon-Parameter $Z(\varepsilon, \dot{\varepsilon}, T)$ wurde in weiterer Folge über einen Potenzansatz (Gl. 2) mit der experimentell bestimmten, rekristallisierten γ -Korngröße d_{Rxx} korreliert, wobei der Exponent m eine materialspezifische Konstante darstellt:

$$d_{\text{Rxx}} = k \cdot Z^{-m} \quad (2)$$

3. RESULTATE UND DISKUSSION

3.1 WÄRMEBEHANDLUNGSSTUDIE

Durch die Wärmebehandlungen konnte gezeigt werden, dass das Gefüge erst nach erfolgter Langzeitauslagerung (60 min) in einem gleichgewichtsnahen Zustand vorliegt. Nach der Kurzeitauslagerung (5 min), welche den Zustand direkt vor Beginn der Warmumformung widerspiegelt, befindet sich das Gefüge im Ungleichgewicht. Die Phasenfraktionsverläufe beider Legierungen, die durch Synchrotronmessungen mit einer Aufheizrate von 2 Kmin^{-1} generiert wurden [8], entsprechen jenen der Kurzeitauslagerung.

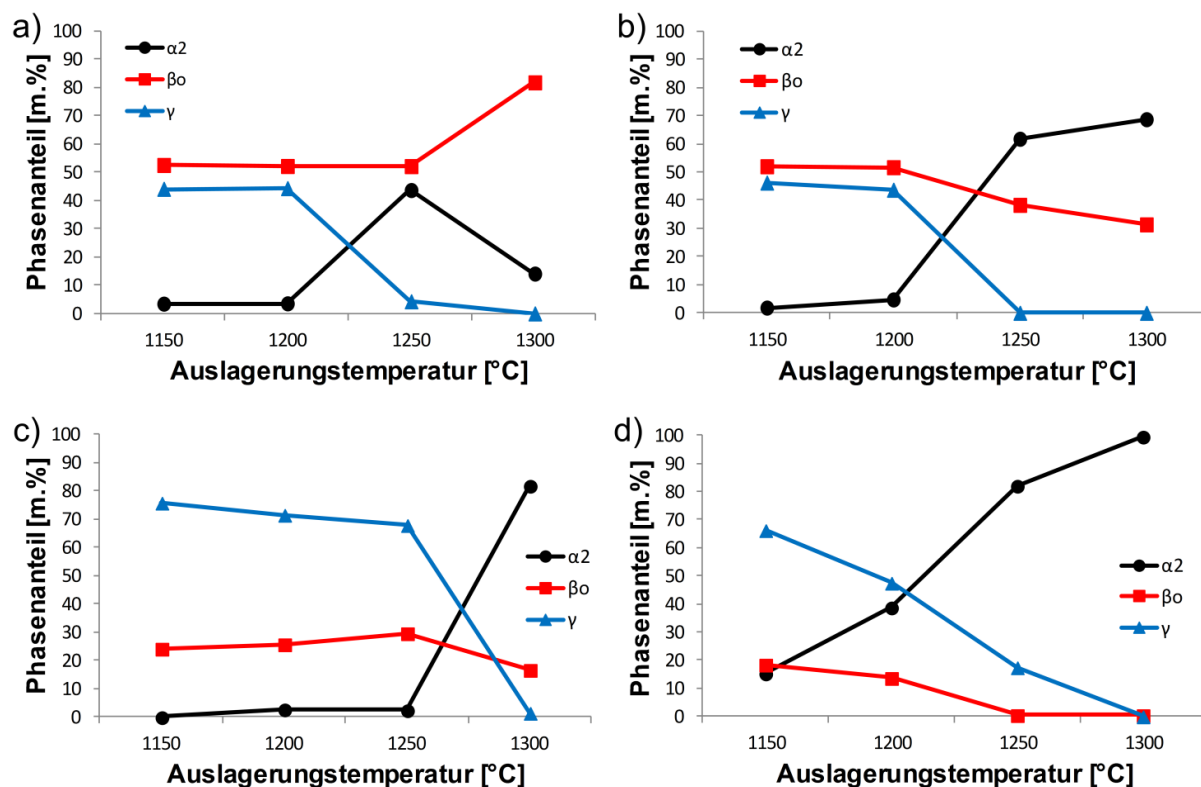


Abb. 3: Ergebnisse der Wärmebehandlungsstudie der Ti-41Al-Legierung (a,b) und Ti-45Al-Legierung (c,d) für Kurzeitauslagerungen (a,c) und Langzeitauslagerungen (b,d).

Wie aus Abb. 3 hervorgeht, sind die Unterschiede in den Phasenanteilen (Gleichgewicht/ Ungleichgewicht) umso größer, je höher die Auslagerungstemperatur ist. Bei beiden Legierungen kann mit zunehmender Temperatur ein stetiger Abfall im γ -Gehalt und ein Anstieg des α_2 -Gehaltes beobachtet werden. Das Gefüge ist bei der Legierung mit 41 at.% Al von Raumtemperatur bis 1200 °C, bei jener mit 45 at.% Al bis 1250 °C nahezu zweiphasig (Abb. 3a,c) und setzt sich aus den Phasen β_0 -TiAl, γ -TiAl und sehr geringen Anteilen an α_2 -Ti₃Al zusammen. Aus Gründen der Vergleichbarkeit erfolgte die Simulation der Fließkurven für beide Legierungen im Temperaturbereich konstanter Phasenanteile.

3.2 UMFORMVERSUCHE: VERGLEICH EXPERIMENT – SIMULATION

Beide untersuchten Legierungen weisen ein ähnliches Fließverhalten bei den betrachteten Umformparametern auf. Zu Beginn der Umformung verfestigt das Material, bis die Peakspannung erreicht ist. Danach kommt es zu einem Abfall der Fließspannung aufgrund einsetzender Erholungs- und Rekristallisationsvorgänge, die der Verfestigung entgegenwirken. Eine Analyse von Korngrenzenkarten aus EBSD-Messungen bestätigt, dass die dynamische Rekristallisation in beiden Legierungen bevorzugt in der γ -Phase abläuft, wie auch in [9] berichtet wird. Bei hohen Dehnungswerten wird eine Sättigung erreicht (konstante Fließspannung), wenn Verfestigung und Entfestigung im Gleichgewicht stehen. Die dynamisch rekristallisierte γ -Korngröße konnte mit Hilfe von Korngrößenkarten bestimmt werden, wie dies in Abb. 2 für eine Verformung bei 1200 °C mit einer Dehnrates von 0.05 s^{-1} gezeigt ist. Die gemessenen Korngrößen sind dabei umso kleiner, je größer die Umformgeschwindigkeit bzw. je kleiner die Umformtemperatur ist. Für eine gute Verformbarkeit bzw. ein optimiertes Endgefüge müssen die Parameter der Warmumformung genau eingestellt werden. Ferner spielt der Gehalt an β_0 -TiAl bei Umformtemperatur eine wesentliche Rolle. Mit steigendem β_0 -Phasenanteil sinken die Aktivierungsenergie der Verformung und folglich auch die aufzubringende Fließspannung. Wie aus Abb. 4 hervorgeht, wurde bei der Ti-45Al-Legierung, welche den geringeren β_0 -Gehalt aufweist, die höhere Fließspannung gemessen.

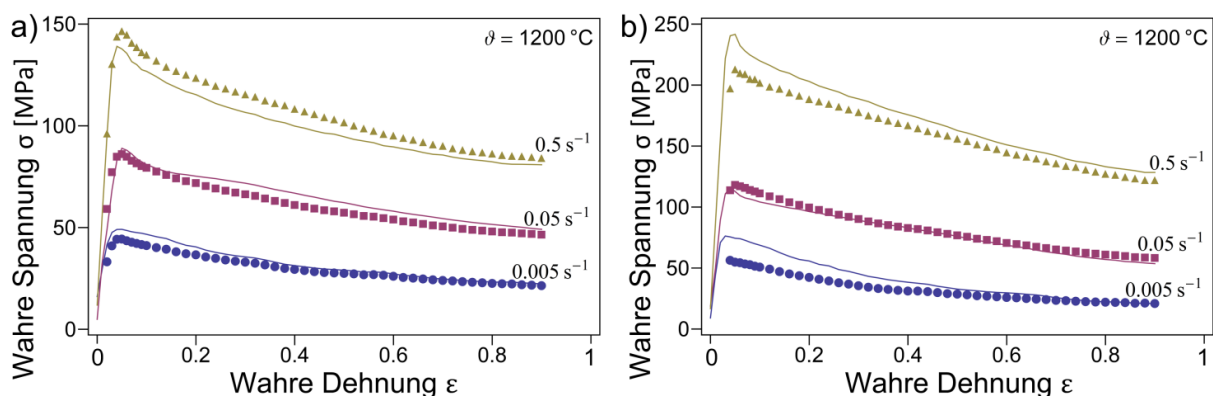


Abb. 4: Vergleich der experimentellen Fließkurven (durchgezogene Linien) mit den aus der Simulation ermittelten (einzelne Markierungen) für a) Ti-41Al und b) Ti-45Al bei 1200 °C und unterschiedlichen Dehnrates (0.5 s^{-1} , 0.05 s^{-1} , 0.005 s^{-1}).

Das ST-Modell erlaubt, wie in Abb. 4 dargestellt, eine gute Beschreibung der aufgenommenen Fließkurven innerhalb des experimentellen Dehnungsbereiches (bis $\epsilon = 0.9$). Bei höheren Dehnungen empfiehlt es sich hingegen zu einem anderen Modell, beispielsweise jenem nach Hensel und Spittel [10], überzugehen. Über Berechnung der Aktivierungsenergien der Verformung, welche in Abb. 5 angegeben sind, wurde der Zener-Hollomon-Parameter $Z(\dot{\epsilon}, T)$ gemäß Gl. 1 für den Endumformgrad $\epsilon = 0.9$ bestimmt. Dieser konnte mit der experimentell bestimmten, rekristallisierten γ -Korngröße d_{Rxx} über Gl. 2 verknüpft werden (Abb. 5). Die Steigung m , welche eine materialspezifische Konstante darstellt, beträgt für beide Legierungen -0.14 , wobei in der Literatur für verschiedene TiAl-Legierungen ähnliche Werte gefunden werden [3].

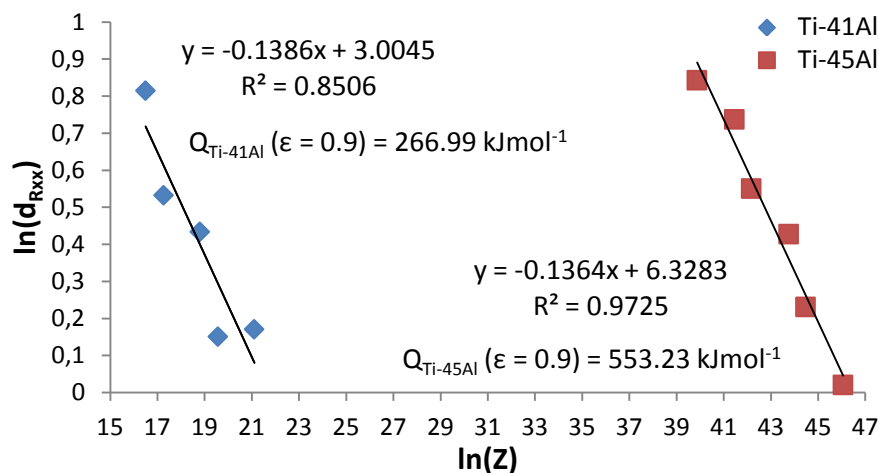


Abb. 5: Verknüpfung der dynamisch rekristallisierten γ -Korngröße mit dem Zener-Hollomon-Parameter (berechnet aus den angegebenen Aktivierungsenergien für unterschiedliche $\dot{\epsilon}$ -T-Paarungen) für die beiden Legierungen Ti-41Al und Ti-45Al.

4. ZUSAMMENFASSUNG

In dieser Arbeit wurde das Verformungsverhalten von zwei TiAl-Legierungen mit unterschiedlichen β_0 -Anteilen bei verschiedenen Umformparametern charakterisiert. Neben der Umformtemperatur und der Dehnratespielt vor allem der Anteil an β_0 -Phase für die Verformung eine entscheidende Rolle, da mit steigendem β_0 -Gehalt die Aktivierungsenergie sowie die aufzubringende Fließspannung für die Umformung gesenkt werden. Mit dem verwendeten Sellars-Tegart-Modell konnte das Fließverhalten der beiden Materialien beschrieben werden. Des Weiteren wurde ein Potenzgesetz aufgestellt, welches ein Bindeglied zwischen dem berechneten Zener-Hollomon-Parameter $Z(\epsilon, \dot{\epsilon}, T)$ und der experimentell bestimmten, rekristallisierten Korngröße (bei $\epsilon = 0.9$) darstellt.

LITERATUR

- [1] H. Clemens, S. Mayer, *Praktische Metallographie*. 48 (2011) 64–100.
- [2] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, Wiley-VHC, Weinheim, Deutschland, 2011.
- [3] H.Y. Kim, W.H. Sohn, S.H. Hong, *Materials Science and Engineering A*. 251 (1998) 216–225.
- [4] R. Werner, E. Schwaighofer, M. Schloffer, H. Clemens, J. Lindemann, S. Mayer, in: *Proc. Thermec, Las Vegas, USA, 2013*.
- [5] M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, G. Hawranek, F. Schimansky, F. Pyczak, H. Clemens, *Praktische Metallographie*. 48 (2011) 594–604.
- [6] F. Godor, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, Österreich, 2014.
- [7] C.M. Sellars, W.J. McTegart, *Acta Metallurgica*. 14 (1966) 1136–1138.
- [8] T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, T. Lippmann, P. Staron, A. Stark, H. Clemens, *Annual Report, Desy, Hamburg, Deutschland, 2010*.
- [9] T. Schmoelzer, K. Liss, C. Kirchlechner, S. Mayer, A. Stark, M. Peel, H. Clemens, *Intermetallics*. 39 (2013) 25–33.
- [10] A. Hensel, T. Spittel, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Deutschland, 1978.