

Montanuniversität Leoben

# Hochverformung von intermetallischen $\gamma$ -Titanaluminiden



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit dem Erich Schmidt Institut für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften durchgeführt.

Leoben, 06.06.2012

## **Eidesstattliche Erklärung**

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

## **Affidavit**

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

---

Datum

---

Unterschrift

## Danksagung

Diese Arbeit wäre ohne das Zutun und die Hilfe derjenigen Personen nicht möglich gewesen, bei denen ich mich im Folgenden von ganzem Herzen bedanken möchte.

Bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Helmut Clemens, für die Möglichkeit seit nun vier Jahren am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung (DMW) arbeiten zu können und so einen Einblick in die wissenschaftliche Arbeitsweise zu erhalten. Außerdem gilt ihm mein Dank, da er mir den Weg in die Werkstoffwissenschaft gewiesen und mich seither beinahe väterlich betreut hat.

Bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Reinhard Pippan, der es mir ermöglichte die vorliegende Arbeit in Kooperation mit dem Erich Schmidt Institut für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften (ESI) durchzuführen und mir half, jegliche Probleme der Hochverformung aus dem Weg zu räumen. Außerdem zeigte er mir, dass Wissen keine Grenzen kennt.

Bei Frau Dipl.-Ing. Dr. mont. Svea Mayer für ihre Betreuung aus dem Ausland.

Bei den Mitarbeitern des DMW, insbesondere Herrn Gerhard Hawranek, für seine Geduld, seinen Humor und die bemerkenswerten REM-Aufnahmen.

Bei den Mitarbeitern des ESI, insbesondere Herrn Dipl.-Ing. Peter Kutleša, der mir bei den High Pressure Torsion Versuchen mit Rat und Tat zur Seite stand und versuchte mich mit Kuchen aufzuheitern wenn etwas nicht funktionierte.

Bei Dipl.-Ing. Dr. mont. Thomas Schmölzer, der es durch sein Wissen, seinen dunkelschwarzen Humor und seine Gelassenheit immer wieder schaffte, mich auch an schwarzen Tagen durch interessante Gespräche, bei vielen Tassen Kaffee ( $\lim_{n \rightarrow \infty} (n)$ ) aufzuheitern.

Mein größter Dank gilt meiner Familie. Vor allen Dingen meinen Eltern, Ulrike und Ludwig Eidenberger, für eine wundervolle Kindheit, eine aufregende Jugend und das Gefühl jederzeit willkommen zu sein. Natürlich danke ich ihnen auch für ihre finanzielle und moralische Unterstützung in jeglicher Lebenssituation.

Ebenfalls möchte ich mich bei meinem Opa Erich Ruckerbauer bedanken, der mich seit Kindestagen an so vieles lehrte und sein unerschöpfliches Wissen über Geschichte, Geographie und vor allem Musik mit mir und meiner Schwester Lilli teilte. Unzählige schöne Erinnerungen verbinde ich mit ihm.

Meiner Oma Anna Ruckerbauer möchte ich an dieser Stelle ebenfalls danken, auch wenn sie diese Zeilen nicht mehr lesen kann. Ich danke ihr für ihre Fürsorge, ihre Gutherzigkeit und ihre unbegrenzte Nächstenliebe für alle Wesen dieser Erde.

Meiner Schwester Lilli (Dipl.-Ing. Dr.mont. Elisabeth Eidenberger) möchte ich besonders danken, da ich mit ihr die meisten Erinnerungen teile. Es waren zwei Königskinder die gemeinsam jegliche Abenteuer der Kindheit, der Jugend und der Studienzeit gemeinsam bestritten und so gelernt haben sich perfekt zu ergänzen.

*Ich, Munin, wecke Erinnerung,  
will Schlaf sie betäubend umranken.  
Ich, Hugin, erhalte feurig und jung,  
des schaffenden Odin Gedanken.*

Auch Dipl.-Ing. Dr.mont. Michael Schober gebührt ein Dank, da er mir bei jeglichen, mir unlösbar erscheinenden, computertechnischen Problemen aus der Klemme half.

Auch bei meinem besten Freund Christoph Turk (alias Schokobär) möchte ich mich bedanken. Danke für die vielen lustigen und arbeitssamen Tage am Institut, die Konzerte die wir gemeinsam besucht haben, die tiefgründigen Gespräche, die illuminierten Stunden in der Weinlaube und die symbioseartige Lerneinheit, die wir gemeinsam gebildet haben. (Tantrum!!)

Ein Dank geht auch an meine Freunde Lisa Berlinger, Birgit Grossmann, Sarah Poberger, Simeon Koch, Wilhelm Kubin, Anna Uray, Mary Unterweger, Katharina Gombotz und Sabine Schreiner. Sie haben mich unterstützt wenn das Leben mir böse Streiche spielte und mit mir gefeiert wenn es einen Anlass dazu gab (manchmal auch wenn es keinen Anlass gab).

Zu guter Letzt möchte ich mich bei meinem Freund Erwin Mach bedanken, der mich seit nun fast fünf Jahren durch mein Leben begleitet und mich durch seine Liebe jeden Tag aufs Neue überrascht und bezaubert.

Diese Arbeit sei all jenen Menschen gewidmet die ich liebe!

## Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis .....	I
Abbildungsverzeichnis .....	III
Tabellenverzeichnis .....	VI
Abkürzungsverzeichnis .....	VII
1. Einleitung und Zielsetzung .....	1
2. Grundlagen .....	2
2.1 Intermetallische $\gamma$ -Titanaluminide .....	2
2.2 TNM-Legierungssystem .....	3
2.2.1 Phasendiagramm einer TNM-Legierung .....	4
2.2.2 Erstarrung über die $\beta$ -Phase .....	5
2.2.3 Festphasenumwandlungen $\beta \rightarrow \alpha$ , $\alpha \rightarrow \gamma$ und Ordnungsumwandlung .....	6
2.2.4 Ausscheidung von $\gamma$ -Lamellen aus einem übersättigten $\alpha$ -Korn .....	8
2.2.5 Verformungsverhalten von $\gamma$ -Titanaluminiden .....	8
2.3 Hochverformung (Severe Plastic Deformation SPD) .....	10
2.3.1 High Pressure Torsion (HPT) .....	11
3. Experimentelles .....	13
3.1 Probenmaterial .....	13
3.1.1 Herstellung der Materialien .....	13
3.2 Probenvorbereitung für HPT .....	15
3.3 HPT .....	16
3.3.1 Stempel mit zylindrischer Vertiefung .....	16
3.3.2 Flache Stempel .....	18
3.4 Probenpräparation .....	20
3.4.1 Präparation für Rasterelektronenmikroskop (REM) .....	20
3.4.2 Elektrolytische Präparation für Nanohärtemessung .....	23
3.5 Lichtmikroskopie .....	24
3.6 Rasterelektronenmikroskopie .....	24
3.7 Quantitative Gefügeanalyse .....	24

---

3.8 Kleinlasthärtemessung.....	25
3.9 Nanohärtemessung .....	26
3.10 Überprüfung der Verformungslokalisierung an halbierten Proben .....	27
3.11 Röntgendiffraktometrie (XRD) und Rietveld-Analyse.....	27
4. Ergebnisse .....	30
4.1 Berechnete Scherung, Dehnung und Scherwinkel .....	30
4.2 TNM 1-Zustand.....	30
4.2.1 REM-Aufnahmen-TNM1.....	30
4.2.2 Überprüfung der Verformungslokalisierung an halbierten Proben.....	35
4.2.3 XRD und Rietveld-Analyse.....	36
4.2.4 Quantitative Gefügeanalyse .....	37
4.2.5 Mikrohärtemessung an TNM1 .....	38
4.2.6 Nanohärtemessungen zur Überprüfung der Verformungslokalisierung.....	39
4.3 TNM 2-Zustand.....	41
4.3.1 REM-Aufnahmen.....	41
4.3.2 Überprüfung der Verformungslokalisierung an halbierten Proben.....	43
4.3.3 XRD und Rietveld-Analyse.....	44
4.3.4 Quantitative Gefügeanalyse .....	45
4.3.5 Kleinlasthärtemessung.....	47
5. Diskussion .....	48
6. Zusammenfassung und Ausblick.....	53
7. Literaturverzeichnis .....	IX

## Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: L1 <sub>0</sub> - Kristallstruktur von $\gamma$ -TiAl [1] .....	2
Abbildung 2: Berechnetes Phasendiagramm und Phasenanteilsdiagramm einer TNM-Legierung nach [9, 10].....	4
Abbildung 3: Kristallstrukturen der auftretenden Raumtemperaturphasen a) $\alpha_2$ (DO <sub>19</sub> ) b) $\beta_0$ (B2) und c) $\gamma$ (L1 <sub>0</sub> ) [12].....	5
Abbildung 4: Schematische Darstellung der Festphasenumwandlung $\beta \rightarrow \alpha$ [16] .....	6
Abbildung 5: Links: Skizze eines HPT-Aufbaus; Rechts; Scherwinkel $\alpha$ und Drehwinkel $d\theta$ [33].....	11
Abbildung 6: REM-Aufnahme des Gefüges des Probenzustandes TNM1 bei Raumtemperatur: $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien, globulare $\gamma$ -Körner und $\beta_0$ -Phase .....	14
Abbildung 7: REM-Aufnahme des Gefüges des Probenzustandes TNM2 bei Raumtemperatur: Große $\alpha_2$ -Körner und kleine $\beta_0$ -Körner .....	15
Abbildung 8: Anlasskurve von S390 [35].....	17
Abbildung 9: Schematische Darstellung der HPT-Anordnung mit flache Stempel ...	18
Abbildung 10: Momentenverläufe während der HPT, der TNM1-Probenvariante.....	19
Abbildung 11: Momentenverläufe während der HPT, der TNM2- Probenvariante.....	20
Abbildung 12: Schneiden der verformten Proben für Mikrostrukturuntersuchungen .	21
Abbildung 13: Von links nach rechts: Unverformte Probe, durch HPT verformte Probe, aufgeklebte Probe, am Accutom-5 getrennte Probe .....	21
Abbildung 14: Probe mit Stahlklammer in Polyfast eingebettet .....	22
Abbildung 15: Im Photoshop bearbeitete REM-Aufnahme zur Phasenanteilsbestimmung mithilfe der Software Analysis .....	25
Abbildung 16: Position der Kleinlasthärteeindrücke .....	26
Abbildung 17: REM-Aufnahme: Verformungslokalisierung in oberflächennahen Bereichen .....	26
Abbildung 18: Deckfläche der verformten, zylindrischen Probe mit Molybdän-Abdeckung .....	27
Abbildung 19: Abhängigkeit der Absorptionslänge von Molybdän von der Photonenenergie der einfallenden Strahlung [40] .....	28



---

Abbildung 20: Überblicksaufnahme einer hochverformten TNM1-Probe mit $n=1$ (REM).....	31
Abbildung 21: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 1/8 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	31
Abbildung 22: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 1/2 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	32
Abbildung 23: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 1 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	33
Abbildung 24: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	33
Abbildung 25: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe mit Verformungslokalisierung, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 3000-fache Vergrößerung .....	34
Abbildung 26: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe mit Verformungslokalisierung, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 3000-fache Vergrößerung .....	35
Abbildung 27: Halbierte und mit $n=1/8$ hochverformte Probe. Beide Teilstücke aus TNM1 .....	35
Abbildung 28: XRD Plots der TNM1-Variante.....	36
Abbildung 29: Rietveld-Analyse zur Überprüfung der Überstruktur der $\beta_o$ -Phase .....	37
Abbildung 30: Anteil der $\beta_o$ -Phase in der TNM1-Variante in Abhängigkeit des Verformungsgrades.....	38
Abbildung 31: Härte in Abhängigkeit des Radius der TNM1-Variante bei verschiedenen Verformungsgraden .....	39
Abbildung 32: Vergleich der Härteverteilung einer HPT-Probe mit 2 Umdrehungen (a, c) und eine gleichstark verformte Probe mit anschließender Wärmebehandlung (b, d) .....	40
Abbildung 33: Nanohärteeindrücke in der lokalisierten Randschicht.....	41
Abbildung 34: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 1/8 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	41
Abbildung 35: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 1/2 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	42

---

Abbildung 36: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 1 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	43
Abbildung 37: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung .....	43
Abbildung 38: Halbierte und mit $n=1/8$ hochverformte Probe. Beide Teilstücke aus TNM2 .....	44
Abbildung 39: XRD Plots der TNM2-Variante bei allen Verformungsgraden.....	45
Abbildung 40: Anteil der $\beta_0$ -Phase in Abhängigkeit des Verformungsgrades .....	46
Abbildung 41: Härte in Abhängigkeit des Radius für die TNM2-Legierung bei verschiedenen Verformungsgraden .....	47
Abbildung 42: Verformungsmodell für verschieden ausgerichtete Lamellenpakete ..	48

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Verwendete Materialien: Zusammensetzung, Herstellung, Wärmebehandlung .....	15
Tabelle 2: Versuchsparameter der Vorversuche .....	16
Tabelle 3: Versuchsparameter der Versuche mit flachen Stempeln, die bei RT durchgeführt wurden .....	19
Tabelle 4: Parameter der mechanischen Probenpräparation .....	23
Tabelle 5: Parameter für elektrolytisches Polieren .....	24
Tabelle 6: Berechnete Werte für den Scherwinkel bei verschiedenen Verformungsgraden.....	30

## Abkürzungsverzeichnis

Al	Aluminium
ARB	Accumulative Roll Bonding
Au	Gold
B	Bor
BSE	Back Scattered Electrons
CGP	Constrained Groove Pressing
Cu	Kupfer
DMW	Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben
EBSD	Electron Back Scatter Diffraction
ECAP	Equal Channel Angular Pressing
ESI	Erich Schmid Institut für Materialwissenschaft der österreichischen Akademie der Wissenschaften
Fe	Eisen
H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Wasserstoffperoxid
hdp	Hexagonal dichtest gepackt
HIP	Hot Isostatic Pressing
HPT	High Pressure Torsion
kfz	Kubisch flächenzentriert
krz	Kubisch raumzentriert
Mo	Molybdän
Nb	Niob
Ni	Nickel
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
SC	Spraycooling
SiO <sub>2</sub>	Siliziumdioxid
SPD	Severe Plastic Deformation

TEM	Transmissionselektronenmikroskop
Ti	Titan
TiAl	Titanaluminid
$T_m$	Schmelztemperatur
trz	Tetragonal raumzentriert
$T_\alpha$	$\alpha$ -Transustemperatur
$T_\beta$	$\beta$ -Transustemperatur
$T_\gamma$	$\gamma$ -Solvustemperatur
XRD	X-Ray Diffraction
Zr	Zirkon

## 1. Einleitung und Zielsetzung

In den letzten 20 Jahren wurde ein großer Schwerpunkt darauf gesetzt, das Wissen über intermetallische  $\gamma$ -Titanaluminide (TiAl) zu erweitern. Das Zusammenspiel von grundlegender und experimenteller Forschung sowie die industrielle Entwicklung von Legierungen, die nach und nach die Superlegierungen auf Nickel-Basis in ihren Haupteinsatzgebieten ablösen sollen, führten zu einer neuen Gruppe von hochentwickelten Werkstoffen. Aufgrund ihrer herausragenden Eigenschaften bei hohen Temperaturen halten  $\gamma$ -TiAl-Legierungen besonders in High-Tech Industrien Einzug. Zu eben diesen Eigenschaften zählen geringe Dichte (3,8-4,2 g/cm<sup>3</sup>, je nach Zusammensetzung), hoher Elastizitätsmodul, hohe Oxidationsbeständigkeit, gute Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen und geringe Neigung zu Titanfeuer. Im Kontrast zu diesen ausgezeichneten Hochtemperatureigenschaften stehen jedoch die geringe Verformbarkeit sowie die geringe Bruchzähigkeit bei Raumtemperatur. Diese beiden Eigenschaften sind auch ein Grund dafür, dass  $\gamma$ -TiAl Basislegierungen in den großtechnischen Anwendungsbereichen bisher nur beschränkt einsetzbar sind. Die Forschung der letzten Jahre generierte viel Wissen über den Einfluss von Legierungselementen sowie die mechanischen Eigenschaften und eine optimierte Verarbeitung dieser Werkstoffgruppe. An der Entwicklung dieser innovativen Hochtemperatur-Leichtbau-Werkstoffe für großindustrielle Anwendungen sind besonders Flugzeug- und Automobilindustrie interessiert [1, 2, 3, 4, 5].

In der vorliegenden Arbeit wurde eine TiAl-Basislegierung (eine sogenannte TNM-Legierung) mit zwei verschiedenen Ausgangsgefügen bei Raumtemperatur mittels Severe Plastic Deformation (SPD) hochverformt. Dies war der erste Versuch Hochverformung an intermetallischen Titanaluminiden durchzuführen. Ein wichtiger Teil der Arbeit war es demzufolge, eine geeignete Versuchsanordnung zu entwickeln, die reproduzierbare Ergebnisse liefert. Dabei mussten sowohl die Geometrie der verwendeten Stempel, als auch die Versuchsparameter (Temperatur, Druck, Anzahl der Umdrehungen) optimiert werden.

Erste erfolgreiche Versuche wurden hinsichtlich der Auswirkung einer Hochverformung auf die Phasenanteile sowie die mechanischen Eigenschaften ausgewertet. Motivation war es herauszufinden, ob eine TNM-Legierung im Guss/HIP-Ausgangszustand grundsätzlich verformbar ist, ob sich bei Raumtemperatur aus einer übersättigten  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al-Phase  $\gamma$ -TiAl verformungsinduziert ausscheidet. Des Weiteren wurde untersucht, ob die aufgebrachte Verformung Einfluss auf den Phasenanteil der  $\beta$ -Phase nimmt.

## 2. Grundlagen

In diesem Kapitel werden grundlegende, für diese Arbeit relevante Eigenschaften und Untersuchungsmethoden beschrieben. Für detailliertere Information wird auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen.

### 2.1 Intermetallische $\gamma$ -Titanaluminide

Herkömmliche Titanlegierungen auf Basis der ungeordneten  $\alpha$ -Phase weisen Einsatztemperaturen von bis zu 600°C [5] auf. Intermetallische Titanaluminid-Legierungen basieren jedoch auf einer geordneten tetragonal flächenzentrierten  $\gamma$ -TiAl Phase ( $L1_0$ -Struktur) und sind daher imstande die maximale Einsatztemperaturen auf ca. 800°C anzuheben [2]. Abbildung 1 zeigt die Kristallstruktur der  $\gamma$ -TiAl Phase.

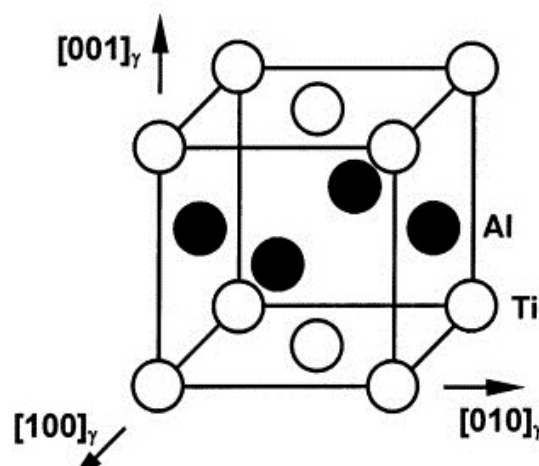
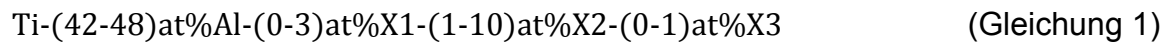


Abbildung 1:  $L1_0$ - Kristallstruktur von  $\gamma$ -TiAl [1]

In Abbildung 1 sind Ti-Atome mit leeren Kreisen dargestellt, Al-Atome hingegen mit vollen Kreisen. Dichtest gepackte Ebenen von Ti-Atomen und Al-Atomen wechseln einander ab.

$\gamma$ -TiAl Basislegierungen besitzen für ihren Einsatzbereich perfekt geeignete Eigenschaften, wie eine sehr geringe Dichte (3,8-4,2 g/cm<sup>3</sup>), einen hohen Schmelzpunkt (ca. 1450°C), gute Kriechbeständigkeit bei hohen Temperaturen, eine geringe Neigung zu Titanfeuer und eine bessere Beständigkeit gegen Oxidation im Vergleich zu konventionellen Ti-Legierungen. Aufgrund dieser Reihe von Eigenschaften eignen sich intermetallische  $\gamma$ -TiAl Legierungen für den Einsatz als Hochtemperaturleichtbauwerkstoffe [1, 2]. Jedoch sind diese Legierungen sehr kompliziert in ihrer Verarbeitung und weisen außerdem eine geringe Duktilität (plastische Bruchdehnung) bei niedrigen Temperaturen auf. Aus diesem Grund wird seit vielen Jahren intensiv an einer gezielten Verbesserung der Legierungen gearbeitet [1-5].

Allgemein lässt sich die Zusammensetzung von modernen,  $\gamma$ -basierenden TiAl Legierungen wie in Gleichung 1 beschreiben.



In Gleichung 1 stehen X1 für Cr, Mn, V; X2 für Nb, Ta, W, Mo und X3 für Si, B, C und/oder Seltene Erdmetalle [2].

## 2.2 TNM-Legierungssystem

Eine spezielle Gruppe der auf der  $\gamma$ -Phase basierenden TiAl-Legierungen sind die TNM-Legierungen. Das Kürzel TNM steht für die Hauptphase TiAl und die Hauptlegierungselemente **Niob** und **Molybdän**. TNM-Legierungen weisen eine nominelle Zusammensetzung von Ti-43,5Al-4Nb-1Mo-0,1B (at%) auf und sind sehr komplex aufgebaute, mehrphasige Legierungen, die bei Raumtemperatur und Anwendungstemperatur (ca. 750°C) sowohl aus geordnetem  $\gamma$ -TiAl,  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al als auch einem kleinen Anteil von geordnetem  $\beta_o$ -TiAl bestehen. Diese Legierungsklasse erstarrt über die ungeordnete  $\beta$ -Phase und kann sowohl isotherm als auch konventionell umgeformt werden [6]. Durch nachfolgende Wärmebehandlungen können Phasenumwandlungen und Phasungleichgewichte und somit die gewünschten mechanischen Eigenschaften gezielt eingestellt werden. Außerdem zeichnen sich TNM-Legierungen durch ihre geringe Dichte von 4,1 g/cm<sup>3</sup> und ihre ausgesprochen guten Hochtemperatureigenschaften aus [6, 7, 8].



### 2.2.1 Phasendiagramm einer TNM-Legierung

Das Phasendiagramm nach [9, 10] und die auftretenden Phasen einer TNM-Legierung sind in Abbildung 2 dargestellt.

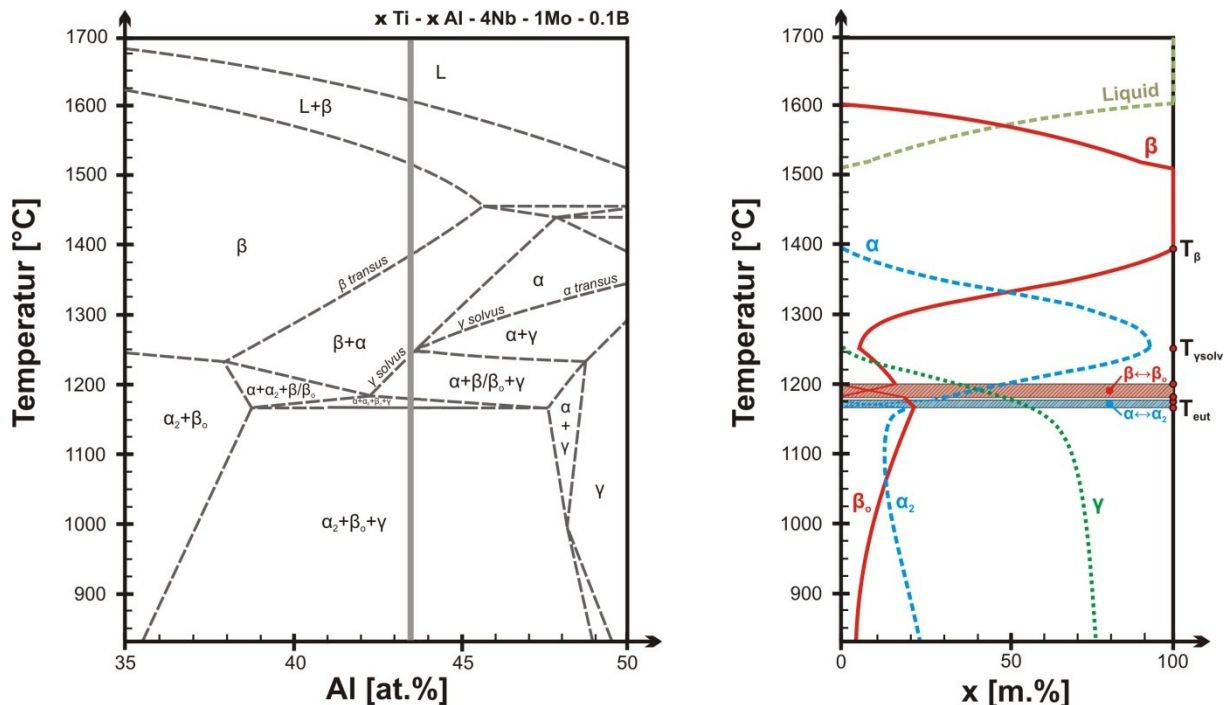
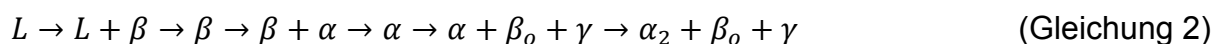


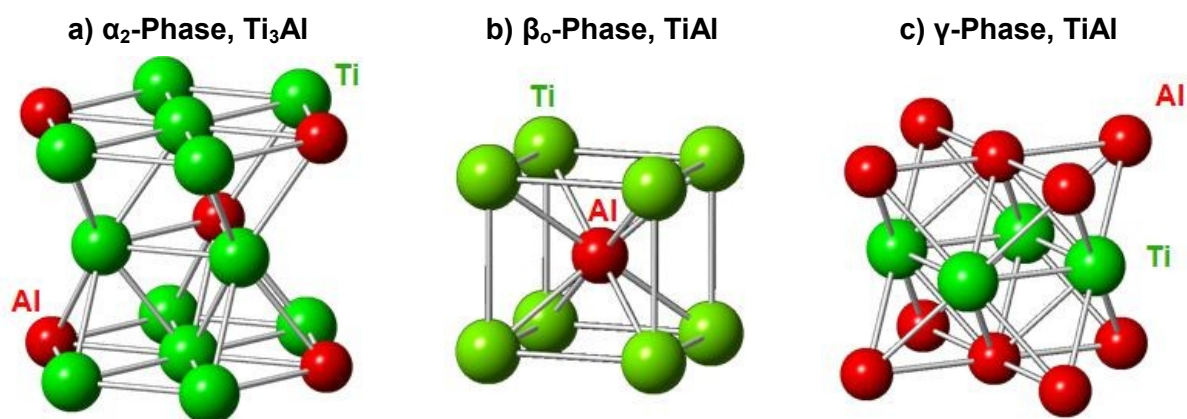
Abbildung 2: Berechnetes Phasendiagramm und Phasenanteilsdiagramm einer TNM-Legierung nach [9, 10]

Das Phasendiagramm in Abbildung 2 stellt einen quasibinären Konzentrationschnitt im Mehrstoffsystem Ti-(35-50)Al-4Nb-1Mo-0,1B dar. Die eingezeichnete vertikale Linie gibt den Al-Gehalt der untersuchten TNM-Legierungen mit 43,5 at% an. Die Konzentrationen von Niob, Molybdän und Bor sind konstant, während der Al-Gehalt von links nach rechts zunimmt. Das Phasendiagramm wurde mithilfe der Software MatCalc berechnet und mittels DSC (Differential Scanning Calorimetry)-Messungen und dazu komplementären Wärmebehandlungen nachgemessen und bestätigt [10]. Die für die Zusammensetzung Ti-43,5Al-4Nb-1Mo-0,1B mit der Software MatCalc berechneten Phasenanteile sind ebenfalls in Abbildung 2 (rechts) dargestellt.

Welche Phasenreaktionen im Falle einer TNM-Legierung der oben genannten Zusammensetzung beim Abkühlen aus der Schmelze bis zur Raumtemperatur vor sich gehen, ist Gleichung 2 zu entnehmen.



Nachdem die Phasenumwandlungen ( $\beta \rightarrow \alpha$ ), ( $\alpha \rightarrow \gamma$ ) und die Ordnungsreaktionen der  $\beta$ - und  $\alpha$ -Phase abgeschlossen sind, besteht das Raumtemperaturgefüge aus drei intermetallischen, geordneten Phasen: der tetragonal flächenzentrierten  $\gamma$ -TiAl-Phase (L1<sub>0</sub>-Struktur), der hexagonal dichtest gepackten  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al-Phase (DO<sub>19</sub>)-Struktur und der kubisch raumzentrierten  $\beta_0$ -TiAl-Phase (B2-Struktur). Während die ungeordneten Substitutionsmischkristalle  $\alpha$ -Ti (A3-Struktur) und  $\beta$ -Ti (A2-Struktur) nur metallischen Bindungscharakter haben, weisen die intermetallischen Raumtemperaturphasen sowohl metallische als auch gerichtete, kovalente Bindungsanteile auf. Dies ist auch der Grund für ihre geringe Duktilität bei Raumtemperatur [4, 11]. Abbildung 3 zeigt die Kristallstrukturen der im TNM-Legierungssystem auftretenden Raumtemperaturphasen.



**Abbildung 3:** Kristallstrukturen der auftretenden Raumtemperaturphasen a)  $\alpha_2$  (DO<sub>19</sub>) b)  $\beta_0$  (B2) und c)  $\gamma$  (L1<sub>0</sub>) [12]

In Abbildung 3 sind Ti-Atome in Grün und Al-Atome in Rot dargestellt. Die  $\alpha_2$ -Phase ist hexagonal dichtest gepackt (hdp), die  $\beta_0$ -Phase kubisch raumzentriert (krz) und die  $\gamma$ -Phase tetragonal flächenzentriert (tfz) [12].

### 2.2.2 Erstarrung über die $\beta$ -Phase

Folgt man der vertikalen Linie aus Abbildung 2 vom schmelzflüssigen Zustand bis zur Raumtemperatur, lassen sich folgende Aussagen tätigen. Oberhalb der Schmelztemperatur liegt die Legierung in schmelzflüssigem Zustand vor. Bei Erreichen der Liquiduslinie erstarren TNM-Legierungen über die ungeordnete  $\beta$ -Phase, folgen also folgendem Erstarrungspfad:



Wegen der Erstarrung über die  $\beta$ -Phase, sowie der Wirkung des Bors, welche in [13] beschrieben ist, bildet sich eine sehr feinkörnige Gussstruktur aus, welche

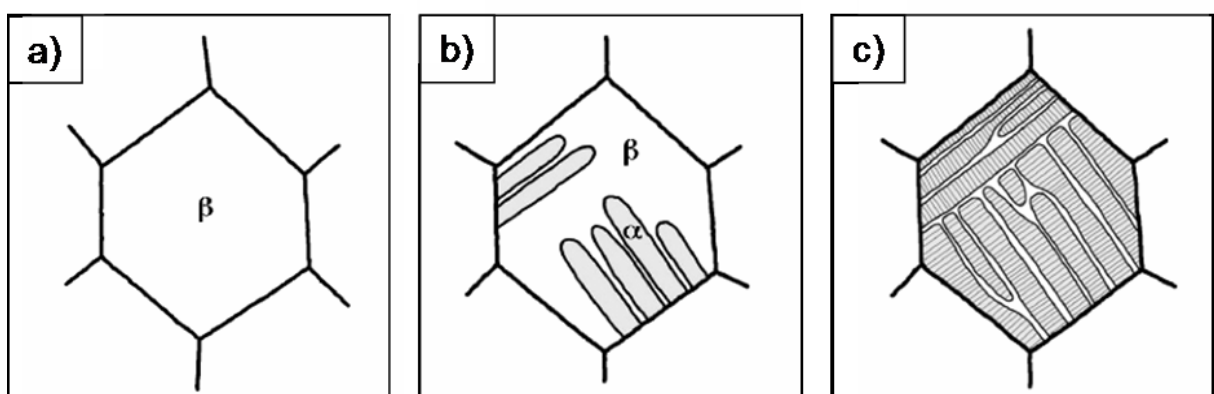
schematisch in Abbildung 4a) dargestellt ist. Das in der TNM-Legierung vorliegende Bor hat einen Einfluss auf die Feinheit des Gefüges. Es bildet  $TiB_2$ , welches die Korngrenzen der ursprünglichen  $\beta$ -Körner belegt, und so während der ( $\beta \rightarrow \alpha$ )-Phasenumwandlung das Wachstum der  $\alpha$ -Körner hemmt.

### 2.2.3 Festphasenumwandlungen $\beta \rightarrow \alpha$ , $\alpha \rightarrow \gamma$ und Ordnungsumwandlung

Diffusionsgesteuerte Konzentrationsänderungen sind in der Regel die Ursache für Festphasenumwandlungen. Die Diffusion in Festkörpern läuft prinzipiell langsamer ab als im schmelzflüssigen Zustand. Dies ist der Grund, warum Phasenumwandlungen im festen Zustand mehr Zeit benötigen. Je tiefer die Temperatur ist, desto langsamer findet eine Phasenumwandlung statt [14]. Diffusionsgesteuerte, das heißt thermisch aktivierte, Phasenumwandlungen beginnen in der Regel bei einem bestimmten Bruchteil der Schmelztemperatur, wie es Gleichung 4 zeigt.

$$T > (0,3 - 0,4) * T_m [K] \quad (\text{Gleichung 4})$$

Gleichung 4 sagt aus, dass thermisch aktivierte Prozesse erst oberhalb etwa eines Drittels der Schmelztemperatur  $T_m$  ablaufen [14]. Für eine TNM-Legierung, mit einem Schmelzpunkt von ca.  $1650^\circ\text{C}$  erfolgt somit die thermische Aktivierung ab ca.  $400^\circ\text{C}$ . Erreicht man beim Abkühlen die  $\beta$ -Transustemperatur  $T_\beta$  beginnt sich allmählich stängelförmiges  $\alpha$ -Ti auszuscheiden [15]. Abbildung 4b) zeigt schematisch die  $\beta \rightarrow \alpha$  Umwandlung nach [16].



**Abbildung 4: Schematische Darstellung der Festphasenumwandlung  $\beta \rightarrow \alpha$  [16]**

In Abbildung 4a) liegt ein aus der Schmelze erstarrtes  $\beta$ -Korn vor. Unterhalb von  $T_\beta$  beginnen sich, ausgehend von den Korngrenzen der  $\beta$ -Körner, stängelförmige  $\alpha$ -Körner zu bilden (Abbildung 4 b)). Die  $\alpha$ -Körner bestehen aus ineinander verschachtelten Kornpaketen, innerhalb dieser liegen die  $\alpha$ -Kristallite parallel

zueinander ausgerichtet vor [15]. Zwischen den ursprünglichen  $\beta$ -Körnern und den ausgeschiedenen  $\alpha$ -Körnern besteht eine feste Burgers-Orientierungsbeziehung, die in Gleichung 5 dargestellt ist [17].

$$\{110\}_\beta \parallel (0001)_\alpha \text{ und } \langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 11\bar{2} \rangle_\alpha \quad (\text{Gleichung 5})$$

Die dichtest gepackten Ebenen  $\{110\}$  der kubisch-raumzentrierten  $\beta$ -Phase gehen bei der Phasenumwandlung in die Basalebenen  $(0001)$  der hexagonalen  $\alpha$ -Phase über [17]. Die  $\alpha$ -Körner wachsen während der Umwandlung in Richtung der  $[110]$  Ebenenspur des  $\beta$ -Gitters. Insgesamt ergeben sich aus den 6  $\{110\}$ -Ebenen und den 2  $\langle 111 \rangle$ -Richtungen der  $\beta$ -Elementarzelle 12 Möglichkeiten für die Orientierung der  $\alpha$ -Körner [15]. Das entstehende Gefüge wird wesentlich von der Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst. Mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit stellt sich ein immer feiner werdendes Gefüge ein [15].

Kühlt man nach der ( $\beta \rightarrow \alpha$ )-Phasenumwandlung weiter ab, so erreicht man die  $\alpha$ -Transustemperatur  $T_\alpha$ , bei welcher sich plattenförmige  $\gamma$ -Lamellen in den stängeligen  $\alpha$ -Körnern zu bilden beginnen [16]. Abbildung 4c) zeigt die Bildung der  $\gamma$ -Lamellen in der  $\alpha$ -Phase. Die dazugehörige Ausscheidungsreaktion ist Gleichung 6 zu entnehmen.



Bereiche welche aus  $\alpha$ -Phase und  $\gamma$ -Lamellen bestehen werden als  $\alpha/\gamma$ -Kolonien bezeichnet [18]. Treibende Kraft für die ( $\alpha \rightarrow \gamma$ )-Umwandlung ist, wie auch bei der ( $\beta \rightarrow \alpha$ )-Umwandlung, die Minimierung der freien Gibb'schen Enthalpie nach dem Unterschreiten von  $T_\alpha$ . Die Details der Bildung einer  $\gamma$ -Lamelle sind in [19] ausgeführt. Die treibende Kraft für die Ausscheidung einer  $\gamma$ -Lamelle nimmt mit steigender Unterkühlung unter  $T_\alpha$  zu [19]. Die Abkühlgeschwindigkeit hat einen wesentlichen Einfluss auf die Breite der  $\gamma$ -Lamellen. Je schneller abgekühlt wird, desto feiner scheidet sich  $\gamma$  aus. Sehr hohe Abkühlgeschwindigkeiten können aufgrund der Unterdrückung der Diffusion sogar verhindern, dass sich die  $\gamma$ -Phase ausscheidet [3]. Die Ausscheidung der  $\gamma$ -Lamellen aus einem  $\alpha$ -Korn folgt der Blackburn-Orientierungsbeziehung [18], die in Gleichung 7 beschrieben wird.

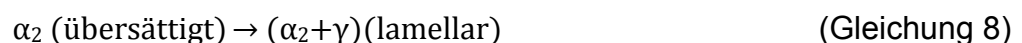
$$(0001)_\alpha \parallel \{111\}_\gamma \text{ und } \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha \parallel \langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma \quad (\text{Gleichung 7})$$

Die  $\gamma$ -Lamellen wachsen normal zur Wachstumsrichtung der stängeligen  $\alpha$ -Körner, wie auch der Abbildung 4c) zu entnehmen ist.

Hohe Abkühlgeschwindigkeiten können zwar die Ausscheidung der  $\gamma$ -Phase, nicht aber die Ordnungsumwandlungen der  $\beta$ - und  $\alpha$ -Phase verhindern [20]. Ein Grund dafür sind die kleineren Diffusionswege, welche bei der Ordnungsreaktion nötig sind (Nahdiffusion). Die treibende Kraft für das Einstellen der Ordnung ist wiederum die Minimierung der freien Enthalpie und die Einstellung eines Phasengleichgewichts nach Unterschreiten der jeweiligen Ordnungstemperatur. In der TNM-Legierung findet die Umwandlung zur Ordnungsphase bei der  $\beta$ -Phase ( $\beta \rightarrow \beta_0$ ) bei höherer Temperatur als bei der  $\alpha$ -Phase ( $\alpha \rightarrow \alpha_2$ ) statt [21]. Die  $\gamma$ -Phase bleibt im Gegensatz zu  $\alpha$  und  $\beta$  bis zu ihrer Zersetzungstemperatur stabil [22].

#### 2.2.4 Ausscheidung von $\gamma$ -Lamellen aus einem übersättigten $\alpha$ -Korn

Im Falle einer sehr hohen Abkühlgeschwindigkeit aus dem  $\alpha$ -Einphasengebiet, oder dem  $(\alpha+\beta)$ -Phasenfeld, kann es zur vollständigen Unterdrückung der  $\gamma$ -Phasenausscheidung kommen [23, 24, 25]. Bei Raumtemperatur liegt somit ein an  $\gamma$  übersättigter  $\alpha_2$ -Mischkristall vor. Bei anschließender Auslagerung scheiden sich aus dem übersättigten  $\alpha_2$  sehr feine, definierte  $\gamma$ -Lamellen aus. Im Gegensatz zur  $(\alpha \rightarrow \gamma)$ -Umwandlung findet während des Auslagerungsprozesses weniger Diffusion statt, was zur feineren Lamellenstruktur der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien führt [23]. Der Ablauf der Ausscheidungsreaktion ist Gleichung 8 zu entnehmen.



Diese feinlamellaren  $(\alpha_2 + \gamma)$ -Bereiche führen zu einer Festigkeitssteigerung und sind in hohem Maße für die verbesserten Kriecheigenschaften von auf diese Weise hergestellten TNM-Legierungen verantwortlich [3, 25]. Mit abnehmendem Lamellenabstand nehmen sowohl die Festigkeit, als auch die Kriechbeständigkeit der TNM-Legierung zu, was jedoch zu einer Abnahme der Duktilität führt. Die Feinheit der Lamellenstruktur kann über die Auslagerungstemperatur eingestellt werden [23].

#### 2.2.5 Verformungsverhalten von $\gamma$ -Titanaluminiden

Für die Herstellbarkeit von Bauteilen aus  $\gamma$ -TiAl mit komplexen Formen und homogener Mikrostruktur ist die Kenntnis des plastischen Verformungsverhaltens essentiell. Aus diesem Grund wurde in den letzten 20 Jahren eine Vielzahl von

Untersuchungen durchgeführt, die sich mit dem durch Versetzungsbewegung gesteuerten Umformverhalten auseinandersetzen [26], 27, 28].

In [28] wird der Einfluss von unterschiedlichen Herstellrouten auf das Umformverhalten von  $\gamma$ -TiAl genau untersucht. Das Augenmerk liegt hier jedoch auf thermomechanischen Umformverfahren wie Schmieden und Walzen. Die angewendeten Temperaturen führen zu einer Umformung im  $\gamma$ -TiAl-reichen Teil des  $(\alpha+\gamma)$ -Phasenraums und zu Ausbildung starker Texturen [28]. Eine Umformung bei Raumtemperatur wird nicht untersucht, was durch die Sprödigkeit dieser Werkstoffklasse begründet ist [26, 27, 28].

Der Einfluss von Wärmebehandlung und heißisostatischem Pressen auf die Phasenzusammensetzung und die Mikrostruktur von  $\beta$ -haltigem  $\gamma$ -TiAl wurde in [29] untersucht. Die angewendeten HIP-Prozesse fanden bei 1000°C und 1270°C statt, zusätzlich dazu wurden unterschiedliche Wärmebehandlungen durchgeführt. Der Volumenanteil an  $\beta$ , bzw. der geordneten Form mit B2 Struktur, der in dieser Arbeit untersuchten Legierung im Ausgangszustand, ist etwa 7 vol% [29]. Die Ergebnisse dieser Studie zeigen, dass weder Langzeitglühungen im  $(\alpha+\gamma)$ -Phasenfeld noch Kurzzeitglühungen über  $\alpha$ -Transus ( $T_\alpha$ ) den  $\beta/\beta_0$ -Anteil signifikant beeinflussen. Hingegen hat die Anwendung von hohen Drücken und Temperaturen einen starken Effekt auf die Stabilität der im Gefüge vorhandenen  $\beta/\beta_0$ -Phase. Es zeigt sich, dass der Anteil an  $\beta/\beta_0$  durch die HIP-Behandlung stark abnimmt und eine Auflösung in  $(\alpha+\gamma)$  stattfindet. In dieser Arbeit wird zusätzlich eine signifikante Steigerung der  $(\alpha+\gamma)$ -Koloniegröße durch die angewendeten hohen Drücke und Temperaturen beschrieben [29]. Auch diese Arbeit beschäftigt sich nicht mit den Auswirkungen einer Umformung bei Raumtemperatur.

Über eine verformungsinduzierte  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  Phasenumwandlung bei Raumtemperatur-Druckversuchen an einer Ti-45Al-8Nb (at%) Legierung berichtet [30]. Da jedoch bei Raumtemperatur keine ausreichende Diffusion stattfindet, ist die vorherrschende Transformation rein displaziver Natur [30].

Eine ausführliche Studie über die Verformungsmechanismen in TiAl sowohl bei niedrigen, als auch bei hohen Temperaturen zeigt [31]. In dieser Arbeit wird beschrieben, dass Plastizität in  $\gamma$ -TiAl-Legierungen hauptsächlich in der tetragonalen  $\gamma$ -Phase stattfindet.  $\gamma$ -reiche beziehungsweise grobkörnige, lamellare Legierungen zeigen demnach ein inhomogeneres Verformungsverhalten als feinlamellare. Die Verformung wird hierbei von Gleitung und Interaktion von Versetzungen in  $\gamma$ -TiAl dominiert. Die in der tetragonalen  $L1_0$ -Struktur von  $\gamma$ -TiAl für die Verformung wichtigsten Versetzungen sind zum einen jene vom Typ  $a/2\langle 110 \rangle$ , zum anderen  $a\langle 101 \rangle$  Superversetzungen. Erstere sind durch die Ähnlichkeit der  $L1_0$ -Struktur zum

kfz-Gitter zu erklären, weitere sind vergleichbar mit in der ebenfalls auftretenden geordneten  $L1_2$ -Struktur [31]. Des Weiteren spielt die mechanische Zwillingsbildung bei Raumtemperatur eine wesentliche Rolle [22].

Über Hochverformung von  $\gamma$ -TiAl liegen keine entsprechenden Literaturstellen vor. Aus diesem Grund wird im Folgenden kurz auf das Verformungsverhalten von anderen intermetallischen Verbindungen eingegangen.

Hochverformung der intermetallischen Verbindungen  $Cu_3Au$ ,  $Ni_3Al$  und  $Zr_3Al$  wurde bereits in [32] durchgeführt. Die  $L1_2$ -Struktur dieser Phasen ist ähnlich der  $L1_0$ -Struktur von  $\gamma$ -TiAl. Die in dieser Arbeit beschriebenen HPT-Versuche führen zu einer Zerstörung der Fernordnung in  $Cu_3Au$  und  $Ni_3Al$ . In  $Zr_3Al$  hingegen bleibt die Fernordnung trotz der großen aufgetragenen Verformung bestehen. Als Grund für das unterschiedliche Verhalten werden zwei zu differenzierende Mechanismen der Aufspaltung von Superversetzungen genannt [32].

In [33] wurden Wärmebehandlungen einer HPT-verformten, nanokristallinen FeAl-Legierung mit geordneter B2-Struktur beschrieben. Auch die in der vorliegenden Arbeit untersuchte TNM-Legierung weist einen bestimmten Anteil an  $\beta_0$ -TiAl mit B2 Struktur auf. Durch die Hochverformung des B2-geordneten FeAl entsteht ein nanokristallines Gefüge mit entordneter Mikrostruktur. Durch nachfolgende Wärmebehandlung kann die B2-Ordnung wieder hergestellt werden. Durch diese Wiederherstellung kommt es zu einer zusätzlichen Verfestigung der wärmebehandelten Probe [33].

### **2.3 Hochverformung (Severe Plastic Deformation SPD)**

Bei starker plastischer Verformung und niedrigen Temperaturen tritt der Effekt der Kornfeinung auf. Mikrostrukturen die durch Hochverformung hergestellt wurden, sind ultrafein oder sogar nanokristallin. Die Aufmerksamkeit bei der Hochverformung richtet sich auf zwei Gesichtspunkte. Einerseits auf die Möglichkeit ein vollkommen dichtes, ultrafeines (Korngröße  $< 1 \mu m$ ) Material zu erzeugen, andererseits auf eine erhöhte Duktilität des Werkstoffes bei gleichzeitig hohen Festigkeitswerten. Die Forschung im Bereich der Hochverformung fokussiert sich deshalb hauptsächlich auf die Entwicklung der Mikrostruktur unter (wahren) Dehnungen  $\epsilon$  von 1 bis 10. Die daraus resultierenden mechanischen und physikalischen Eigenschaften sind von besonderem Interesse [34, 35].

Bei der Hochverformung kann entweder einfache Scherung oder Zug- und Druckbelastung die Verformung dominieren. Beide Arten können in statische und zyklische Belastungen unterteilt werden. Es gibt verschiedene Methoden der Hochverformung. Bei Equal Channel Angular Pressing (ECAP), High Pressure Torsion (HPT) und

Constrained Groove Pressing (CGP) erfolgt die Verformung durch einfache Scherung. Accumulative Roll Bonding (ARB) ist eine monotone Art der Hochverformung bei der die Verformung durch Walzen ausgenutzt wird. Im Gegensatz dazu sind Cyclic Channel Die Compression, Cyclic Extrusion Compression und Continuous Cyclic Bending zyklische Zug-Druck-Verformungsprozesse [34].

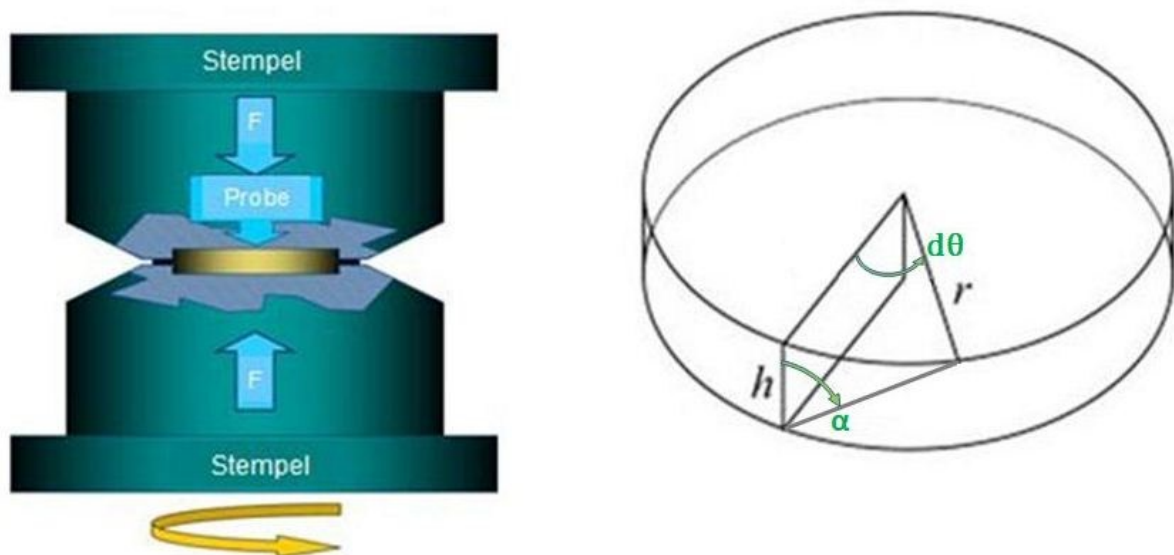
Charakteristisch für die Hochverformung ist, dass die Form der Probe während des Deformationsprozesses, auch bei hoher plastischer Verformung und niedrigen Temperaturen, nicht signifikant verändert wird [34].

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde nur mittels HPT umgeformt. Aus diesem Grund wird diese Methode im folgenden Kapitel genauer erläutert.

### 2.3.1 High Pressure Torsion (HPT)

HPT ist die einfachste Methode um ein Material hohen Dehnungen auszusetzen. Dies gelingt selbst bei Werkstoffen, die bei niedrigen Temperaturen nur schwer verformbar sind, wie zum Beispiel Wolfram [34]. Aus diesem Grund wurde dieses Verfahren auch für die in der vorliegenden Arbeit untersuchte, bei Raumtemperatur äußerst spröde  $\gamma$ -TiAl Legierung ausgewählt.

Abbildung 5 zeigt schematisch den Aufbau des HPT-Verfahrens nach [36].



**Abbildung 5:** Links: Skizze eines HPT-Aufbaus; Rechts; Scherwinkel  $\alpha$  und Drehwinkel  $d\theta$  [36]

Eine zylindrische Probe wird zwischen zwei Stempeln mit einer Last von bis zu 40 t belastet, danach beginnt der untere der beiden Stempel sich zu drehen. Dadurch wird die Probe, wie in Abbildung 5 zu sehen, einer Torsionsverformung unterzogen. F steht in Abbildung 5 für die Kraft, r für den Radius, h für die Dicke der Probe,  $\alpha$  für den Scherwinkel und  $d\theta$  für den Drehwinkel.



Um die Scherung beziehungsweise die Dehnung bei jedem beliebigen Radius der Probe berechnen zu können, werden Gleichung 9, 10 und 11 herangezogen:

$$\gamma = \frac{2\pi Nr}{h} \quad (\text{Gleichung 9})$$

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \quad (\text{Gleichung 10})$$

$$\gamma = h * \tan(\alpha) \quad (\text{Gleichung 11})$$

$\gamma$  stellt in Gleichung 9 die Scherung,  $N$  die Anzahl der Umdrehungen und  $h$  die Dicke der Probe dar. Gleichung 10 beschreibt den Zusammenhang der Dehnung  $\varepsilon$  und der Scherung  $\gamma$ . Betrachtet man die zylindrische Probe von oben, also eine Kreisfläche, nimmt die Verformung vom Mittelpunkt bis zum äußersten Rand zu, da die Scherung  $\gamma$  proportional zum Radius  $r$  ist. Gleichung 11 gibt den trigonometrischen Zusammenhang zwischen Scherung  $\gamma$  und Scherwinkels  $\alpha$  wieder.

### **3. Experimentelles**

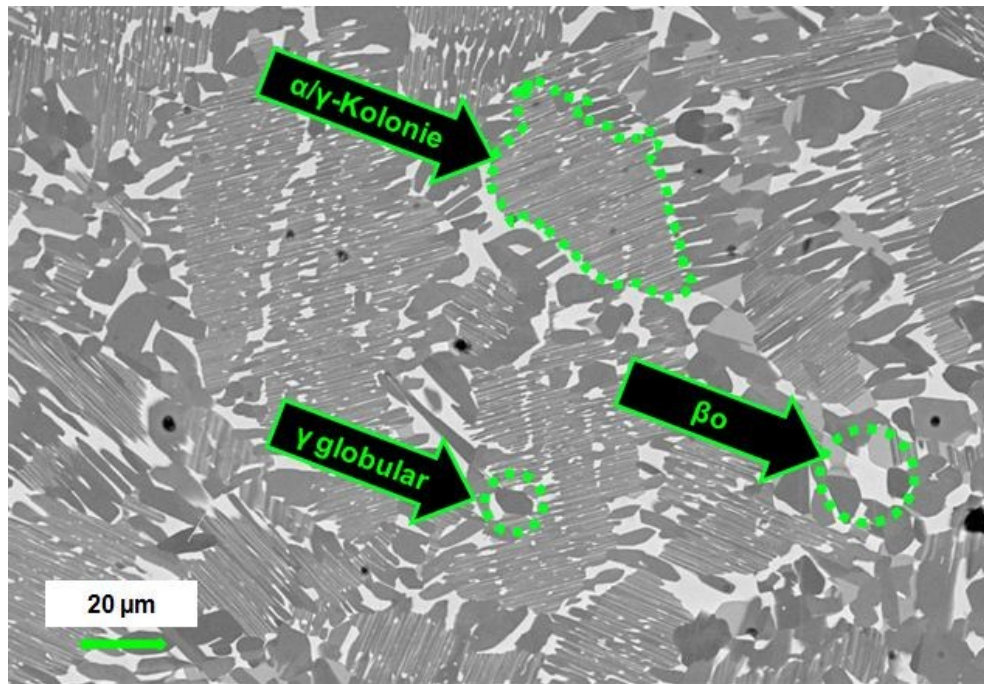
In diesem Teil der Arbeit wird auf die untersuchten Materialien, ihre Herstellung sowie die durchgeführten Untersuchungen eingegangen. Für die exakte Beschreibung der angewendeten Messmethoden wird auf die Fachliteratur verwiesen.

#### **3.1 Probenmaterial**

In den Experimenten wurden zwei verschiedene Materialien untersucht. Diese unterscheiden sich in ihrer Wärmebehandlung, nicht aber in der chemischen Zusammensetzung und dem Herstellverfahren.

##### **3.1.1 Herstellung der Materialien**

Die TNM-Legierung wurde von der Firma GfE Metalle und Materialien GmbH [37], Nürnberg, Deutschland, durch den sogenannten VAR-Skull Melter-Prozess [12] hergestellt. Nach zweimaligem Umschmelzen im Vakuum-Lichtbogenofen wurde das Material in einem Vakuum-Induktionsofen aufgeschmolzen und mittels Schleuderguss-Verfahren ein Gussbolzen mit einer Nutzlänge von 297 mm und einem Durchmesser von 60 mm hergestellt. Dieser wurde danach bei 1200 °C und 200 MPa für 4 Stunden mit anschließender Ofenabkühlung heißisostatisch gepresst (HIP). Aus dem Gussbolzen wurden in weiterer Folge Zylinder mit 6 mm Durchmesser erodiert. Die erste Hälfte der Zylinder wurde im gehipten Zustand belassen und TNM1 genannt. Eine Gefügaufnahme des TNM1 Probenzustandes, die im Rasterelektronenmikroskop (REM) aufgenommen wurde, ist in Abbildung 6 gezeigt.

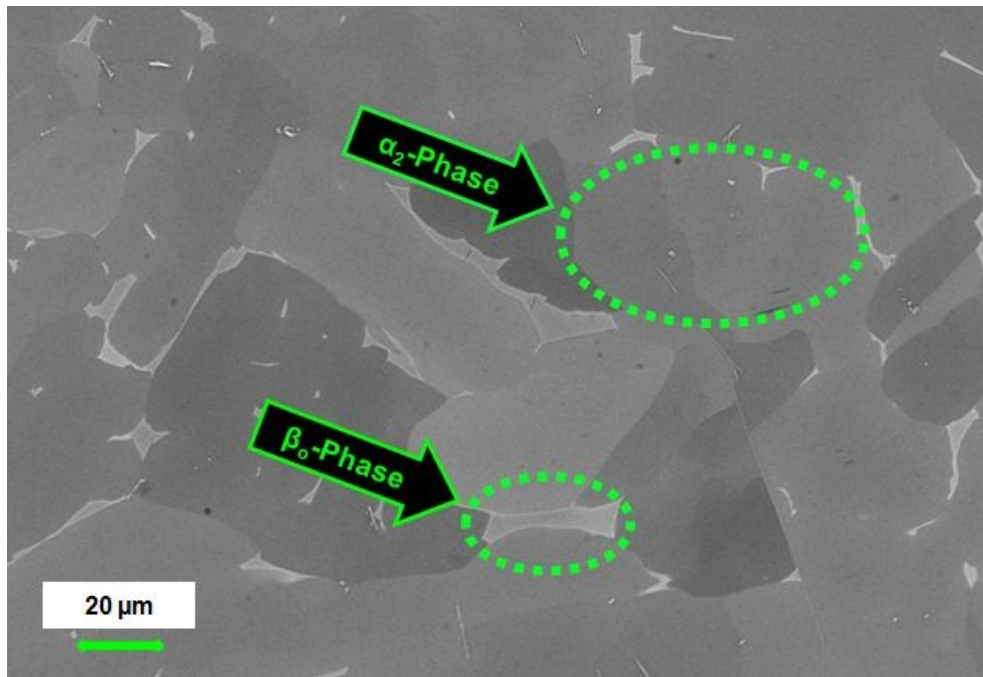


**Abbildung 6: REM-Aufnahme des Gefüges des Probenzustandes TNM1 bei Raumtemperatur:  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien, globulare  $\gamma$ -Körner und  $\beta_0$ -Phase**

Das Ausgangsgefüge der TNM1 Legierung, besteht aus  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien,  $\beta_0$ -Phase und globularen  $\gamma$ -Körnern, die in Abbildung 6 durch Pfeile gekennzeichnet sind. Die dunkelgrauen, rundlichen Bereiche stellen die globularen  $\gamma$ -Körner dar, während die hellgrau-dunkelgrauen, groblamellaren Bereiche die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien zeigen. Die helle Phase, die sowohl die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien, als auch die globularen  $\gamma$ -Körner umgibt, ist die  $\beta_0$ -Phase.

Die zweite Hälfte der erodierten Zylinder wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung (DMW) der Montanuniversität Leoben einer zusätzlichen Wärmebehandlung unterzogen. Bei dieser Wärmebehandlung wurden die TNM-Zylinder in das  $(\alpha+\beta)$ -Phasenfeld auf 1280°C erwärmt, anschließend 30 min bei dieser Temperatur gehalten und dann mittels Spraycooling (SC) abgekühlt. Dabei wird das abzukühlende Material aus dem Hochtemperaturofen genommen und durch einen Wassersprühnebel solange gekühlt, bis es nicht mehr glüht (ca. 800°C). Anschließend erfolgt die Abkühlung in Umgebungsluft auf Raumtemperatur. Der so eingestellte Probenzustand wird in der vorliegenden Arbeit als TNM2 bezeichnet.

Durch die rasche Abkühlung mittels SC aus dem  $(\alpha+\beta)$ -Phasenfeld entsteht ein Raumtemperaturgefüge wie in Abbildung 7 dargestellt.



**Abbildung 7: REM-Aufnahme des Gefüges des Probenzustandes TNM2 bei Raumtemperatur: Große  $\alpha_2$ -Körner und kleine  $\beta_0$ -Körner**

Durch das Abschrecken aus dem ( $\alpha+\beta$ )-Phasenfeld bei 1280°C mittels SC besteht das Gefüge bei Raumtemperatur, siehe Abbildung 7, aus an Al übersättigten  $\alpha_2$ -Körnern (dunkelgraue Bereiche), umgeben von einem geringen Anteil an  $\beta_0$ -Phase (hellgraue Bereiche).

Eine Übersicht der in dieser Arbeit untersuchten Probenzustände und deren Herstellung ist in Tabelle 1 gezeigt.

**Tabelle 1: Verwendete Materialien: Zusammensetzung, Herstellung, Wärmebehandlung**

Name	Zusammensetzung	Herstellung	Wärmebehandlung
<b>TNM1</b>	Ti-43,67Al-4.08Nb-1.02Mo-0,1B	Schleuderguss+HIP	Keine
<b>TNM2</b>	Ti-43,67Al-4.08Nb-1.02Mo-0,1B	Schleuderguss+HIP	1280°C/30min/SC

Wie aus Tabelle 1 ersichtlich ist, wurde für beide Probenzustände das gleiche Vormaterial (gleiche Zusammensetzung und Herstellung) verwendet. Um produktionsbedingte Schwankungen zu umgehen, wurde Material aus der gleichen Charge verwendet. Die Zustände TNM1 und TNM2 unterscheiden sich demnach nur durch die nachfolgende Wärmebehandlung.

### 3.2 Probenvorbereitung für HPT

Zylindrische Proben wurden erst aus dem Gussmaterial erodiert und anschließend mit der Trennmaschine Struers Accutom-5 am DMW in 0,6 mm dicke Scheiben geschnitten. Um bei der Hochverformung einen ausreichenden Reibungskoeffizienten

zwischen Probenoberfläche und Stempel zu erhalten, wurden sowohl Stempel als auch alle Proben am Erich Schmid Institut für Materialwissenschaft der Österreichischen Akademie der Wissenschaften (ESI) sandgestrahlt. Dadurch kann ein Durchrutschen der Proben größtenteils verhindert werden.

### 3.3 HPT

Die sandgestrahlten, zylindrischen Proben der zwei verschiedenen Probenzustände TNM1 und TNM2 wurden in der Maschine Schenk Hydropuls, Typ PCW am ESI durch High Pressure Torsion umgeformt. In der vorliegenden Arbeit wurden Versuche mit zwei verschiedenen Stempeltypen durchgeführt. Eine Beschreibung dieser Typen sowie eine Auflistung der jeweils gewählten Umformparameter folgen in den kommenden beiden Unterkapiteln.

#### 3.3.1 Stempel mit zylindrischer Vertiefung

Es wurde eine große Anzahl von Vorversuchen mit Stempeln durchgeführt, die eine zylindrische Vertiefung aufwiesen. Bei diesen Vorversuchen wurden die Parameter Temperatur, Druck und die Anzahl der Umdrehungen variiert. Für die Vorversuche wurde eine TNM-Legierung mit der gleichen Zusammensetzung wie TNM1 und TNM2 verwendet. Die Proben wiesen ein inhomogeneres Gefüge auf, da sie über einen anderen Prozess hergestellt wurde. Anstelle des bei TNM1 und TNM2 verwendeten Schleudergussverfahrens wurde ein konventionelles Gießverfahren angewandt. Eine Auflistung der durchgeführten Vorversuche ist Tabelle 2 zu entnehmen.

Tabelle 2: Versuchsparameter der Vorversuche

Vorversuche	Material	Umdrehungen	Temperatur [°C]	Druck [GPa]
H1_1	TNM1_inhomogen	1	RT	7,7
H1_2	TNM1_inhomogen	1/4	RT	7,7
H1_3	TNM1_inhomogen	10	RT	7,7
H1_4	TNM1_inhomogen	1/4	500	5
H1_5	TNM1_inhomogen	0	700	5
H2_1	TNM2_inhomogen	1/4	RT	7,7
H2_2	TNM2_inhomogen	1/4	300	7,7
H2_3	TNM2_inhomogen	1/4	500	7,7
H2_4	TNM2_inhomogen	1/4	500	5
H2_5	TNM2_inhomogen	1/4	500	5
H2_6	TNM2_inhomogen	0	700	5

Der eingetragene Druck ist der Nominaldruck, der sich aus der aufgebrachten Last und dem Ausgangsprobendurchmesser ergibt. Der tatsächliche Druck ist etwas geringer, da ein bestimmter Teil der Kraft auch über den Abdichtteil der Maschine übertragen wird. In jenen Fällen, in denen sich die Stempel verformt haben, ist der wirkliche Druck deutlich kleiner.

Alle Vorversuche wurden mit Stempeln mit zylindrischer Vertiefung aus einem Schnellarbeitstahl des Typs S390 durchgeführt. Der schematische Aufbau eines HPT-Versuchs mit eben diesen Stempeln ist in Abbildung 5, Kapitel 2.3.1 gezeigt.

Diese Stempel haben die Form eines Zylinders mit aufgesetztem Kegelstumpf in dem sich eine Kavität befindet. In eben diese Vertiefung wird die Probe bei der Hochverformung gelegt. Die Probe muss dicker sein als die doppelte Tiefe der Kavität, da sonst die Stempel aneinander reiben und die Kraft nicht auf die Probe übertragen werden kann [34].

Bei einer großen Anzahl von Proben aus Tabelle 2 konnte im REM keine, beziehungsweise nicht das erwartete Maß an Verformung festgestellt werden. Bei genauerer Betrachtung der Stempel direkt nach dem Versuch wurde beobachtet, dass diese während des Stauchens und der Torsion bombiert wurden. Dieser Effekt zeigte sich ausgeprägter bei Vorversuchen, welche bei höheren Temperaturen (500°C, 700°C) durchgeführt wurden. Härtemessungen bestätigten, dass die Festigkeit der Stempel nach den Vorversuchen bei 500°C bzw. 700°C abgenommen hatte. Dies lässt sich darauf zurückführen, dass die Härte von S390 ab einer Temperatur von 520°C durch Anlassvorgänge abnimmt [38]. Das Anlassverhalten von S390 ist Abbildung 8 zu entnehmen.

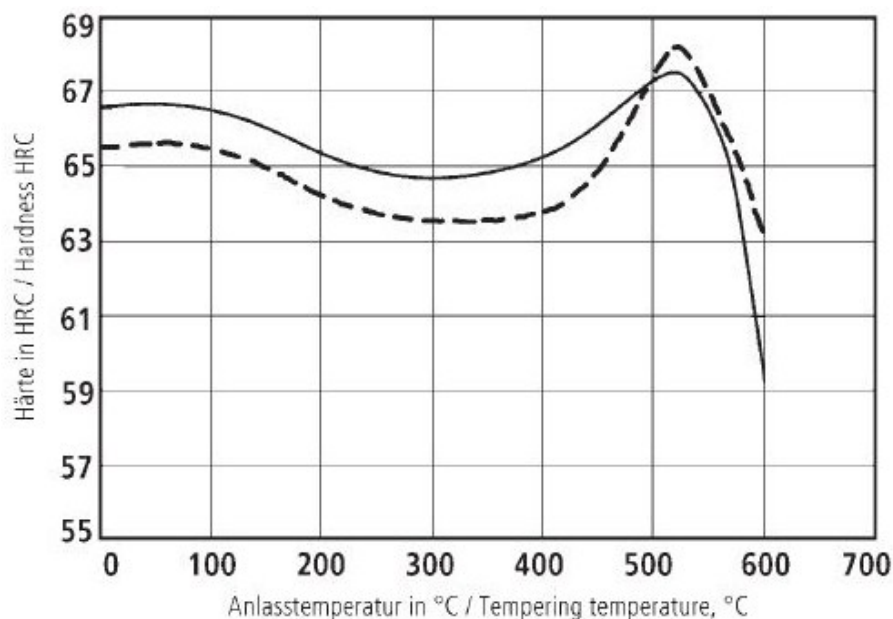
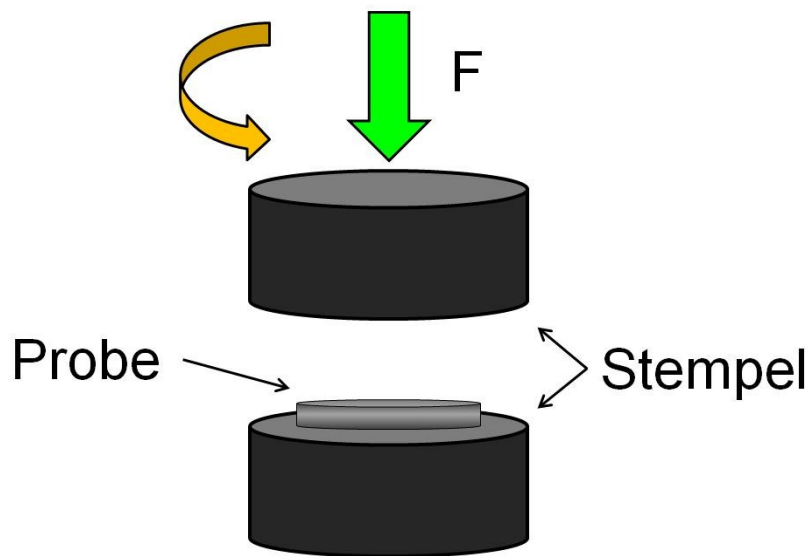


Abbildung 8: Anlasskurve von S390 [38]

Bei Umformtemperaturen von  $>520^{\circ}\text{C}$  wird laut Abbildung 8 nicht mehr die benötigte Stempelhärte erreicht. Demzufolge ist S390 für diese Temperaturen nicht als Stempelmaterial geeignet. Aus diesem Grund wurden die Versuche in weiterer Folge nur mehr bei Raumtemperatur durchgeführt.

### 3.3.2 Flache Stempel

Da nach den Vorversuchen im Rasterelektronenmikroskop nicht die erwartete Verformung der Werkstoffe zu erkennen war, kamen flache Stempel ohne Vertiefung, die den anderen Stempeln aber ähnelten, zum Einsatz. Diese Art von Stempel wird in Abbildung 9 gezeigt.



**Abbildung 9: Schematische Darstellung der HPT-Anordnung mit flachen Stempel**

Die Probe liegt bei der Umformung mit flachen Stempeln (Abbildung 9) nur zwischen den zwei Stempeln, nicht in einer Kavität. Das Material kann während des Prozesses nach außen fließen, das heißt, der Durchmesser der Probe nimmt während der Verformung zu.

Die flachen Stempel waren ebenfalls aus einer Schnellarbeitsstahl des Typs S390 gefertigt. Da jedoch nur mehr Versuche bei Raumtemperatur durchgeführt wurden, stellte die Festigkeit des Stahls kein Problem mehr dar.

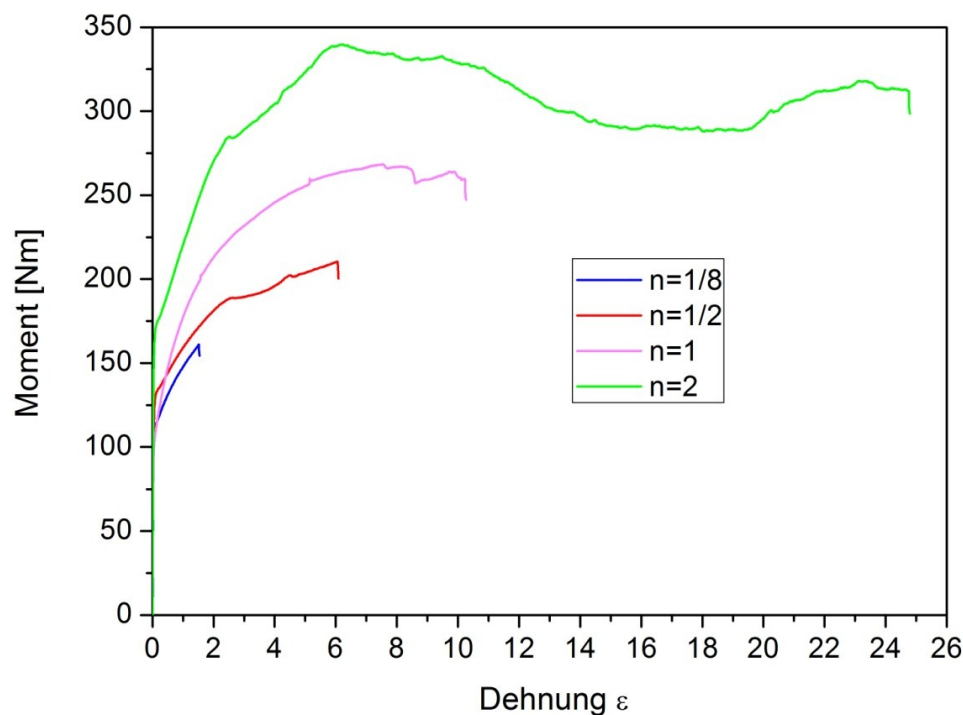
Tabelle 3 zeigt die Auflistung der Versuche, die mit Flachstempeln durchgeführt wurden. Die dabei erzeugten umgeformten Gefüge wurden im Laufe dieser Arbeit näher untersucht. Der Nominaldruck betrug bei jeder HPT 10 GPa und alle Versuche wurden bei Raumtemperatur durchgeführt.

**Tabelle 3: Versuchsparameter der Versuche mit flachen Stempeln, die bei RT durchgeführt wurden**

Bezeichnung	Anzahl der Umdrehungen	Druck [GPa]
TNM1_2	1/8	10
TNM1_3	1/2	10
TNM1_7	1	10
TNM1_4	2	10
TNM2_3	1/8	10
TNM2_2	1/2	10
TNM2_4	1	10
TNM2_5	2	10

Vor dem Hochverformungsprozess wurde jeder Probenzylinder an Grund- und Deckfläche mit einer radialen Markierung versehen um ein mögliches Durchrutschen während des Prozesses zu überprüfen. Zusätzlich dazu wurde auch das Moment während der Verformung gemessen und aufgezeichnet, da sich ein eventuelles Durchrutschen bzw. Zerschneiden des Probenkörpers im Momentenverlauf als plötzliches Abfallen des Moments niederschlägt.

Die Momentenverläufe aus Abbildung 10 und Abbildung 11 wurden während der HPT Verformung der beiden untersuchten Probenvarianten TNM1 und TNM2 gemessen.



**Abbildung 10: Momentenverläufe während der HPT, der TNM1-Probenvariante**



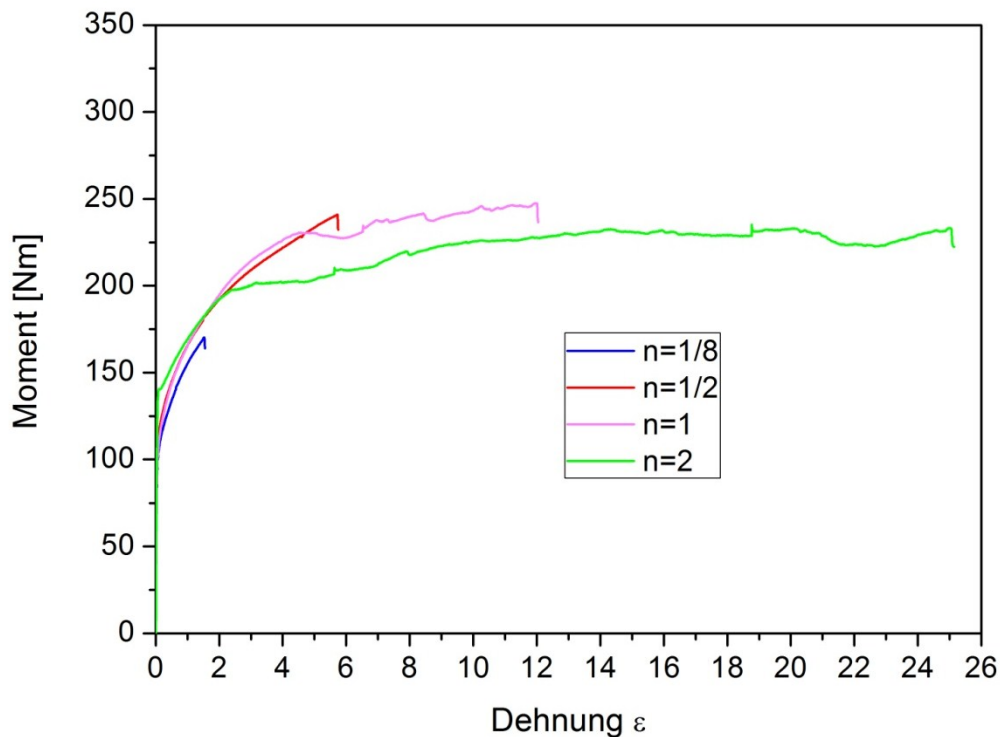


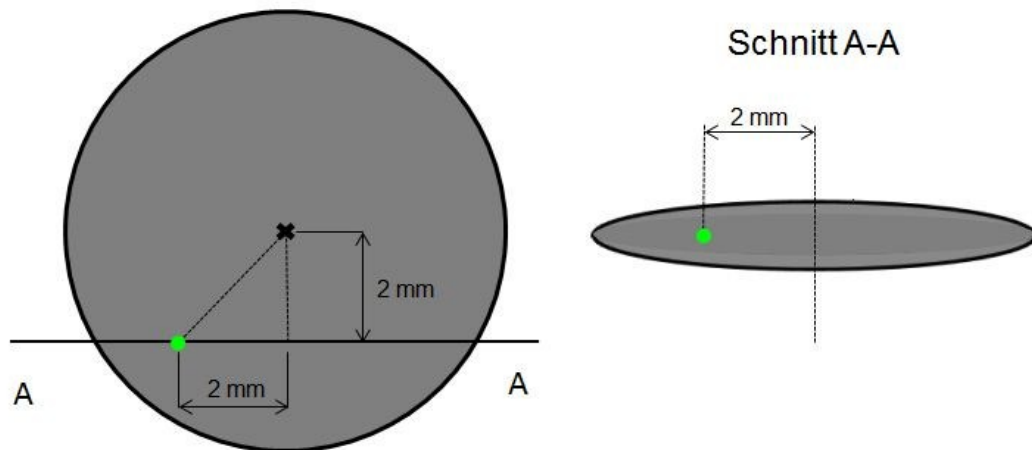
Abbildung 11: Momentenverläufe während der HPT, derTNM2- Probenvariante

Sowohl bei den Versuchen an TNM1 (Abbildung 10) als auch bei TNM2 (Abbildung 11) zeigen die gemessenen Momentenverläufe keine Anomalien. In allen Fällen wird das Ende der eingestellten Umdrehungszahl ohne ein Durchrutschen oder Zerschneiden der Probe erreicht. Die Dehnung  $\epsilon$  bezieht sich auf einen Radius von 2 mm, unter der Annahme einer idealen Torsionsverformung

### 3.4 Probenpräparation

#### 3.4.1 Präparation für Rasterelektronenmikroskop (REM)

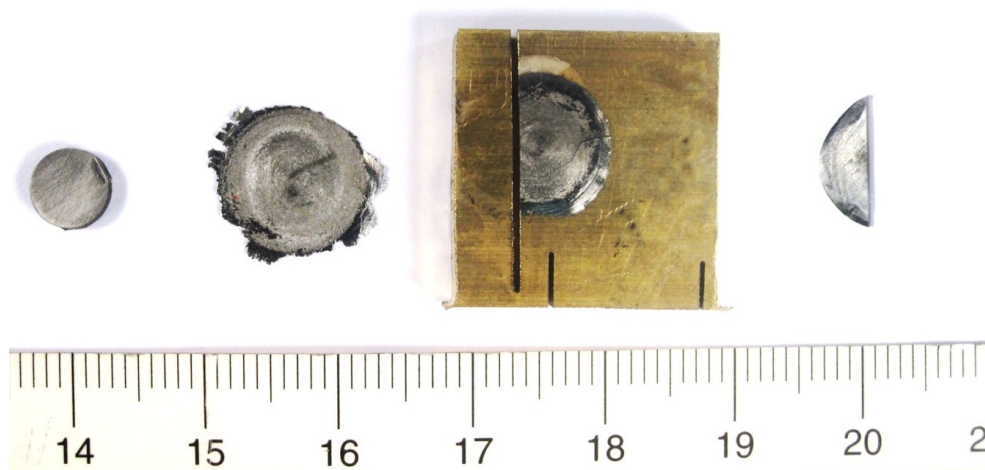
Die mittels HPT verformten Proben wurden an der Trennmaschine Accutom-5, wie es in Abbildung 12 gezeigt ist, geschnitten.



**Abbildung 12: Schneiden der verformten Proben für Mikrostrukturuntersuchungen**

Der Abstand der Schnittfläche zum Mittelpunkt der Probe beträgt 2 mm. Der grüne Punkt in Abbildung 12 gibt jene Stelle der Probe an, an welcher sämtliche Gefügeauswertungen durchgeführt wurden.

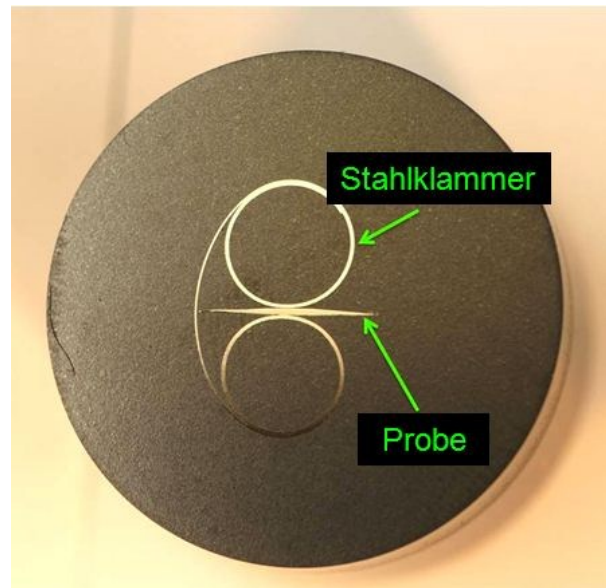
Um zu vermeiden, dass die nun nur mehr 0,5 mm dicken Proben während des Trennvorgangs brechen, wurden diese mithilfe eines Sekundenklebers auf Reststücke eines Stahlbleches geklebt. Im Anschluss wurden die zwei erhaltenen Teilstücke mit Aceton wieder vom Stahlstück gelöst. Die Herstellung der Proben ist in Abbildung 13 gezeigt.



**Abbildung 13: Von links nach rechts: Unverformte Probe, durch HPT verformte Probe, aufgeklebte Probe, am Accutom-5 getrennte Probe**

Links in Abbildung 13 ist eine unverformte TNM-Probe zu sehen, daneben ist die starke Deformation nach der HPT deutlich sichtbar. Weiter rechts in Abbildung 13 ist dargestellt, dass die Proben aus Stabilitätsgründen beim Schneiden auf ein Trägermaterial geklebt wurden, um nicht auseinander zu brechen. Ganz rechts im Bild ist eine getrennte Probe zu sehen.

Um im REM die Verformung im Probenquerschnitt beobachten zu können, wurde die größere der beiden Probenteile stehend, mithilfe einer Stahlklammer und leitender Einbettmasse (Polyfast, Struers) in der Einbettpresse Citopress-20, ebenfalls Struers, eingebettet. Die Stahlklammer diente zur Stabilisierung, um die Probe auf der Schnittfläche stehend einbetten zu können. Abbildung 14 zeigt eine derart eingebettete Probe.



**Abbildung 14: Probe mit Stahlklammer in Polyfast eingebettet**

In weiterer Folge wurden die eingebetteten Proben am Schleifautomaten Tegrapol-31, Struers, mit Siliziumdioxid ( $\text{SiO}_2$ )-Schleifpapier geschliffen. Danach folgte ein dreistufiger Polierprozess. Im ersten Schritt wurde eine Diamantsuspension mit einer Korngröße von  $6\ \mu\text{m}$ , im zweiten Schritt eine mit  $3\ \mu\text{m}$  verwendet. Die Diamantsuspension wurde in beiden Schritten im Verhältnis 1:1 mit 3%iger Wasserstoffperoxidlösung ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) gemischt. Da es von Vorteil ist eine spannungsfrei präparierte Oberfläche bei den REM-Aufnahmen im BSE-Kontrast zu haben und die Verformungsschicht an der Oberfläche so dünn wie möglich gehalten sein soll, wurde im dritten Polierschritt mit OPS poliert. Beim OPS-Polieren wird anstelle einer Diamantsuspension eine auf kolloidalem Siliziumdioxid basierende, chemisch aggressive Suspension verwendet. Die OPS-Suspension wurde wie in den vorhergehenden Schritten mit Wasserstoffperoxid gemischt, diesmal jedoch im Verhältnis 9:1. Zusätzlich wurden im dritten Schritt einige Tropfen eines herkömmlichen Spülmittels zugegeben, da dieses, so wie auch Wasserstoffperoxid, die Gleiteigenschaften auf den Poliertüchern verbessert [39]. Danach wurden die fertigen Schlitze in einem Bad aus Aceton durch Ultraschall gereinigt. Da die OPS-Suspension sehr gut an der Probenoberfläche haftet, wurden alle Schlitze zusätzlich

mit Isopropanol gesäubert. Die exakten Parameter für den gesamten Präparationsprozess sind Tabelle 4 zu entnehmen.

**Tabelle 4: Parameter der mechanischen Probenpräparation**

Drehzahl	Körnung [inch <sup>-2</sup> ]	Kraft [N]	Zeit [min]	Wasser	Drehsinn
<b>Schleifen</b>	220	15	2	AN	Gleichlauf
	320	15	2		
	500	15	2		
	800	15	2		
	1000	15	2		
	1200	10	2		
	2400	10	2		
	4000	10	2		
<b>Polieren</b>	6 $\mu$	15	35	AUS	Gleichlauf
	3 $\mu$	15	15		
	OPS	10	15		
	Wasser	10	1		

In Tabelle 4 sind sowohl die Körnung der verwendeten Poliertücher, die verwendete Normalkraft und Dauer der einzelnen Schleif- und Polierschritte, als auch die Verwendung von Wasser und der Drehsinn zwischen Schleif- beziehungsweise Polierteller und Probenhalter aufgelistet.

### 3.4.2 Elektrolytische Präparation für Nanohärtemessung

Um die Verformungsschicht, die bei mechanischer Präparation unvermeidbar auftritt, zu umgehen, wurden die Proben für die Nanohärtemessung elektrolytisch poliert. Die für diese Art der Präparation verwendeten Proben wurden mit nichtleitender Einbettmasse (Durofast, Struers) und einer Kunststoffklammer in der CitoPress-31, Struers, warm eingebettet, da die elektrische Leitfähigkeit von Polyfast nicht ausreicht um den Kontakt beim Elektropolieren zu gewährleisten. Um beim elektrolytischen Polieren jedoch trotz nichtleitender Einbettmasse einen elektrischen Kontakt zwischen Probe und Elektrolyten zu erhalten wurde ein Kupferband, welches mit der Probe kontaktiert war, mit eingebettet. Das zweite Ende des Kupferbandes war an der Rückseite der Probe zu sehen. Die Proben wurden bis zu einer Körnung von 1200 inch<sup>-2</sup> geschliffen und anschließend mit dem Gerät LectroPol-5 und einem A3 Elektrolyten (beides Firma Struers) elektrolytisch poliert. Die Parameter der elektrolytischen Präparation sind in Tabelle 5 angeführt.

Tabelle 5: Parameter für elektrolytisches Polieren

Spannung	Flussrate	Ätzdauer	Elektrolyt
36 V	20	2-4 s	A3

Bei einer Spannung von 30 V, einer Flussrate von 20 und einer Ätzdauer von 2 bis 4 Sekunden, war es möglich eine glattpolierte Oberfläche zu erzeugen. Beim Elektropolieren ist eine Kühlung des Elektrolyten und der Probe von Nöten, da die Oberfläche glatter und Reliefbildung vermindert wird, je niedriger die Temperatur ist. Diese Kühlung erfolgte durch kaltes Wasser, welches durch ein Schlauchsystem durch das Poliergerät geleitet wird. Somit sind Temperaturen zwischen 15°C und 18°C realisierbar.

### 3.5 Lichtmikroskopie

Um auf den ersten Blick erkennen zu können, ob während der Hochverformung Risse im Material entstanden waren, oder die Probenoberfläche kratzerfrei poliert war, wurden die Schriffe nach der Präparation erst im Auflichtmikroskop Axio Imager M1m der Firma Zeiss bei verschiedenen Vergrößerungen betrachtet. Waren keine bzw. vernachlässigbar kleine Risse zu sehen, wurde zur genaueren Analyse das REM herangezogen.

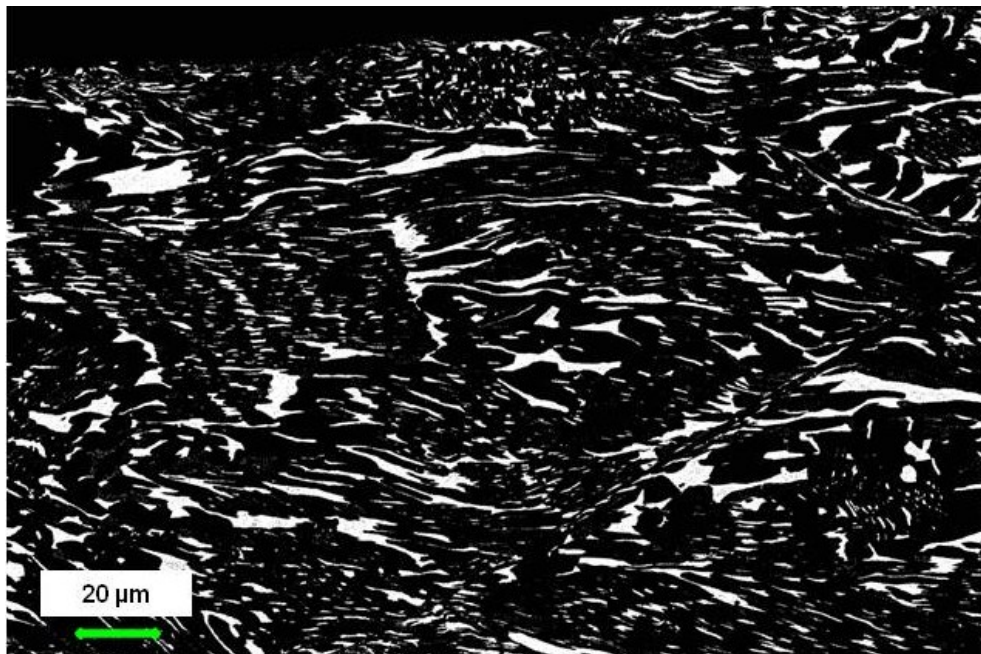
### 3.6 Rasterelektronenmikroskopie

Die wie in 3.4.1 präparierten Proben wurden in einem REM der Firma Zeiss (Typ EVO 50) im BSE-Kontrast (Back Scattered Electrons, Rückstreuелеktronenkontrast) untersucht. Dabei werden die an den Atomkernen der oberflächennahen Atome rückgestreuten Elektronen detektiert. Die Intensität des Signals ist von der Ordnungszahl des Materials abhängig. Das heißt, schwere Elemente sorgen für eine starke Rückstreuung, leichte Elemente für eine geringere. Somit erscheinen Bereiche hoher Ordnungszahl heller als Bereiche niedriger Ordnungszahl. Diese BSE-Aufnahmen liefern also Bilder mit Materialkontrast [20, 40]. Somit erscheinen bei der TNM-Legierung  $\beta_0$ -Bereiche, da sie einen höheren Anteil an Niob und Molybdän aufweisen, heller als die  $\alpha_2$ - und die  $\gamma$ -Phase. Die  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al-Phase erscheint aufgrund des geringeren Al-Gehalts noch heller als  $\gamma$ -TiAl. Alle REM-Bilder wurden mit einer Beschleunigungsspannung von 15 kV in 200- und 500-facher Vergrößerung aufgenommen.

### 3.7 Quantitative Gefügeanalyse

Um den Phasenanteil der  $\beta_0$ -Phase bei den verschiedenen Verformungsgraden bestimmen zu können, wurde eine quantitative Gefügeanalyse an REM-Aufnahmen

durchgeführt. Dazu wurden die REM-Bilder mithilfe der Software Adobe Photoshop C5 der Firma Adobe Systems bearbeitet. Um die helle  $\beta_0$ -Phase von den anderen beiden Phasen abgrenzen zu können, wurden verschiedene Filter und Gradationskurven angewendet, um den Kontrast stark zu erhöhen [11]. In Abbildung 15 ist beispielhaft eine wie beschrieben veränderte REM-Aufnahme gezeigt. Anschließend wurde an den bearbeiteten REM-Bildern mithilfe der Software Analysis Pro der Firma Olympus der Anteil der  $\beta_0$ -Phase quantitativ bestimmt.



**Abbildung 15: Im Photoshop bearbeitete REM-Aufnahme zur Phasenanteilsbestimmung mithilfe der Software Analysis**

Das in Abbildung 15 gezeigte Bild wurde mithilfe der Software Analysis flächenmäßig ausgewertet. Die weißen Bereiche stellen die  $\beta_0$ -Phase dar, die  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase sind in den schwarzen Bereichen zusammengefasst. Somit konnte der flächenmäßige Anteil der  $\beta_0$ -Phase im Vergleich zur restlichen schwarzen Fläche berechnet werden.

### 3.8 Kleinlasthärtemessung

An den hochverformten, mechanisch polierten Proben wurden Härtemessungen nach dem Verfahren von Vickers [41] bei verschiedenen Radien an dem Gerät Buehler Micromet 5100 am ESI durchgeführt. Bei dieser Form der Härteprüfung wird die Spitze einer vierseitigen Pyramide (Winkel von  $136^\circ$ ) aus Diamant für ca. 10 bis 15 s in die Oberfläche der Probe eingedrückt und die Diagonalen des entstandenen Eindrucks gemessen. Mithilfe der Computersoftware OmniMet MHT wurden die Härteeindrücke am ESI vermessen. Aus Abbildung 16 kann entnommen werden, wo die Eindrücke der Kleinlasthärtemessung positioniert waren.

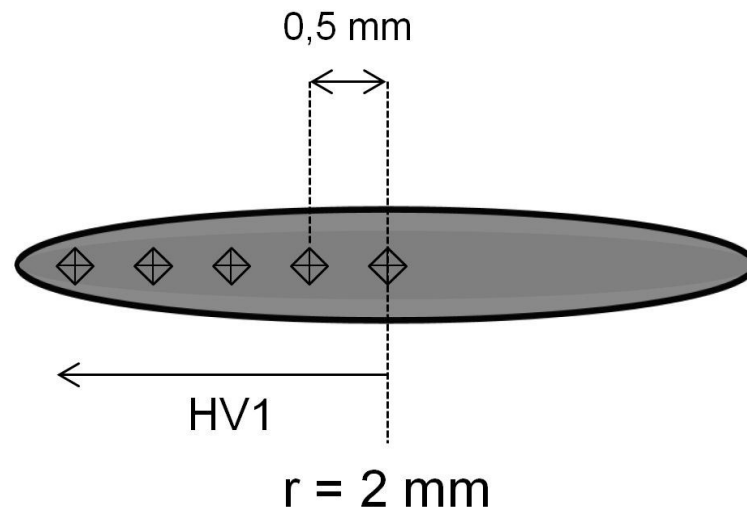


Abbildung 16: Position der Kleinlasthärteeindrücke

Die Fläche die in Abbildung 16 gezeigt wird, ist jene Schnittfläche, die schon in Abbildung 12 gezeigt wurde. Der Radius im Mittelpunkt der Schnittfläche beträgt also wiederum  $2 \text{ mm}$ . Die Härteeindrücke wurden mit einem Abstand von je  $0,5 \text{ mm}$  positioniert.

### 3.9 Nanohärtemessung

An ausgewählten Proben wurden außerdem gezielt Nanohärtemessungen durchgeführt, um lokale Härteunterschiede zu suchen, die die Ursache von Verformungslokalisierungen, wie sie in Abbildung 17 zu sehen sind, erklären sollten.

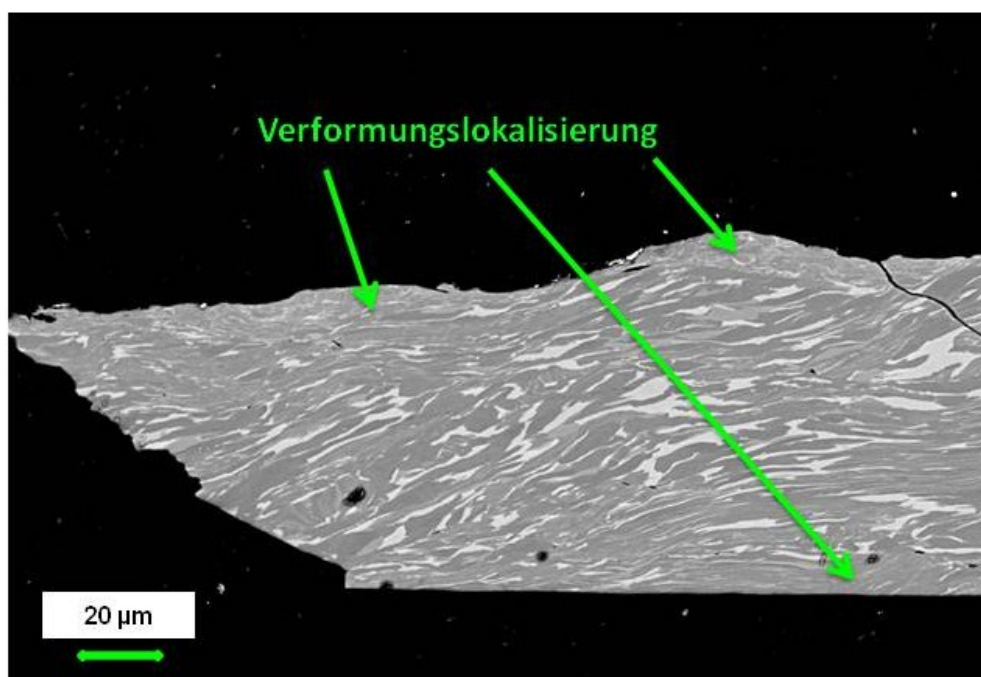


Abbildung 17: REM-Aufnahme: Verformungslokalisierung in oberflächennahen Bereichen

Die mit den Pfeilen markierten Bereiche in Abbildung 17 zeigen Stellen in denen höhere Verformungen als im Rest der Probe zu erkennen sind. Um zu vergleichen wie sich der hochverformte Rand der Probe zum Inneren verhält, wurden entlang des Randes sowie entlang der Mittellinie eine Vielzahl von Nanohärteeindrücken platziert.

Außerdem wurde an einer mit zwei Umdrehungen hochverformten Probe eine anschließende Wärmebehandlung (15 min bei 700°C) durchgeführt, um zu kontrollieren ob sich die Härte in den lokalisierten Bereichen dadurch ändert.

### 3.10 Überprüfung der Verformungslokalisierung an halbierten Proben

Um zu überprüfen, ob an den TNM-Proben auch makroskopisch Verformungslokalisierungen beobachtet werden können, wurden je zwei halbe Proben aus dem gleichen Material im Hydropulser mittels HPT verformt und im Stereomikroskop betrachtet. Das Verfahren ist in [42] genauer beschrieben.

### 3.11 Röntgendiffraktometrie (XRD) und Rietveld-Analyse

Die Röntgenuntersuchungen wurden auf einem Diffraktometer D500 B der Firma Siemens in Bragg-Brentano Anordnung an mechanisch präparierten Proben durchgeführt. Dazu wurde allerdings nicht wie bisher die Schnittfläche der verformten Proben, sondern die Deckfläche des verformten Zylinders, wie in Abbildung 18 zu sehen ist, betrachtet.

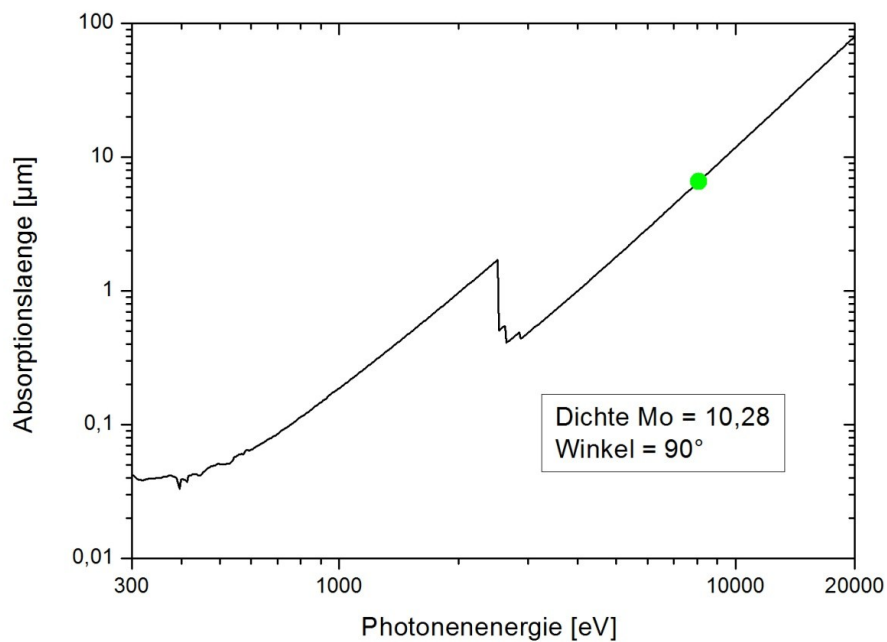


Abbildung 18: Deckfläche der verformten, zylindrischen Probe mit Molybdän-Abdeckung

Bei der Bragg-Brentano Anordnung bewegt sich der Detektor mit der zweifachen Winkelgeschwindigkeit der Röntgenstrahlungsquelle. Gemessen wurde in einem Winkelbereich  $2\theta$  von 34° bis 60° bei einer Schrittweite von 0,02° und einer Dauer von 4sec/Schritt. Als Strahlungsquelle wurde Cu-K $_{\alpha}$  Strahlung verwendet, welche



eine Wellenlänge  $\lambda$  von 1,542Å (8050 eV) besitzt. Da die kreisförmigen Proben am äußeren Rand die höchste Verformung aufweisen, bestand das Interesse darin, nur diesen kreisringförmigen Randbereich im XRD zu erfassen. Aus diesem Grund wurde ein geeigneter Werkstoff ausgewählt, um die Mitte der Probe von der Röntgenstrahlung abzudecken. Als geeigneter Werkstoff um diesen Zweck zu erfüllen erwies sich Molybdän wie aus Abbildung 19 hervorgeht, welche die Abhängigkeit der Absorptionslänge von der Photonenenergie der Röntgenstrahlung zeigt [43].



**Abbildung 19: Abhängigkeit der Absorptionslänge von Molybdän von der Photonenenergie der einfallenden Strahlung [43]**

Die Absorptionslänge ist jene Länge, bei der die Intensität der Strahlung  $I_0$  auf den Wert  $I_0/e$  abgesunken ist. Abbildung 19 zeigt, dass schon ab einer Dicke von etwa 6  $\mu\text{m}$  die Absorptionslänge für Röntgenstrahlung mit einer Photonenenergie von 8050 eV erreicht ist (grüner Punkt in Abbildung 19). Kreisrunde Plättchen mit einem Durchmesser von 3 mm wurden aus einer Molybdän-Folie mit 200  $\mu\text{m}$  Dicke mithilfe einer Stanze entnommen. Eine ausreichende Abschirmung ist mit dieser Foliendicke auf jeden Fall gewährleistet. Die Plättchen wurden mit einem herkömmlichen Sekundenkleber auf die geschliffene Probenoberfläche geklebt. Dabei war darauf zu achten, dass die zu messende Fläche keinerlei Kleberückstände aufwies, da der Kleber das Messergebnis des XRD verfälschen würde.

Die im XRD erhaltenen Daten wurden mithilfe der Software Topas der Firma Bruker AXS durch eine Rietveld-Analyse ausgewertet. Mithilfe dieser Analyse sollte der

Phasenanteil von  $\beta_0$  bei den verschiedenen Verformungsgraden quantitativ ermittelt werden. Die Rietveld-Analyse beruht auf der mathematischen Methode der kleinsten Fehlerquadrate und nähert die Beugungsspektren durch eine simulierte Kurve an [44].

Um feststellen zu können, ob während der Verformung Ordnungs- beziehungsweise Entordnungsreaktionen ablaufen, wurde an der TNM1-Legierung erneut, in einem Winkelbereich von 20-65°C gemessen. Der größere Winkelbereich ermöglicht es, Überstrukturpeaks und in weiterer Folge Ordnungsphase zu erkennen.

## 4. Ergebnisse

Der Ergebnisteil wird nach Werkstoffzuständen und angewendeten Methoden gegliedert. Der erste Teil jedes Kapitels beschäftigt sich mit den Ergebnissen der Versuche an TNM1-Proben, der zweite Teil mit denen, die von Zustand TNM2, also der wärmebehandelten Variante, erhalten wurden.

### 4.1 Berechnete Scherung, Dehnung und Scherwinkel

Die theoretische Scherung, die daraus folgende Dehnung sowie der Scherwinkel, der sich bei den verschiedenen Verformungsgraden einstellen sollte, wurde, wie in Kapitel 2.3.1 erklärt, berechnet und in Tabelle 6 zusammengefasst.

**Tabelle 6: Berechnete Werte für den Scherwinkel bei verschiedenen Verformungsgraden**

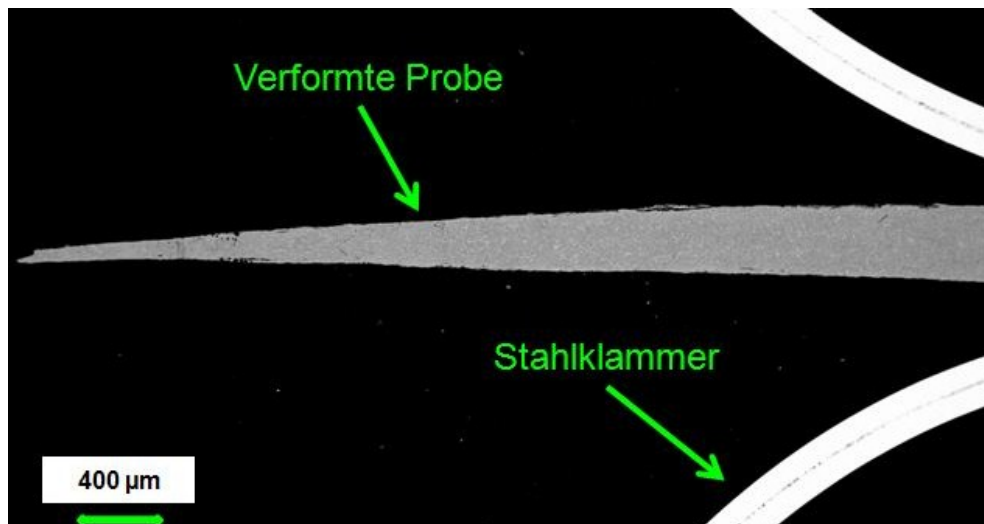
n	r	h	Scherung $\gamma$	Dehnung $\epsilon$	Scherwinkel $\alpha$
	[mm]	[mm]	[-]	[-]	[°]
1/8	2,8	0,6	3,6	2,1	80
1/2	2,8	0,6	14,7	8,5	87
1	2,8	0,6	29	17	88
2	2,8	0,6	58	34	89

Um den Grad der Verformung zu überprüfen, wurde der Scherwinkel  $\alpha$  aus den REM-Aufnahmen ausgemessen und mit den berechneten Werten verglichen.

### 4.2 TNM 1-Zustand

#### 4.2.1 REM-Aufnahmen-TNM1

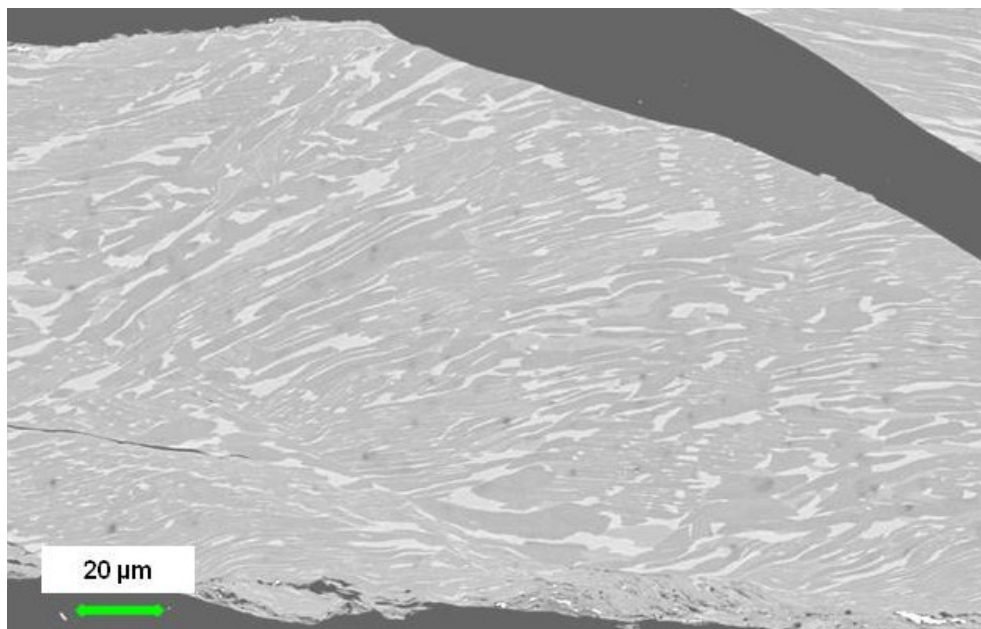
Um feststellen zu können, ob die verformten Proben mit Rissen behaftet waren und sich einen generellen Überblick zu schaffen, wurde im REM eine geringe Vergrößerung verwendet. Abbildung 20 zeigt repräsentativ eine Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe.



**Abbildung 20: Überblicksaufnahme einer hochverformten TNM1-Probe mit  $n=1$  (REM)**

Wie man aus Abbildung 20 erkennt, fließt das Material während der Hochverformung mit flachen Stempeln nach außen, wie am Dünnwerden der Probe zum Rand hin zu erkennen ist. Ebenfalls zu sehen ist die Stahlklammer, mit deren Hilfe die HPT-Probe auf der Schnittfläche stehend eingebettet wurde. Diese mit einer Umdrehung verformte TNM1-Probe weist keine Risse auf und konnte somit weiter untersucht werden.

Durch die Hochverformung änderte sich das Gefüge der TNM1-Legierung wie es in Abbildung 21 dargestellt ist.

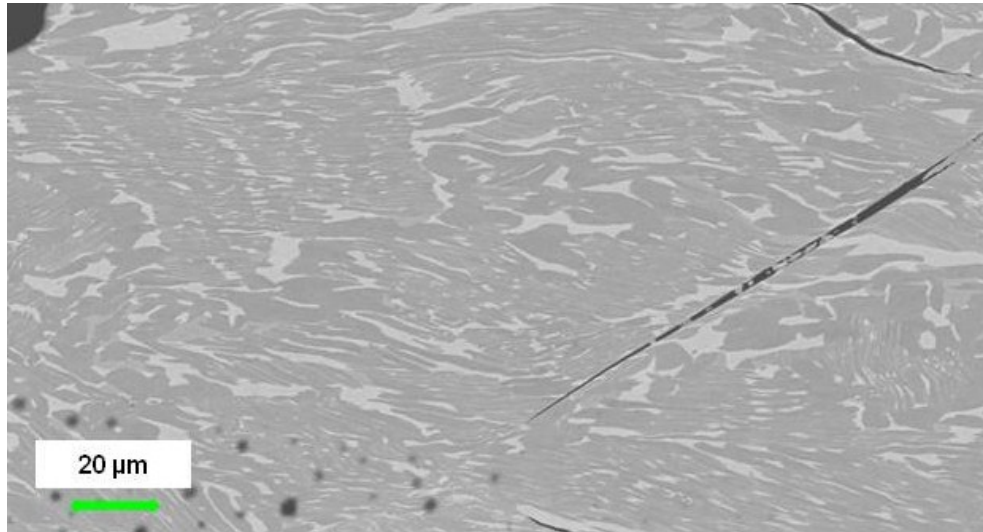


**Abbildung 21: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 1/8 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**

Abbildung 21 zeigt den geringsten Verformungsgrad von 1/8 Umdrehung bei einem Druck von 10 GPa und Raumtemperatur. Zu erkennen ist, dass alle drei Phasen

verformt wurden. Die hellsten Bereiche stellen die  $\beta_o$ -Phase dar, welche durch die Verformung in Richtung der Normalen auf den Probenradius gestreckt wurde. Die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien erscheinen als mittel- und dunkelgraue langgestreckte Bereiche, welche ebenfalls in die gleiche Richtung verformt sind.

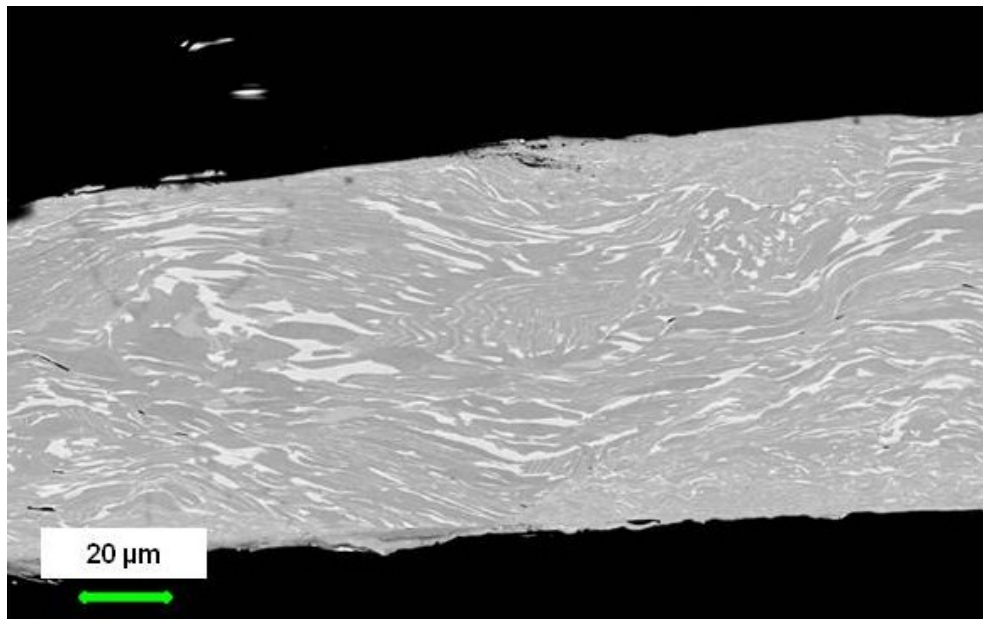
Abbildung 22 zeigt das Gefüge einer TNM1-Probe, welche mit 1/2 Umdrehung verformt wurde.



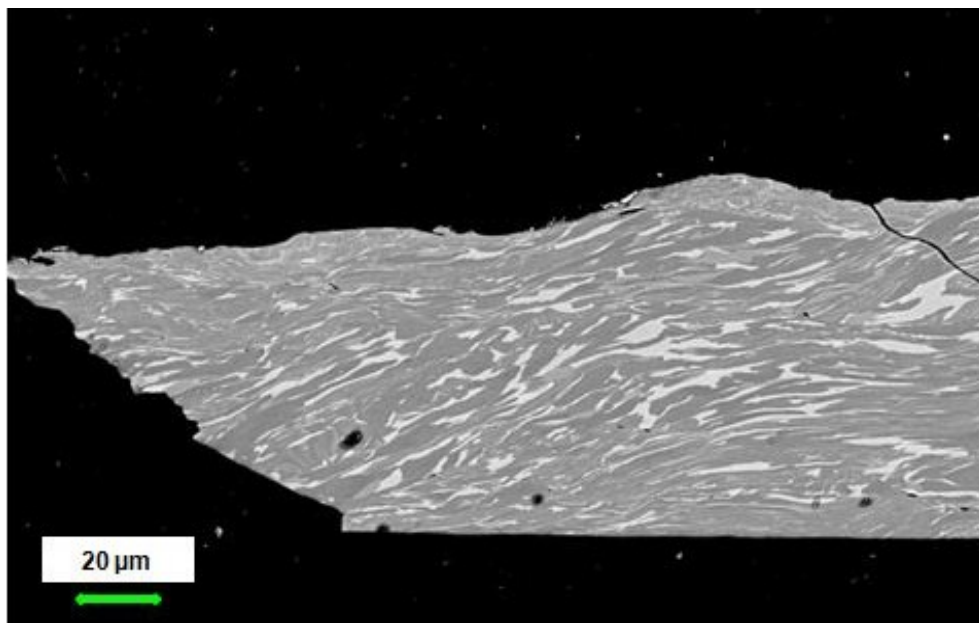
**Abbildung 22: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 1/2 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**

Aus Abbildung 22 ist zu erkennen, dass sich die Bestandteile des dreiphasigen Gefüges noch weiter geneigt haben und fast normal zur Drehachse ausgerichtet sind. Wie in den anderen REM-Aufnahmen, ist die  $\beta_o$ -Phase in Weiß,  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien hingegen in Hell- und Dunkelgrau dargestellt.

Abbildung 23 und Abbildung 24 zeigen REM-Aufnahmen mit höheren Verformungsgraden von 1 und 2 Umdrehungen. Die Position aller REM-Aufnahmen ist Abbildung 12 zu entnehmen.

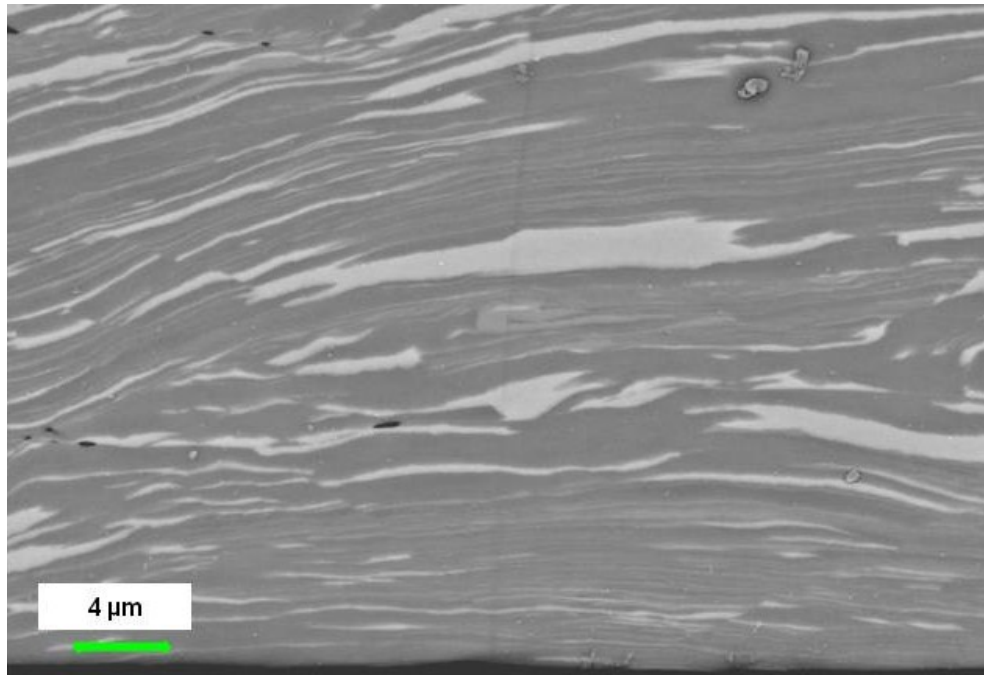


**Abbildung 23: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 1 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**



**Abbildung 24: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**

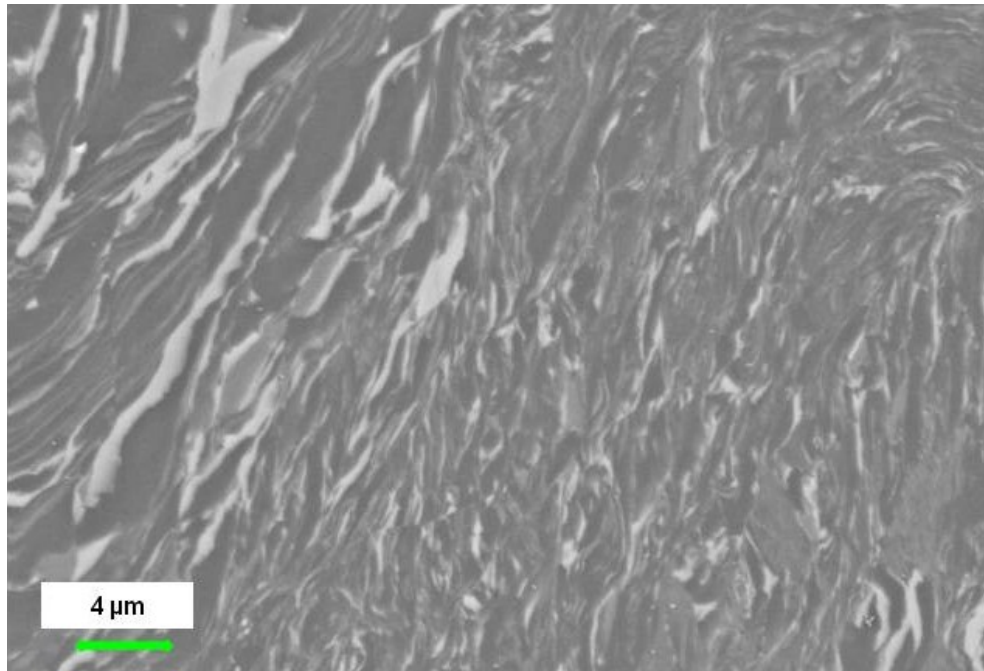
Aus Abbildung 23 und Abbildung 24 ist gut zu erkennen, dass die Dicke der Probe bei höheren Verformungsgraden stark abnimmt. Die Dicke der Probe beträgt am Rand nur mehr 40 µm. Zusätzlich sieht man, dass die Probe im Querschnitt nicht homogen verformt ist. An den oberen und unteren Rändern der Schnittflächen sind Bereiche der Verformungslokalisierung zu erkennen. Diese Bereiche wurden im REM mit 3000-facher Vergrößerung betrachtet, was in Abbildung 25 zu sehen ist.



**Abbildung 25: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe mit Verformungslokalisierung, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 3000-fache Vergrößerung**

Abbildung 25 zeigt die REM-Aufnahme dieser lokalisierten Bereiche in höherer Auflösung und man erkennt ein sehr feinkörniges zeiliges Gefüge, das offensichtlich stärker verformt wurde als das Innere der Probe. Die Breite der  $\beta_0$ -Körner hat stark abgenommen, und die Körner schließen etwa einen rechten Winkel mit der Drehachse ein. Auch die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien sind stark länglich gestreckt und weisen ein feines, zeiliges Gefüge auf.

Abbildung 26 zeigt einen anderen Bereich der mit 2 Umdrehungen verformten Probe. Dieser zeigt ein „zerrüttetes“ Gefüge, welches nicht horizontal, sondern vertikal ausgerichtet ist.



**Abbildung 26: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM1-Probe mit Verformungslokalisierung, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 3000-fache Vergrößerung**

Die  $\alpha_2$ -,  $\beta_0$ - und  $\gamma$ -Körner in Abbildung 26 liegen parallel zur Drehachse. Das Gefüge weist eine geringere Korngröße auf und zeigt einen zerrütteten Charakter. Die Ursache für dieses Verhalten könnte in einer starken Abweichung von der idealen Torsionsverformung, oder an den später diskutierten Gefügeeigenschaften liegen.

#### 4.2.2 Überprüfung der Verformungslokalisierung an halbierten Proben

Die zur makroskopischen Überprüfung der Verformungslokalisierung halbierte und hochverformte Probe der TNM1-Variante ist in Abbildung 27 abgebildet.



**Abbildung 27: Halbierte und mit  $n=1/8$  hochverformte Probe. Beide Teilstücke aus TNM1**

Aus der Abscherung der Grund- und Deckfläche ist zu erkennen, dass eine starke Verformungslokalisierung stattgefunden hat. Die Probe zeigt in verschiedenen



Schichten Unterschiede in der Verformung. Dies ist in Abbildung 27 mit grünen Pfeilen gekennzeichnet.

#### 4.2.3 XRD und Rietveld-Analyse

Die XRD Messungen an den TNM1-Legierungen wurden durchgeführt um den Phasenanteil der  $\beta_0$ -Phase bei den unterschiedlichen Verformungsgraden zu bestimmen. Die gemessenen XRD-Plots sind in Abbildung 28 dargestellt.

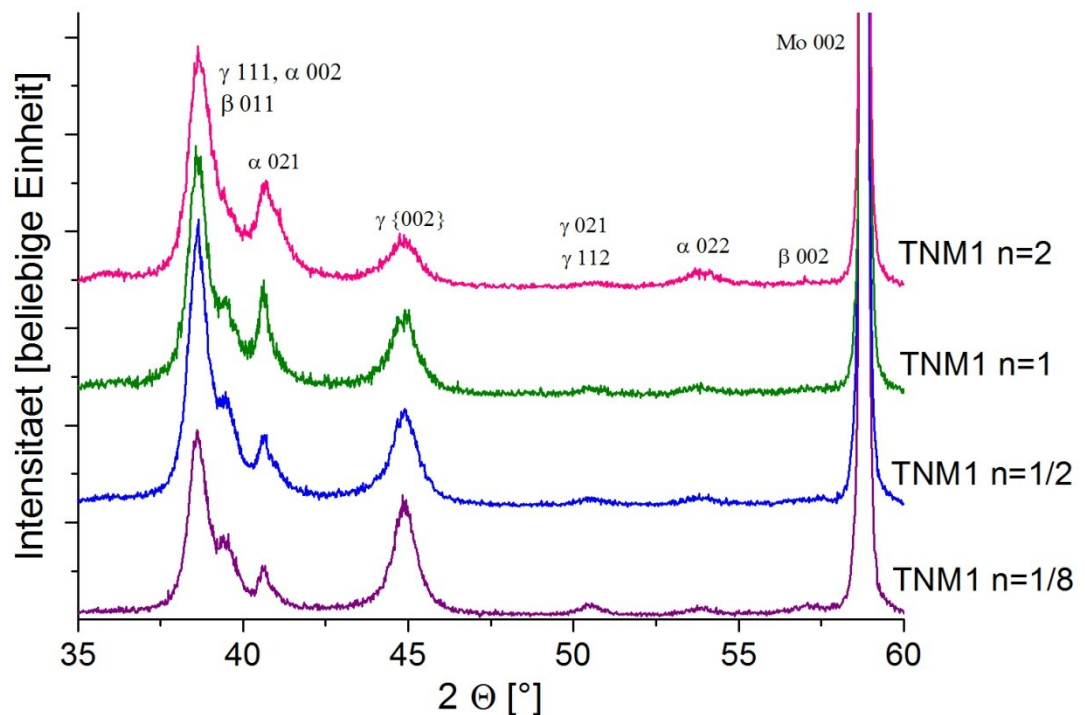


Abbildung 28: XRD Plots der TNM1-Variante

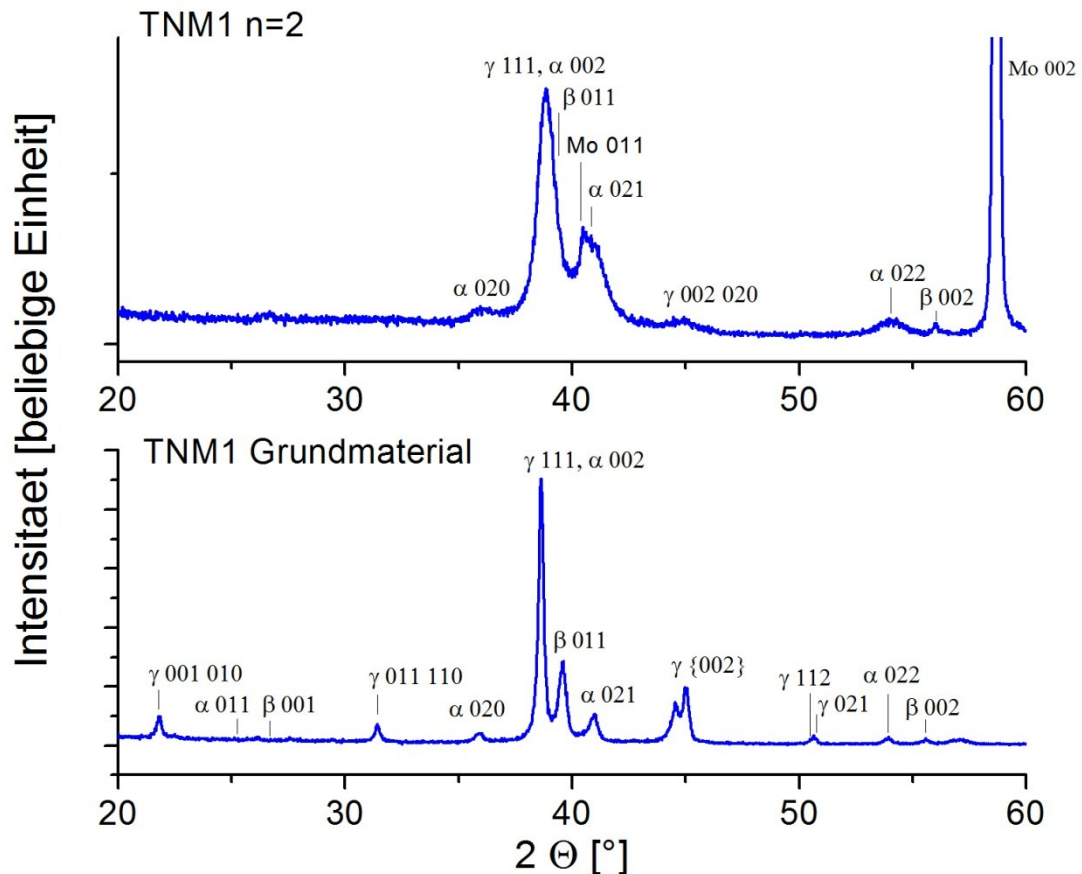
Die XRD-Spektren in Abbildung 28 zeigen die  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$ -Peaks der TNM1-Probe. Außerdem zeigt Molybdän einen starken Peak bei einem Winkel von  $57^\circ$ . Die Intensität der  $\gamma$ -Peaks sinkt mit steigendem Verformungsgrad, während die Intensität der  $\alpha_2$ -Peaks etwas zunimmt. Des Weiteren ist zu erkennen, dass sich die Peak-Positionen in Folge der zunehmenden Verformung verschieben, was zu einer Peaküberlappung bei etwa  $37^\circ$  führt. Die Breite des  $\gamma$ -Peaks bei ca.  $45^\circ$  nimmt mit zunehmender Verformung (von  $n=1/8$  auf  $n=2$ ) zu.

Die Durchführung einer Rietveld-Analyse wurde durch die starke Textur und die Peakverbreiterung unmöglich gemacht, weshalb keine eindeutigen Werte für die Phasenanteile berechnet werden konnten.

Da es bei der TNM1-Variante aufgrund der starken Verformungslokalisierung von Interesse war, ob sich die  $\beta_0$ -Phase in den Randbereichen entordnet, jedoch in dem

gemessenen Winkelbereich von  $35^\circ$  bis  $60^\circ$  keine Überstrukturpeaks auftreten, wurden weitere XRD-Messungen in einem Winkelbereich von  $20^\circ$  bis  $60^\circ$  durchgeführt.

Abbildung 29 zeigt die XRD-Plots des Grundmaterials und einer Probe, die mit zwei Umdrehungen verformt wurde.



**Abbildung 29: Rietveld-Analyse zur Überprüfung der Überstruktur der  $\beta_0$ -Phase**

Aufgrund der geringen Intensität der  $\alpha_2$ - und  $\beta_0$ -Peaks können sie nicht eindeutig vom Untergrund unterschieden werden. Der Überstrukturpeak der  $\beta_0$ -Phase müsste bei einem Winkel von  $2\theta=26,7^\circ$  liegen, was jedoch aus Abbildung 29 nicht eindeutig hervor geht. Im XRD-Plot der verformten Probe ist wiederum ein starker Mo-Peak zu beobachten, der aufgrund des angebrachten Mo-Plättchens erscheint.

#### 4.2.4 Quantitative Gefügeanalyse

Abbildung 30 zeigt das Ergebnis der quantitativen Gefügeanalyse anhand der Auswertung der REM-Bilder und die erhaltenen Werte für den  $\beta_0$ -Phasenanteil bei vier verschiedenen Verformungszuständen.

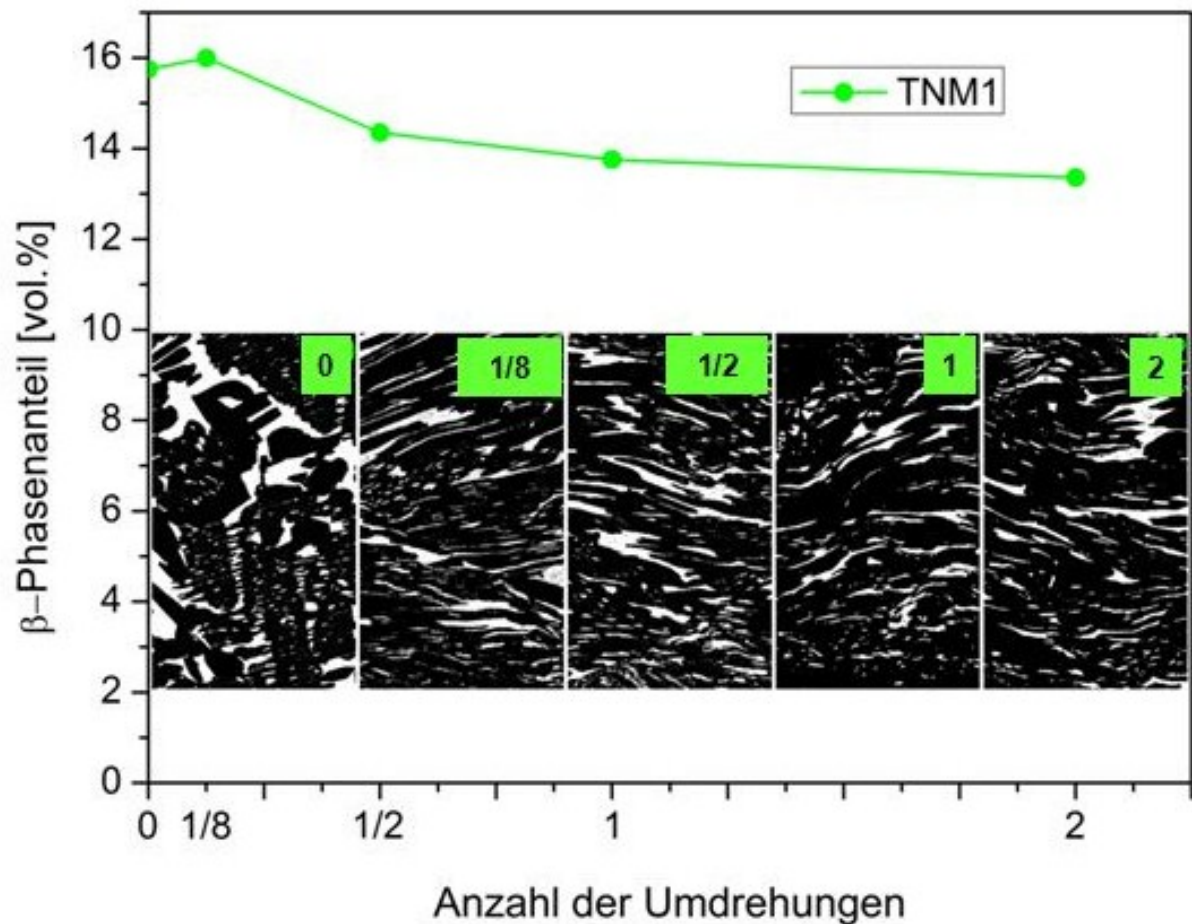
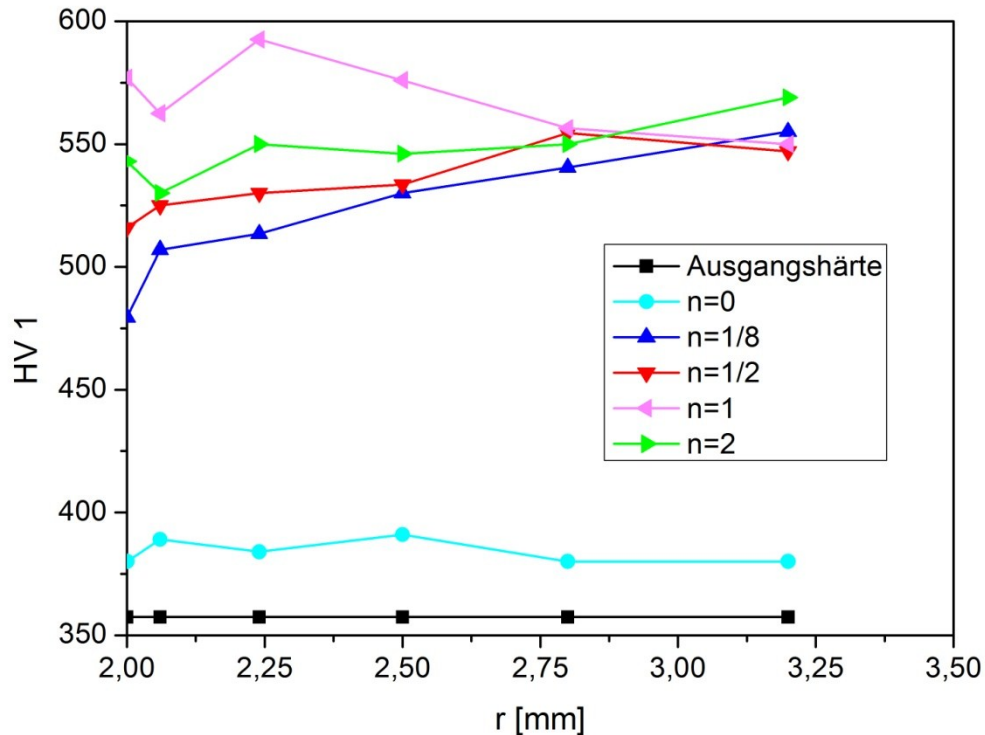


Abbildung 30: Anteil der  $\beta_0$ -Phase in der TNM1-Variante in Abhängigkeit des Verformungsgrades

Die TNM1-Variante weist im Ausgangszustand bei 0 Umdrehungen einen  $\beta_0$ -Anteil von etwa 16 vol% auf. Aus Abbildung 30 ist ersichtlich, dass der Anteil der  $\beta_0$ -Phase mit steigender Anzahl der Umdrehungen abnimmt. Nach 2 Umdrehungen ist der  $\beta_0$ -Anteil auf etwa 13 vol% gesunken. Diese zur Auswertung verwendeten REM-Bilder mit erhöhtem Kontrast sind in Abbildung 30 als Insert eingebaut.

#### 4.2.5 Mikrohärtemessung an TNM1

Abbildung 31 zeigt die Härtewerte die an TNM1-Proben am ESI gemessen und ausgewertet wurden.

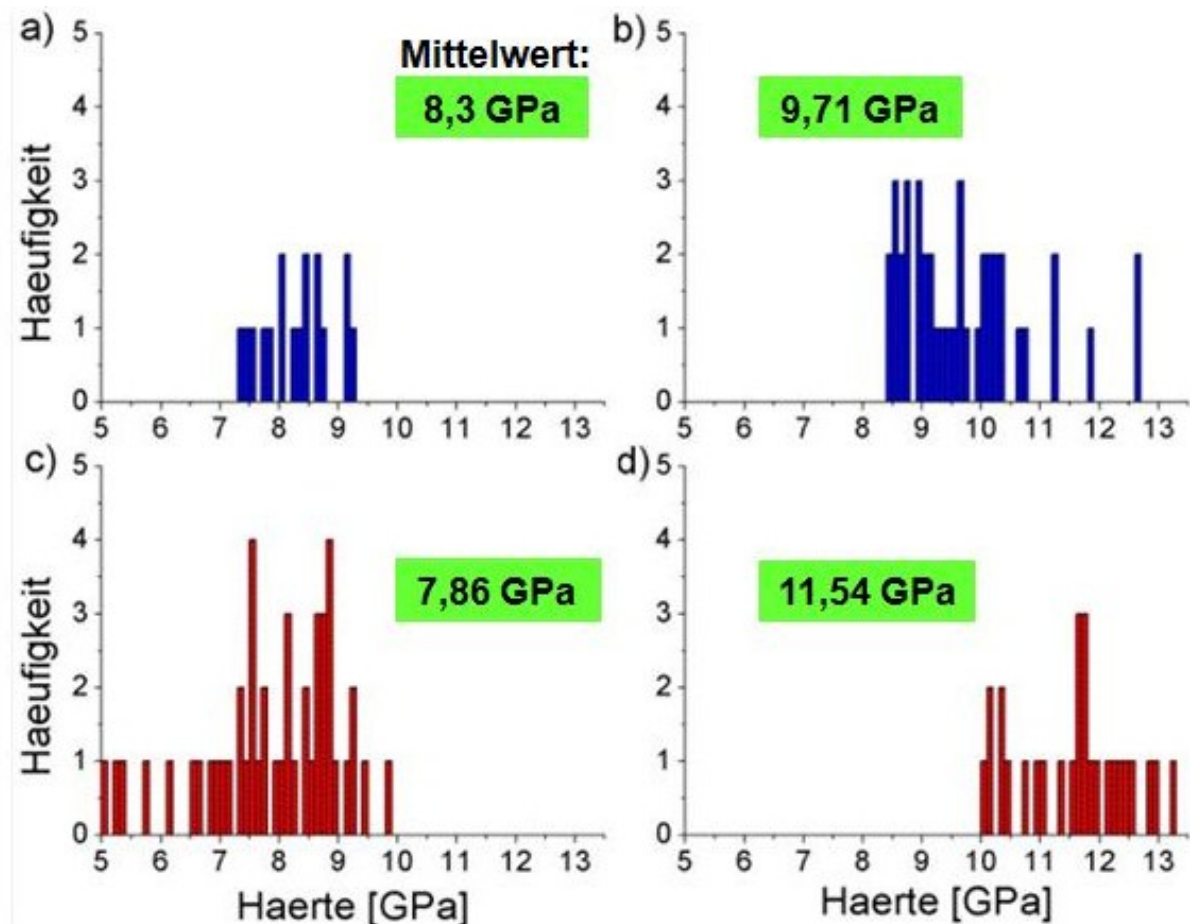


**Abbildung 31: Härte in Abhängigkeit des Radius der TNM1-Variante bei verschiedenen Verformungsgraden**

Die TNM1-Legierung zeigte eine Ausgangshärte von 360 HV, die in Abbildung 31 durch die schwarze Linie dargestellt wird. Durch die Stauchung mit einem Druck von 10 GPa steigt die Härte auf einen Wert von 380 HV an (türkise Linie). Aus den Punkten in Abbildung 31 ist zu erkennen, dass das Material durch die Torsionsbeanspruchung eine zusätzliche Festigkeitssteigerung erfährt. Ab einer Härte von ca. 550 HV laufen die Werte von  $n=1/8$ ,  $1/2$ , 1 und 2 Umdrehungen (blau, rot, pink, grün) jedoch in ein Plateau ein, das Material verfestigt also nicht weiter.

#### 4.2.6 Nanohärtemessungen zur Überprüfung der Verformungslokalisierung

Die Ergebnisse der Nanohärtemessungen an einer TNM1 Probe mit  $n=2$ , sowie an einer wärmebehandelten Probe, sind Abbildung 32 zu entnehmen. Aus den Nanohärtewerten des Probenrandes und des Probeninneren wurden der jeweilige Mittelwert und die Standardabweichung berechnet, um einen Überblick über die Härte des Materials nach der Verformung zu erhalten.



**Abbildung 32: Vergleich der Härteverteilung einer HPT-Probe mit 2 Umdrehungen (a, c) und eine gleichstark verformte Probe mit anschließender Wärmebehandlung (b, d)**

Abbildung 32 vergleicht die Nanohärtewerte des Probenrandes und des Probeninneren zweier verschiedener TNM1-Proben. Rot dargestellte Balken zeigen die Nanohärtewerte am Rand der jeweiligen Probe. Die blauen Balken zeigen die Nanohärteverteilung entlang der Mittellinie der Schnittfläche. Die Balken in Abbildung 32 a) und c) beziehen sich auf eine hochverformte TNM1-Probe, die mit 2 Umdrehungen verformt wurde.

Zu erkennen ist, dass die Probe mit 2 Umdrehungen am Rand weicher ist als an der Mittellinie der Schlieffläche. Bei 2 Umdrehungen nimmt die Mittelwert der Härte von 8,30 GPa auf 7,86 GPa ab.

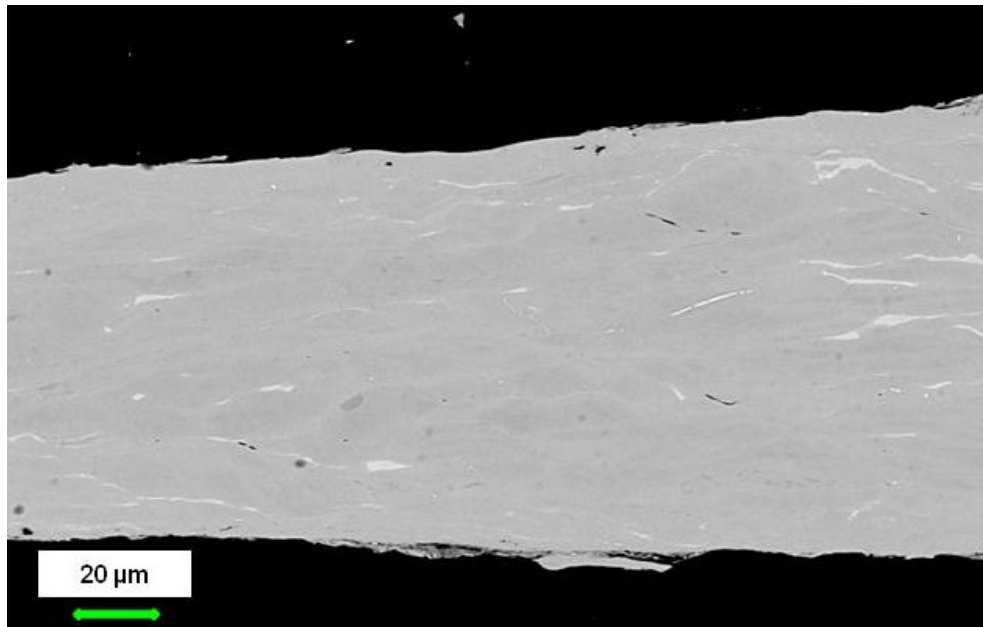
Im Unterschied dazu zeigt die bei 700° wärmebehandelte TNM1-Probe in Abbildung 32 b) und d) am Rand höhere Nanohärtewerte als im Probeninneren. Der Mittelwert der Nanohärte am Rand beträgt 11,54 GPa, in der Mitte 9,71 GPa.

Abbildung 33 zeigt eine REM-Aufnahme der Nanohärteeindrücke in den lokalisierten Randbereichen der wärmebehandelten TNM1-Probe.



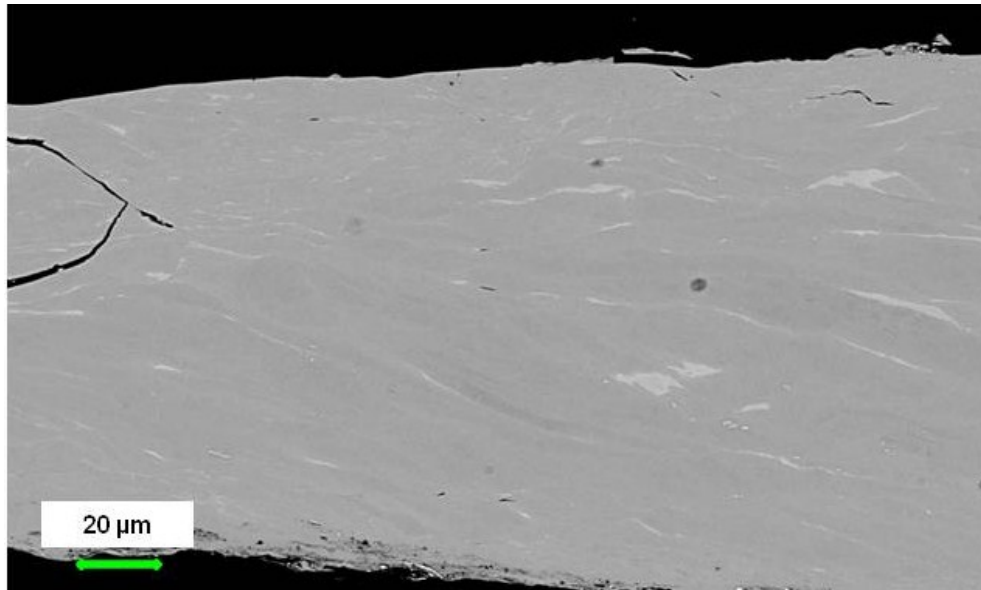
Die  $\beta_0$ -Phase, die im unverformten Zustand die  $\alpha_2$ -Körner umsäumt, zeigt sich nun als langgestreckte weiße Phase im Gefüge. Auch die Dicke der  $\beta_0$ -Bänder nimmt durch die Verformung ab. Weiters sind in Abbildung 34 kleine Risse zu sehen.

Aus Abbildung 35, Abbildung 36 und Abbildung 37 ist zu erkennen, dass die Verformung auch einen Einfluss auf den Phasenanteil der  $\beta_0$ -Phase hat.

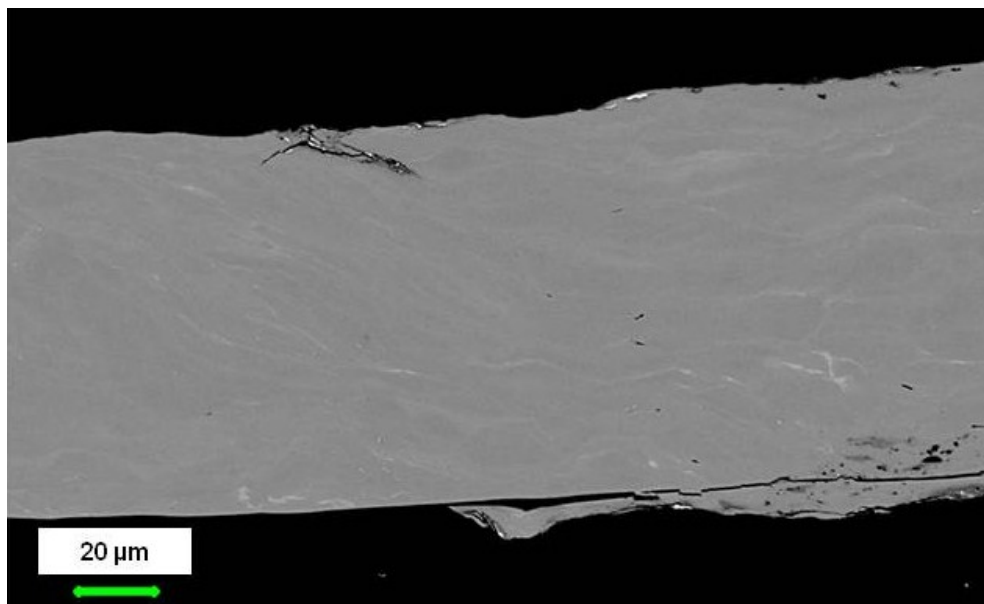


**Abbildung 35: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 1/2 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**

Abbildung 35 zeigt eine HPT-Probe der TNM2-Variante mit einer Verformung von 1/2 Umdrehung bei 10 GPa und Raumtemperatur. Die weiß erscheinende  $\beta_0$ -Phase ist langgestreckt und hat in der Dicke abgenommen. Generell scheint das Gefüge an  $\beta_0$  verarmt zu sein.



**Abbildung 36: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 1 Umdrehung, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**



**Abbildung 37: REM-Aufnahme einer hochverformten TNM2-Probe, 2 Umdrehungen, Raumtemperatur, 10 GPa Druck, 500-fache Vergrößerung**

In den Abbildung 36 und Abbildung 37 setzt sich dieser Trend fort. Während die helle  $\beta_0$ -Phase in Abbildung 36 noch gut zwischen den dunkleren  $\alpha_2$ -Bereichen zu erkennen ist, scheint Abbildung 37 fast nur mehr aus verformten  $\alpha_2$ -Körnern zu bestehen.

#### **4.3.2 Überprüfung der Verformungslokalisierung an halbierten Proben**

Die Probenhälften von TNM2, die zur makroskopischen Überprüfung einer Verformungslokalisierung hochverformt wurden, sind in Abbildung 38 abgebildet.





**Abbildung 38: Halbierte und mit  $n=1/8$  hochverformte Probe. Beide Teilstücke aus TNM2**

Die Abscherung an Grund- und Deckfläche des Probenzylinders ist nur gering ausgebildet. Es haben sich makroskopisch keine lokalisierten Verformungsschichten gebildet. Die Probenhälften haben sich bei der Hochverformung nicht miteinander verbunden, sondern lagen auch nach der HPT getrennt vor.

#### **4.3.3 XRD und Rietveld-Analyse**

Da es bei der übersättigten TNM2-Variante von Interesse war, ob während der Hochverformung verformungsinduzierte Ausscheidung der  $\gamma$ -Phase von Statten geht, wurden an unterschiedlich verformten Proben XRD-Spektren aufgenommen (Abbildung 39).

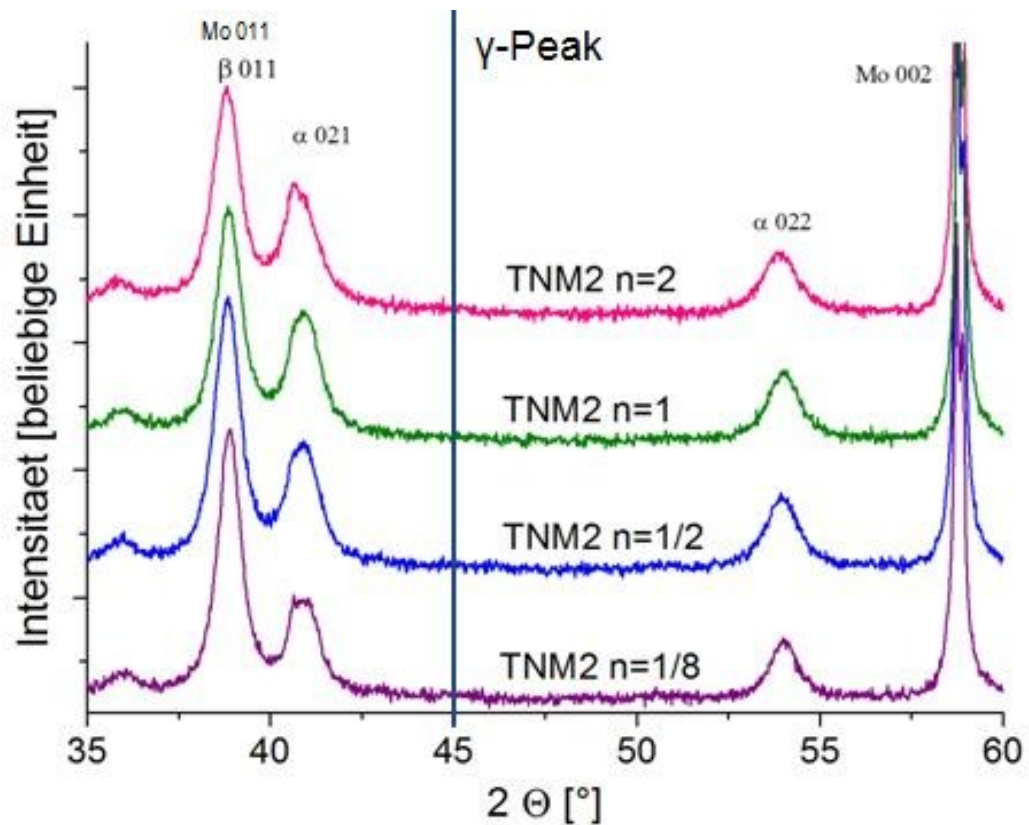
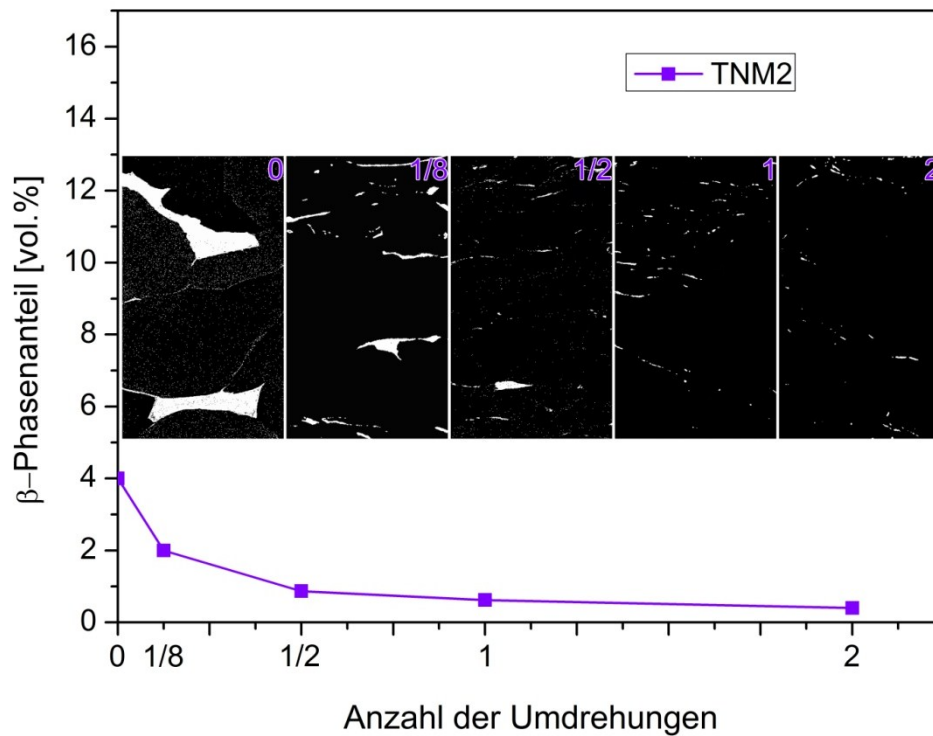


Abbildung 39: XRD Plots der TNM2-Variante bei allen Verformungsgraden

Abbildung 39 zeigt XRD-Plots der verschiedenen Verformungszustände mit sämtlichen  $\alpha_2$ - und  $\beta_0$ -Peaks. Zu erkennen ist, dass das Spektrum bei einem Winkel  $2\theta=45^\circ$  keinen  $\gamma$ -Peak aufweist, welcher dort zu sehen wäre, hätte verformungsinduzierte Phasenausscheidung in der detektierbaren Größenordnung stattgefunden.

#### 4.3.4 Quantitative Gefügeanalyse

Abbildung 40 zeigt das Ergebnis der quantitativen Gefügeanalyse und die erhaltenen Werte für die Änderung des  $\beta_0$ -Phasenanteils von TNM2 mit steigendem Verformungsgrad.

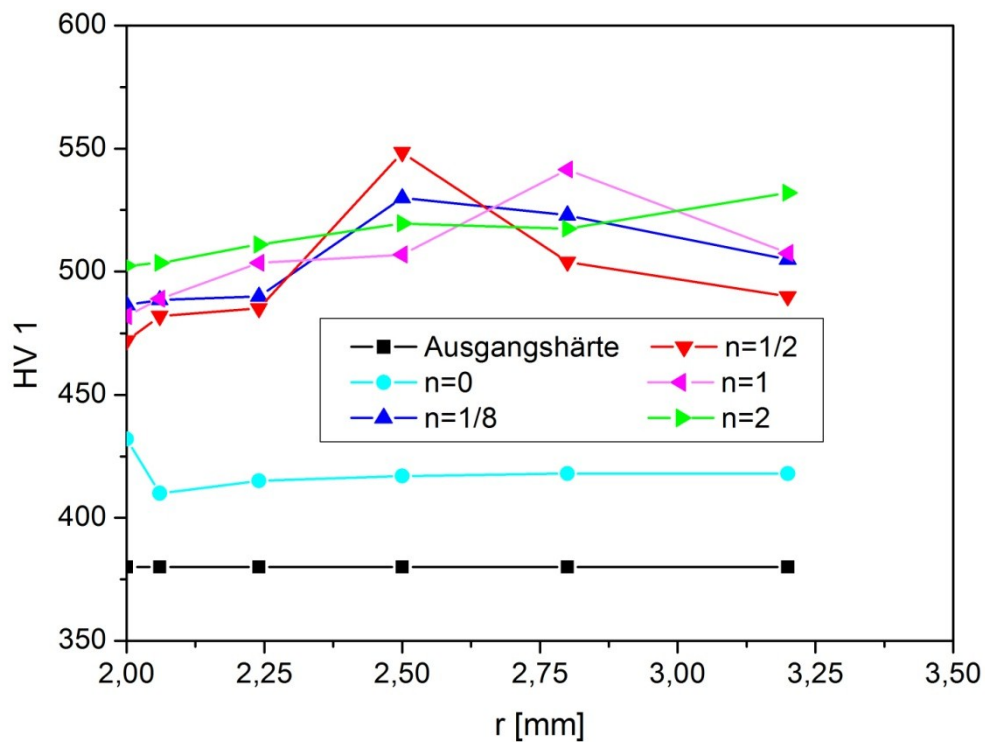


**Abbildung 40: Anteil der  $\beta_0$ -Phase in Abhängigkeit des Verformungsgrades**

TNM2, das im Zuge einer Wärmebehandlung bei 1280°C (im  $\alpha+\beta$  Phasenfeld) gegläht und anschließend durch Spraycooling mit hoher Abkühlungsgeschwindigkeit übersättigt wurde, weist bei 0 Umdrehungen einen  $\beta$ -Phasenanteil von ca. 4 vol% auf. Aus Abbildung 40 ist ersichtlich, dass der Anteil der  $\beta$ -Phase mit steigender Anzahl der Umdrehungen bis <1 vol% abnimmt.

### 4.3.5 Kleinlasthärtemessung

Abbildung 41 zeigt die Härte­werte der TNM2-Variante, die am ESI gemessen und ausgewertet wurden.



**Abbildung 41: Härte in Abhängigkeit des Radius für die TNM2-Legierung bei verschiedenen Verformungsgraden**

Abbildung 41 zeigt die gemessenen Härte­werte der TNM2-Legierung. Die Ausgangshärte beträgt bei diesem Werkstoffzustand 380 HV. Wiederum ist durch die Stauchverformung ein deutlicher Härteanstieg zu erkennen. Die Härte­werte der vier verschiedenen Verformungsgrade streuen stark (bis zu 30 HV).

## 5. Diskussion

TNM1 und TNM2 zeigen bei Hochverformung durch HPT unterschiedliches Verformungsverhalten. Diese Unterschiede in den Ergebnissen aus Kapitel 4 werden im Folgenden erläutert und diskutiert.

Der Vergleich zum unverformten Zustand (Abbildung 6) zeigt, dass die Proben der TNM1-Variante mit steigender Umdrehungszahl dünner werden (Abbildung 21 bis Abbildung 24) und sich die Lamellen bis zu einem Winkel von etwa  $90^\circ$  zur Drehachse neigen. Dies stimmt mit den für die Scherung berechneten Werten aus Tabelle 6 gut überein. Ab 1 Umdrehung zeigen sich an Grund- und Deckfläche der Proben Bereiche lokalisierter Verformung mit einer Dicke von unter  $20\ \mu\text{m}$ . Bei genauerer Betrachtung dieser Bereiche (Abbildung 25 und Abbildung 26) zeigen sich zwei unterschiedliche verformungsinduzierte Mikrostrukturen. Während einerseits langgestreckte schmale Lamellenpakete zu sehen sind, weisen andere Bereiche einen zerrütteten Charakter auf. Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten zeigt Abbildung 42.

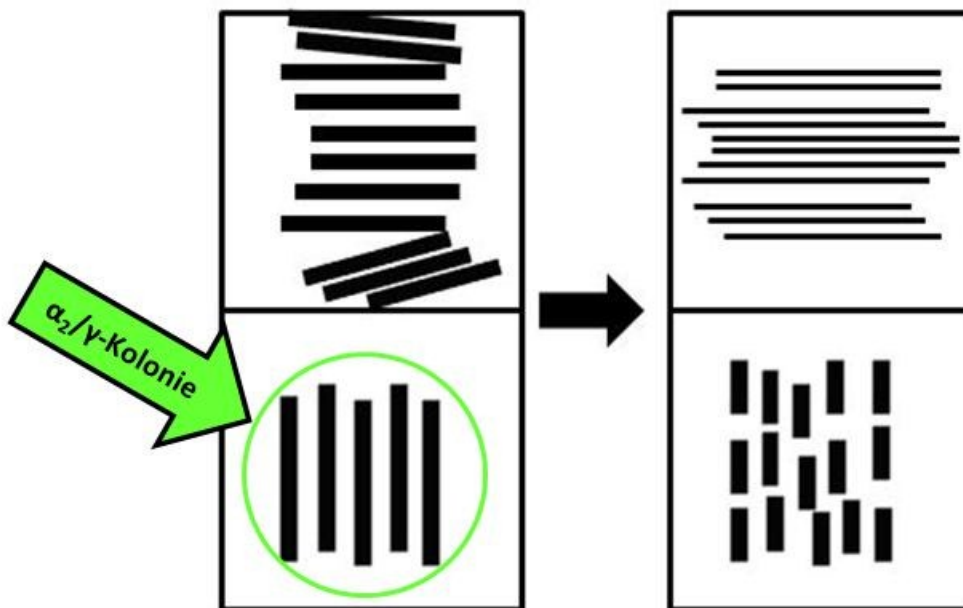


Abbildung 42: Verformungsmodell für verschieden ausgerichtete Lamellenpakete

(TNM1-Variante)

Lamellenpakete die parallel oder leicht geneigt zur Scherrichtung (Bildhorizontale) ausgerichtet sind werden demnach ausgerichtet und die Lamellenbreite nimmt ab. Normal zur Scherrichtung ausgerichtete Pakete können der aufgebrachten Verformung nicht in dieser Weise folgen und werden „zerrüttet“. Dies ist dadurch zu erklären, dass die Verformung, wie in [4] beschrieben, hauptsächlich in der am

leichtesten verformbaren  $\gamma$ -Phase stattfindet. Das Abgleiten der Lamellenpakete hängt stark von der Orientierung zur Vorzugsorientierung ab. Senkrecht orientierte Kolonien sind aufgrund der schwereren Versetzungsaktivierung (kleiner Schmidfaktor) resistent gegen das Eindrehen in Verformungsrichtung und werden deswegen massiv zerschert, was im REM wie eine „Zerrüttung“ des Gefüges erscheint.

Die in den REM-Bildern erkennbare Verformungslokalisierung ist auch makroskopisch aus Abbildung 27 ersichtlich. Die Deckschicht der halbierten zylindrischen Probe wurde keilförmig über die Schnittfläche abgeschert. Die Literatur begründet inhomogenes Verformungsverhalten in  $\gamma$ -TiAl Basislegierungen mit dem Vorhandensein von  $\gamma$ -Phase [31].

Die Auswertung der an den verformten TNM1 Proben gemessenen XRD-Plots (Abbildung 28) erwies sich als schwierig, da das Gefüge durch die Hochverformung stark texturiert ist. Dies ist durch eine starke Überlappung der  $\alpha_2$ -,  $\beta_o$ - und  $\gamma$ -Peaks zu erkennen. Zusätzlich sind die Positionen der Peaks durch die Umformung verschoben. Prinzipiell erlaubt die Software Topas, Texturen mit in den Peak-Fit einzubeziehen. Dafür muss aber die Textur, also die Vorzugsorientierungen der einzelnen Phasen, bestimmt werden, was im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht möglich war. Eine Phasenanteilsbestimmung mittels Rietveld-Analyse war aus diesen Gründen nicht durchführbar. Auch aus den zusätzlich durchgeführten XRD-Scans mit erweitertem Winkelbereich (Abbildung 29), die zur Untersuchung einer möglichen Entordnungsreaktion der  $\beta_o$ -Phase durchgeführt wurden, konnte keine klare Aussage getroffen werden. Da das Gefüge der verformten Proben einerseits sehr fein und aus diesem Grund die Peaks sehr breit sind und andererseits die bestrahlte Fläche sehr klein war, kann nicht eindeutig bestimmt werden, ob die  $\beta_o$ -Peaks im Rauschen der Messung untergehen oder ob kein Peak vorhanden ist. In allen durchgeführten XRD-Messungen wurden bereits nur die am stärksten verformten Bereiche der zylindrischen Proben (kreisringförmiger Außenbereich der Deckfläche - Abbildung 18) gemessen. Außerdem wurde auf eine sinnvolle Begrenzung der Messzeit pro Schritt geachtet. Eine Verbesserung der Signalqualität kann demnach nur mehr durch die Verwendung größerer Proben oder höher energetischer Strahlung (Synchrotron oder Neutronen) erreicht werden.

Die quantitative Auswertung des  $\beta_o$ -Phasenanteils an kontrastierten REM-Aufnahmen (Abbildung 30) zeigt eine Abnahme von etwa 3 vol%. Ob hier eine tatsächliche Abnahme des  $\beta_o$ -Phasenanteils von staten geht, oder ob durch eine Verfeinerung des Gefüges dieser nicht mehr aufgelöst wird, kann nicht zweifelsfrei bestimmt werden. Es wurde hierbei immer im selben Probenabschnitt ausgewertet und über die gesamte Höhe der Schnittfläche und somit über unterschiedlich stark

verformte Bereiche gemittelt. Demnach können die erhaltenen Anteile zwar miteinander verglichen werden, stellen aber nur einen Trend dar. Außerdem ist die angewandte Methode stark von der verwendeten Bildbearbeitungsroutine (Gradationskurven, Filter) abhängig. Diese Fehlerquelle wurde aber durch Anwendung eines optimierten Ablaufes gering gehalten.

Aus den Messungen der Kleinlasthärte (Abbildung 31) zeigt sich eine deutliche Festigkeitssteigerung von  $r=2$  mm bis  $r=3,2$  mm, die durch klassische Kornfeinung und das Ansteigen der Versetzungsdichte aufgrund der Verformung bei RT erklärt werden kann. Ein beträchtlicher Anteil der Härtesteigerung ist bereits auf die Stauchverformung ( $n=0$ ) durch einen Druck von 10 GPa zurückzuführen.

Die lokalisierten Bereiche in den oberen und unteren Probenbereichen wurden mittels Nanohärte genauer untersucht, um eine mögliche Entfestigung als Grund für die inhomogene Verformung nachzuweisen. Tatsächlich zeigen die stark verformten Randbereiche verringerte Nanohärte (Abbildung 32). Auch der indirekte Beweis durch Wärmebehandlung einer hochverformten Probe zeigt sich als erfolgreich. Nach einer Wärmebehandlung von 15 min bei  $700^{\circ}\text{C}$  stiegen die Nanohärtewerte wieder an, was auf eine Wiederherstellung der Ordnung schließen lässt.

Zusammenfassend zeigt TNM1 ein inhomogenes Verformungsverhalten und eine Entfestigung der stark verformten Randbereiche. Der Anteil an  $\beta$ -Phase zeigt einen abnehmenden Trend, eine verformungsinduzierte Entordnung kann weder bestätigt noch ausgeschlossen werden.

Im Vergleich dazu zeigt die zweiphasige, durch Wärmebehandlung übersättigte TNM2-Legierung ein homogenes Verformungsverhalten (Abbildung 34 bis Abbildung 37). Das Ausgangsgefüge (Abbildung 7) wird durch die Verformung ebenfalls parallel zur Scherrichtung ausgerichtet und die Korngröße geringer. Es zeigen sich keine Bereiche lokalisierter Verformung, und auch bei der makroskopischen Überprüfung (Abbildung 38) ist keine schichtförmige Abscherung erkennbar. Da in der Literatur eine Lokalisierung der Verformung von TiAl-Legierungen auf das Vorhandensein von  $\gamma$ -Phase zurückgeführt wird [31] und TNM2 keine  $\gamma$ -Phase aufweist, ist diese Legierung homogener zu verformen und es tritt keine Entfestigung auf.

Wie bei TNM1 konnte mittels Rietveld-Analyse der gemessenen XRD-Plots (Abbildung 39) keine Aussage über die Phasenanteile getroffen werden. Es zeigt sich auch keine verformungsinduzierte Ausscheidung von  $\gamma$ -Phase aus übersättigten  $\alpha_2$ -Körnern, wie sie in [30] beschrieben wird, da auch mit steigender Verformung kein  $\gamma$ -Peak auftritt. Eine solche Ausscheidungsreaktion kann jedoch nicht vollständig ausgeschlossen werden, da sehr feine Phasen nur breite, an Intensität schwache Peaks liefern, welche vom Rauschen der Messung nicht zu unterscheiden sind. Auch

bei TNM1 würde eine solche Ausscheidungsreaktion im XRD nicht sichtbar werden, da feine  $\gamma$ -Phasen sich nur unwesentlich auf die Peakhöhe auswirken.

Ebenso wie bei TNM1 zeigt die quantitative Gefügeanalyse (Abbildung 40) eine Abnahme des  $\beta$ -Phasenanteils um etwa 3 vol%. Aus den bereits bei TNM1 genannten Gründen sind auch hier die berechneten Anteile keinesfalls als absolute Werte, jedoch als Trend zu sehen.

Die Kleinlasthärtemessungen an TNM2 zeigen ebenso eine Festigkeitssteigerung von  $r=2$  mm auf  $r=3,2$  mm und mit steigender Umdrehungszahl (Abbildung 41).

Vergleicht man die in der vorliegenden Arbeit untersuchten TNM-Legierungen hinsichtlich ihres Verformungsverhalten, so zeigt die dreiphasige TNM1 inhomogenes lokalisiertes, die TNM2 hingegen homogenes Fließen. Dies kann durch eine bevorzugte Verformung der nur in TNM1 enthaltenen  $\gamma$ -Phase begründet werden.

In beiden Legierungen führt die aufgebrachte Verformung zu einer Texturierung. Dieses Verhalten ist auch bei Hochtemperaturverformung (Schmieden und Walzen) von  $\gamma$ -TiAl bekannt [26, 27, 28]. In der Literatur sind die auftretenden Texturen genauer beschrieben, was hier aber nicht Teil der Aufgabenstellung war.

Beide Legierungen zeigen eine Abnahme des  $\beta$ -Phasenanteils um etwa 3 vol%, trotz unterschiedlicher Ausgangsgehalte von 16 vol% und 4 vol%. Eine Abnahme der  $\beta$ -Phase durch die Anwendung von HIP-Behandlungen ist in der Literatur beschrieben [29]. Hier wurde eine vollständige Auflösung der vorhandenen  $\beta$ -Phase (Anfangsgehalt 7 vol%) durch eine mit hohen Temperaturen kombinierte Druckbehandlung erreicht. Die in der entsprechenden Literaturstelle beschriebene Zunahme der  $(\alpha+\gamma)$ -Koloniegröße kann in der vorliegenden Arbeit nicht beobachtet werden. Dies ist durch die Verformung bei Raumtemperatur zu begründen. Ob die Abnahme des  $\beta$ -Phasenanteils durch eine Umwandlung in  $\alpha$ - und/oder  $\gamma$ -Phase entsteht, ist bisher ungeklärt [29]. Da die Anteile an  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Phase in dieser Arbeit nicht bestimmt werden konnten, wird darüber keine neue Erkenntnis gewonnen.

Eine Ausscheidungsreaktion  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$ , wie sie in [30] beschrieben wird konnte in keiner der untersuchten Legierungen festgestellt werden. Bei der Analyse der XRD-Daten konnten keine Phasenanteile bestimmt werden, da bei der quantitativen Phasenanalyse an kontrastierten REM-Aufnahmen diese beiden Phasen nicht zu unterscheiden sind.

Die an TNM1 beobachtete Entfestigung der Randbereiche (Abbildung 32) kann durch eine Entordnungsreaktion erklärt werden. Eine Versetzungsbewegung durch ungeordnete Phasen ist einfacher, da keine Antiphasengrenzen gebildet werden.



Verformungsinduzierte Entordnungsreaktionen werden sowohl in intermetallischen  $A_3B$ -Verbindungen [32] (ähnlich  $\alpha_2$ - $Ti_3Al$ ) als auch in  $FeAl$  [33] (gleiche Kristallstruktur wie  $\beta_0$ - $TiAl$ ) beschrieben. Die durch eine nach dem Umformprozess durchgeführte Wärmebehandlung wieder ansteigende Härte stützt diese Theorie zusätzlich.

## 6. Zusammenfassung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit wurde das Verformungsverhalten zweier TNM-Legierungen untersucht, welche sich im Raumtemperaturgefüge durch eine Wärmebehandlung unterschieden. Motivation dieser Arbeit war es, ein erstes Mal Titanaluminide auf  $\gamma$ -Basis erfolgreich hochzuverformen und dafür eine reproduzierbare Versuchs- und Auswertungsroutine zu entwickeln.

Die zwei TNM-Legierungen zeigten unterschiedliches Verformungsverhalten. Die TNM1-Legierung, die bei Raumtemperatur ein dreiphasiges Gefüge aufweist, konnte nur inhomogen verformt werden und zeigte starke Verformungslokalisierungen. Die zweiphasige TNM2-Legierung hingegen wurde durch HPT im Vergleich zu TNM1 homogen verformt.

Aufgrund der Verformungslokalisierung von TNM1 wurde eine Entfestigung in den Randbereichen vermutet, welche sich durch Nanohärtemessungen in eben diesen Bereichen bestätigte. Als möglicher Grund für die Entfestigung der Randbereiche wurde eine Entordnung der  $\beta_0$ -Phase weiter untersucht. Die Messungen im XRD und die anschließende Rietveld-Analyse brachten jedoch kein eindeutiges Ergebnis, da das Material durch die Hochverformung sehr fein war und so die  $\beta$ -Peaks aufgrund starker Peak-Verbreiterung im Rauschen der Messungen untergingen oder nicht vorhanden waren. Jedoch ergaben Nanohärtemessungen an einer hochverformten, wärmebehandelten Probe, dass die Härte in den Randbereichen wieder zunimmt, was auf eine Wiederherstellung der Ordnung schließen lässt.

Ein weiterer Grund für die Lokalisierung in den Randbereichen der TNM1-Legierung könnte das Vorhandensein von  $\gamma$ -Phase bei Raumtemperatur sein, in der die Verformung von TNM hauptsächlich abläuft.

Ein weiteres Ergebnis der vorliegenden Arbeit zeigt, dass der Grad der Verformung eine Auswirkung auf den Phasenanteil der  $\beta$ -Phase hat. Mit steigender Verformung sinkt der Anteil an  $\beta$ -Phase in beiden untersuchten Legierungen um etwa 3%.

Die vorliegende Arbeit hat einen Grundstein für weitere Arbeiten auf dem Gebiet der Raumtemperaturverformung von TiAl gelegt. Von weiterführendem Interesse ist es, die vorherrschenden Entordnungs- und Umwandlungsreaktionen genauer zu untersuchen und zu erklären. Eine Möglichkeit dafür sind Untersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskop (TEM) und Electron Back Scatter Diffraction (EBSD), mit denen zusätzliche Informationen über Phasen und Texturen geschaffen werden können. Weiters könnten Messungen am Synchrotron oder Neutronenbeugung zur Analyse von Überstrukturpeaks und so Ordnungsbeziehungsweise Entordnungsreaktionen beleuchtet werden.

## 7. Literaturverzeichnis

---

- [1] H. Clemens and H. Kestler, *Processing and Applications of Intermetallic  $\gamma$ -TiAl Based Alloys*, Adv. Eng. Mater., 2, (2000), S. 551-570.
- [2] H. Clemens und S. Mayer, *Intermetallisches Titanaluminid – Ein innovativer Leichtbauwerkstoff für Hochtemperaturanwendungen*, BHM, 156, (2011), S. 255-260.
- [3] H. Clemens und S. Mayer, *Intermetallische  $\gamma$ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht – eine Fortsetzung*, Prakt. Metallogr., 48,(2011), S. 64-100.
- [4] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, *Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2011.
- [5] M. Peters, H. Clemens, *Titan, Titanlegierungen und Titanaluminide – Basis für innovative Anwendungen*, BHM, 9, (2010), S. 402-408.
- [6] W. Wallgram, T. Schmoelzer, L. Cha, G. Das, V. Güther, H. Clemens, *Technology and mechanical properties of advanced  $\gamma$ -TiAl based alloys*, International Journal of Materials Research, 100, (2009) S. 1021-1030.
- [7] H.Chladil, H.Clemens, A.Otto, V.Güther, S.Kremmer, A.Bartels und R.Gerling, *Charakterisierung einer  $\beta$ -erstarrenden  $\gamma$ -TiAl-Basislegierung*, BHM 9, (2006) S. 356-361.
- [8] H.Clemens, W.Wallgram, S.Kremmer, V.Güther, A.Otto, and A.Bartels, *Design of Novel  $\beta$ -solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta$ /B2-phase Fraction and Excellent Hot-Workability*, Adv. Eng. Mater., 10, (2008), S. 707-713.
- [9] E. Schwaighofer, *Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften gegossener und heißisostatisch gepresster TNM™-Legierungen*, Diplomarbeit, Montanuniversität, 2010.
- [10] B. Böck, *Untersuchung und Verifizierung des quasibinären Zustandsdiagramms für  $\beta$ -erstarrende TNM-Legierungen auf Basis von Ti(41-45)Al-4Nb-1Mo-0.1B*, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008.
- [11] M. Schloffer, *Charakterisierung der Mikrostrukturentwicklung von 'hot-die' geschmiedetem TNM – Titanaluminid*, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2010.
- [12] E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, *Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften einer intermetallischen  $\gamma$ -TiAl-Basislegierung für Leichtbauanwendungen*, 58. Metallkunde Kolloquim, Lech am Arlberg am 16.04.2012.

- [13] U. Hecht, V. Witusiewicz, A. Drevermann, J. Zollinger, *Grain refinement by low boron additions in niobium-rich TiAl-based alloys*, *Intermetallics*, 16, (2008) S.969-979.
- [14] G. Gottstein: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 3. Auflage, Springer-Verlag, Berlin/ Heidelberg, 2007.
- [15] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens, *Struktur, Gefüge und Eigenschaften, Titan und Titanlegierungen*, WILEY-VCH Verlag GmbH, Weinheim, 2002.
- [16] V. Küstner, *Untersuchungen zur Gefügebildung bei der Erstarrung von  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen unterschiedlicher Konstitution*, Dissertation, Technische Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 2003.
- [17] W.G.Burgers, *On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-closed-packed modification of zirconium*, *Physica*, 1, (1934) S. 561-586.
- [18] M. Blackburn, *Technology and Application of Titanium*, The Science, Oxford: Pergamon Press Ltd., (1970), S. 633-643.
- [19] H. Kestler, H. Clemens, *Production, processing and Applications of  $\gamma$ -TiAl based alloys*, *Titanium and Titanium Alloys*, Weinheim: WILEY-VCH, (2003) S. 351-392.
- [20] H. Schuhmann und H. Oettel, *Metallographie*, 14. Aufl., Weinheim: WILEY-VCH, 2007.
- [21] I. Watson, K.-D.Liss, H. Clemens, W. Wallgram, T. Schmoelzer, T. Hansen, M. Reid *In-situ Characterization of a Nb and Mo Containing  $\gamma$ -TiAl Based Alloy using Neutron Diffraction and High-temperature Microscopy*, *Adv. Eng. Mater.*, 11, (2009) S932-937.
- [22] T. Schmoelzer, K.D. Liss, G.A. Zickler, I.J. Watson, L.M. Droessler, W. Wallgram, T. Buslaps, A.J. Studer, H. Clemens, *Phase fractions, transition and ordering temperatures in TiAl-Nb-Mo alloys: an in- and exsitu study*, *Intermetallics*, 18, (2010), S. 1544-1552.
- [23] F. Appel und M. Oehring,  *$\gamma$ -Titanaluminidlegierungen: Legierungsentwicklung und Eigenschaften*, in *Titan und Titanlegierungen*, Weinheim: WILEY-VCH, 2007.
- [24] Y.C. Sun, *Surface relief and the displacive transformation to the lamellar microstructure in TiAl*, *Philosophical Magazine Letters*, Bd. 78, Nr.4, (1998), S. 297-305.

- [25] W. Wallgram, T. Schmoelzer, L. Cha, G. Das, V. Güther, H. Clemens, *Technology and mechanical properties of advanced  $\gamma$ -TiAl based alloys*, International Journal of Materials Research, 100, (2009) S. 1021-1030.
- [26] F. Appel, R. Wagner, *Microstructure and Deformation of Two-Phase  $\gamma$ -Titanium Aluminides*, Mater. Sci. Eng. Reports: A Review Journal, R22, S.187-268, (1998).
- [27] R. Wagner, F. Appel, D. Dogan, P.J. Ennis, U. Lorenz, J. Müllauer, H.P. Nicolai, W. Quadackers, L. Singheiser, S. Smarsly, W. Vaidya, K. Wurzwallner, Y.W.Kim, M. Yamaguchi (Eds.),  *$\gamma$ -Titanium Aluminides*, TMS, Warrendale, PA, (1995) S.387.
- [28] A. Bartels, H. Kestler, H. Clemens, *Deformation behavior of differently processed  $\gamma$ -titanium aluminides*, Material Science and Engineering, A329-331, (2002) S.153-162.
- [29] D. Zhang, G. Dehm, H. Clemens, *Effect of heat-treatments and hot-isostatic pressing on phase transformation and microstructure in a  $\beta$ /B2 containing  $\gamma$ -TiAl based alloy*, Scripta mater 42, (2000) S. 1065-1070.
- [30] C.L. Chen, W. Lu, Dai Sun, L.L. He, H.Q. Ye., *Deformation-induced  $\alpha_2 \rightarrow \gamma$  phase transformation in TiAl alloys*, Materials Characterization, (2010) S.1029-1034.
- [31] A. Couret, *Low and high temperature deformation mechanisms in TiAl alloys*, Journal of Physics: Conference Series 240, (2001), S. 1-8.
- [32] D. Geist, C. Gammer, C. Mangler, C. Rentenberger, H.P. Karnthaler, *Electron microscopy of severely deformed  $L1_2$  intermetallics*, Philosophical Magazine, Letters 90 (35-36), (2010), S. 4635-4645.
- [33] C. Mangler, C. Gammer, H.P. Karnthaler, C. Rentenberger, *Structural modifications during heating of bulk nanocrystalline FeAl produced by high-pressure torsion*, Acta Materialia 58, (2010) S. 563-638.
- [34] R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer, Ishaf Sabirov, *The Limits of Refinement by Severe Plastic Deformation*, Advanced Engineering Materials 8,(2006) S.1046-1056.
- [35] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, A. Bachmeier, *Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation*, Annual Review of Materials Research 40, (2010) S. 319-343.
- [36] A.P Zhilyaev, G.V Nurislamova, B.K Kim, M.D Baró, J.A Szpunar, T.G Langdon, *Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion*, Acta Materialia 51, (2003) S. 753–765.

- [37] [www.gfe.com](http://www.gfe.com), 22.05.2012
- [38] Datenblatt S390 (S390 DE- 10.2005- 2000 SPS), Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg, 2012.
- [39] Silvia Pölzl, persönliche Kommunikation.
- [40] H.F.Chladil, *Entwicklung und Charakterisierung von hoch Niob-haltigen  $\gamma$ -Titanaluminid Legierungen*, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [41] M. Panzenböck, *Skriptum zu Übungen zu Werkstoffprüfung*, 2010.
- [42] T. Hebesberger, *Entwicklung der Mikrostruktur bei Hochverformung kubisch flächenzentrierter Metalle*, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2002.
- [43] [http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/atten2.html](http://henke.lbl.gov/optical_constants/atten2.html); *Berechnung der Absorptionslänge*, 28.04.2012.
- [44] L.M. Drössler, *Characterization of  $\beta$ -solidifying  $\gamma$ -TiAl alloy variants using advanced in- and ex-situ investigation methods*, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008.