

Montanuniversität Leoben

Bruch- und Verformungsverhalten  
von ultrafeinkörnigem Titan



Diplomarbeit

von

Bernhard Völker

Diese Diplomarbeit wurde im Rahmen des FWF (Fond zur Förderung der Wissenschaft und Forschung) Projektes “High Performance Bulk Nanocrystalline Materials“, in Kooperation mit Prof. Marko Rakin, Fakultät für Technologie und Metallurgie, Universität von Belgrad und M.Sc. Ivana Cvijovic-Alagic, Institut für Nuklearwissenschaft ”Vinca”, Universität von Belgrad, am Erich Schmid Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften (ÖAW) und dem Department Materialphysik der Montanuniversität Leoben, durchgeführt.

**Leoben, 3. Juni 2011**

# Erklärung

Ich erkläre des Eides statt, dass ich die hier vorliegende Arbeit selbst verfasst habe und dass ich nur die hier angegebene Literatur verwendet habe.

Leoben, 3. Juni 2011

Bernhard Völker

# Aufgabenstellung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das Verformungs- und Bruchverhalten von Ti-grade 2 im Sättigungsbereich untersucht. Als Messmethoden wurden der Zugversuch und die Bruchzähigkeitsmessung mittels CT-Proben nach ASTM E-399 verwendet.

Weiters wurde die Härte von Ti-grade 2, TiAl6V4 und TiNb13Zr13 im Sättigungsbereich gemessen und mit den ermittelten bzw. in vorangegangenen Arbeiten gefundenen Festigkeitswerten verglichen.

Das Gefüge im Sättigungsbereich wurde mittels TEM-Aufnahmen charakterisiert.

Ebenfalls war für Ti-grade 2 zu zeigen wie sich das Verformungsverhalten und das Bruchverhalten bei der Hochverformung entwickeln. Ein Punkt dabei ist wie sich unterschiedliche Temperaturen während der Hochverformung auf diese Eigenschaften auswirken. Weiters sollte für das Titan und die Titan-Legierungen ein Zusammenhang zwischen Härte und Festigkeit untersucht werden.

Leoben, 3. Juni 2011

Univ.-Prof. DI Dr. mont. Reinhard Pippan



# Danksagung

Zu Beginn möchte ich mich bei Herrn Univ.-Prof. DI Dr. mont. Reinhard Pippan, recht herzlich bedanken, dass er es mir ermöglicht hat diese Diplomarbeit am Erich Schmid Institut der ÖAW durchzuführen und mir stets mit Rat und Tat zur Seite gestanden ist.

Ebenfalls möchte ich mich bei Prof. Marko Rakin, Fakultät für Technologie und Metallurgie, Universität von Belgrad und M.Sc. Ivana Cvijovic-Alagic, Institut für Nuklearwissenschaft "Vinca", Universität von Belgrad bedanken, die uns freundlicherweise die TiAl6V4 und die TiNb13Zr13 Legierungen und ihre Messergebnisse zur Verfügung stellten.

Weiters möchte ich mich bei meinen Kollegen DI Stefan Wurster, DI Dr. mont. Anton Hohenwarter und DI Georg Rathmayr bedanken, die mich bei den Versuchen und beim Schreiben dieser Arbeit tatkräftig unterstützt haben und hilfreichen Input lieferten.

Großer Dank gebührt ebenfalls den Mitarbeitern des Erich Schmid Instituts die mir stets behilflich waren. Hier sind besonders hervorzuheben Silke Modritsch in der Metallographie, Gabriele Moser in der TEM-Probenpräparation, Franz Hubner und Christian Scheiner in der Werkstätte, DI(FH) Jörg Thomas am TEM und DI Peter Kutleša in der Prüfhalle, welche mir sehr bei der Probenherstellung, Probenpräparation und den TEM-Aufnahmen geholfen haben.

Bedanken möchte ich mich auch bei meinen Freunden und Kollegen aus dem ÖH-Heim, auf der Uni, in der Arbeit die mir die Zeit in Leoben erträglicher gestaltet haben und mit welchen ich immer viel Spaß hatte. Ich hoffe sie haben die gemeinsame Zeit auch so genossen wie ich.

Abschließend möchte ich mich noch von ganzem Herzen bei meiner Familie bedanken die mich immer unterstützt hat und stets für mich da war. Der größte Dank, welchen ich in Worten nicht auszudrücken vermag, gebührt meinen Eltern, die es mir überhaupt erst ermöglicht haben mein Studium in Leoben zu absolvieren.

# Kurzfassung

Seit einigen Jahren stehen feinkörnige Metalle hergestellt durch Methoden der Hochverformung im Fokus wissenschaftlichen Interesses, da man sich von ihnen vorteilhafte mechanische und physikalische Eigenschaften erwartet. Das starke Interesse hat aktuell auch schon zu den ersten Anwendungen speziell im Medizinbereich und in der Luftfahrttechnik geführt. Dabei steht Titan und dessen Legierungen im Mittelpunkt, die meist durch "Equal Angular Channel Pressing" (ECAP) verformt werden. Im Gegensatz zu dem zuerst genannten Verfahren lässt "High Pressure Torsion" (HPT) aufgrund der Überlagerung eines hydrostatischen Druckanteils viel höhere Umformgrade zu, was wiederum zu einer stärkeren Kornfeinung führt. Dieser entscheidende Vorteil liefert die Motivation für die durchgeführten Untersuchungen.

In dieser Arbeit wurde das Verformungs- und Bruchverhalten von hochverformten Titan und ausgewählten Legierungen, verformt bei Raumtemperatur und bei 500 °C, untersucht.

Als wichtige Voraussetzung jeglicher mechanischer Tests und möglicher Anwendungen wurde die Homogenität der HPT-Proben, welche gleichzeitig eine Sättigung in der Kornfeinung widerspiegelt, mittels Härteverläufen entlang der Probenradien untersucht. Im Fall des reinen Titans und der TiNb<sub>13</sub>Zr<sub>13</sub> Legierung konnte ein solcher Sättigungsbereich festgestellt werden. Die TiAl<sub>6</sub>V<sub>4</sub> Legierung wies bei Raumtemperaturumformung bei den hier untersuchten Verformungsgraden keinen Sättigungsbereich auf, bei 500 °C hingegen schon.

Mikrostrukturuntersuchungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie zeigten, dass die HPT-Verformungstemperatur keinen entscheidenden Einfluss auf die Korngröße von reinem Titan besitzt.

Das Verformungsverhalten von reinem Titan wurde mittels Zugversuchen charakterisiert. Diese zeigten, dass bei Raumtemperaturverformung eine höhere Festigkeit (ca. 1300 MPa) erzielt wird als bei 500 °C (ca. 900 MPa), wobei die Gleichmaßdehnung, Bruchdehnung und Brucheinschnürung sich nicht signifikant unterschieden. Diese ex-

trem hohen Festigkeiten bei relativ guter Bruchdehnung könnten diese Materialien für weitere Anwendungen interessant machen.

Zur Bestimmung des Bruchverhaltens von reinem Titan wurden aus den hochverformten Plättchen CT-Proben gefertigt. Die Auswertung der Messungen zeigte eine starke Orientierungsabhängigkeit und einen Einfluss der Verformungstemperatur auf die Bruchzähigkeit.

Um hochverformte Materialien in Zukunft für eine industrielle Anwendung attraktiver zu gestalten, bedarf es der Erforschung und Entwicklung neuer Prozesse die eine ausreichende Verformung ermöglichen, aber gleichzeitig auch ökonomisch durchführbar sind.

# Abstract

Because of superior mechanical and physical properties ultra fine grained (UFG) materials have been the centre of scientific interest for the last few years. This increasing interest in UFG materials first led to applications in the medical and aircraft sector. Especially titanium and its alloys, which are deformed by equal channel angular pressing (ECAP), have reached industrial attention. High pressure torsion (HPT) allows higher degrees of deformation in comparison to ECAP, leading to more grain refinement. This advantage was the reason for choosing HPT and not ECAP for this thesis.

The objective of this work was to investigate the deformation and fracture behaviour of UFG titanium and selected titanium alloys. The deformation temperatures of the HPT process were chosen to be room temperature and 500 °C. To confirm the homogeneity, which leads to a saturation in grain refinement of the HPT deformed samples, hardness measurements along the radial direction of the samples were conducted. Pure titanium and the TiNb13Zr13 alloy developed saturation regions for both deformation temperatures. On the contrary, the TiAl6V4 alloy only showed a saturation region at 500 °C and not for HPT deformation at room temperature. Transmission electron microscopy investigations of pure titanium revealed that the deformation temperature does not have a large impact on the grain size. To characterize the deformation behaviour of pure titanium, tensile tests were conducted. They showed that the material HPT deformed at room temperature developed a higher tensile strength than the same material deformed at 500 °C. On the other hand, the elongation before reduction in area, the elongation at fracture and the reduction in area do not differ significantly with respect to the deformation temperature. To investigate the fracture behaviour of UFG titanium compact tension samples were used. The experiments revealed a strong orientation dependency of the fracture toughness.

For future applications and to enhance the industrial interest on UFG materials new processes which allow a sufficient degree of deformation and are economically viable need to be developed and explored.

# Inhaltsverzeichnis

<b>Erklärung</b>	<b>ii</b>
<b>Aufgabenstellung</b>	<b>iii</b>
<b>Danksagung</b>	<b>iv</b>
<b>Kurzfassung</b>	<b>v</b>
<b>Abstract</b>	<b>vii</b>
<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
1.1. Allgemeines zu Ti und Ti-Legierungen . . . . .	2
1.2. Hochverformung . . . . .	4
1.2.1. Hochverformungsverfahren . . . . .	4
1.2.2. Gefügeentwicklung bei der Hochverformung . . . . .	6
1.3. $\omega$ -Titan . . . . .	10
<b>2. Probenherstellung</b>	<b>11</b>
2.1. Metallographische Untersuchung . . . . .	13
2.2. TEM-Probenpräparation . . . . .	14
2.3. Härtmessung . . . . .	17
2.4. Zugproben . . . . .	19
2.5. CT-Proben . . . . .	20
<b>3. Versuchsdurchführung</b>	<b>23</b>
3.1. Härtmessung . . . . .	24
3.2. Zugversuch . . . . .	26
3.3. Bruchzähigkeitsmessung . . . . .	28
<b>4. Auswertung und Ergebnisse</b>	<b>29</b>
4.1. Härtmessung . . . . .	30

---

4.2. Metallographie und TEM-Untersuchung . . . . .	35
4.3. Zugversuch . . . . .	40
4.4. Bruchzähigkeitsmessung . . . . .	49
<b>5. Diskussion</b>	<b>59</b>
<b>6. Schlussfolgerung</b>	<b>66</b>
<b>A. Ausgangsgefüge</b>	<b>69</b>
<b>B. TEM-Aufnahmen</b>	<b>74</b>
<b>C. Härteverläufe</b>	<b>77</b>
<b>D. Bruchflächenvermessung der Zugproben</b>	<b>80</b>
<b>E. Bruchflächenaufnahmen</b>	<b>86</b>
<b>F. Kraft-Querhauptverschiebungskurven der Bruchzähigkeitsmessung</b>	<b>93</b>
<b>G. Bruchflächen der CT-Proben</b>	<b>95</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>102</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>106</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>108</b>

# Kapitel 1.

## Einleitung

Eine gute Zusammenfassung über Titan und dessen Legierungen ist in [1] gegeben. Dort werden die wirtschaftliche Bedeutung, die Herstellung, die Eigenschaften und die verschiedenen Verwendungszwecke ausführlich und gut erläutert.

Die SPD (Severe Plastic Deformation) Verfahren allgemein werden in [2] gut beschrieben. Die einzelnen Verfahren werden genauer in [3] erläutert und eine gute Zusammenfassung zum HPT (High Pressure Torsion) Verfahren findet man in [4].

In Folgendem sollen die wichtigsten Grundlagen dieser Arbeit kurz erläutert werden.

## 1.1. Allgemeines zu Ti und Ti-Legierungen

Titan zählt, mit einer Dichte von  $4.5 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$ , zu den Leichtmetallen. Mit seiner hohen Festigkeit, seinem verhältnismäßig hohen Schmelzpunkt von  $1670^\circ\text{C}$  und seiner sehr guten Korrosionsbeständigkeit wäre es Stahl als Konstruktionswerkstoff überlegen. Aufgrund des größeren Herstellungsaufwandes und den daraus resultierenden höheren Kosten, verliert es an Attraktivität gegenüber Stahl als Konstruktionswerkstoff. Die Verwendung von Titan als Werkstoff beschränkt sich somit auf einige Spezialanwendungen, z.B.: in Flugzeugtriebwerken, in der Medizintechnik, in der Raumfahrt, in der Sportartikelbranche usw., also Anwendungen bei denen der Materialpreis eine untergeordnete Rolle spielt. In der Medizintechnik erfreuen sich Titan und seine Legierungen besonderer Beliebtheit, da sie eine ausgezeichnete Biokompatibilität und eine sehr gute Bioinertheit besitzen.

Reines Titan liegt bei Raumtemperatur in hexagonal dichtest gepackter Kristallstruktur vor, mit einem Achsenverhältnis  $c/a$  von 1.587. Bei einer Temperatur von  $882^\circ\text{C}$  findet eine allotrope Umwandlung der Raumtemperaturphase  $\alpha$  (hdp) in die Hochtemperaturphase  $\beta$  (krz) statt.

Die verschiedenen Titan Legierungen können als  $\alpha$  - (Ti-grade 2),  $\alpha + \beta$  - (TiAl6V4) und  $\beta$  -Legierungen (TiNb13Zr13) vorliegen. Durch die Zugabe von Legierungselementen kann man das gewünschte Gefüge einstellen.

Es gibt neutrale Legierungselemente (Abbildung 1.1(a)), welche keinen Einfluss auf das Gefüge nehmen, aber eine Verfestigung des Materials bewirken können. Hierzu zählen Sn und Zr. Weiters gibt es  $\alpha$  stabilisierende Elemente (Abbildung 1.1(b)). Zu diesen zählen Al, O, N und C, wobei Al die wahrscheinlich größte Bedeutung in der technischen Anwendung besitzt. Diese bilden ein  $\alpha$ - $\beta$ -Phasenfeld und stabilisieren das  $\alpha$ -Phasenfeld bei höheren Temperaturen. Die letzte Gruppe ist die der  $\beta$  stabilisierenden Elemente. Diese wird in 2 Untergruppen unterteilt, in die  $\beta$ -Isomorphen (Abbildung 1.1(c)) und  $\beta$ -Eutektoiden (Abbildung 1.1(d)). Die  $\beta$ -Isomorphen senken die Temperatur des  $\beta$ -Phasenfeldes. Zu diesen Elementen zählen Mo, V, Ta und Nb. Diese sind die technisch bedeutenderen  $\beta$ -Stabilisierer, aufgrund ihrer höheren Löslichkeit. Die  $\beta$ -Eutektoiden bilden jedoch bereits bei geringen Legierungsgehalten Intermetallischephasen. Hierzu zählen Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si und H [5].



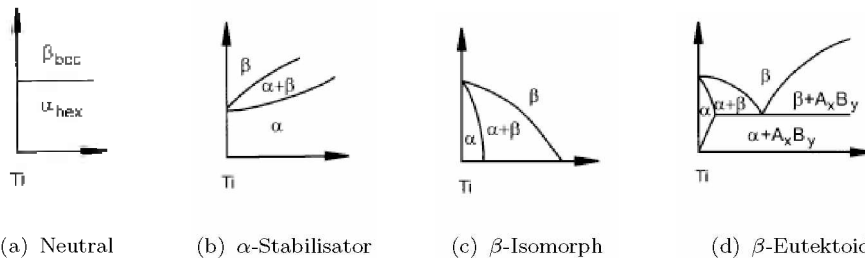


Abbildung 1.1.: Wirkung der verschiedenen Legierungselemente auf die Gefügeentwicklung im Titan [5].

## 1.2. Hochverformung

### 1.2.1. Hochverformungsverfahren

Hochverformung ist zur Zeit ein sehr aktives Forschungsgebiet, denn man erhofft sich von hochverformten Materialien bessere mechanische Eigenschaften. Zu den Verfahren der Hochverformung (Severe Plastic Deformation kurz SPD) gehören das HPT- (High Pressure Torsion), ECAP- (Equal Channel Angular Pressing) [6] und ARB-Verfahren (Accumulativ Roller Bonding). Es gibt noch andere SPD-Verfahren, die oben genannten stellen jedoch die am weitesten verbreiteten dar.

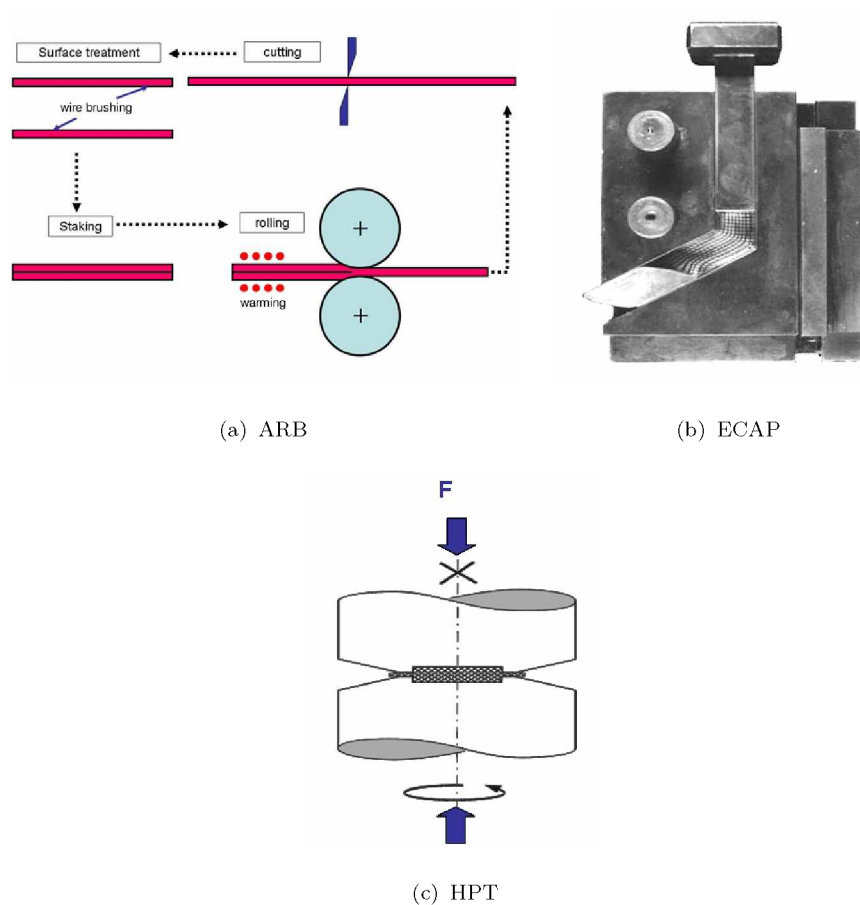


Abbildung 1.2.: Schematische Darstellung der meist verbreiteten SPD-Verfahren, ARB, ECAP und HPT.

In dieser Arbeit wurde das HPT-Verfahren eingesetzt da es bei einfacher Handhabung sehr hohe Verformungen ermöglicht und einen hydrostatischen Druckanteil in der Pro-

be bewirkt. Beim HPT-Verfahren lässt sich relativ einfach die Verformung bei erhöhten Temperaturen realisieren, wobei die Temperatur der Probe gut regelbar ist.

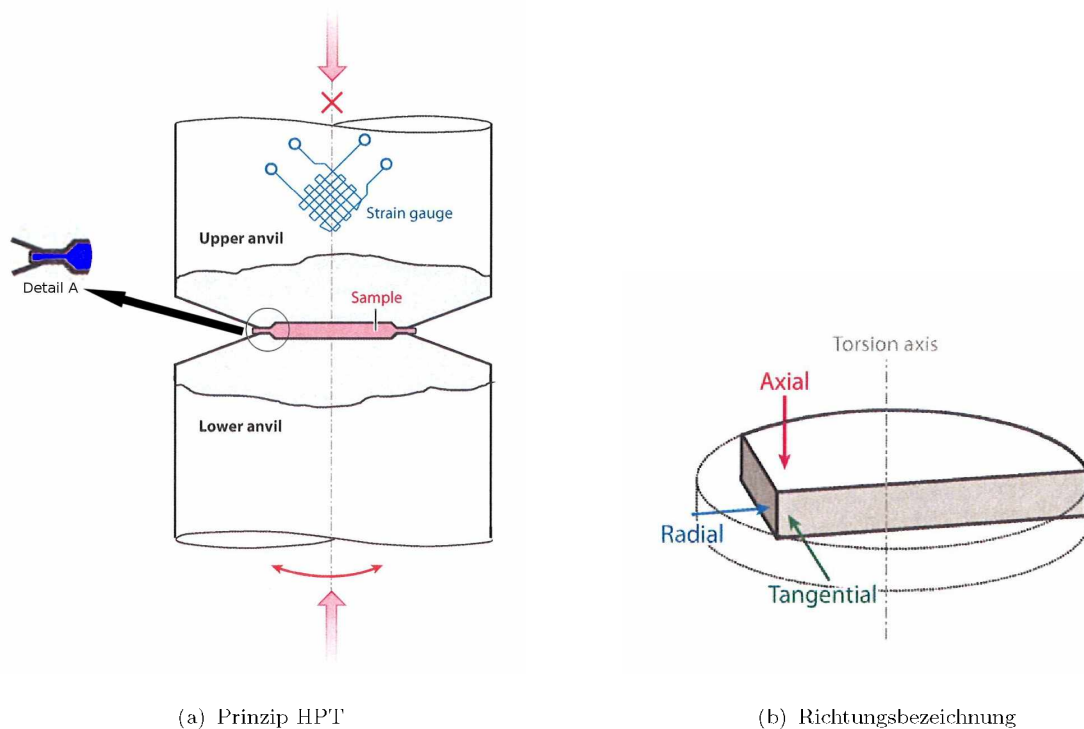


Abbildung 1.3.: Schematische Darstellung des HPT-Verfahrens (a) und die Bezeichnung der Richtungen innerhalb einer HPT verformten Probe (b). Detail A zeigt blau eingefärbt das zwischen die Stempel fließende Material [4].

Die Proben bei der HPT-Verformung sind kreisförmige Plättchen, der Durchmesser bewegt sich in einer Größenordnung von 6 bis 40 mm. Diese werden in einen Stempel eingelegt der in der Mitte eine kreisrunde Ausnehmung besitzt, welcher einen konusförmigen Rand aufweist. Befindet sich die Probe in dieser Ausnehmung wird mit einem zweiten Stempel, der gleich dem eben beschriebenen ist, ein Druck, der die Fließgrenze des Materials übersteigt, von einigen Gigapascal aufgebracht. Dieser Druck bewirkt, dass überschüssiges Material (siehe in Abb. 1.3(a), Detail A, blau markierter Bereich) zwischen die Stempel fließt und so für einen hydrostatischen Druckanteil in der Probe sorgt. Weiters verhindert dieses Material ein Aufeinanderreiben der beiden Stempel. Im Anschluss wird eine Scherverformung in die Probe eingebracht. Dies geschieht dadurch, dass ein Stempel sich dreht und der zweite stillsteht. Die Reibung zwischen Stempel und Probe muss groß genug sein um ein Durchrutschen der Probe zu verhindern. Um die Reibung zu erhöhen können Stempel und Probe zusätzlich sandgestrahlt

werden.

Vorteile des HPT-Verfahrens gegenüber den anderen SPD-Techniken ist eine relativ einfache Durchführbarkeit der Verformung, eine gute und einfache Realisierung der Temperaturregelung und die Erreichbarkeit sehr hoher Verformungsgrade. Ein Nachteil des HPT-Verfahrens ist die begrenzte Größe der Proben.

### 1.2.2. Gefügeentwicklung bei der Hochverformung

Durch die aufgebrauchte Scherverformung beginnt sich die Versetzungsdichte zu erhöhen. Mit zunehmender Versetzungszahl ordnen sich diese in Substrukturen an. Diese Substrukturen unterteilen das Ausgangskorn in zwei verschiedene Bereiche, dies erkennt man in Abbildung 1.4 in den Gefügebildern bei  $\epsilon = 0,5$  und  $\epsilon = 1$ . Die Missorientierung erkennt man an den unterschiedlichen Farben. Der erste Bereich sind sogenannte Zellblöcke, diese weisen eine große Missorientierung auf. Weiters entstehen in diesen Zellblöcken Versetzungszellen mit einer kleinen Missorientierung. Dieser Vorgang wurde schon in vielen Arbeiten behandelt [7–10].

Wird nun weiter verformt, nimmt die Missorientierung der Bereiche zu und die Begrenzungen der Bereiche werden immer deutlicher. In Abbildung 1.4 sieht man diese Entwicklung in den Abbildungen bei  $\epsilon = 2$  und  $\epsilon = 4$ . Dieser Vorgang setzt sich solange fort bis man den Großteil der Grenzen der einzelnen Bereiche nicht mehr von den ursprünglichen Korngrenzen unterscheiden kann und keine weitere Kornfeinung mehr auftritt, man spricht vom Sättigungsbereich [11, 12]. In Abbildung 1.4 erkennt man dieses Verhalten in den Bildern mit einem  $\epsilon$  von 8, 16 und 32. In diesen Bildern sieht man keine weitere Veränderung des Gefüges hinsichtlich der Größe der Körner, nur eine Orientierungsänderung zu einer eher zufälligen Orientierungsverteilung der Nachbarkörner.

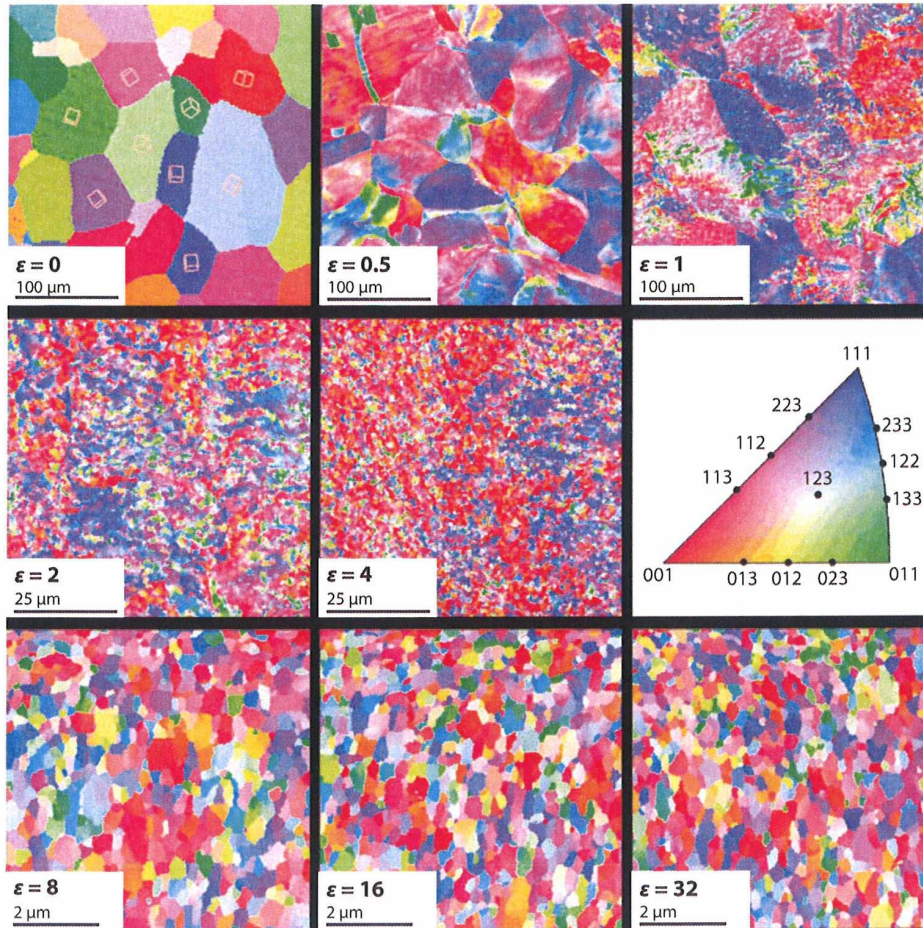


Abbildung 1.4.: Gefügeentwicklung beim HPT-Verformen von Ni. Die Abbildungen zeigen die Orientierung der Körner im Gefüge bei unterschiedlichen Dehnungen ( $\epsilon$ ). Die unterschiedlichen Farben zeigen den Orientierungsunterschied der einzelnen Bereiche [4]. Der dargestellte Farbcode im Standarddreieck gibt an welche Kristallorientierung parallel zu einer festgelegten Probenachse ist.

Zur Korngröße im Sättigungsbereich ist zu sagen, dass sie unabhängig vom Ausgangsgefüge ist, d.h. egal ob mit Körnern im  $\mu\text{m}$ - oder  $\text{nm}$ -Bereich begonnen wird, die Endkorngröße ist immer die Selbe [13, 14].

Legierungselemente und die Verformungstemperatur nehmen sehr wohl Einfluss auf die Sättigungskorngröße [15–19].

Der Verformungsmechanismus des Versetzungsgleitens stellt den Hauptanteil beim Hochverformen. Korngrenzengleiten tritt auch auf, dieses spielt aber nur eine untergeordnete Rolle [20, 21].

Betrachtet man das Gefüge nach der Verformung in radialer Richtung so erkennt man, dass sich langgestreckte Körner bilden. Solch ein typisches Gefüge in radialer Richtung sieht man in Abbildung 1.5. Man würde vermuten, dass sich die Körner paral-

lel zur Scherrichtung ausrichten. Dies wird jedoch nicht beobachtet [14]. Die Körner weisen einen gewissen Winkel zwischen ihrer Längsachse und der Scherrichtung auf. Der Winkel wird umso größer, je höher die Verformungstemperatur ist. Mit steigender Temperatur nimmt auch die Dicke der Körner zu. Ab einer bestimmten Verformungstemperatur (materialabhängig) bilden sich äquiaxiale Körner aus [19].

Weiters muss es einen Mechanismus geben um die Kornlänge zu begrenzen, da man sonst sehr lange Körner bekommen würde, was nicht der Fall ist.

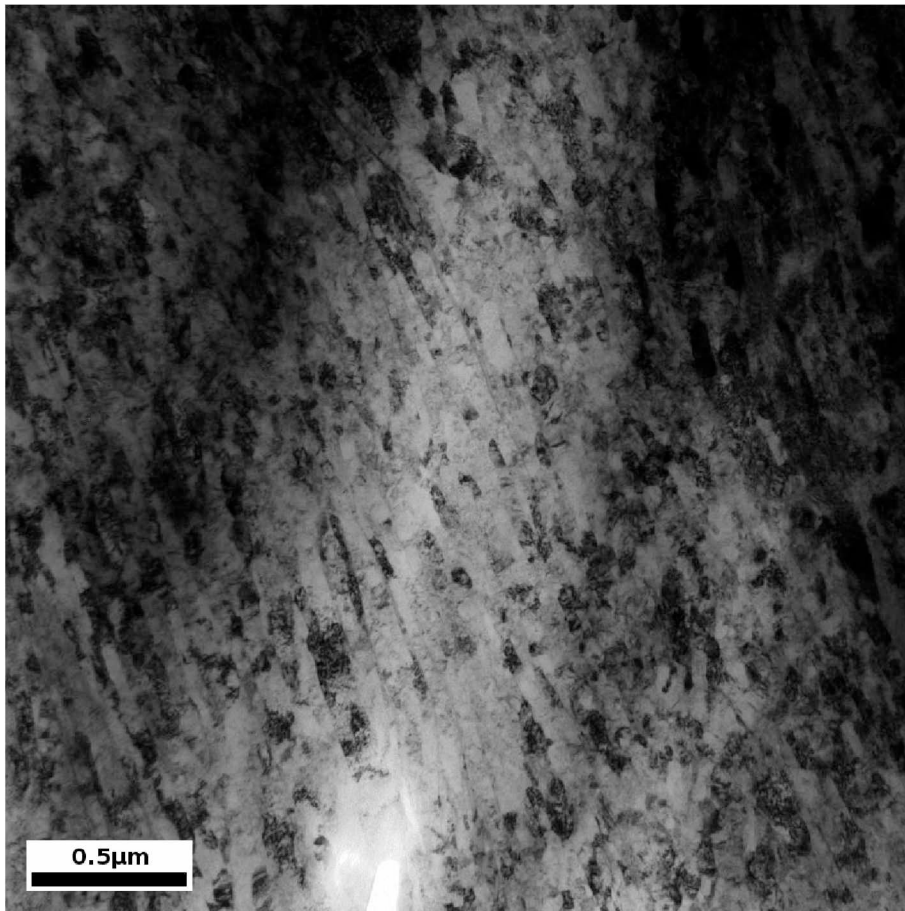


Abbildung 1.5.: TEM-Aufnahme der gestreckten Körner nach der HPT-Verformung bei Raumtemperatur von reinem Titan in Radialrichtung.

Um nun solch eine Längenbegrenzung zu bekommen gibt es zwei gleichzeitig ablaufende Prozesse [10, 12, 22, 23].

Der erste ist die sogenannte Korngrenzenmigration, die je nach Verformungstemperatur unterschiedliche Ursachen besitzt. Bei Raumtemperatur-Verformung findet eine spannungsinduzierte Korngrenzenmigration statt, da die diffusionsinduzierte Korngrenzenmigration, die bei erhöhten Temperaturen den Hauptanteil stellt, noch nicht

aktiviert ist. Die Diffusion ist bei diesen Temperaturen noch zu gering. Bei der Korngrenzenmigration wächst ein langgestrecktes Korn auf Kosten eines anderen in die Breite und das so entstandene Korn kann wieder in die Länge gestreckt werden.

Der zweite Mechanismus ist eine Orientierungsfraktionierung der Körner in ihrer Längsachse. In den Körnern bilden sich Bereiche unterschiedlicher Orientierung aus. Die Missorientierung zwischen diesen Bereichen nimmt mit der Verformung zu, es bilden sich Kleinwinkelkorngrenzen. Bei weiterer Verformung nimmt die Missorientierung immer mehr zu bis die Kleinwinkelkorngrenzen zu Großwinkelkorngrenzen werden und so neue Körner entstehen.

Die bis hierhin beschriebenen Mechanismen werden in einphasigen Materialien beobachtet. Zu zwei- bzw. mehrphasigen Materialien gibt es noch nicht so viele Arbeiten, die sich mit den Verformungsmechanismen beschäftigen. Vor allem zeigen mehrphasige Materialien auch ein stark abweichendes Verformungsverhalten von den einphasigen. Perlitischer Stahl zeigt z.B. eine monotone Verfestigung bis die Festigkeit der Stempel erreicht wird und keine weitere Verformung mehr möglich ist [24].

### 1.3. $\omega$ -Titan

$\omega$  -Titan ist eine Phase, die unter hohen Drücken auftritt. In [25] wurde gezeigt, dass der Beginn der  $\omega$ -Phasenbildung und die Stabilität der  $\omega$ -Phase abhängig sind von dem aufgebrachten Druck, dem Druckmedium und der Temperatur.

Bei der  $\omega$ -Phase handelt es sich um eine hexagonal primitive Phase, ihre Bildung wird als eine Art martensitische Umwandlung angesehen [26, 27].

Bei HPT verformten Titan wurde die  $\omega$  -Phase beobachtet. Diese zeigte, bei einer an die Verformung anschließenden Glühbehandlung, eine Stabilität bis 150 °C. Bei dieser Temperatur begann die  $\omega$ -Phase sich aufzulösen. Es wird vermutet, dass die Stabilität der  $\omega$ -Phase durch die zusätzliche Scherbelastung bei der HPT-Verformung verbessert wird [27].



# Kapitel 2.

## Probenherstellung

Da es für die Versuche notwendig war die Proben mit zwei unterschiedlichen HPT-Anlagen zu verformen, werden die Anlagen in weiterer Folge hinsichtlich ihrer maximalen Last, 40 t bzw. 400 t, unterschieden. In weiterer Folge werden die Anlagen als HPT-40 und HPT-400 bezeichnet.

Da die TiAl6V4 Legierung in unterschiedlichen Wärmebehandlungszuständen untersucht wurde, sind in Tabelle 2.1 die Parameter der verschiedenen Wärmebehandlungszustände aufgeführt.

*Tabelle 2.1.:* Parameter der verschiedenen Wärmebehandlungen der TiAl6V4 Legierung [28].

Probe	Ofenatmosphäre	Glühtemperatur (°C)	Glühdauer (h)	Abkühlung
a	Argon	750	1	Ofen
b	Argon	750	1	Wasserbad
c	Argon	1000	1	Ofen
d	Argon	1000	1	Wasserbad

In Tabelle 2.2 findet man die untersuchten Materialien und welche Untersuchungen an ihnen durchgeführt wurden.

*Tabelle 2.2.:* Auflistung der verwendeten Materialien und der an ihnen durchgeführten Untersuchungen. Die Bezeichnung Zug steht für den Zugversuch und Bruch für die bruchmechanische Untersuchung. Die in den Klammern angegebenen Abmessungen stehen für den Durchmesser der HPT-Proben aus denen die Prüfkörper der jeweiligen Untersuchung gefertigt wurden.

Probe	HPT-Verformung	TEM	Härte	Zug	Bruch
Ti-grade 2	unverformt		X	X	
Ti-grade 2	Raumtemperatur	X (30 mm)	X (8 & 30 mm)	X (8 mm)	X (30 mm)
Ti-grade 2	500 °C	X (30 mm)	X (8 & 30 mm)	X (8 mm)	X (30 mm)
TiAl6V4 a	unverformt		X		
TiAl6V4 a	Raumtemperatur		X (8 mm)		
TiAl6V4 a	500 °C		X (8 mm)		
TiAl6V4 b	unverformt		X		
TiAl6V4 b	Raumtemperatur		X (8 mm)		
TiAl6V4 b	500 °C		X (8 mm)		
TiAl6V4 c	unverformt		X		
TiAl6V4 c	Raumtemperatur		X (8 mm)		
TiAl6V4 c	500 °C		X (8 mm)		
TiAl6V4 d	unverformt		X		
TiAl6V4 d	Raumtemperatur		X (8 mm)		
TiAl6V4 d	500 °C		X (8 mm)		
TiNb13Zr13	unverformt		X		
TiNb13Zr13	Raumtemperatur		X (8 mm)		
TiNb13Zr13	500 °C		X (8 mm)		

## 2.1. Metallographische Untersuchung

Um das Ausgangsgefüge zu bestimmen, wurde ein Stück aus dem unverformten Ti-grade 2 Stab und ein Stück aus der unverformten TiNb13Zr13 Legierung herausgeschnitten. Die Proben wurde bis zu einer Körnung des Schleifpapiers von 1200 geschliffen und anschließend mit OPS + Wasserstoffperoxid poliert. Die Ätzung der Ti-grade 2 Probe erfolgte nach Kroll (100 ml H<sub>2</sub>O, 1 ml HF und 2 ml HNO<sub>3</sub>) und bei der TiNb13Zr13 Probe wurde eine Korngrenzenätzung mit einer Lösung aus 100 ml Wasser, 5 ml HF und 2 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> durchgeführt.

Weiters wurde auch eine Ti-grade 2 Probe durch elektrolytisches Polieren präpariert. Für diese Politur wurde der Elektrolyt A3 nach Struers verwendet. Die Parameter für das elektrolytische Polieren waren eine Spannung von 40 V, eine Flussrate von 20 und eine Polierdauer von 20 s.

## 2.2. TEM-Probenpräparation

Als Ausgangsmaterial diente ein Stab mit einem Durchmesser von 30 mm aus Ti-grade 2. Dieser Durchmesser entspricht dem der Ausnehmungen der Stempel. Die einzelnen Proben wurden auf eine Dicke von ca. 13 mm mit Hilfe einer wassergekühlten Trennscheibe abgelängt und anschließend auf die Enddicke von 11 mm von beiden Seiten plan gedreht.

Die so erhaltenen Proben mit Durchmesser 30 mm und Dicke 11 mm wurden in weiterer Folge mit der Anlage HPT-400 verformt (Ablauf der Verformung siehe Kapitel 1.2).

Die Ausnehmungen in den Stempeln haben einen Durchmesser von 30 mm und eine Tiefe von 3.5 mm.

Die Verformungsparameter befinden sich in Tabelle 2.3. Aus der Tabelle ist ersichtlich, dass eine Probe bei Raumtemperatur und eine Probe bei 500 °C verformt wurde. Die bei 500 °C verformte Probe wurde mittels Induktionsspule auf 450 °C aufgeheizt. Es wird angenommen, dass die restlichen 50 °C durch die bei der Verformung freierwirdende Reibungs- und Verformungswärme eingebracht wurden. Die Temperatur wurde mit einem Infrarotthermometer gemessen. Wie man in Tabelle 2.3 erkennt, wurde bei Raumtemperatur die Probe langsamer verformt als die Probe bei 500 °C, um die Stempel zu schonen.

*Tabelle 2.3.: HPT-Verformungsparameter der Ti-grade 2 Proben mit Durchmesser 30 mm.*

Probe	Druck (GPa)	Drehzahl ( $\text{min}^{-1}$ )	Umdrehungen (-)	Temperatur (°C)
1	4,9	0,067	10	Raumtemperatur
2	4,9	1	10	500

Nach der Verformung hatten die Proben einen Durchmesser von ca. 36 mm und eine Dicke von ca. 7 mm, dies erkennt man in Abbildung 2.1. Der Unterschied von verformter und unverformter Probe ist in Abbildung 2.2 zu sehen.



Abbildung 2.1.: Typische Abmessungen einer 30 mm Durchmesser HPT-Probe nach der HPT-Verformung.

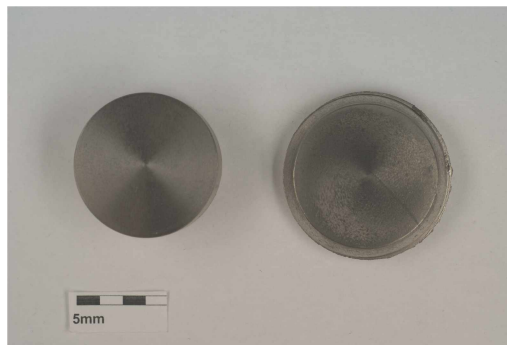
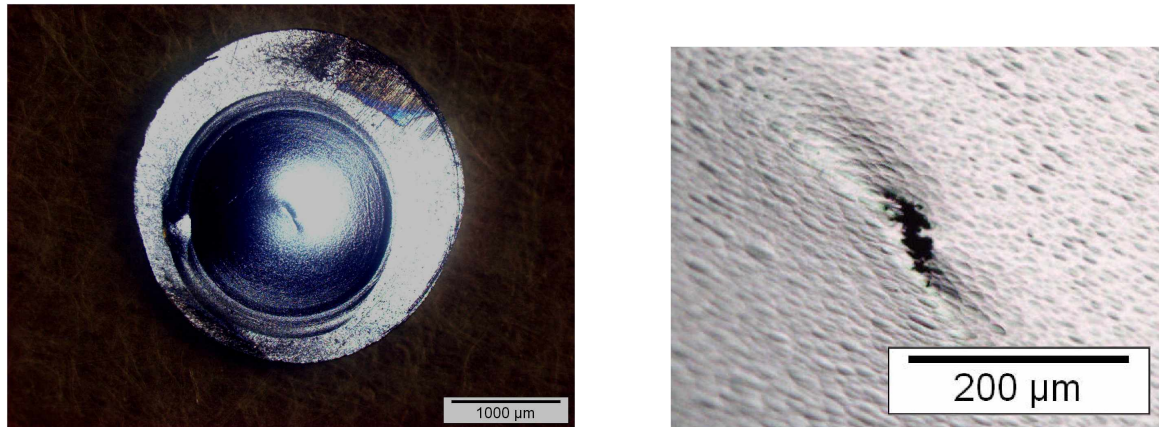


Abbildung 2.2.: Vergleich einer HPT verformten (rechts) und einer unverformten Probe (links). Die unverformte Probe hat einen Durchmesser von 30 mm und eine Dicke von 11 mm und die HPT verformte Probe hat einen Durchmesser von ca. 36 mm und eine Dicke von ca. 7 mm.

Die TEM-Proben wurden aus den HPT verformten 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Proben gefertigt. Hierzu wurden die Proben im Secotom eingespannt und normal zur radialen Richtung dünne Plättchen (ca. 0.5 mm Dicke) heruntergeschnitten. Diese wurden in der TEM-Probenpräparation auf 150  $\mu\text{m}$  Dicke geschliffen und kreisförmig ausgestanzt. Der Durchmesser von 3 mm ergibt sich durch den TEM-Probenhalter. Daran schloss sich das beidseitige Dimpeln bis auf 15  $\mu\text{m}$  Dicke an (runder Bereich in der Mitte der Probe, siehe Abbildung 2.3(a)). Um die endgültige Durchstrahlbarkeit der Probe zu erreichen wurden 2 Arten der Präparation verwendet, die erste Variante war mittels elektrolytischem Polieren mit dem Elektrolyten A3 von Struers, einer Spannung von 30 V und einer Flussrate von 15-20 für wenige Sekunden. Bei der zweiten Variante wurde die Probe mittels Argonionen auf einem PIPS (Precision Ion Polishing System) unter einem Winkel von  $8^\circ$ , einer Spannung von 4 kV und bei einer Temperatur von  $20^\circ\text{C}$ , gedünnt. Dies dauerte einige Stunden. Beide Varianten führten zu guten Ergebnissen.



(a) Übersicht TEM-Probe

(b) Durchstrahlbarer Bereich

*Abbildung 2.3.:* Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme einer Ti-grade 2 TEM-Probe (a) und Lichtmikroskopische Detailaufnahme des durchstrahlbaren Bereiches (b).

## 2.3. Härtemessung

Härtemessungen wurden an Ti-grade 2, TiAl6V4 (mit verschiedenen Wärmebehandlungen) und TiNb13Zr13 Proben durchgeführt. Die beiden Legierungen TiAl6V4 und TiNb13Zr13 wurden uns freundlicherweise von Prof. Marko Rakin und MSc. Ivana Cvijovic-Alagic zur Verfügung gestellt. Die TiAl6V4 Legierung liegt in vier verschiedenen Wärmebehandlungszuständen vor (siehe Tabelle 2.1).

Für die Härtemessung wurden Proben mit 8 mm Durchmesser und 0.8 mm Dicke einer HPT-Verformung unterzogen.

Diese kleinen Proben wurden auf der Anlage HPT-40 verformt. Die Ausnehmungen der Stempel hatten in diesem Fall einen Durchmesser von 8 mm und eine Tiefe von 0.25 mm.

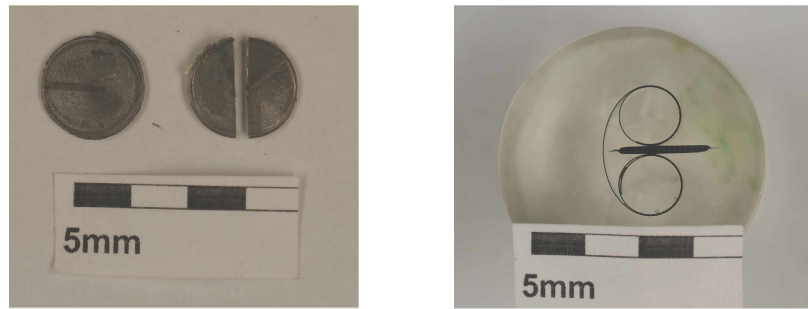
Die Verformungsparameter befinden sich in Tabelle 2.4. Es wurde ebenfalls bei Raumtemperatur und 500 °C verformt.

*Tabelle 2.4.:* HPT-Verformungsparameter der Ti-grade 2, TiAl6V4 und TiNb13Zr13 Proben mit 8 mm Durchmesser.

Probe	Druck (GPa)	Drehzahl ( $\text{min}^{-1}$ )	Umdrehungen (-)	Temperatur (°C)
1	5	0,2	5	Raumtemperatur
2	5	0,2	5	500

Die Härte wurde an verformten und unverformten (zur Bestimmung der Ausgangshärte) Proben gemessen.

Die Proben wurden nach der Verformung halbiert (siehe Abbildung 2.4(a)). Die verformten Ti-grade 2 Proben mussten kalt eingebettet werden. Das Kalteinbetten war notwendig um eine Umwandlung der eventuell vorhandenen  $\omega$ -Phase (siehe Kapitel 1.3) zu verhindern. Die Legierungen und die unverformten Proben wurden warmeingelegt. Die Flächen auf denen die Härte gemessen wurde, wurden mit Schleifpapier bis Körnung 1200 geschliffen und mit ODS + Wasserstoffperoxid poliert.



(a) Gegenüberstellung HPT-Plättchen mit halbierter Probe

(b) Eingebettete Probe

*Abbildung 2.4.:* Gegenüberstellung der halbierten und einer verformten HPT-Probe (a) und Darstellung einer eingebetteten HPT-Probe (b).

Bei den Proben mit 30 mm Durchmesser wurde ein Plättchen (wie in Abbildung 2.6(b)) herausgeschnitten, geschliffen und poliert.



## 2.4. Zugproben

Neben dem Bruchverhalten von reinem Titan wurde auch das Verformungsverhalten mittels Zugversuchen untersucht. Als Grundlage für die Zugproben dienten die in Kapitel 2.3 beschriebenen 8 mm Durchmesser HPT-Plättchen.

Um den Grat, der bei der Verformung entstand, zu entfernen, wurden die Probe auf 8 mm Durchmesser gedreht. Im Anschluss wurden die Proben auf eine Dicke von 0.5 mm mit Schleifpapier bis Körnung 1200 geschliffen. In weiterer Folge wurden die Proben mit OPS + Wasserstoffperoxid poliert.

Abschließend wurden die Proben in eine spezielle Vorrichtung eingespannt und auf die Endgeometrie gefräst. Die Proben wurden so gefertigt, dass ihr Messquerschnitt ungefähr auf einem Radius von 3 mm der verformten Plättchen lag.

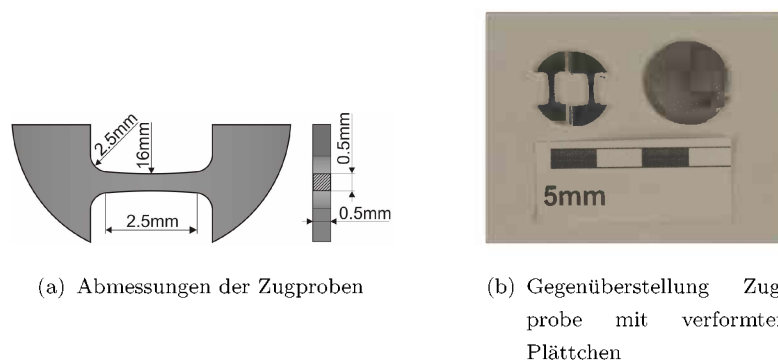


Abbildung 2.5.: Abmessungen der verwendeten Zugproben (a) und Gegenüberstellung eines verformten HPT-Plättchens und der fertigen Zugproben (b).

In Tabelle 2.5 findet man die tatsächlichen Abmessungen der Zugproben.

Tabelle 2.5.: Tatsächliche Abmessungen der zu prüfenden Zugproben.

Probe	Verformungszustand	Höhe (mm)	Breite (mm)	Länge (mm)	$A_0$ <sup>1</sup> (mm <sup>2</sup> )
Ti-grade 2 a	unverformt	0,516	0,503	2,5	0,260
Ti-grade 2 b	unverformt	0,517	0,463	2,5	0,239
Ti-grade 2 a	Raumtemperatur	0,515	0,473	2,5	0,244
Ti-grade 2 b	Raumtemperatur	0,518	0,510	2,5	0,264
Ti-grade 2 a	500 °C	0,492	0,503	2,5	0,247
Ti-grade 2 b	500 °C	0,495	0,497	2,5	0,246

<sup>1</sup> Ausgangsfläche

## 2.5. CT-Proben

Die Bruchzähigkeitsuntersuchungen wurden nur an reinem Titan vorgenommen da nur davon genügend Material zur Verfügung stand. Die CT-Proben wurden aus den in Kapitel 2.2 beschriebenen HPT-Proben mit 30 mm Durchmesser gefertigt.

Aus der verformten Probe wurden die Rohlinge für die CT-Proben herausgeschnitten. Die Lage der Axial- (ao), Radial- (ro) und Scher-Orientierung (so) findet man in Abbildung 2.6(a). Die Lage der Rohlinge in der HPT-Probe ist in Abbildung 2.6(b) dargestellt. Zum Herausschneiden der Proben wurden eine wassergekühlte Feintrennscheibe (Secotom) und eine Diamantdrahtsäge benutzt. Beim Herausschneiden der Rohlinge wurde darauf geachtet, dass alle im Sättigungsbereich der Strukturverfeinerung lagen.

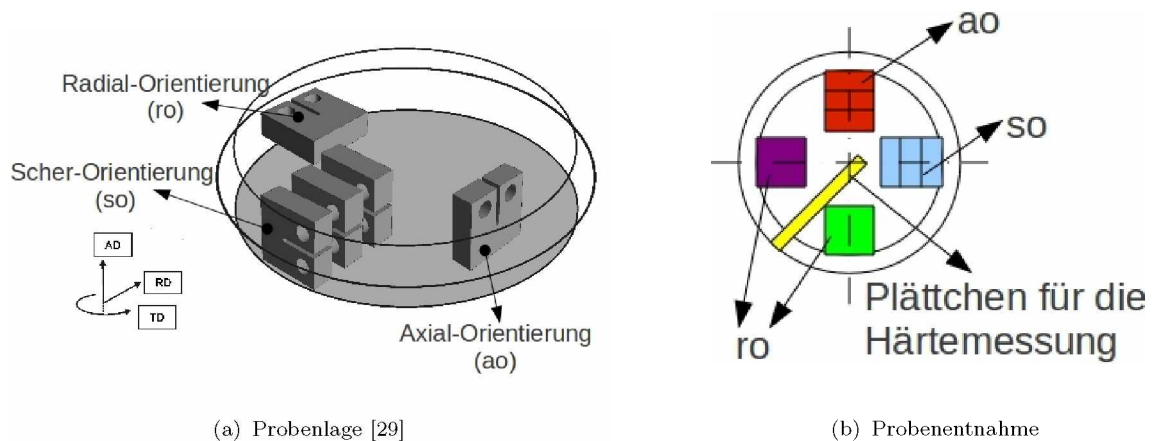


Abbildung 2.6.: Darstellung der verschiedenen Orientierungen (a) und Lage der Proben bei der Entnahme (b) in einem 30 mm Durchmesser HPT-Plättchen.

Die so erhaltenen Rohlinge wurden mit Hilfe einer Präzisionsschleifmaschine auf Maß geschliffen (siehe Abbildung 2.7). Anschließend wurden die Löcher für die Probenaufnahme der Prüfmaschine gebohrt. Die Probenabmessungen wurden in Anlehnung an die ASTM-Norm E399 gewählt.

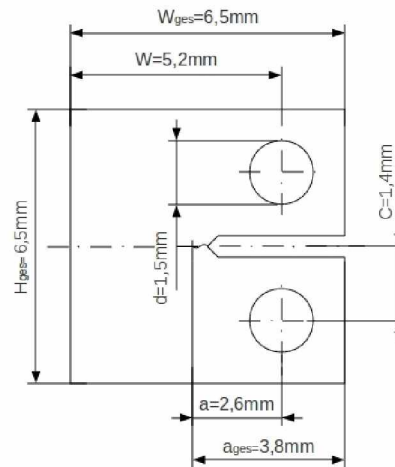


Abbildung 2.7.: Abmessungen der verwendeten CT-Probe in Anlehnung an die ASTM E-399.

Um die Proben mit Anrissen zu versehen, wurden sie mit Hilfe der Diamantdrahtsäge eingeschnitten. Im Anschluss wurden die Kerben mit einer Rasierklinge und Diamantpaste, mit einer  $6 \mu\text{m}$  Körnung, in einer eigens dafür gefertigten Vorrichtung für ca. 10 min verfeinert.

Zum Abschluss wurde noch der finale Anriss mittels Druckanschwingen auf einer elektrodynamischen Prüfmaschine (Rumul) eingebracht. Die Methode des Druckanschwingens wurde gewählt da sie einfacher und zuverlässiger für kleine Proben als das Zuganschwingen ist [30,31].

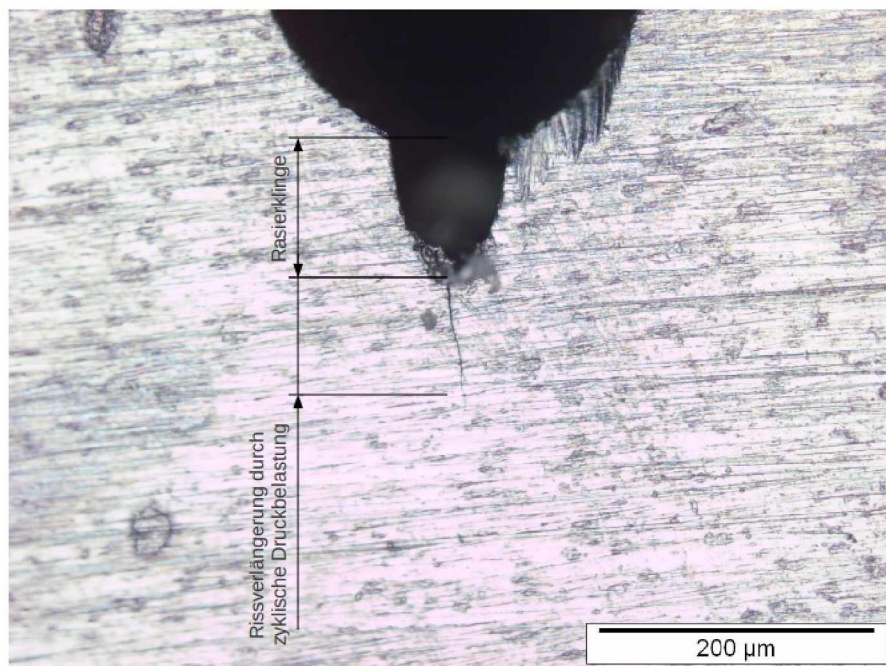


Abbildung 2.8.: Lichtmikroskopischeaufnahme des Anrisses einer CT-Probe.

In Tabelle 2.6 sind die hergestellten Proben mit ihren tatsächlichen Abmessungen zu finden.

Tabelle 2.6.: Abmessungen der CT-Proben. Die Bezeichnungen sind in Abbildung 2.7 ersichtlich.

Probe	a (mm)	W (mm)	B <sup>2</sup> (mm)	f(a/W) (-)
ao RT <sup>1</sup>	2,568	5,15	2,69	9,6
ao 500 °C	2,484	5,19	2,63	9,1
so RT <sup>1</sup>	2,742	5,17	2,69	10,6
so 500 °C	2,866	5,24	2,65	11,2
ro RT <sup>1</sup>	2,700	5,13	2,59	10,5
ro 500 °C	2,646	5,16	2,64	10,1

<sup>1</sup> Raumtemperatur

<sup>2</sup> Breite

## **Kapitel 3.**

### **Versuchsdurchführung**

### 3.1. Härtemessung

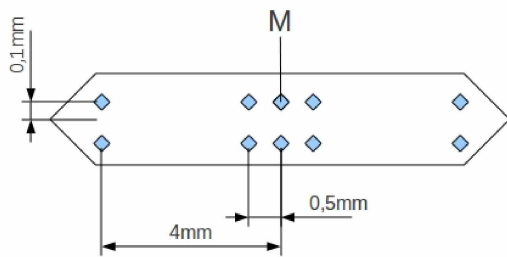
Die Härtemessung wurde auf einem Buehler MicroMet 5104 durchgeführt.



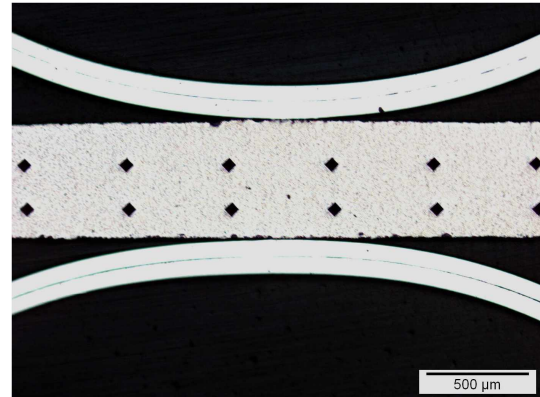
Abbildung 3.1.: Fotografie des verwendeten Härtemessgerätes MicroMet 5104 von Buehler.

Es wurde ein Vickers Eindringkörper und eine Prüflast von 1 kg verwendet. Die Härteeindrücke wurden mit der Software OMNIMET MHT ausgewertet.

Bei den 8 mm Durchmesser Proben wurde die Härte mit einem Abstand von 0.1 mm in beide Richtungen von der Mitte gemessen (siehe Abbildung 3.2). Die Ausgangshärte wurde auf die selbe Art gemessen, es wurde bei diesen noch zusätzlich der Mittelwert über alle Eindrücke gebildet. Die Härte des unverformten Ti-grade 2 wurde durch eine Mittelwertbestimmung aus sieben Eindrücken am Stangenmaterial bestimmt.



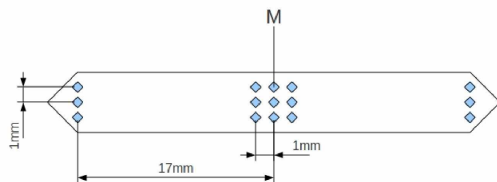
(a) Darstellung der Lage der Härteeindrücke auf einer 8 mm Durchmesser HPT-Probe



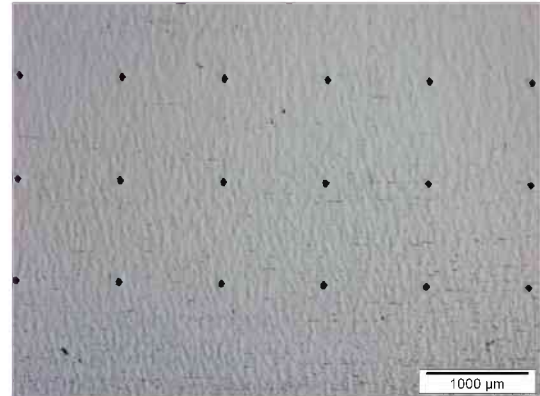
(b) Lichtmikroskopischeaufnahme der Härteeindrücke auf einer 8 mm Durchmesser HPT-Probe.

Abbildung 3.2.: Lage (a) und Lichtmikroskopischeaufnahme der Härteeindrücke (b) auf den 8 mm Durchmesser HPT-Proben.

Die Härte der Durchmesser 30 mm Proben wurden an dem Plättchen (siehe Abbildung 2.6(b)) gemessen. Die Härteeindrücke wurden in der Mitte des Plättchens und 1 mm aus der Mitte, wieder in beide Richtungen, gesetzt (siehe Abbildung 3.3(a)).



(a) Darstellung der Lage der Härteeindrücke auf einer 30 mm Durchmesser HPT-Probe



(b) Lichtmikroskopischeaufnahme der Härteeindrücke auf einer 30 mm Durchmesser HPT-Probe.

Abbildung 3.3.: Lage (a) und Lichtmikroskopischeaufnahme der Härteeindrücke (b) auf den 30 mm Durchmesser HPT-Proben.

Bei den HPT verformten Proben wurde der Härteverlauf über den Radius ermittelt, um festzustellen ab welcher Verformung sich die Sättigung in der Verfestigung einstellt.



## 3.2. Zugversuch

Die Zugversuche erfolgten auf einem Zugmodul von K & W (Kamrath & Weiss). Als Probenaufnahme wurde die in Abbildung 3.5 dargestellte verwendet.

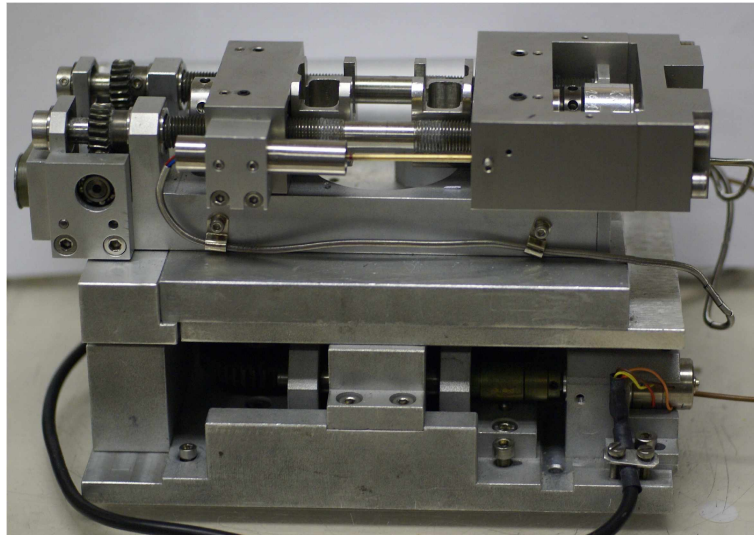


Abbildung 3.4.: Fotografie der verwendeten K & W Prüfmaschine mit dem Zugmodul.

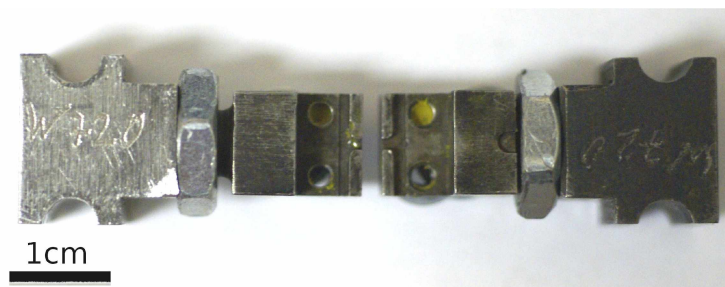


Abbildung 3.5.: Fotografie der verwendeten Probenaufnahme für die Zugproben.

Zur Kraftaufnahme wurde eine 2kN Kraftmessdose verwendet. Die Wegaufnahme erfolgte über einen Tauchanker der an der Traverse der Prüfmaschine befestigt war. Dadurch wurde zusätzlich zur Verschiebung der Probenaufnahme auch jene der Prüfmaschine mit gemessen, was zu einem Einlaufspiel führte. Dieses Einlaufspiel führte in weiterer Folge zu Erschwernissen bei der Messergebnisinterpretation und musste deshalb in der Auswertung abgezogen werden. Auf dieses Problem wird bei der Auswertung der Ergebnisse noch genauer eingegangen.

Die Proben wurden zur Messung in die Ausnehmung, die man in der Mitte des Aufnehmers in Abbildung 3.5 erkennt, gelegt. Um ein Herausspringen der Probe beim Bruch



zu vermeiden, wurden die Köpfe der Zugprobe mit Knetmasse am Probenaufnehmer befestigt. Diese Methode wurde gewählt um die Proben in ihren Freiheitsgraden nicht zu beschränken, wie es mit einem starren Probenniederhalter der Fall gewesen wäre.

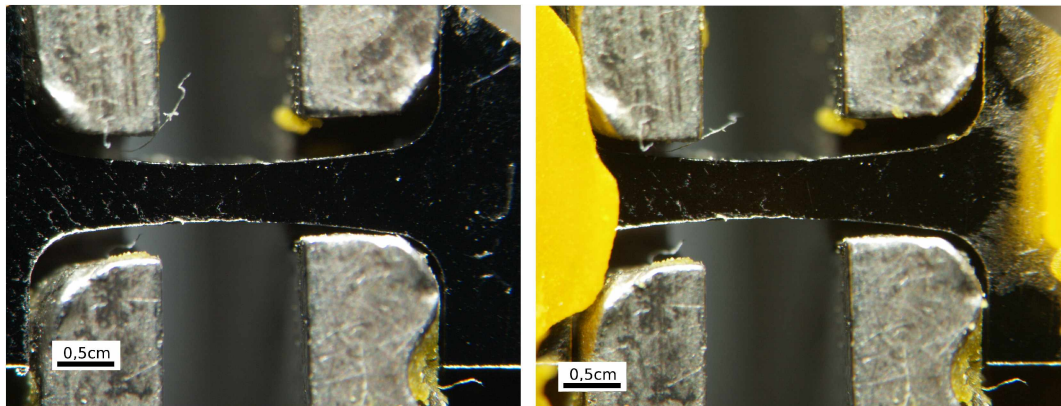


Abbildung 3.6.: Prinzip des Niederhaltens der Probe mittels Knetmasse. Man erkennt das die Köpfe mit Knetmasse (gelb) an der Probenhalterung “fixiert” wurden.

In Abbildung 3.6 sieht man, dass die Krafteinleitung der Probe über die Schultern der selbigen erfolgte.

Die Messungen wurden bei Raumtemperatur und mit einer Prüfgeschwindigkeit von  $2.5 \frac{\mu\text{m}}{\text{s}}$  durchgeführt.

### 3.3. Bruchzähigkeitsmessung

Die Messung der Bruchzähigkeit erfolgte auf demselben Zugmodul von K & W (Kamrath & Weiss), welches in Abbildung 3.4 dargestellt ist. Als Probenaufnahme wurde die in Abbildung 3.7 dargestellte verwendet.

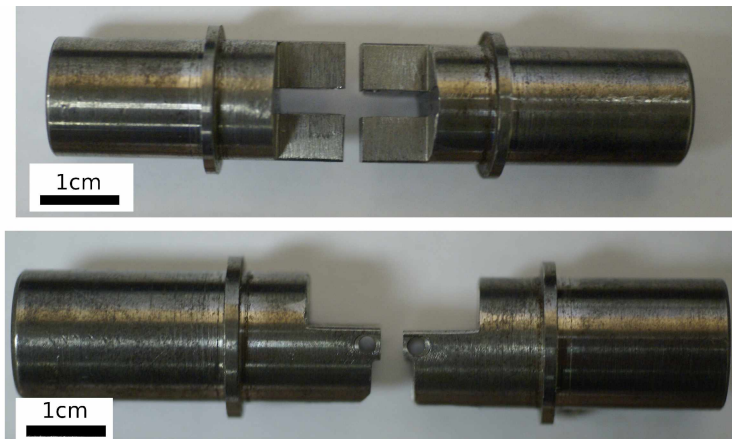


Abbildung 3.7.: Fotografie der verwendeten CT-Probenaufnahme in Draufsicht und Vorderansicht.

Die verwendete Kraftmessdose und die Wegmessung waren die selben wie in Kapitel 3.2 beschrieben. Die Prüfparameter wurden ebenfalls gleich wie bei den Zugversuchen gewählt.

## **Kapitel 4.**

### **Auswertung und Ergebnisse**

## 4.1. Härtemessung

Die Härte­werte der unverformten Proben finden sich in Tabelle 4.1. Die Härte in GPa wurde mittels folgendem Zusammenhang

$$\text{Härte(GPa)} = \frac{HV1 * 9.81}{1000} \quad (4.1)$$

umgewandelt.

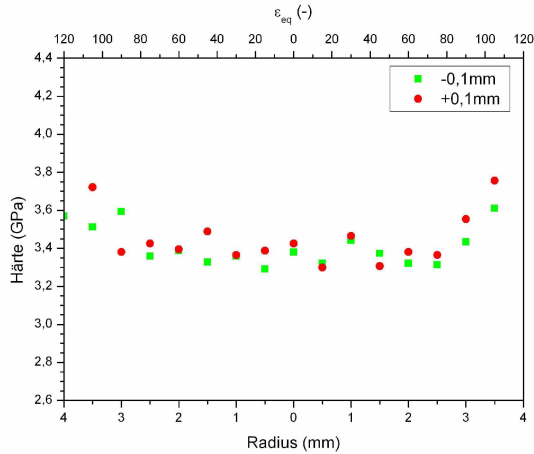
Tabelle 4.1.: Gemittelte Härte der verschiedenen Materialien vor der HPT-Verformung.

Probe	Härte HV1	Härte (GPa)
TiAl6V4 a	323,0	3,17
TiAl6V4 b	294,6	2,89
TiAl6V4 c	300,8	2,95
TiAl6V4 d	362,4	3,56
TiNb13Zr13	296,1	2,90
Ti grade 2	216,5	2,12

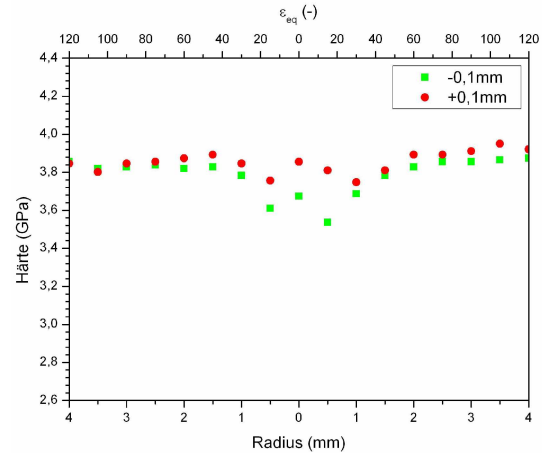
Tabelle 4.2.: Härte­werte bei den verschiedenen Verformungszuständen der 8 mm Durchmesser HPT-Proben. Die Härte wurde bei einer Äquivalentdehnung von ca. 90, d.h. ca. Radius 3 mm, bestimmt und falls ein ausgeprägter Sättigungsbereich auftrat wurde die Härte in diesem gewählt.

Probe	HV1 RT <sup>1</sup>	HV1 500 °C	Härte (GPa) RT <sup>1</sup>	Härte (GPa) 500 °C
TiAl6V4 a	360	390	3,5	3,8
TiAl6V4 b	360	390	3,5	3,8
TiAl6V4 c	360	400	3,5	3,9
TiAl6V4 d	370	400	3,6	3,9
TiNb13Zr13	400	370	3,9	3,6
Ti grade 2	380	290	3,7	2,8

<sup>1</sup> Raumtemperatur



(a) Härteverlauf der 8 mm Durchmesser "TiAl6V4 a" Probe die bei Raumtemperatur HPT verformt wurde.



(b) Härteverlauf der 8 mm Durchmesser "TiAl6V4 a" Probe die bei 500 °C HPT verformt.

Abbildung 4.1.: Gegenüberstellung der Härteverläufe der 8 mm Durchmesser "TiAl6V4 a" Proben die bei Raumtemperatur (a) und bei 500 °C (b) HPT verformt wurden.

Man erkennt, dass die Ausgangshärte für die TiAl6V4-Proben vom Wärmebehandlungszustand der Probe abhängt, was an sich nicht überraschend ist.

Die gemessene Härte im Sättigungsbereich, wenn dieser vorhanden ist, ansonsten die Härte bei einem Radius von 3 mm, der 8 mm Durchmesser Proben findet man in Tabelle 4.2. Der Härteverlauf wird exemplarisch in Abbildung 4.1 für eine bei Raumtemperatur verformte und eine bei 500 °C verformte TiAl6V4 Probe dargestellt. In den Härteverläufen erkennt man den Verlauf der Härte über den Radius und über die Äquivalentdehnung  $\epsilon_{eq}$ , die nach der Beziehung

$$\epsilon_{eq} = \frac{2\pi n}{\sqrt{3}t} r \quad (4.2)$$

ermittelt wurde. In dieser Formel steht  $n$  für die Anzahl der Umdrehungen,  $t$  für die Dicke der Probe nach der Verformung und  $r$  für den Radius an dem  $\epsilon_{eq}$  bestimmt werden soll.

Weitere Härteverläufe findet man im Anhang C.

Wie man in Abbildung 4.1 erkennt erreicht die bei 500 °C umgeformte Probe bei geringerer Verformung, ca. bei einem  $\epsilon_{eq}$  von 40, den Sättigungsbereich als die bei Raumtemperatur verformte Probe, diese bildet bei der aufgebrachten Verformung keinen

eindeutigen Sättigungsbereich aus.

Dass die bei Raumtemperatur verformten TiAl6V4 Proben bei der aufgebrauchten HPT-Verformung keinen Sättigungsbereich ausbilden und bei höheren Verformungen noch einen Anstieg der Härte aufweist könnte daran liegen, dass die Abstände zwischen der  $\alpha$ - und  $\beta$ -Phase zu groß sind und bei der aufgebrauchten HPT-Verformung der Abstand der beiden Phasen erst bei sehr hohen Verformungsgraden in den Bereich der Sättigungskorngröße der “reinen”  $\alpha$ -Phase kommt. Was die Bildung eines Sättigungszustandes zu sehr hohen Dehnungen verschiebt.

Um dies zu verdeutlichen wurde eine “TiAl6V4 a” Probe einmal mit 15 Umdrehungen, ansonsten gleiche Verformungsparameter wie in Tabelle 2.4, bei Raumtemperatur verformt und der Härteverlauf aufgenommen. Dieser, in Abbildung 4.2 dargestellt, zeigt einen schön ausgebildeten Sättigungsbereich, ab einem  $\epsilon_{\text{eq}}$  von ca. 240, im Gegensatz zu der mit nur 5 Umdrehungen bei Raumtemperatur verformten Probe.

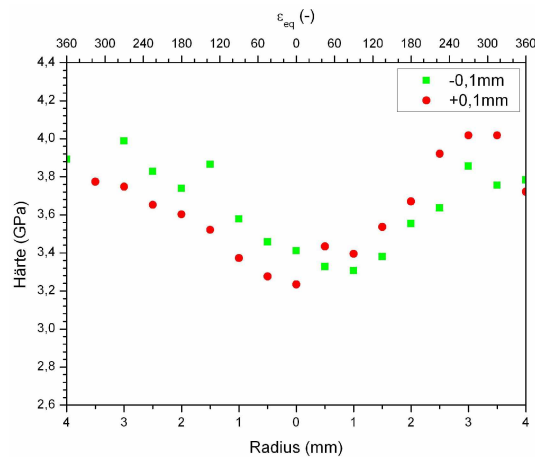


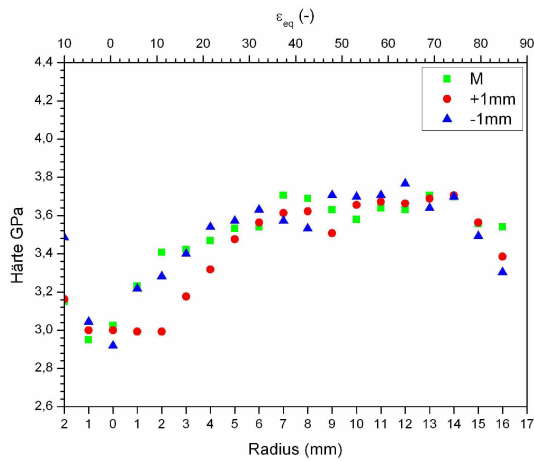
Abbildung 4.2.: Härteverlauf der 8 mm Durchmesser “TiAl6V4 a” Probe die bei Raumtemperatur mit 15 Umdrehungen HPT verformt wurde.

In Abbildung 4.3(a) und 4.3(b) erkennt man den Härteverlauf einer Ti-grade 2 Probe mit 30 mm Durchmesser. Man sieht, dass dieser nur in einer Hälfte der Probe gemacht werden konnte, da das Plättchen zur Härtemessung (siehe Abbildung 2.6(b)) nicht länger sein konnte. Die zugehörigen Härtewerte aus dem Sättigungsbereich finden sich in Tabelle 4.3.

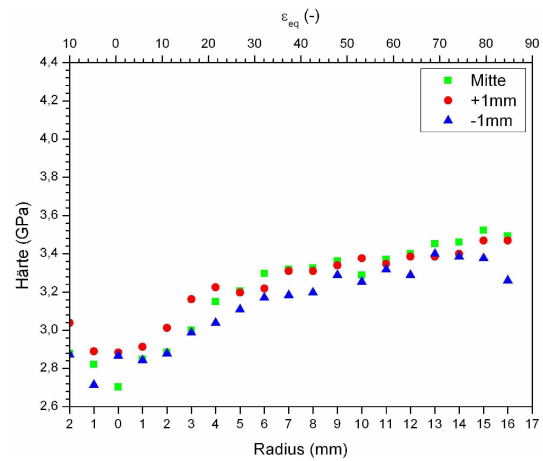
Tabelle 4.3.: Härtewerte des Ti-grade 2, bei den verschiedenen HPT-Verformungsparametern der 30 mm Durchmesser Proben, aus dem Sättigungsbereich.

Probe	HV1 RT <sup>1</sup>	HV1 500 °C	Härte (GPa) RT <sup>1</sup>	Härte (GPa) 500 °C
Ti-grade 2	370	340	3,6	3,3

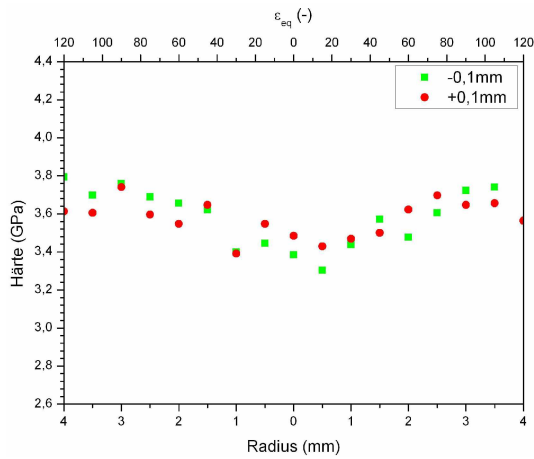
<sup>1</sup> Raumtemperatur



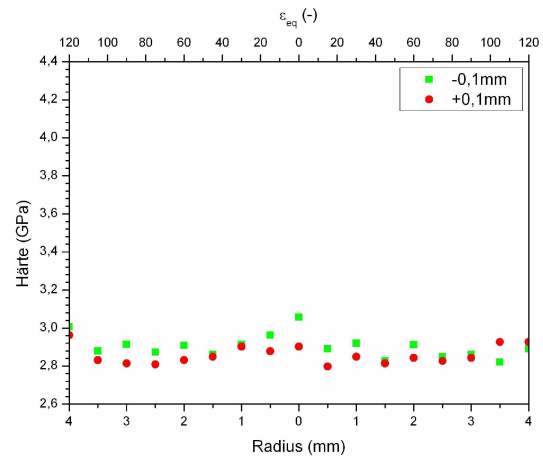
(a) Härteverlauf der 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe die bei Raumtemperatur HPT verformt wurde.



(b) Härteverlauf der 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe die bei 500 °C HPT verformt wurde.



(c) Härteverlauf der 8 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe bei Raumtemperatur HPT verformt wurde.



(d) Härteverlauf der 8 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe die bei 500 °C HPT verformt wurde.

Abbildung 4.3.: Gegenüberstellung der Härteverläufe der Ti-grade 2 Durchmesser 30 mm Proben HPT verformt bei Raumtemperatur (a), sowie bei 500 °C (b) und der Ti-grade 2 Durchmesser 8 mm Proben HPT verformt bei Raumtemperatur (c), sowie bei 500 °C (d).

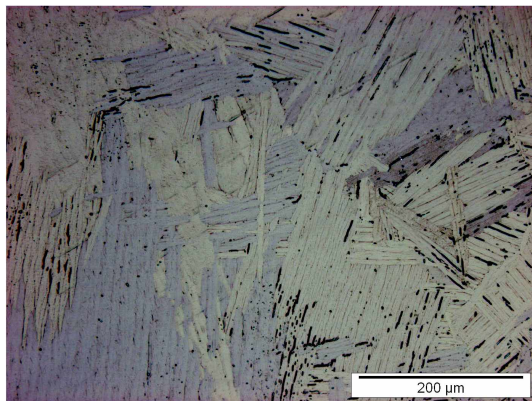
---

Man sieht, dass die Härtewerte für die bei Raumtemperatur verformte 30 mm Durchmesser Probe gut mit der 8 mm Durchmesser Probe übereinstimmen. Bei den 500 °C Proben stimmen die Ergebnisse nicht gut überein. Dies könnte an einer zu kurzen Zeitspanne zum Durchwärmen der Stempel für die 30 mm Durchmesser Probe vor der Verformung oder an der höheren Verformungsgeschwindigkeit bei dieser oder einer Dehnratenempfindlichkeit des Materials gelegen haben.

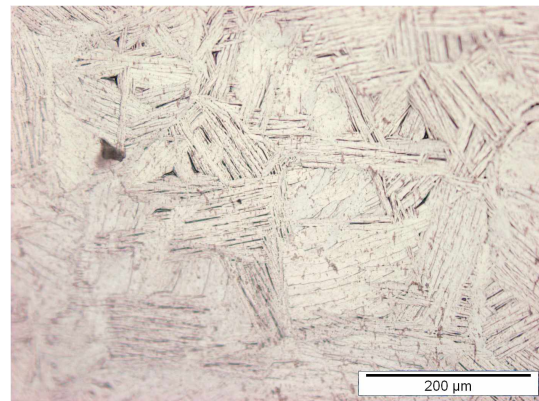


## 4.2. Metallographie und TEM-Untersuchung

In Abbildung 4.4 ist das Ausgangsgefüge des Ti-grade 2 dargestellt. Man erkennt ein martensitisches Gefüge.



(a) Lichtmikroskopischeaufnahme des martensitischen Ausgangsgefüges des Ti-grade 2, welches abschließende durch Ätzen präpariert wurde.



(b) Lichtmikroskopischeaufnahme des martensitischen Ausgangsgefüges des Ti-grade 2, welches mittels elektrolytischem Polieren präpariert wurde.

*Abbildung 4.4.:* Gegenüberstellung des Ausgangsgefüges von Ti-grade 2 einmal mittels mechanischem (a) und einmal mittels elektrolytischem Polieren (b) präpariert. Man erkennt in beiden Bildern ein martensitisches Gefüge.

Um auszuschließen, dass es sich um eine Verformungsschicht handelt, welche durch die Probenpräparation entstanden sein könnte, wurde eine Probe elektrolytisch poliert (siehe Abbildung 4.4(b)). Auch diese zeigte ein martensitisches Gefüge. Dies legt nahe, dass es sich um ein martensitisches Ausgangsgefüge handelt und nicht um eines das durch die falsche Präparation entstanden ist. Ein martensitisches Gefüge ist typisch für rasch aus dem  $\beta$ -Phasengebiet abgekühltes Titan. Weitere Gefügebilder findet man im Anhang A.

Das Gefüge der TiNb13Zr13 Legierung vor der HPT-Verformung ist in Abbildung 4.5 dargestellt. Schön zu sehen ist die grobkörnige Ausgangsstruktur mit deutlich gelängten Körnern die vermutlich von einer Umformung stammen.

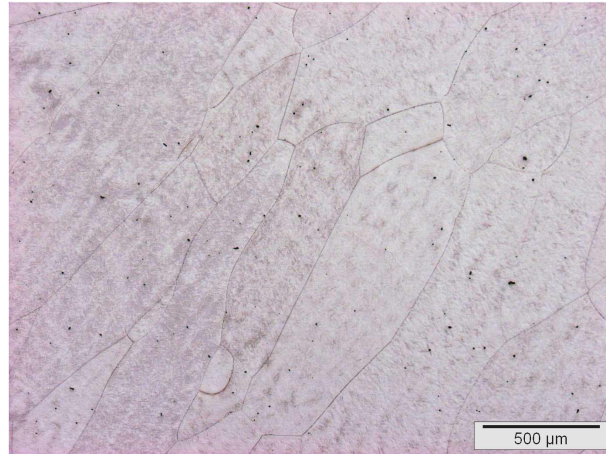


Abbildung 4.5.: Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges der TiNb13Zr13 Legierung vor der HPT-Verformung. Das Gefüge wurde nach dem Schleifen und Polieren mittels einer Korngrenzenätzung sichtbar gemacht.

Die TEM-Proben, die, wie in Kapitel 2.2 beschrieben, aus dem Sättigungsbereich des verformten Materials herausgearbeitet wurden, zeigen in Scher-Richtung gestreckte Körner (siehe Abbildung 4.6 und 4.7). Die Dicke der Körner liegt im Bereich von ca. 100 nm. Die Länge ist aus den Hellfeldaufnahmen nicht eindeutig erkennbar. Auch die Dunkelfeldaufnahmen lassen keine genaue Aussage zur Länge der Körner zu.

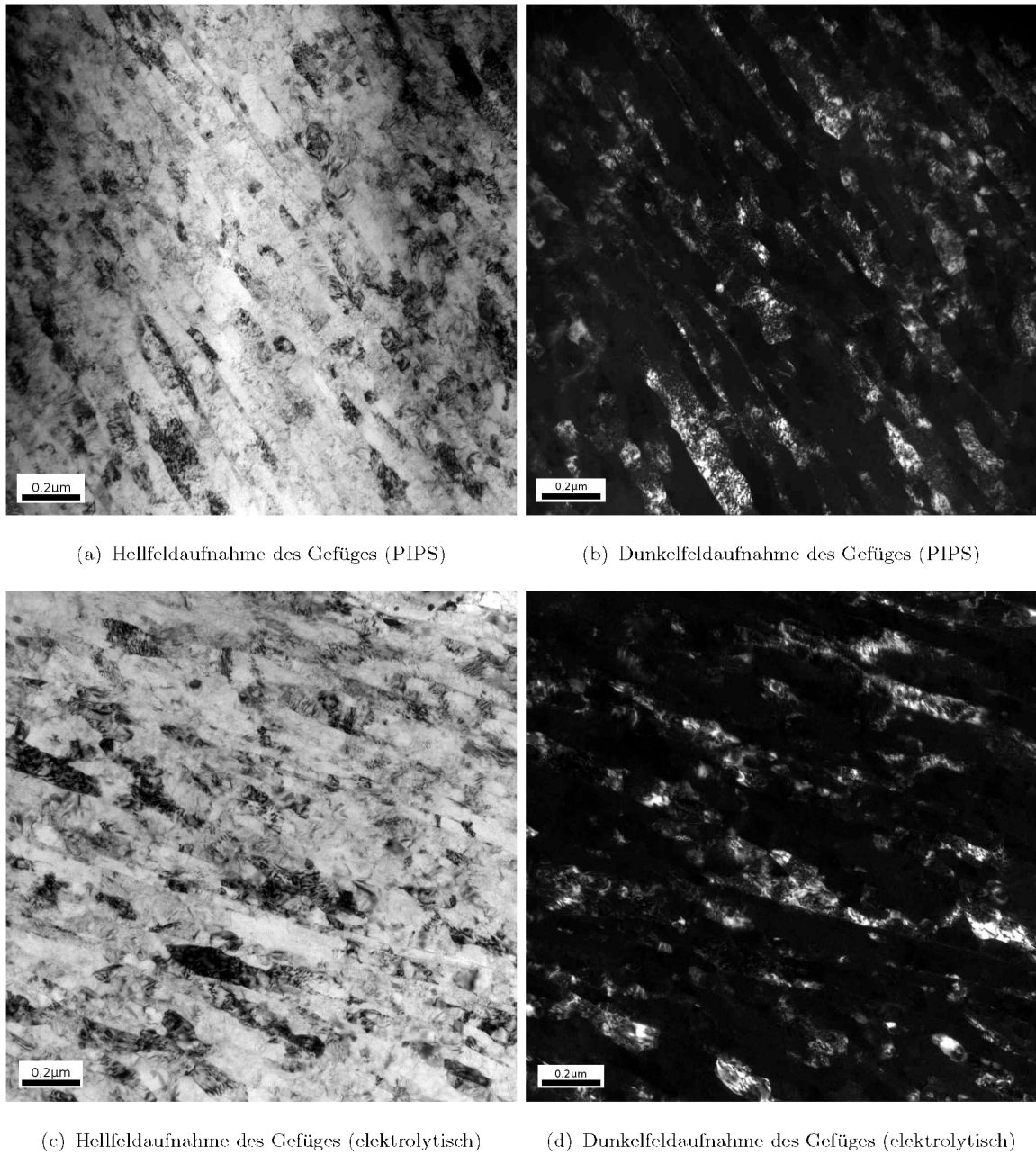


Abbildung 4.6.: TEM-Aufnahmen der Sättigungsgefüge von Ti-grade 2 IIP1 verformt bei Raumtemperatur. Die Proben wurden bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80 entnommen. Die Aufnahmen zeigen das Gefüge in Radialansicht. Die in den Klammern angegebenen Bezeichnungen stehen für das Präparationsverfahren der TEM-Proben.

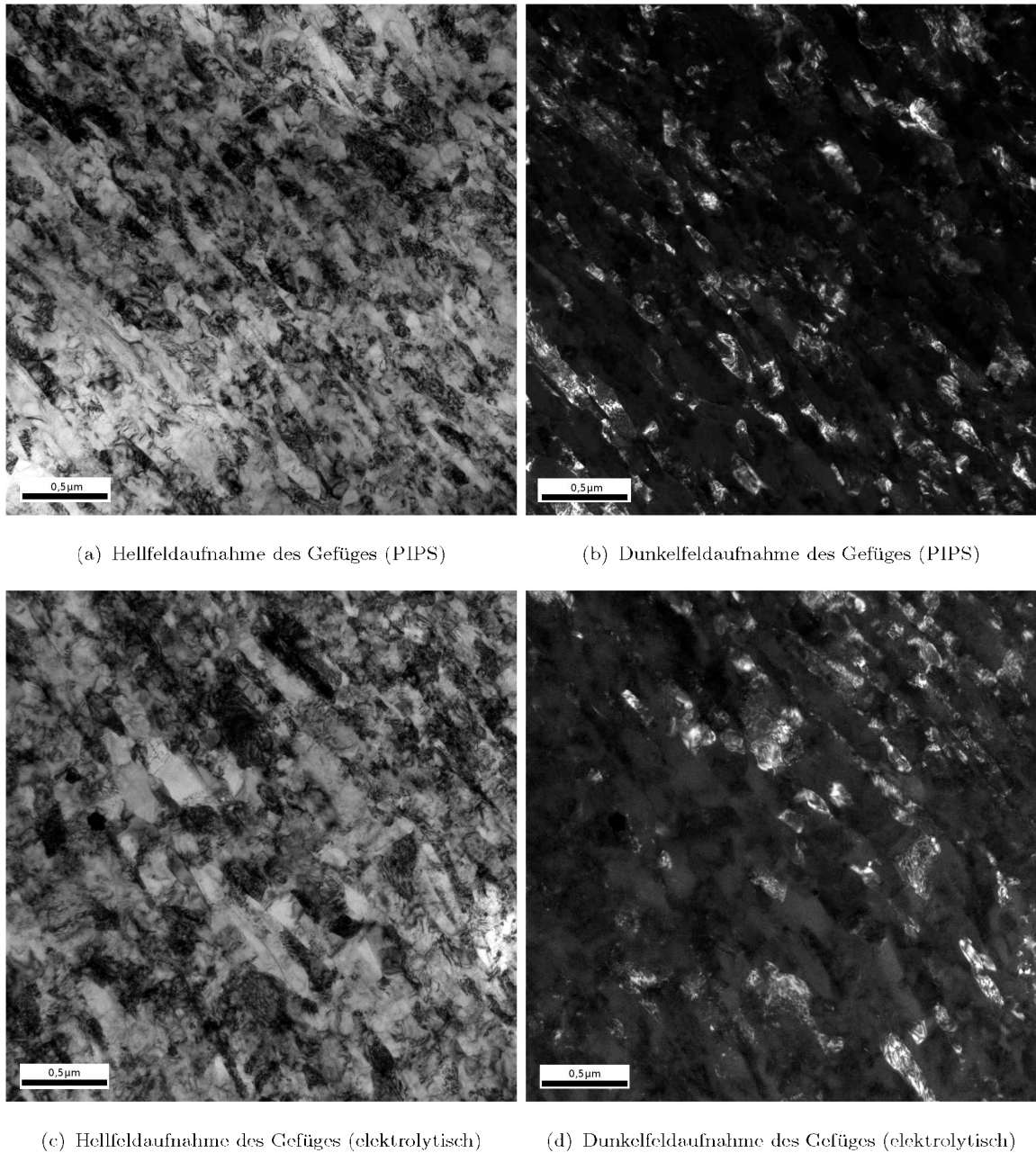


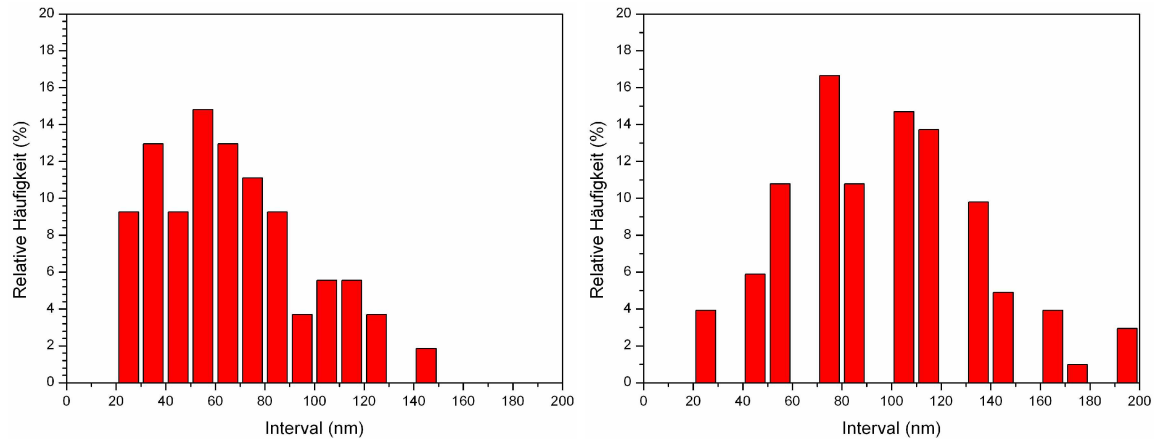
Abbildung 4.7.: TEM-Aufnahmen der Sättigungsgefüge von Ti-grade 2 IPT verformt bei 500 °C. Die Proben wurden bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80 entnommen. Die Aufnahmen zeigen das Gefüge in Radialansicht. Die in den Klammern angegebenen Bezeichnungen stehen für das Präparationsverfahren der TEM-Proben.

Die TEM-Proben wurden mittels zwei unterschiedlicher Verfahren (siehe Kapitel 2.2) hergestellt. Wobei beide ein brauchbares Ergebnis lieferten, wie Abbildung 4.6 und 4.7 zeigen.

Die bei Raumtemperatur verformten Proben weisen scharfe und gerade Korngrenzen auf, wogegen die bei 500 °C verformten Proben eher unscharfe Grenzen aufweisen, was

in anderen Werkstoffen z.B. Ni oder Fe eher untypisch ist.

Um die Korngrößen besser miteinander vergleichen zu können wurde eine Häufigkeitsverteilung angefertigt. Zur Ermittlung der Verteilung wurde die Linienmethode gewählt. Bei dieser wird die Größe der Körner entlang einer Linie bestimmt. Es wurde jeweils eine Häufigkeitsverteilung für die bei Raumtemperatur und 500 °C verformte Probe angefertigt. In Abbildung 4.8 findet man die beiden Häufigkeitsverteilungen.



(a) Häufigkeitsverteilung der bei Raumtemperatur HPT (b) Häufigkeitsverteilung der bei 500 °C HPT verformten Probe.

Abbildung 4.8.: Vergleich der Häufigkeitsverteilung der Korngrößen der beiden Verformungszustände.

Zur besseren Vergleichbarkeit wurde die relative Häufigkeit aufgetragen. Der Bereich für die Verteilung wurde von 20 bis 200 nm gewählt und die Intervallgröße wurde auf 10 nm festgesetzt.

Aus den Häufigkeitsverteilungen wurden die gewichteten arithmetischen Mittelwerte der Korngrößen bestimmt. Dies lieferte einen Mittelwert der Korngröße für die bei Raumtemperatur HPT verformte Probe von 67 nm und für die bei 500 °C verformte Probe von 99 nm.

Wie man aus den Verteilungen erkennen kann liegen die Korngrößen nahe beieinander. Es scheint so als hätte die Verformungstemperatur keinen extrem großen Einfluss auf die Sättigungskorngröße bei der HPT-Verformung. Auch die Härte der beiden Proben war nicht sehr unterschiedlich was wiederum auf eine ähnliche Mikrostruktur hinweist. Weitere TEM-Aufnahmen befinden sich im Anhang B, die sehr ähnlich sind und nur die Homogenität der Mikrostruktur widerspiegeln sollen.

### 4.3. Zugversuch

In dem in Kapitel 3.2 beschriebenen Zugversuch wurde die zur Verlängerung der Probe notwendige Kraft gemessen. Diese wurde mit der am Anfang ermittelten Ausgangsquerschnittsfläche in eine Spannung umgerechnet. Die so erhaltenen Zugfestigkeitswerte sind in Tabelle 4.4 aufgelistet. Der angegebene mittlere Fehler wurde nach dem Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz

$$f(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

$$u_f = \sqrt{\sum_{i=1}^n \left| \frac{\partial f}{\partial x_i} \right|^2 u_{x_i}^2} \quad (4.3)$$

ermittelt.

*Tabelle 4.4.:* Zugfestigkeiten des Titan bei den verschiedenen Verformungszuständen. Verformungsparameter der 8mm Durchmesser Proben bei Raumtemperatur und bei 500 °C HPT-Verformung finden sich in Tabelle 2.4.

Material	Verformungszustand	Zugfestigkeit (MPa)
Ti-grade 2 a	unverformt	586±5
Ti-grade 2 b	unverformt	582±5
Ti-grade 2 a	Raumtemperatur	1331±6
Ti-grade 2 b	Raumtemperatur	1325±6
Ti-grade 2 a	500 °C	876±5
Ti-grade 2 b	500 °C	855±5

Tabelle 4.5.: Zugfestigkeiten der verschiedenen Titan Legierungen nach [32] bei verschiedenen Verformungszuständen.

Material	Verformungszustand	Zugfestigkeit (MPa)	
		sample 1	sample 2
TiAl6V4 a	Raumtemperatur	1131	1171
TiAl6V4 b	Raumtemperatur	785 <sup>1</sup>	1145
TiAl6V4 c	Raumtemperatur	1211	943 <sup>1</sup>
TiAl6V4 d	Raumtemperatur	1316	233 <sup>1</sup>
TiAl6V4 a	500 °C	1557	1360
TiAl6V4 b	500 °C	1453	1368
TiAl6V4 c	500 °C	1577	1509
TiAl6V4 d	500 °C	1548	1419
TiNb13Zr13	Raumtemperatur	1162	1237
TiNb13Zr13	500 °C	1274	1103

<sup>1</sup> Diese Proben könnten Fehlerbehaftet gewesen sein, z.B. könnte ein Riss, der durch die HPT-Verformung eingebracht wurde, in der Probe vorhanden sein oder sie könnten ungültig gebrochen sein, d.h. an den Schultern der Zugproben außerhalb des Messbereiches.

In Abbildung 4.9 ist ein Spannungs-Querhauptverschiebungs Diagramm mit den Ergebnissen der Zugversuche dargestellt. Die Querhauptverschiebung wurde gewählt, da die Verschiebung wie in Kapitel 3.2 beschrieben, durch einen Tauchanker der an der Traverse befestigt war, gemessen wurde und so die Steifigkeit der Prüfmaschine auch in die Messung mit einging.



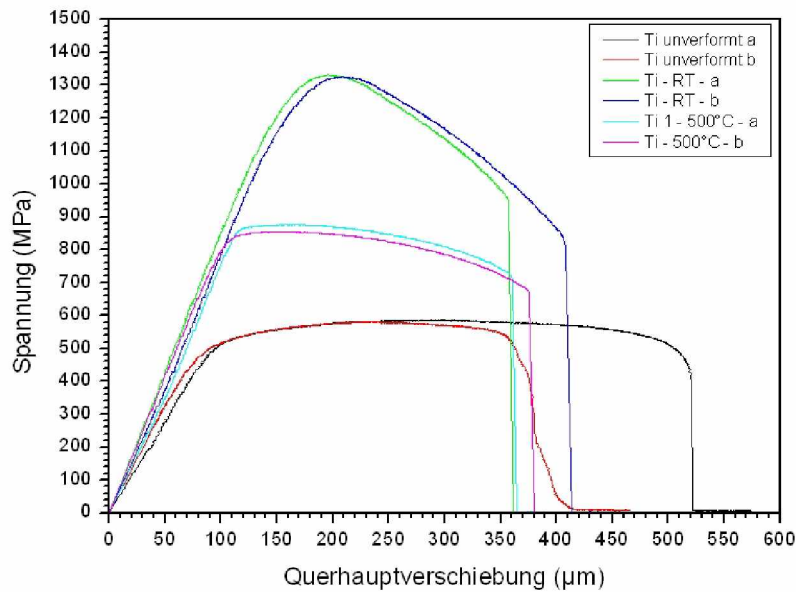


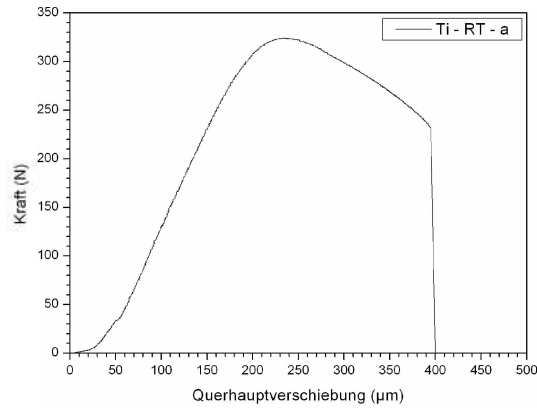
Abbildung 4.9.: Darstellung der Spannung über die Querschnittsverformung für Ti-grade 2. Die Zugproben wurden aus den 8 mm Durchmesser bei Raumtemperatur und 500 °C HPT verformten Proben aus dem Sättigungsbereich ( $\epsilon > 60$ ) gefertigt. Hier wurde bereits eine lineare Regression des Anfangsbereiches durchgeführt.

In den in Abbildung 4.9 dargestellten Kurven, wurde schon das in Kapitel 3.3 erwähnte Einlaufspiel abgezogen. Dies geschah in folgenden Schritten:

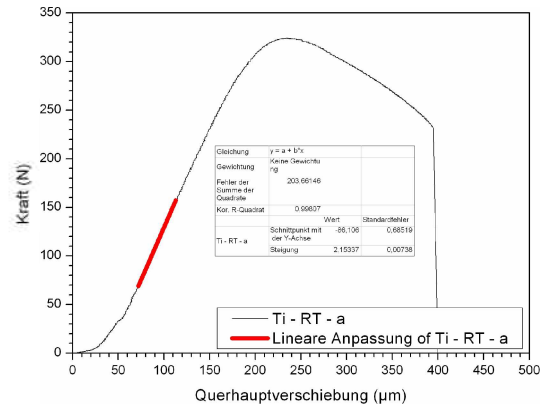
- Die in Abbildung 4.10(a) dargestellte Kurve ist die Ausgangskurve. Man erkennt, dass am Anfang die Kurve eine Krümmung, das Einlaufspiel, aufweist. Dieses entsteht dadurch, dass die einzelnen Komponenten wie Probenaufnahme usw. zuerst vorgespannt werden müssen. Weiters führt die unzulängliche Steifigkeit des Messaufbaus zu einer Unterschätzung des E-Moduls. Dies geschieht aus dem Grund, dass die Messung des Weges nicht direkt an der Probe, sondern wie in Kapitel 3.3 erwähnt an der Traverse der Prüfmaschine erfolgt.
- Das Einlaufspiel muss durch Extrapolation der linearen Steigung nach der Krümmung entfernt werden 4.10(c). Dies wurde im Origin, durch Ermittlung der Geradengleichung, durchgeführt. In Abbildung 4.10(b) sieht man rot markiert den Bereich über welchen die lineare Regression durchgeführt wurde.



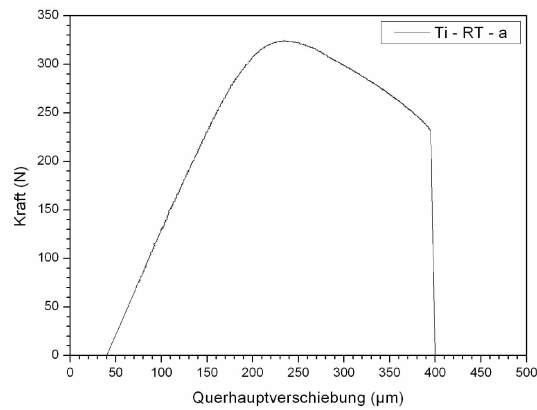
- Die aus dem vorhergehenden Punkt erhaltene Kurve musste nur noch in den Nullpunkt verschoben werden. So wurden die in Abbildung 4.9 dargestellten Kurven erhalten.



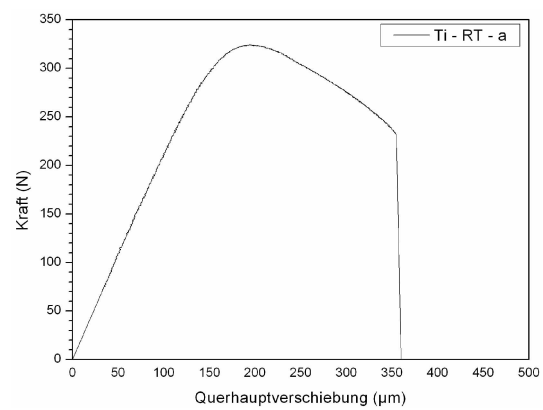
(a) Kurve ohne lineare Regression



(b) Ergebnis der linearen Regression



(c) Kurve nach der linearen Regression



(d) In den Nullpunkt verschobene Kurve

Abbildung 4.10.: Darstellung der einzelnen Schritte des Kurvenbearbeitens in einem Diagramm.

Die Bruchdehnung  $A$ , Gleichmaßdehnung  $A_g$  und die Brucheinschnürung  $Z$  wurden nach folgenden Formeln berechnet.

$$A = \frac{\Delta l}{l_0} \tag{4.4}$$

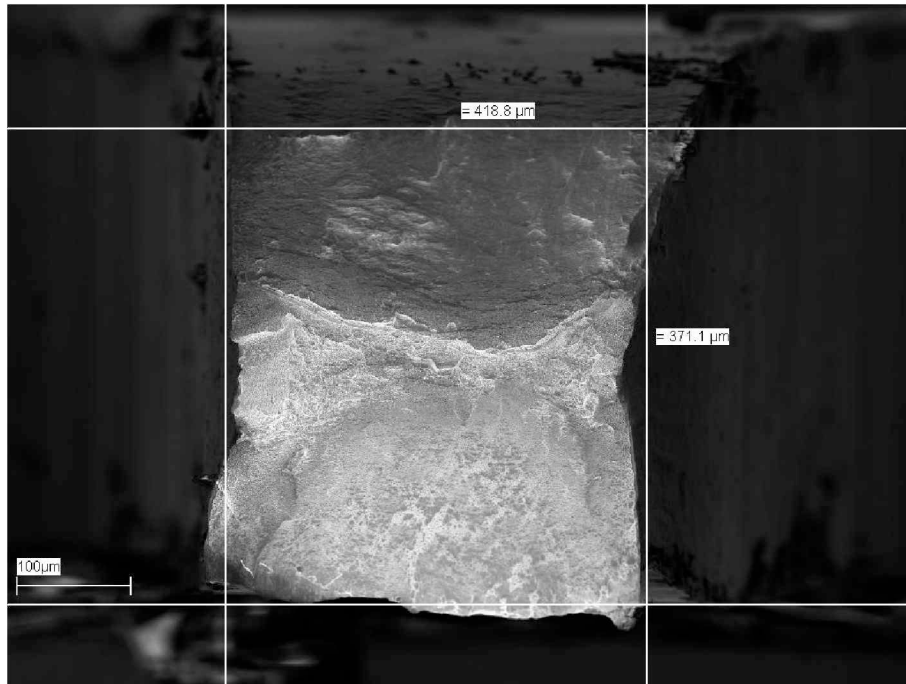
$$A_g = \frac{\Delta l_g}{l_0} \tag{4.5}$$

$$Z = \frac{A_0 - A_E}{A_0} \quad (4.6)$$

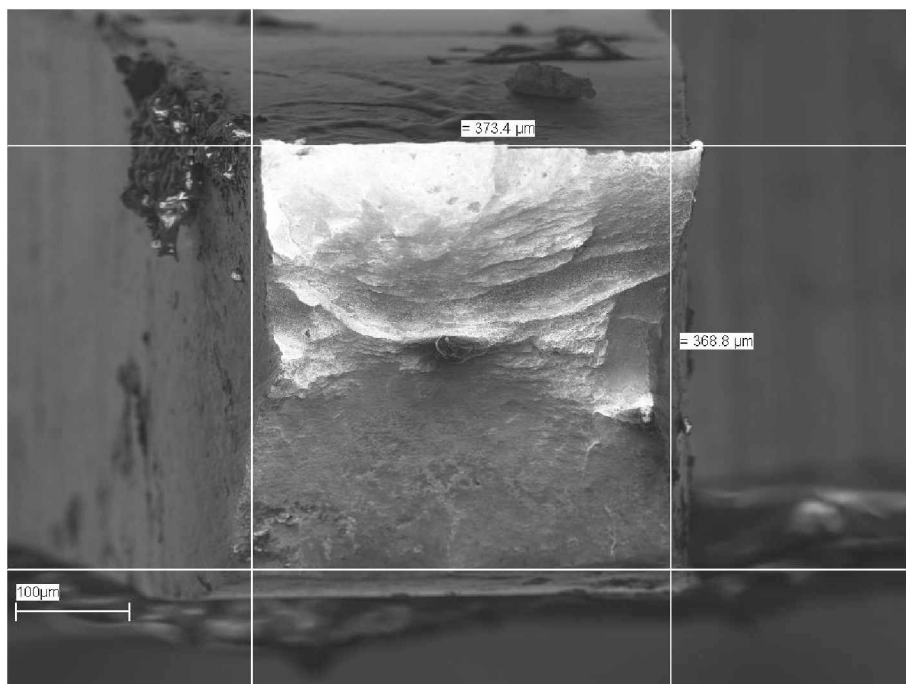
Hier ist  $\Delta l$  die aus Abbildung 4.9 gemessene bleibende Längenänderung beim Bruch,  $\Delta l_g$  die aus Abbildung 4.9 gemessene bleibende Längenänderung bei der Zugfestigkeit,  $l_0$  die Ausgangslänge mit 2.5 mm,  $A_0$  die Ausgangsfläche (siehe Tabelle 4.6) und  $A_E$  die Endfläche (siehe Tabelle 4.6).

Die Ausgangsabmessungen der Zugproben wurden mit Hilfe eines Lichtmikroskops und einer Mikrometerschraube gemessen. Aus diesen Abmessungen wurde im Anschluss die Ausgangsfläche  $A_0$  errechnet (siehe Tabelle 4.6). Die Bruchflächen der Zugproben wurden im REM (Raster-Elektronen-Mikroskop) untersucht. Aus diesen Aufnahmen wurde die Fläche nach dem Bruch  $A_E$  ermittelt.

Die Fläche wurde auf beiden Bruchhälften ermittelt und anschließend gemittelt, dies wird exemplarisch in Abbildung 4.11 für die bei Raumtemperatur HPT verformte "Ti-grade 2 a" Probe gezeigt. Die Bilder der anderen Proben befinden sich in Anhang D.



(a) Seite 1



(b) Seite 2

Abbildung 4.11.: REM-Aufnahmen der Bruchflächen der beiden Hälften der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 a Probe. In den Aufnahmen erkennt man wie die eingeschnürte Bruchfläche vermessen wurde. Die so erhaltenen Flächen wurden gemittelt und zur Berechnung der Brucheinschnürung verwendet.

Tabelle 4.6.: Ausgangsfläche  $A_0$  und Endfläche  $A_E$  der Zugproben aus Ti-grade 2.

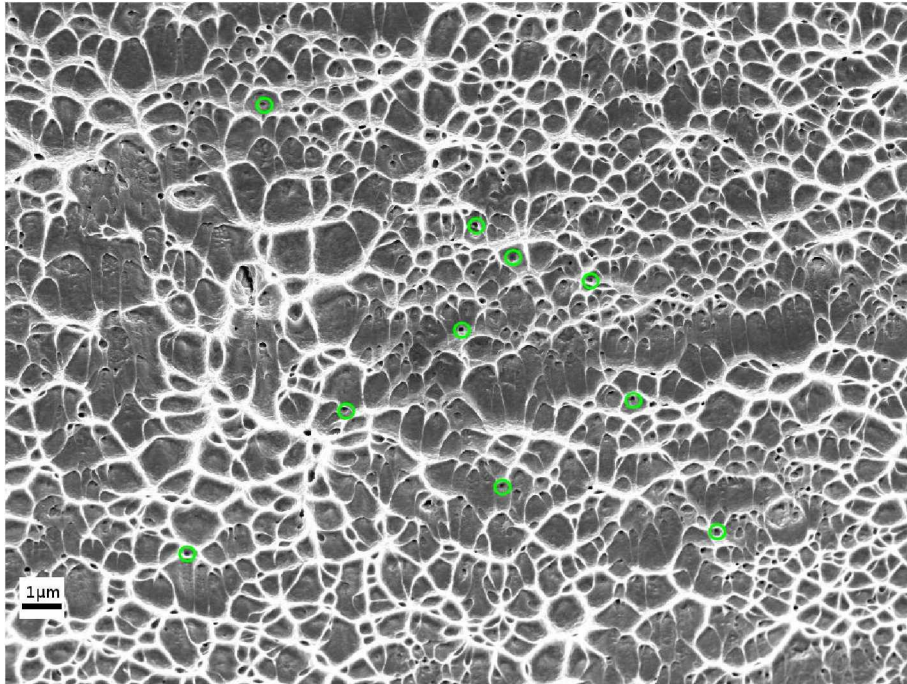
Material	Verformungszustand	$A_0$ (mm <sup>2</sup> )	$A_E$ (mm <sup>2</sup> )
Ti-grade 2 a	unverformt	0,260	0,117
Ti-grade 2 b	unverformt	0,239	0,100
Ti-grade 2 a	Raumtemperatur	0,244	0,147
Ti-grade 2 b	Raumtemperatur	0,264	0,125
Ti-grade 2 a	500 °C	0,247	0,136
Ti-grade 2 b	500 °C	0,246	0,114

Tabelle 4.7.: Gegenüberstellung der Gleichmaßdehnung  $A_g$ , Bruchdehnung A und der Brucheinschnürung Z für rein Titan.

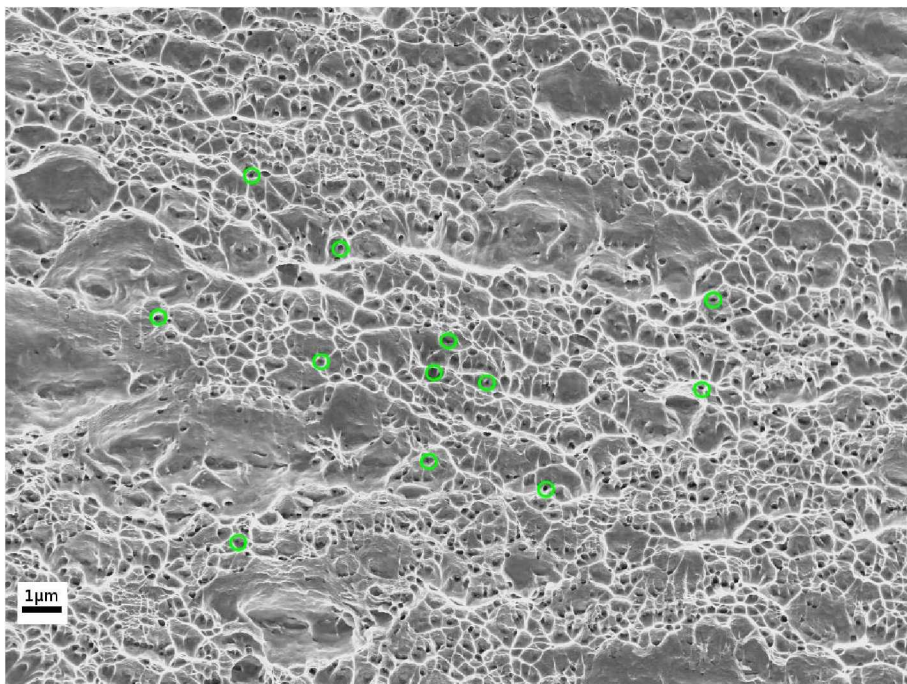
Material	Verformungszustand	$A_g$ (-)	A (-)	Z (-)
Ti-grade 2 a	unverformt	0,076	0,175	0,549
Ti-grade 2 b	unverformt	0,055	0,124	0,582
Ti-grade 2 a	Raumtemperatur	0,016	0,098	0,398
Ti-grade 2 b	Raumtemperatur	0,016	0,120	0,526
Ti-grade 2 a	500 °C	0,016	0,105	0,450
Ti-grade 2 b	500 °C	0,023	0,116	0,535

Wie man in Tabelle 4.7 erkennt nehmen  $A_g$  und A der verformten im Vergleich zur unverformten Probe ab. Die Gleichmaß- und Bruchdehnung zeigen fast keine Abhängigkeit bezüglich der HPT Verformungstemperatur. Bei der Gleichmaßdehnung ist zu berücksichtigen, dass die bei 500 °C HPT verformte und die unverformte Probe einen ausgedehnten Plateauwert aufweisen und dadurch die Gleichmaßdehnung schwer (nicht gut definiert) zu ermitteln ist. Auch die Brucheinschnürung zeigt keine große Abhängigkeit von der HPT Verformungstemperatur. Bei der Festigkeit erkennt man schon eine deutliche Abhängigkeit von der HPT Verformungstemperatur (siehe Tabelle 4.4).

Mittels REM wurden auch Detailaufnahmen der Bruchflächen angefertigt. Diese zeigen eine wabenförmige Struktur der Bruchfläche. Diese weist, neben der großen Brucheinschnürung, auf ein duktiler Bruchverhalten hin. In Abbildung 4.12 sind exemplarisch Bruchflächenbilder von HPT verformten rein Titan dargestellt. Weitere Bruchflächenaufnahmen befinden sich im Anhang E.



(a) REM-Aufnahme der Bruchfläche der bei Raumtemperatur HPT verformten Probe.



(b) REM-Aufnahme der Bruchfläche der bei 500 °C HPT verformten Probe.

Abbildung 4.12.: REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Ti-grade 2 bei Raumtemperatur (a) und 500 °C (b) HPT verformten Proben zum Vergleich der Wabenstruktur der Bruchflächen. Die grün markierten schwarzen Punkte in den Waben können als mögliche Einschlüsse interpretiert werden.

Weiters erkennt man in den Waben kleine schwarze Punkte. Diese Punkte deuten auf Einschlüsse hin die Bruch auslösend wirken. In Abbildung 4.13 erkennt man diese im Detail.

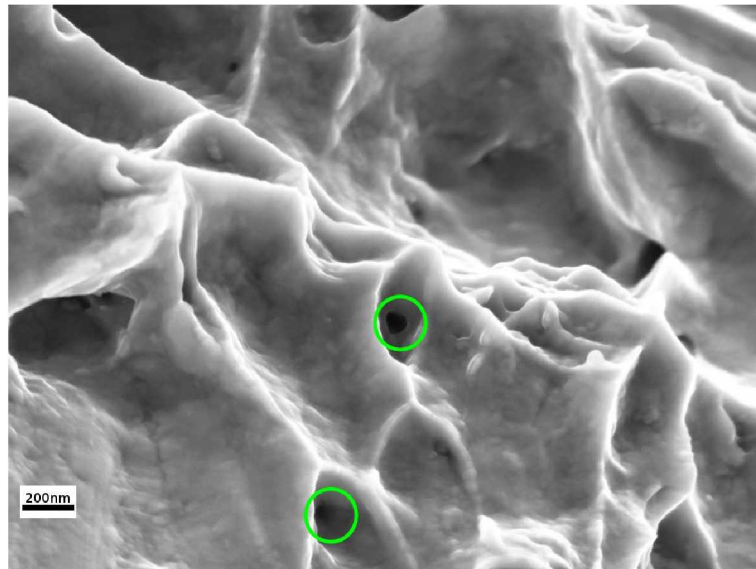


Abbildung 4.13.: REM-Detaillaufnahme einer Wabe mit möglichem Einschluss, der schwarze Punkt im grün markierten Bereich. Dieser Punkt deutet auf einen möglichen Einschluss hin.

## 4.4. Bruchzähigkeitsmessung

Die Kraft-Querhauptverschiebungskurve wird exemplarisch für eine Probe in Abbildung 4.14 dargestellt. Die Kurven für die anderen Rissorientierungen befinden sich im Anhang F. Die Bezeichnungen RT und 500 °C stehen für den jeweiligen HPT Verformungszustand.

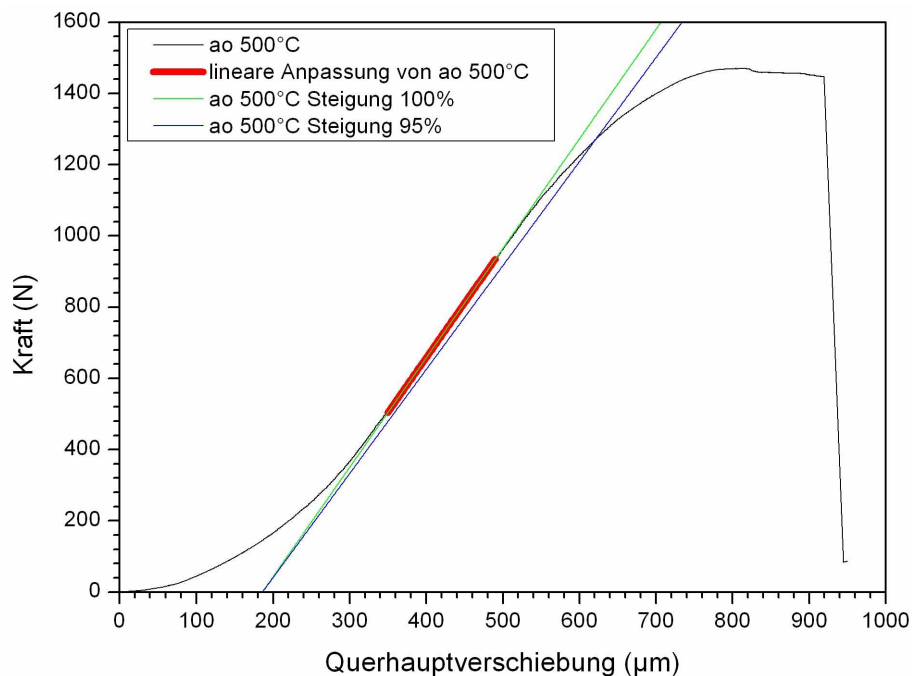


Abbildung 4.14.: Darstellung der Kurve Kraft-Querhauptverschiebung der bei 500 °C verformten HPT-Probe mit axialer Riss Orientierung. Weiters ist die Gerade der linearen Regression (grün) und die Gerade mit einer um 5% verringerten Steigung (blau) abgebildet.

Am Beginn der Kurve erkennt man wieder das Einlaufspiel, welches von der Prüfmaschine herrührt. Zur Bestimmung von  $P_5$  wird die Steigung im geraden Bereich der Kurve nach der anfänglichen Krümmung um 5% verringert und die Gerade mit der verringerten Steigung durch den Schnittpunkt der Ausgangsgeraden mit der x-Achse gezeichnet (siehe Abbildung 4.14). Der so erhaltene Schnittpunkt mit der Kurve wird als  $P_5$  bezeichnet.

In Abbildung 4.15 sieht man die verschiedenen Fälle zur Bestimmung von  $P_Q$  nach ASTM E399.



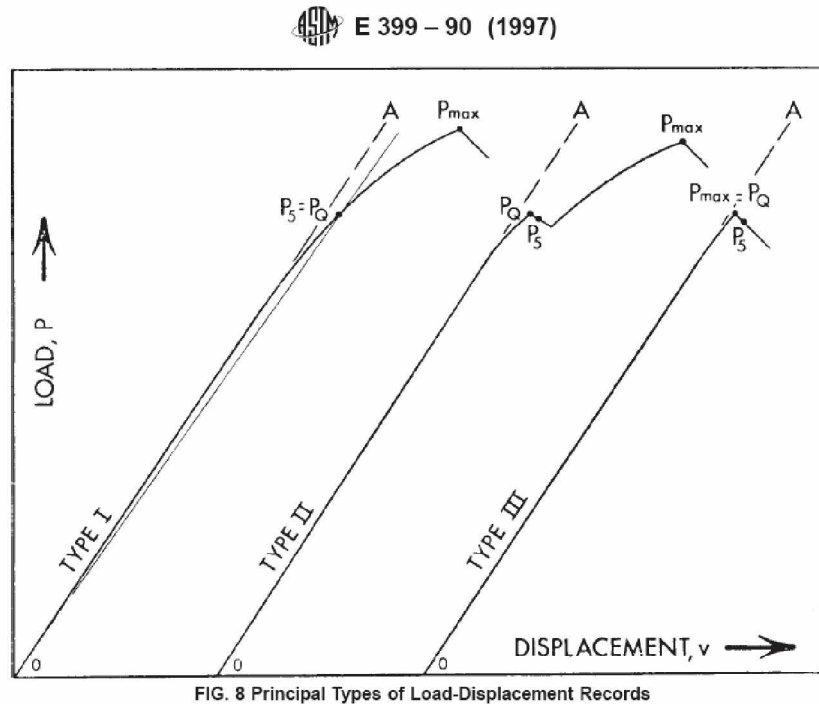


FIG. 8 Principal Types of Load-Displacement Records

Abbildung 4.15.: Darstellung der verschiedenen Fälle der Kraft-Verschiebungskurven nach [33].

Für fast alle geprüften Rissorientierungen und Verformungszustände gilt der Fall das  $P_{\max}$  gleich  $P_Q$  ist (siehe Anhang F). Nur für den Fall der axialen Orientierung bei 500 °C HPT-Verformung trifft der "Type I" Fall  $P_5 = P_Q$  zu.

Die Werte für  $P_Q$  können durch die Formel

$$K_Q = \frac{F_Q}{BW^{1/2}} f(a/W) \quad (4.7)$$

$$f(a/W) = \frac{(2 + a/W)(0,886 + 4,64a/W - 13,32a^2/W^2 - 14,72a^3/W^3 - 5,6a^4/W^4)}{(1 - a/W)^{3/2}} \quad (4.8)$$

in  $K_Q$  umgerechnet werden. Die so erhaltenen  $K_Q$ -Werte findet man in Tabelle 4.8. Die Spannungsintensitäten  $K_{\max}$ , aus der maximalen Kraft der Messkurven, und  $K_Q$ , aus der zugehörigen Kraft  $P_Q$  [33], bei Raumtemperatur und 500 °C verformten Ti-grade 2 in die verschiedenen Orientierungen, (siehe Abbildung 2.6(a)) sind in Tabelle 4.8 zusammengefasst. Der angegebene mittlere Fehler wurde wieder nach dem



Gauß'schen Fehlerfortpflanzungsgesetz, welches bereits in Kapitel 4.3 erläutert wurde, ermittelt.

Tabelle 4.8.: Gegenüberstellung der Bruchzähigkeit  $K_{\max}$  und  $K_Q$  der verschiedenen Rissorientierungen.

Probe	Verformungszustand	$P_{\max}$ (N)	$P_Q$ (N)	$K_{\max}$ (MPa m <sup>0.5</sup> )	$K_Q$ (MPa m <sup>0.5</sup> )
ao <sup>1</sup>	Raumtemperatur	1057,7		52,7±0,5	
ao <sup>1</sup>	500 °C	1470	1250	70,3±0,6	59,7±0,5
so <sup>2</sup>	Raumtemperatur	234,9		12,9±0,2	
so <sup>2</sup>	500 °C	735,4		43,1±0,4	
ro <sup>3</sup>	Raumtemperatur	227,6		12,9±0,2	
ro <sup>3</sup>	500 °C	486,2		25,8±0,3	

<sup>1</sup> axial Rissorientierung

<sup>2</sup> scher Rissorientierung

<sup>3</sup> radial Rissorientierung

Der Wert von  $P_{\max}/P_Q$  der jeweiligen Probe sollte laut Norm ASTM E399 1,1 nicht übersteigen um eine gültige Messung zu erhalten. Dieser Wert ist für die verschiedenen Proben in Tabelle 4.9 dargestellt.

Tabelle 4.9.: Verhältnis von  $P_{\max}/P_Q$  für die verschiedenen Rissorientierungen und HPT-Verformungszustände der CT-Proben.

Probe	$P_{\max}/P_Q$
ao RT <sup>1</sup>	1
ao 500 °C	1,176
so RT <sup>1</sup>	1
so 500 °C	1
ro RT <sup>1</sup>	1
ro 500 °C	1

<sup>1</sup> Raumtemperatur

$$\frac{P_{\max}}{P_Q} = 1,1 \quad (4.9)$$

ist das erste Kriterium, dass für eine gültige Anwendung der linear elastischen Bruchmechanik erfüllt sein muss. Das zweite Kriterium ist, dass die Probenbreite  $B$  und Risslänge  $a$  den Zusammenhang

$$a, B \geq B_{min} \quad (4.10)$$

erfüllen muss.

Wobei  $B_{min}$  nach der Beziehung

$$B_{min} = \frac{2.5K_{IC}^2}{\sigma_y} \quad (4.11)$$

bestimmt wird.

Wie man in Tabelle 4.9 erkennt erfüllen alle Proben das  $P_{max}/P_Q$  Kriterium, außer die ao 500 °C HPT verformte Probe. Daraus folgt für alle Proben, außer ao 500 °C, dass man  $K_{max}$  als Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  angeben darf. Bei der ao 500 °C Probe wird in weiterer Folge auch  $K_{max}$  als Bruchzähigkeit verwendet, da diese jedoch nicht die Kriterien für die linear elastische Bruchmechanik erfüllt, handelt es sich nur um einen unteren Grenzwert der Bruchzähigkeit.

Weiters wird  $B_{min}$  nach obiger Formel berechnet und mit den tatsächlichen Abmessungen der Proben verglichen.

Tabelle 4.10.: Vergleich von der tatsächlicher Breite  $B$  und Risslänge  $a$  mit der berechneten mindest Breite  $B_{min}$  der CT-Proben nach der Formel 4.11.

Probe	a (mm)	B (mm)	$B_{min}$ (mm)
ao RT <sup>1</sup>	2,568	2,69	4,47
ao 500 °C	2,484	2,63	9,99
so RT <sup>1</sup>	2,742	2,69	0,29
so 500 °C	2,866	2,65	3,76
ro RT <sup>1</sup>	2,700	2,65	0,28
ro 500 °C	2,646	2,64	1,34

<sup>1</sup> Raumtemperatur

In Tabelle 4.10 sieht man, dass nicht alle Proben das Dickenkriterium der ASTM E-399 erfüllen. Dies zeigt, dass bei den Proben ao RT und so 500 °C, wie bei ao 500 °C,  $K_{IC}$  nur als unterer Grenzwert der Bruchzähigkeit und nicht wie bei den anderen Proben als tatsächliche Bruchzähigkeit angesehen werden darf.

Ein weiterer Parameter der für die Charakterisierung der Bruchzähigkeit gut geeignet ist, ist die kritische Rissöffnungsverschiebung (critical crack tip opening displacement  $CTOD_c$ ).

Bei Kleinbereichsfließen kann  $CTOD_c$  nach Gleichung 4.12 aus der Bruchzähigkeit  $K_{IC}$  berechnet werden. Der Vorfaktor  $d_{(n)}$  hängt von der Verfestigung ab. Für nicht verfestigende Werkstoffe ist  $d_{(n)}$  ungefähr 0.5. Aus  $K_{IC}$  kann man nun  $CTOD_c$  berechnen und mit Werten die man aus der Bruchfläche abschätzt vergleichen. Das in Tabelle 4.11 angegebene Crack-Tip-Opening-Displacement (CTOD) wurde nach der Formel

$$CTOD = d_{(n)} \frac{K_{IC}^2}{E\sigma_y} \quad (4.12)$$

berechnet. E steht für den E-Modul und  $\sigma_y$  für die Zugfestigkeit, wobei diese aus der Beziehung

$$\sigma_y = \frac{\text{Härte}(MPa)}{3} \quad (4.13)$$

gewonnen wird.

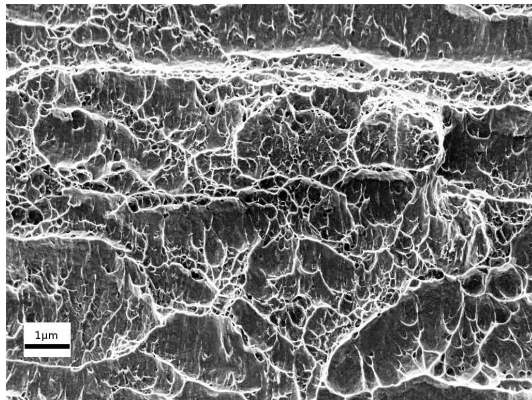
In Tabelle 4.11 findet man E,  $\sigma_y$  und CTOD.

Tabelle 4.11.: Berechnung von CTOD für die verschiedenen Rissorientierungen und HPT-Verformungszuständen aus den im Versuch gemessenen Bruchzähigkeitswerten.

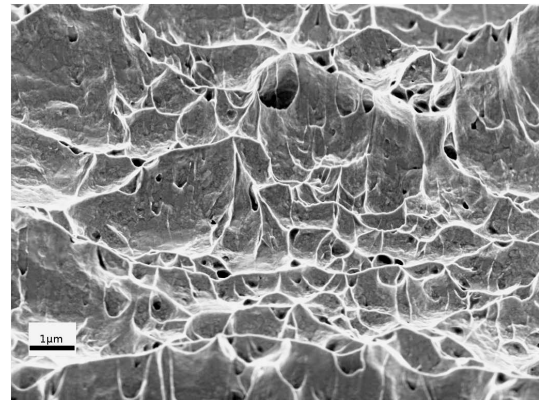
Probe	E (GPa)	$\sigma_y$ (MPa)	CTOD ( $\mu\text{m}$ )
ao RT <sup>1</sup>	115	1210	9,98
ao 500°C	115	1110	19,32
so RT <sup>1</sup>	115	1210	0,60
so 500°C	115	1110	7,27
ro RT <sup>1</sup>	115	1210	0,60
ro 500°C	115	1110	2,60

<sup>1</sup> Raumtemperatur

Die Bruchflächen der CT-Proben wurden im REM untersucht. Diese zeigen eine Wabenstruktur. In Abbildung 4.16 sieht man rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen solcher Bruchflächen. Weitere Bruchflächenaufnahmen findet man im Anhang G.

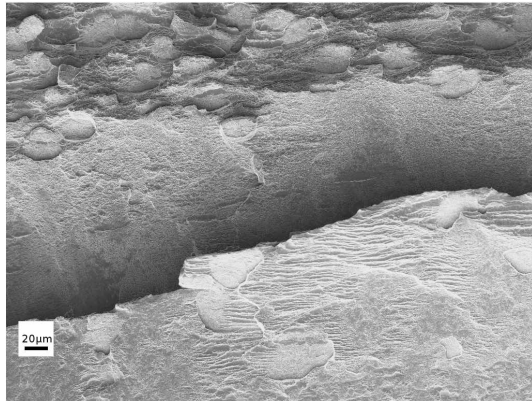


(a) REM-Aufnahme der Bruchfläche der bei Raumtemperatur HPT verformten Probe mit einer Rissorientierung in Scherrichtung.

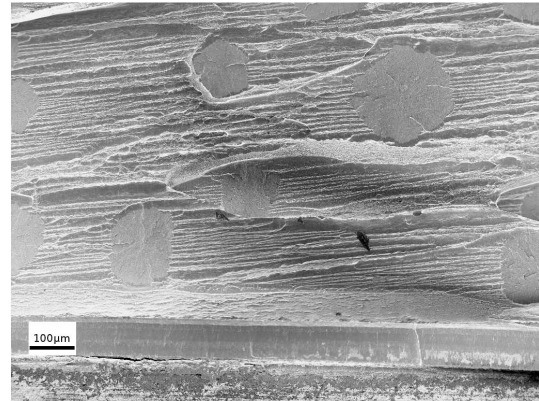


(b) REM-Aufnahme der Bruchfläche der bei 500°C HPT verformten Probe mit einer Rissorientierung in Scherrichtung.

Abbildung 4.16.: REM-Aufnahmen der Bruchflächen von CT-Proben mit Rissorientierung in Scherrichtung im Vergleich. Abbildung (a) zeigt die Bruchfläche der bei Raumtemperatur und Abbildung (b) die Bruchfläche der bei 500°C HPT verformten Probe.



(a) REM-Aufnahme der Bruchfläche der ao 500 °C Probe.



(b) REM-Aufnahme der Bruchfläche der so 500 °C Probe.

Abbildung 4.17.: REM-Aufnahmen der runden Bereiche in den Bruchflächen der ao und so 500 °C CT-Proben, welche eine andere Struktur aufweisen als die restliche Bruchfläche. Detailaufnahmen dieser Bereiche findet man in Anhang G

In der ao und so 500 °C Probe wurden runde Bereiche gefunden die eine andere Struktur aufweisen als die restliche Bruchfläche (siehe Anhang G). Diese Bereiche wurden mittels EDX analysiert und es stellte sich heraus, dass sie die selbe Zusammensetzung besitzen wie das Grundmaterial. Auf diese Weise konnte ausgeschlossen werden, dass es sich um Fremdeinschlüsse handelt. Die Ursache dieser runden Bereiche muss in zukünftigen Untersuchungen noch geklärt werden.

Im REM wurde auch die sogenannte “stretched zone width (SZW)” vermessen. Diese zeigt wie weit der Riss vor dem endgültigen Versagen abstumpft. Die Stretched Zone stellt ein Maß für das CTOD (Crack Tip Opening Displacement) dar. D.h. nimmt man eine Rissabstumpfung unter 45° an würde

$$2SZW_c = CTOD. \quad (4.14)$$

gelten.

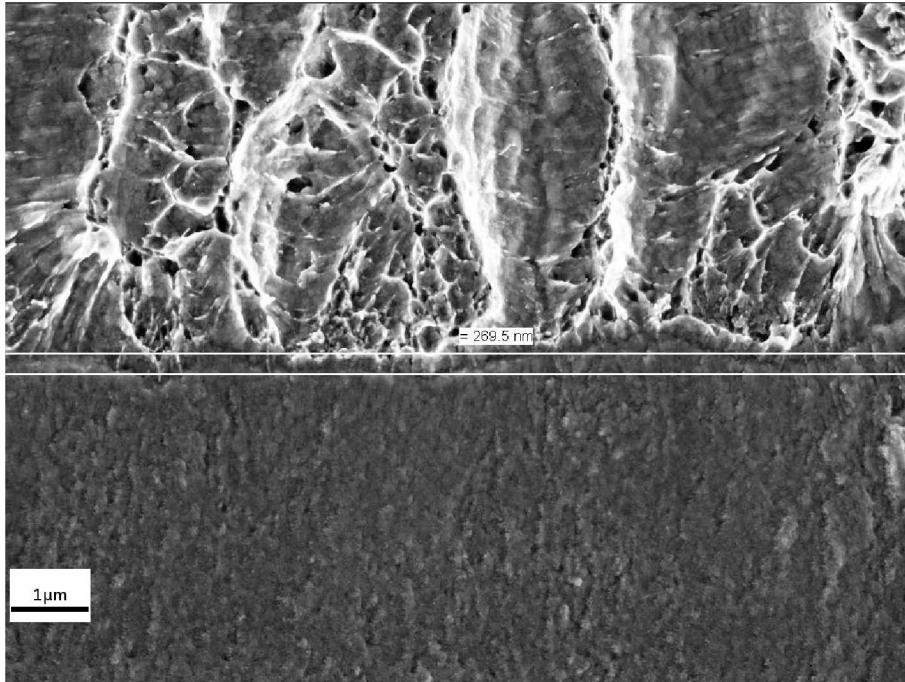


Abbildung 4.18.: REM-Aufnahme die das Vermessen der SZW der ro RT (Radial-Rissorientierung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Probe) Probe zeigt.

CTOD wurde auch aus den gemessenen  $K_{IC}$  Werten ermittelt, siehe Tabelle 4.11. Die Gegenüberstellung, der durch Vermessung der SZW und  $K_{IC}$  Messung ermittelten CTOD, ist in Tabelle 4.12 angeführt.

Tabelle 4.12.: Gegenüberstellung der aus  $K_Q$  errechneten und der gemessenen CTOD-Werte.

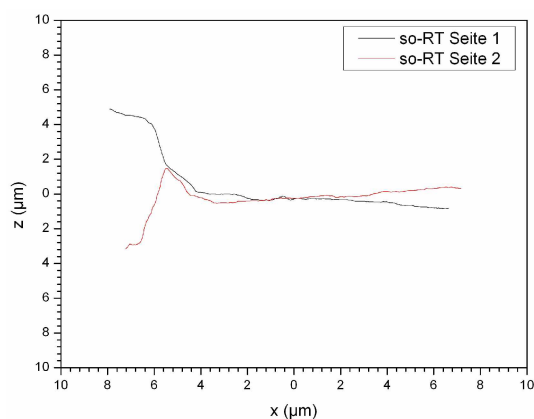
Probe	SZW ( $\mu\text{m}$ )	CTOD <sub>SZW</sub> ( $\mu\text{m}$ )	CTOD <sub>gerechnet</sub> ( $\mu\text{m}$ )
ao RT <sup>1</sup>	13,24	26,48	9,98
ao 500 °C	50,04	100,08	19,32
so RT <sup>1</sup>	2,85	5,79	0,60
so 500 °C	13,18	26,36	7,27
ro RT <sup>1</sup>	0,27	0,54	0,60
ro 500 °C	2,81	5,62	2,60

<sup>1</sup> Raumtemperatur

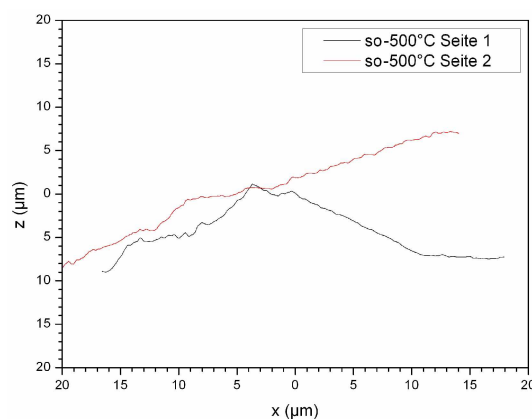
Die Gegenüberstellung zeigt, dass mit Ausnahme der ro RT Probe die einfache Abschätzung der Bruchzähigkeit aus der SZW-Messung eine weit größere Bruchzähigkeit als jene aus den Bruchlasten ermittelte ergeben würde. Dies zeigt, dass sich die Risspitzenverformung weit komplexer vollzieht und z.B. neben dem blunting auch lokale

Dekohäsion zu einer stärkeren Verlängerung des Risses während der Rissabstumpfung führt.

Um die lokalen Bruchprozesse besser zu verstehen wurden 3 dimensionale Oberflächenrekonstruktionen von 2 Proben der so RT und so 500 °C durchgeführt, die als nächstes diskutiert werden. In Abbildung 4.19 sieht man die Höhenprofile der Bruchfläche und in Abbildung 4.20 wird exemplarisch eine 3D-Aufnahme einer Bruchfläche dargestellt. Die Höhenprofile und die 3D-Aufnahmen wurden mit MeX Version 5.0.1 erstellt. Details zur Generierung solcher 3D-Aufnahmen von Bruchflächen und zur Ermittlung von kritischen CTOD Werten siehe [34, 35].

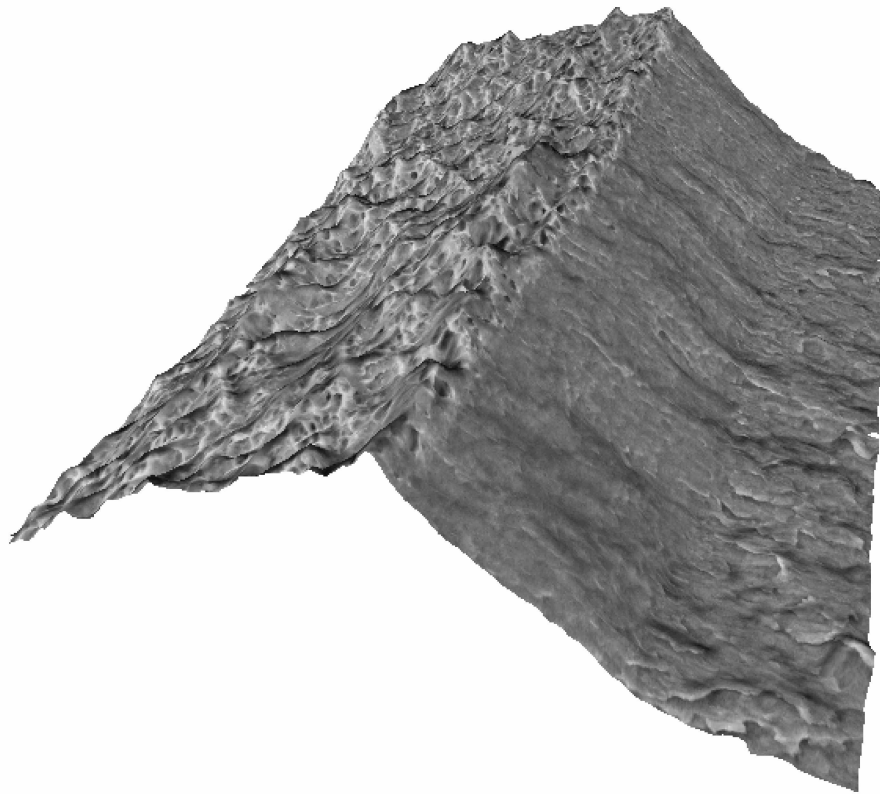


(a) Höhenprofil der so RT Probe

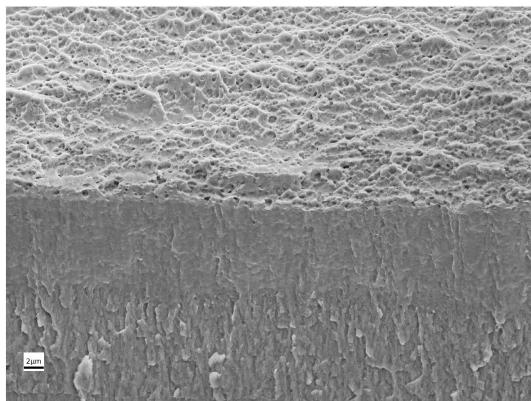


(b) Höhenprofil der so 500 °C Probe

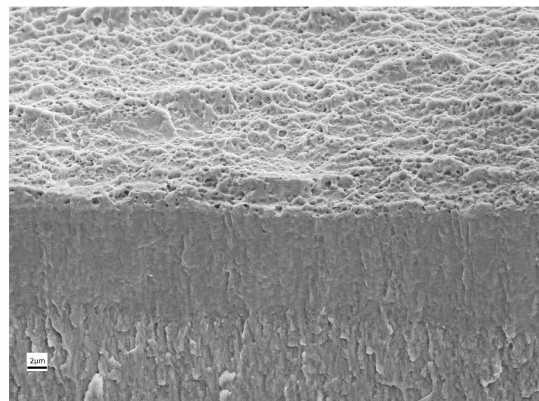
Abbildung 4.19.: Darstellung der Höhenprofile der so RT und so 500 °C Proben.



(a) 3D-Darstellung



(b) Bruchfläche 1



(c) Bruchfläche 2

Abbildung 4.20.: 3D-Darstellung einer Bruchfläche der so 500 °C Probe (a) und die REM-Aufnahmen der Bruchfläche (b & c).

Die Höhenprofile zeigen, dass die CTOD-Messungen, die im REM durchgeführt wurden, ein brauchbares Ergebnis lieferten. Dies zeigt, dass die linear elastische Bruchmechanik nicht erfüllt ist, da schon ein erheblicher Anteil an plastischer Verformung auftritt und weiters bestätigen sie die Vermutung, dass neben dem blunting noch zusätzliche Versagensprozesse auftreten können.



# **Kapitel 5.**

## **Diskussion**

In Tabelle 5.1 findet man eine Gegenüberstellung der aus dem Zugversuch gemessenen Zugfestigkeiten und der aus der gemessenen Härte nach der Näherungsformel

$$\sigma_{UTS}(MPa) = \frac{\text{Härte}(MPa)}{3} \quad (5.1)$$

berechneten Zugfestigkeit  $\sigma_{UTS}$ . Die Zugfestigkeit und die Härtemessung wurde an den Proben aus den 8 mm Durchmesser HPT-verformten Plättchen durchgeführt.

*Tabelle 5.1.:* Vergleich der Zugfestigkeiten aus dem Zugversuch  $\sigma_{UTS-V}$  mit den aus der gemessenen Härte ermittelten  $\sigma_{UTS-H}$ , nach der Näherungsformel 5.1. Beide Untersuchungen wurden an den 8 mm HPT verformten Proben durchgeführt. Die Zugfestigkeiten aus dem Zugversuch für TiAl6V4 und TiNb13Zr13 sind aus [32].

Material	Verformungszustand	$\sigma_{UTS-V}$ (MPa)	$\sigma_{UTS-H}$ (MPa)	Abweichung (%)
Ti-grade 2	unverformt	580	700	17,1
Ti-grade 2	Raumtemperatur	1330	1230	8,1
Ti-grade 2	500 °C	860	930	7,5
TiAl6V4 a	Raumtemperatur	1170	1160	0,9
TiAl6V4 a	500 °C	1550	1260	23,0
TiAl6V4 b	Raumtemperatur	1140	1160	1,7
TiAl6V4 b	500 °C	1450	1260	15,1
TiAl6V4 c	Raumtemperatur	1210	1160	4,3
TiAl6V4 c	500 °C	1570	1300	20,8
TiAl6V4 d	Raumtemperatur	1310	1200	9,2
TiAl6V4 d	500 °C	1540	1300	18,5
TiNb13Zr13	Raumtemperatur	1230	1300	5,4
TiNb13Zr13	500 °C	1270	1200	5,8

Die Gegenüberstellung zeigt, dass die Werte aus der Näherungsformel für die bei Raumtemperatur verformten Proben recht gut die experimentell bestimmten Zugfestigkeiten wiedergeben. Für die Ti-grade 2 und TiNb13Zr13 bei 500 °C HPT-verformten Proben wird auch ein ähnliches Ergebnis gefunden. Hingegen werden für die unverformte Ti-grade 2 und die TiAl6V4 bei 500 °C verformten Proben keine gute Übereinstimmung beobachtet. Dies könnte daran liegen, dass die Proben für die Härtemessung bei 140 °C

warmeingebettet wurden und dadurch eine Wärmebehandlung des Gefüges aufgetreten ist, welche die Festigkeit verringert (z.B. durch Kornwachstum). Da es sich um eine  $\alpha + \beta$ -Legierung handelt, wäre es hingegen auch möglich, dass während der Verformung das  $\alpha$ -Titan in  $\omega$ -Titan umwandeln konnte und weiters durch das Warmeinbetten sich das  $\omega$ -Titan, wie in Kapitel 1.3 erklärt, aufzulösen begann. Dies hätte aber auch bei den Raumtemperatur Proben auftreten müssen, da diese auch warmeingebettet wurden, was aber bei diesen nicht beobachtet wurde. Die Ursachen für diese Abweichungen konnten in dieser Arbeit nicht geklärt werden.

Aus dem Zugversuch kann man weiters ablesen, dass für reines Titan die Verformung bei Raumtemperatur von Vorteil ist, denn die Festigkeit gegenüber der Verformung bei 500 °C konnte deutlich gesteigert werden, wie man in Abbildung 4.9 erkennt. Die Dehnungskennwerte (siehe Tabelle 4.7) bleiben in etwa gleich.

Im Weiteren soll ein Vergleich mit anderen Werkstoffen vorgenommen werden. In Abbildung 5.1 ist eine Ashby-Map in der die Festigkeit über der Dichte aufgetragen ist dargestellt. Als Dichte für das Ti-grade 2 wurde die in Kapitel 1.1 angegebenen Dichte des Titans mit  $4.5 \frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$  gewählt.

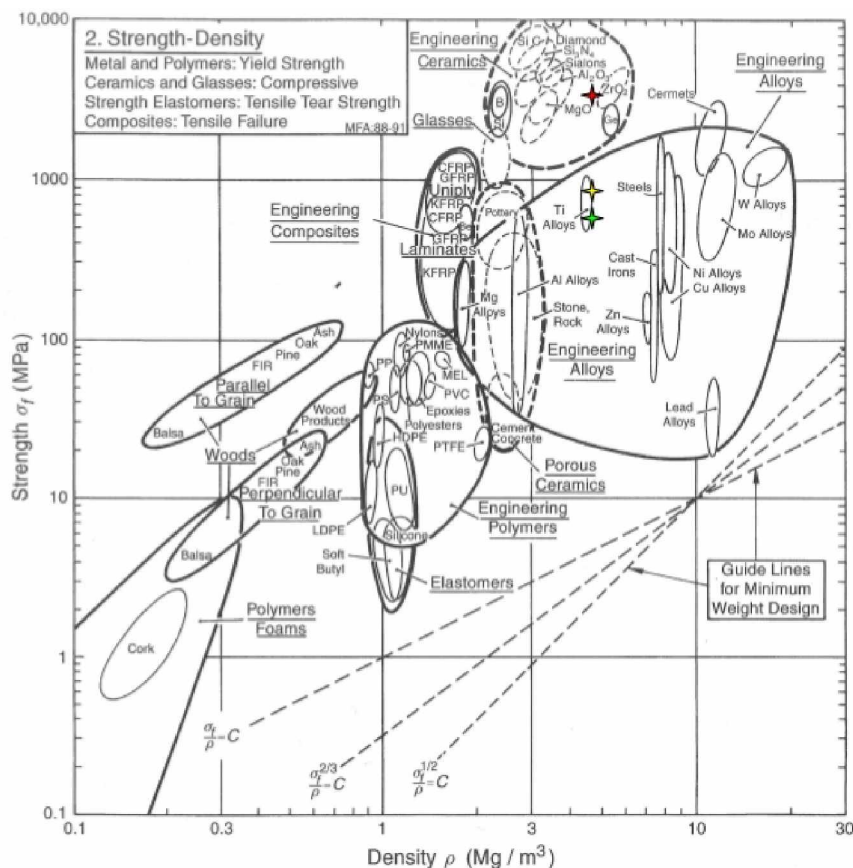


Abbildung 5.1.: Darstellung der Festigkeit über der Dichte von verschiedenen Konstruktionswerkstoffen [36]. Zusätzlich wurden die gemessenen Zugfestigkeiten der Ti-grade 2 Zugproben, die aus den 8 mm Durchmesser HPT-verformten und den unverformten Proben gefertigt wurden, eingetragen. Grün ist die unverformte, blau die bei 500 °C und rot die bei Raumtemperatur verformte Ti-grade 2 Probe.

Man erkennt, dass die unverformten und die bei 500 °C verformten Zugproben des Ti-grade 2 eine Festigkeit besitzen, die im Bereich der konventionellen Titan-Legierungen liegen. Besonders hebt sich die bei Raumtemperatur HPT verformte Probe hervor. Sie weist eine Zugfestigkeit auf, die weit über den konventionellen Ti-Legierungen liegt und erreicht eine Zugfestigkeit die mit der Druckfestigkeit von Keramiken gleichgesetzt werden kann. Diese hohe Festigkeit bei gleichzeitig geringer Dichte ist ein Vorteil des mittels HPT verformten Titans gegenüber anderen konventionellen Metallen und Legierungen.

In den TEM-Aufnahmen (siehe Abbildung 4.6 und 4.7) der HPT verformten Ti-grade 2 Proben mit einem Durchmesser von 30 mm kann man gut beobachten, dass sich die Größe der Körner bei der bei Raumtemperatur und bei 500 °C umgeformten Proben

nur gering unterscheiden.

Dies wird auch durch die ermittelte Häufigkeitsverteilung in Abbildung 4.8 bestätigt. Ebenfalls kann man dies auch in den Härteverläufen in Abbildung 4.3(a) und 4.3(b) der HPT verformten 30 mm Durchmesser Proben erkennen. Diese zeigen einen sehr ähnlichen Härteverlauf welcher auf keinen allzu großen Unterschied in der Korngröße hindeutet.

Dieses Verhalten könnte auf die in den Bruchflächen der Zugproben gefundenen Einschlüsse (siehe Abbildung 4.12 und 4.13) zurückgeführt werden. Diese Einschlüsse könnten ein Kornwachstum behindern und so eine Festigkeitssteigerung bewirken, welche bei der Verformung von hochreinem Titan nicht auftreten würde. Die Bruchdehnung, Brucheinschnürung und die Bruchzähigkeit könnten möglicherweise durch Fehlen der Einschlüsse in hochreinem Titan noch verbessert werden.

Die Bruchzähigkeitsmessung der CT-Proben aus den 30 mm Durchmesser HPT verformten Proben zeigt eine starke Orientierungsabhängigkeit. Dies wurde auch schon in [37] für Nickel gezeigt. Die Orientierungsabhängigkeiten für Titan sind aber andere als bei Nickel oder Eisen.

Dies könnte auf die andere Gitterstruktur des Titans (hcp) im Vergleich zu Nickel (fcc), und dadurch auf andere Gleitebenen die bei der Verformung aktiviert sind, zurückgeführt werden.

In Nickel erfolgt die Verformung auf  $\{111\}$ -Ebenen in  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Im Titan erfolgt die Abgleitung jedoch nicht nur auf der Basisebene (0001)-Ebene, sondern auch auf der Pyramidenebenen  $\{10\bar{1}0\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{11\bar{2}1\}$  und  $\{11\bar{2}2\}$  und auf der Prismenebene  $10\bar{1}0$ . Dies ist der Grund warum Titan, im Vergleich zu anderen hexagonal dichtest gepackten Materialien gut umgeformt werden kann. Denn bei einem Achsenverhältnis von  $c/a \leq 1,63$  (was bei Titan der Fall ist mit einem  $c/a$  von 1,587) wird die Gleitung auf der Basisebene vergleichbar mit der Gleitung auf der Pyramiden- und Prismenebene. Dadurch werden genügend Gleitsysteme für die Verformung zur Verfügung gestellt [38]. Im Titan zeigen sich nun folgende Zusammenhänge bezüglich der Rissorientierung in den CT-Proben. Die Axial-Orientierung zeigt die größte Bruchzähigkeit (in beiden Fällen Raumtemperatur und 500 °C HPT-Verformung). Aus der Morphologie der Bruchflächen und der Tatsache, dass der Bruch unter 45° zum Anriss auftrat kann man darauf schließen, dass es sich nicht um einen reinen Mode I sondern um einen Mixed-Mode Bruch handelt. Weiters ist bemerkenswert, dass die Scher-Orientierung bei Raumtemperatur-Verformung die selbe Bruchzähigkeit wie die Radial-Orientierung

aufweist, bei 500 °C-Verformung hingegen ca. doppelt so groß ist. Dies könnte auf eine Änderung des Bruchmechanismus hindeuten.

Stellt man für verschiedene Konstruktionswerkstoffe die Bruchzähigkeit über der Festigkeit dar, so erhält man die in Abbildung 5.2 dargestellte Ashby-Map. Die Bruchzähigkeit ist jene aus den Versuchen ermittelte und als Festigkeit wurde jene gewählt, die aus der Härte im Sättigungsbereich der 30 mm Durchmesser Plättchen nach der Formel 5.1 errechnet wurde.

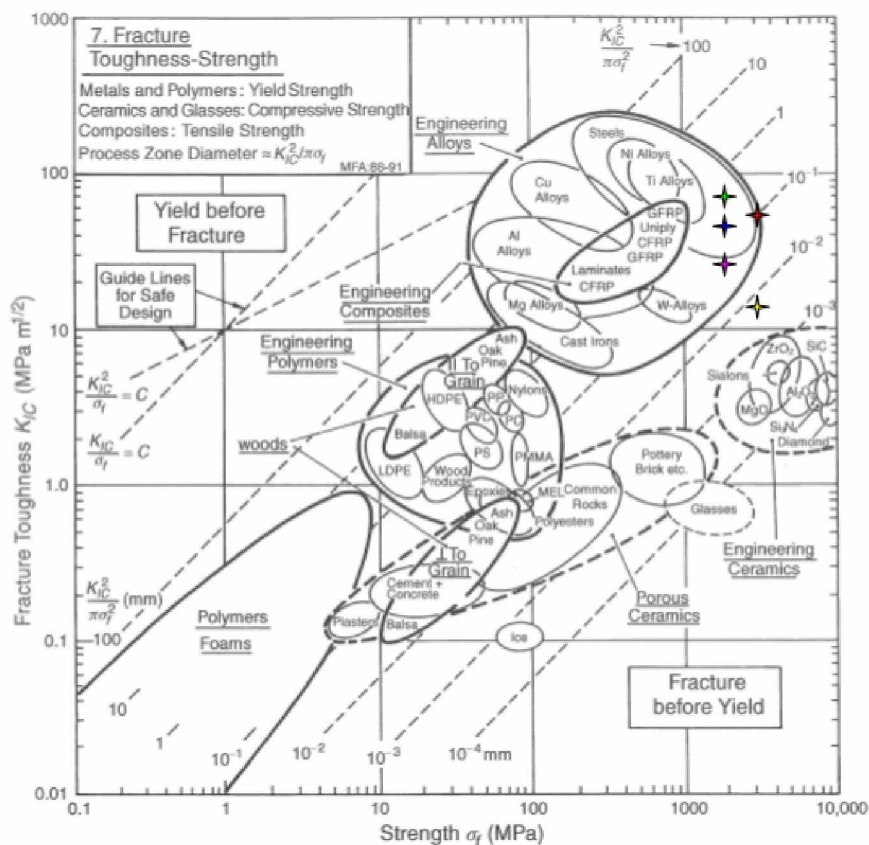


Abbildung 5.2.: Darstellung der Bruchzähigkeit über der Festigkeit von verschiedenen Konstruktionswerkstoffen [36]. Zusätzlich wurden die gemessenen Bruchzähigkeiten der CT-Proben, aus den 30 mm Durchmesser HPT verformten Proben, in den unterschiedlichen Rissorientierungen und Verformungszuständen, sowie die aus der Härte, nach Formel 5.1, ermittelten Zugfestigkeiten des Ti-grade 2 eingetragen. Grün ist die Axial-Orientierung bei 500 °C, blau die Scher-Orientierung bei 500 °C, lila die Radial-Orientierung bei 500 °C, rot die Axial-Orientierung bei Raumtemperatur und gelb die Scher- bzw. Radial-Orientierung der bei Raumtemperatur verformten CT-Probe.

Man erkennt, dass Titan je nach Orientierung bei diesen hohen Festigkeiten noch eine hohe Bruchzähigkeit liefert. Hier tut sich besonders die Axial-Orientierung hervor. Vergleicht man das hochverformte Titan mit den Ti-Legierungen, so sieht man, dass

die Ti-Legierungen zwar eine höhere Bruchzähigkeit aufweisen, aber die Festigkeiten des hochverformten Titan nicht erreichen.

Aus diesen Ergebnissen könnte man nun schlussfolgern, dass hochverformtes Titan ein besserer Konstruktionswerkstoff ist als konventionelles Titan und Titanlegierungen. Dies führt jedoch unvermeidlich zu der Problemstellung, wie man einen ökonomisch sinnvollen Weg realisiert hochverformtes Titan zu erzeugen ohne die Kosten in exorbitante Sphären zu steigern. Es gibt Ansätze mittels ECAP, diese Methoden haben allerdings den Nachteil, dass sie in den Verformungsgraden nach oben hin beschränkt sind und ebenfalls mit hohen Produktionskosten verbunden sind. Möchte man höhere Verformungsgrade realisieren und wechselt aus diesem Grund zur Methode der HPT-Verformung, steht man vor dem Problem, wie bekommt man Proben mit ausreichender Größe um brauchbare Bauteile zu erzeugen. Ein weiterer Punkt der berücksichtigt werden muss ist die starke Anisotropie des hochverformten Materials welche ein Problem beim Design von Bauteilen darstellt, da sie dazu führt, dass man sehr auf die Lasteinleitungsrichtung achten muss um die Funktion des Bauteils zu gewährleisten.

Durch diese Überlegungen könnte man glauben, dass SPD-Materialien in Zukunft kaum Anwendung finden werden. Dies stimmt jedoch nicht, denn es wird bereits mittels ECAP verformtes reines Titan, als Dentalimplantat verwendet. Diese lassen kleinere Abmessungen zu als die aus handelsüblichem reinen Titan hergestellten Implantate, da das ECAP-Material eine verbesserte Ermüdungsfestigkeit und eine verbesserte Integration in den umliegende Knochen besitzt. ECAP-Titan wird auch als Plattenimplantat in der Chirurgie verwendet [16, 39].

Ob man nun eine hohe Verformung bzw. Dehnung, welche zu höheren Festigkeiten, aber auch zu einer Anisotropie im Material führt, oder eine geringere Verformung, welche keine so hohen Festigkeiten bewirkt, aber dafür eine weitere Verfestigung des Materials zulässt und einheitlichere Eigenschaften erzeugt, benötigt, könnte sich in Zukunft nach der gewünschten Anwendungen des SPD-Materials richten. Wie man aus diesen Punkten erkennt finden SPD-Materialien bereits Einzug in gewisse Anwendungsbereiche. Für die Zukunft stellt sich nun die Frage ob die Anwendungsgebiete von SPD Materialien vergrößert werden können. Hierzu ist noch einiges an Grundlagenforschung zu leisten und vor allem sind Prozesse zu entwickeln die das Interesse der Industrie wecken können.

**Kapitel 6.**

**Schlussfolgerung**



Die durchgeführten Untersuchungen zeigten das Titan nach der HPT-Verformung bis in den Sättigungsbereich noch beträchtliche Bruchzähigkeiten besitzt und dass eine nicht zu unterschätzende Steigerung der Zugfestigkeit stattgefunden hat. Bemerkenswert sind auch die durchaus beträchtlichen Dehnungen und Brucheinschnürungen die bei den Zugversuchen beobachtet wurden.

In den folgenden Punkten findet man die wichtigsten Ergebnisse dieser Arbeit kurz zusammengefasst.

- Die Härteverläufe des reinen Titan und des TiNb13Zr13 zeigen einen Sättigungsbereich bei Raumtemperatur- und 500 °C-Verformung, wohingegen die TiAl6V4 Legierung bei Raumtemperatur-Verformung keinen ausgeprägten Sättigungsbereich ausbildet, zumindest für die hier untersuchten Verformungsgrade.  
Um in TiAl6V4 bei Raumtemperatur einen Sättigungsbereich zu erhalten muss eine größere Verformung aufgebracht werden.
- Die bei Raumtemperatur verformte Titan Probe zeigt eine deutlich höhere Zugfestigkeit als die bei 500 °C verformte Probe. Die Gleichmaßdehnung, Bruchdehnung und Brucheinschnürung hingegen bleiben ungefähr gleich. Die bei 500 °C verformte Probe weist jedoch ein ausgeprägteres Plateau bei Erreichen der Zugfestigkeit auf.
- Die Messung der Bruchzähigkeit mittels CT-Proben zeigt eine starke Orientierungsabhängigkeit der Bruchzähigkeit. Die Axial-Orientierung tat sich als vorteilhafteste Orientierung hervor, die Radial Orientierung als die Ungünstigste. Weiters zeigen die Versuche, dass die Verformungstemperatur einen erheblichen Einfluss auf die Bruchzähigkeit besitzt und dass bei erhöhter Verformungstemperatur eine höhere Bruchzähigkeit realisiert werden kann.
- Die Korngröße des verformten Titans zeigt keine große Abhängigkeit gegenüber der Verformungstemperatur. Die Grenzen der Körner zeigen jedoch sehr wohl eine Änderung. Bei Raumtemperatur-Verformung sind sie scharf und gerade und bei 500 °C werden sie unscharf.

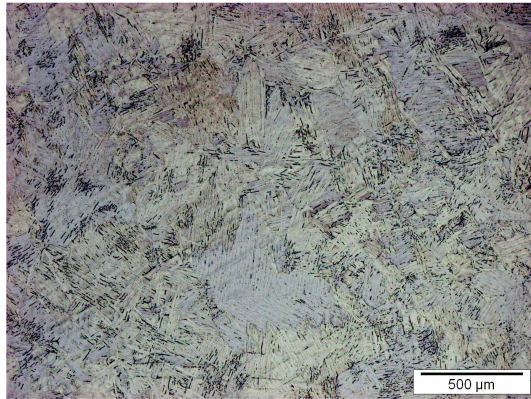
Die durchgeführten Untersuchungen lieferten interessante Ergebnisse für Titan und dessen Legierungen auf die für eine weitere Optimierung der Mikrostruktur aufgebaut

werden kann. Die Ergebnisse zeigen ein beachtliches Potential für die praktische Anwendung derartiger Werkstoffe.

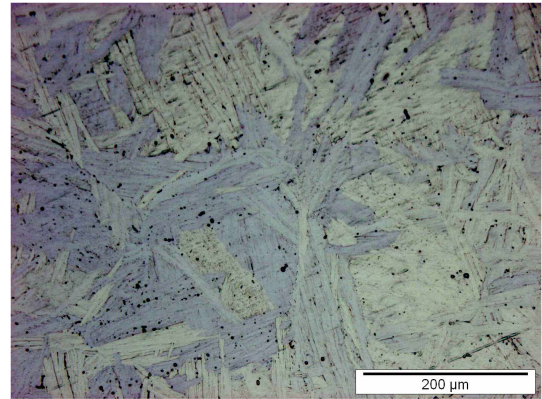
# Anhang A.

## Ausgangsgefüge

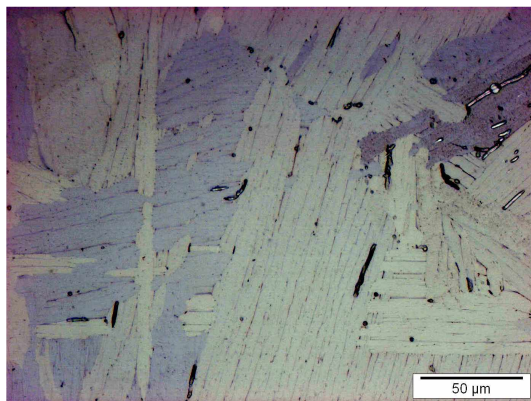
Gefügebilder der verwendeten Materialien (Ti-grade 2, TiAl6V4 in den verschiedenen Wärmebehandlungszuständen und TiNb13Zr13) vor der HPT-Verformung sind in den folgenden Bildern zu sehen.



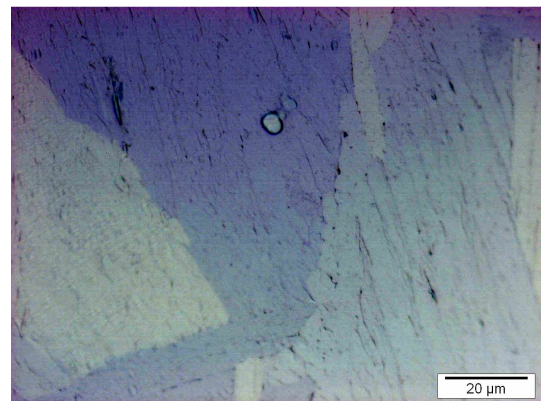
(a)



(b)

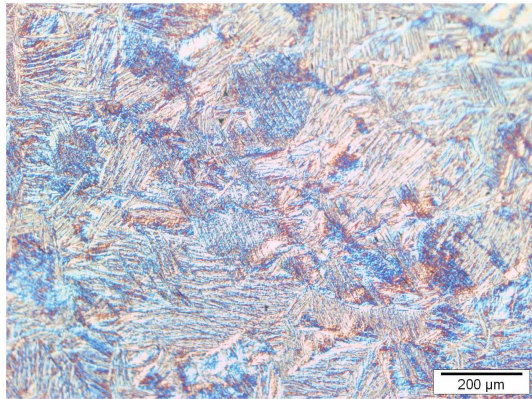


(c)

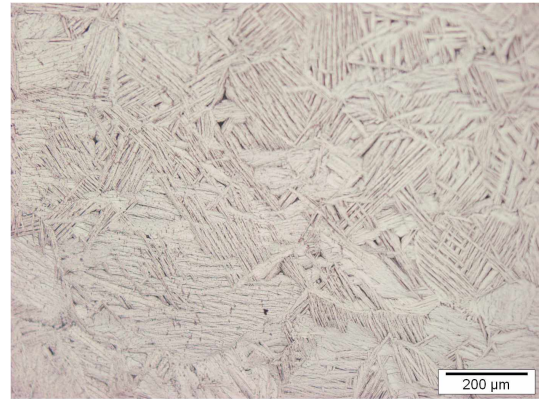


(d)

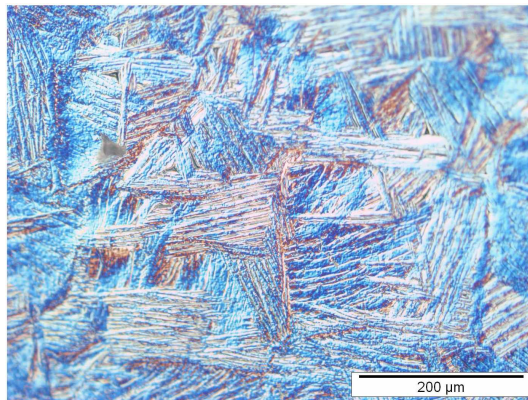
Abbildung A.1.: Lichtmikroskopische Aufnahmen der durch Ätzen hergestellten Gefügebilder des Ti-grade 2 im Ausgangszustand in verschiedenen Vergrößerungen. Man erkennt ein martensitisches Gefüge, welches bei Abschrecken aus dem  $\beta$ -Phasengebiet entsteht.



(a) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges mit Filter.



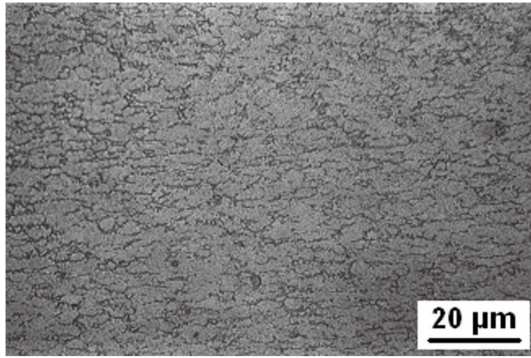
(b) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges ohne Filter.



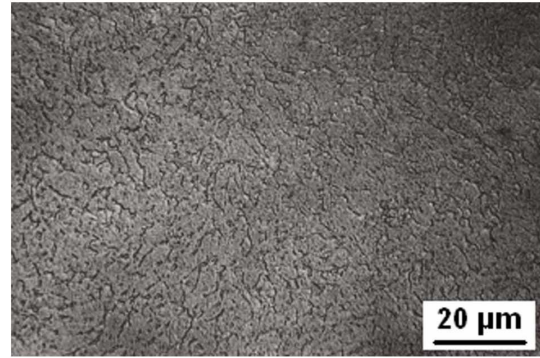
(c) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges mit Filter.

*Abbildung A.2.:* Lichtmikroskopischeaufnahmen von unverformten Ti-grade 2 Proben, in verschiedenen Vergrößerungen, die durch Elektrolytischespolieren hergestellt wurden. Es ist ein martensitisches Gefüge, welches bei rascher Abkühlung aus dem  $\beta$ -Phasengebiet entsteht, zu erkennen.

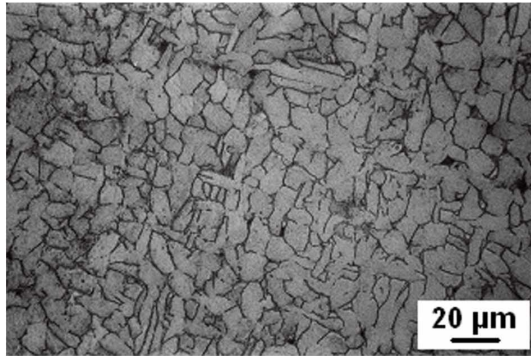




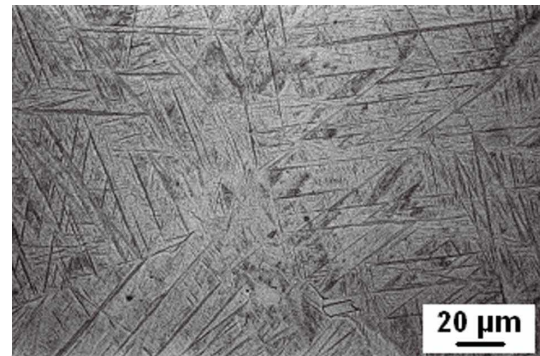
(a) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges vor der HPT-Verformung der TiAl6V4 a Legierung. Die Legierung wurde einer Wärmebehandlung in Argonatmosphäre bei 750 °C für 1 h und anschließender Abkühlung im Ofen unterzogen.



(b) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges vor der HPT-Verformung der TiAl6V4 b Legierung. Die Legierung wurde einer Wärmebehandlung in Argonatmosphäre bei 750 °C für 1 h und anschließendem Abschrecken im Wasserbad unterzogen.

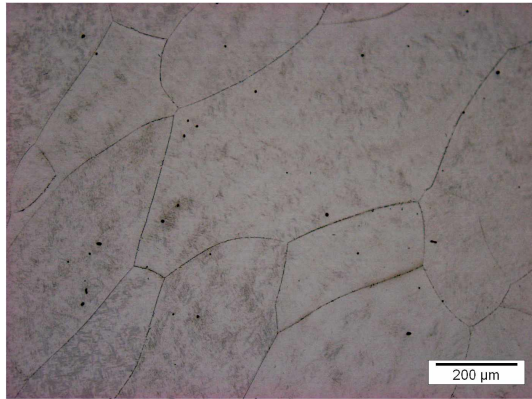


(c) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges vor der HPT-Verformung der TiAl6V4 c Legierung. Die Legierung wurde einer Wärmebehandlung in Argonatmosphäre bei 1000 °C für 1 h und anschließender Abkühlung im Ofen unterzogen.

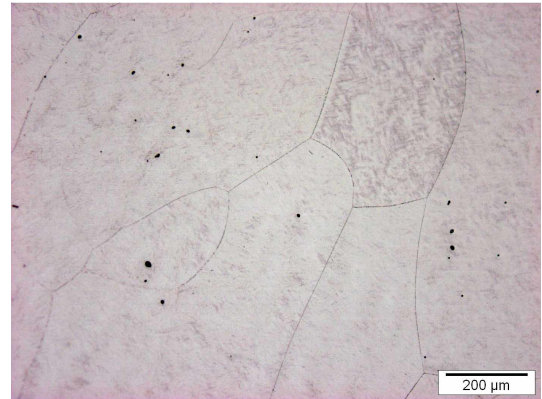


(d) Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges vor der HPT-Verformung der TiAl6V4 Legierung. Die Legierung wurde einer Wärmebehandlung in Argonatmosphäre bei 1000 °C für 1 h und anschließendem Abschrecken im Wasserbad unterzogen.

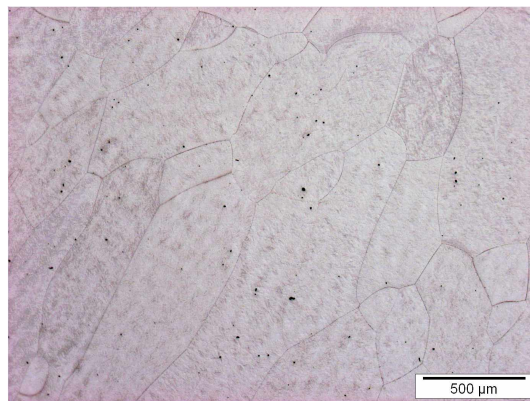
Abbildung A.3.: Lichtmikroskopischeaufnahmen der Gefüge der TiAl6V4 Legierung nach den verschiedenen Wärmebehandlungen [28] vor der HPT-Verformung.



(a)



(b)



(c)

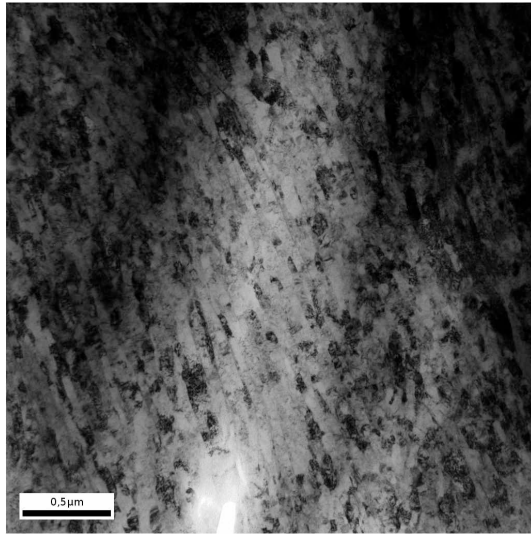
*Abbildung A.4.:* Lichtmikroskopische Aufnahmen des Gefüges der TiNb13Zr13 Legierung vor der HPT-Verformung in verschiedenen Vergrößerungen. Das Gefüge wurde mittels Korngrenzenätzung sichtbar gemacht.

# Anhang B.

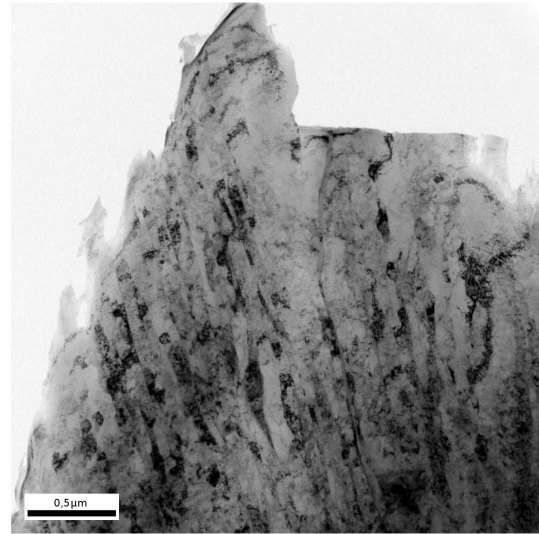
## TEM-Aufnahmen

Auf den nächsten Seiten findet man die TEM-Aufnahmen der bei Raumtemperatur HPT-verformten 30 mm Durchmesser Proben. Es wurden zwei Methoden der Probenpräparation angewendet. Einmal wurde gedünnt mittels elektrolytischem Polieren und das andere mal mittels Argon-Ionen Abtrag auf einem "Precision Ion Polishing System".

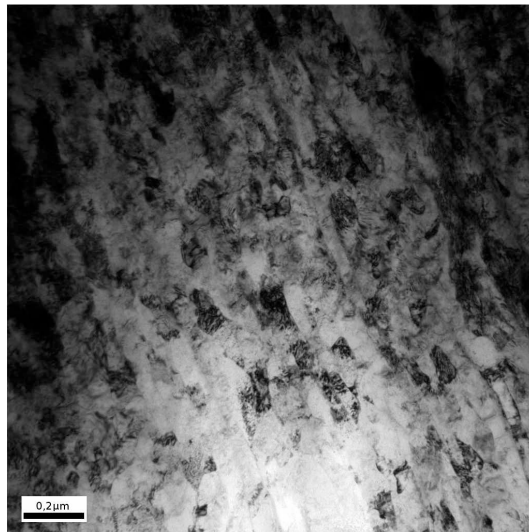




(a) Hellfeldaufnahme

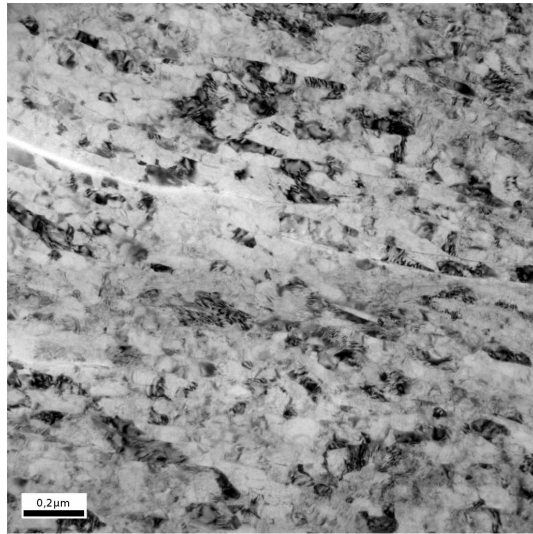


(b) Hellfeldaufnahme

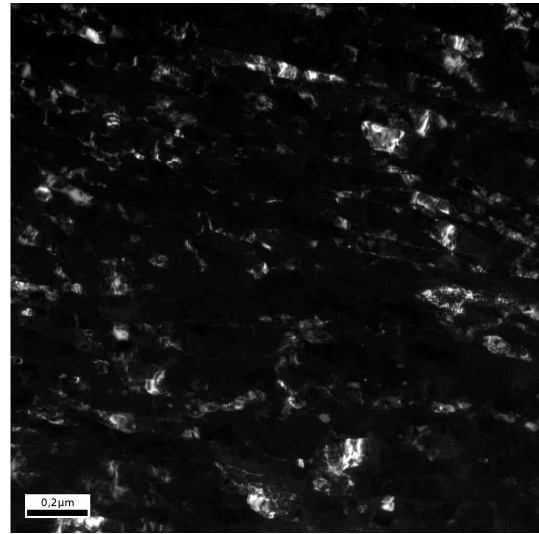


(c) Hellfeldaufnahme

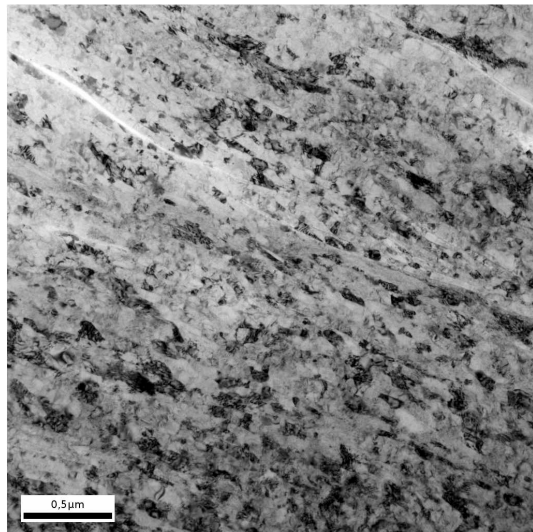
*Abbildung B.1.:* TEM-Aufnahmen von Ti-grade 2 in Radialrichtung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Proben, bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80. Die Präparation bei diesen Proben erfolgte mittels Ionendünung. In den Aufnahmen kann man die für die HPT-Verformung typischen langgestreckten Körner erkennen.



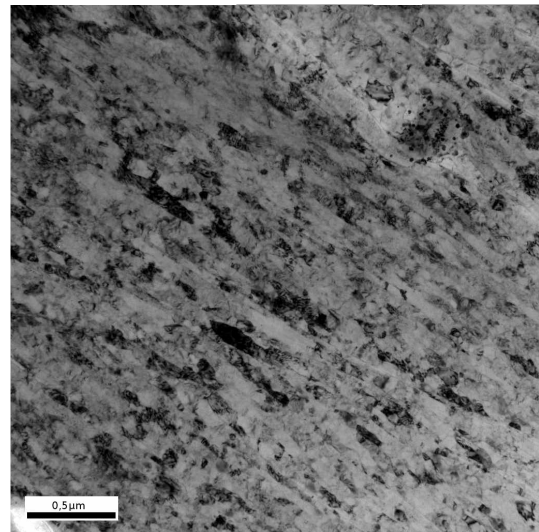
(a) Hellfeldaufnahme



(b) Dunkelfeldaufnahme



(c) Hellfeldaufnahme



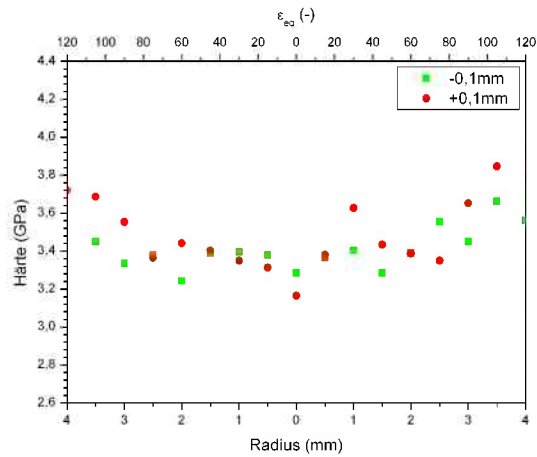
(d) Hellfeldaufnahme

Abbildung B.2.: TEM-Aufnahmen von Ti-grade 2 in Radialrichtung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Proben, bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80. Die Präparation bei diesen Proben erfolgte mittels elektrolytischem Polieren. In den Aufnahmen kann man die für die HPT-Verformung typischen langgestreckten Körner erkennen.

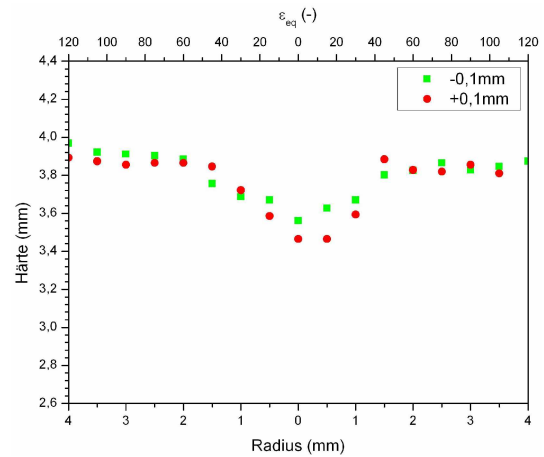
# Anhang C.

## Härteverläufe

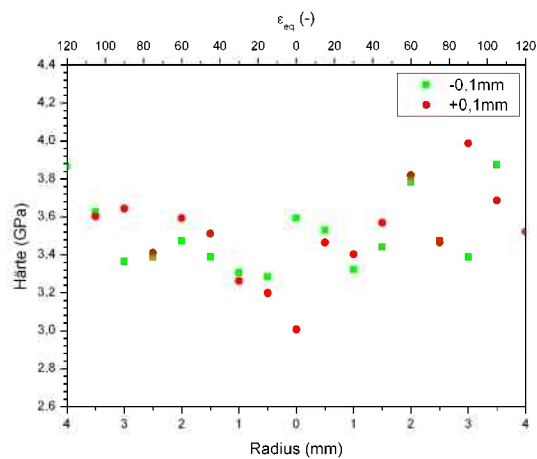
Im Folgenden befinden sich die Härteverläufe der restlichen 8 mm Durchmesser HPT-Proben, die nicht im Hauptteil dargestellt wurden. Es sind dies die TiAl6V4-Legierung in den verschiedenen Wärmebehandlungszuständen und die TiNb13Zr13-Legierung.



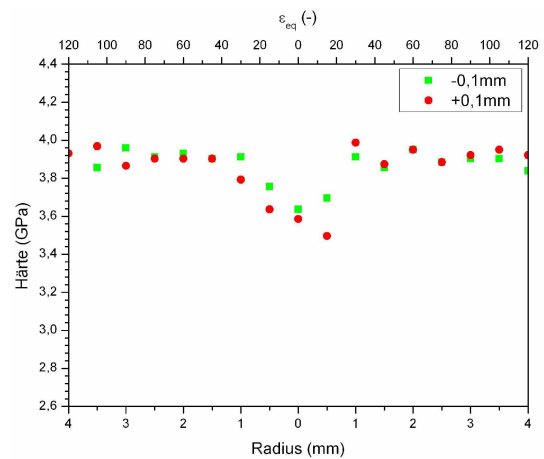
(a) TiAl6V4 b bei Raumtemperatur HPT verformt



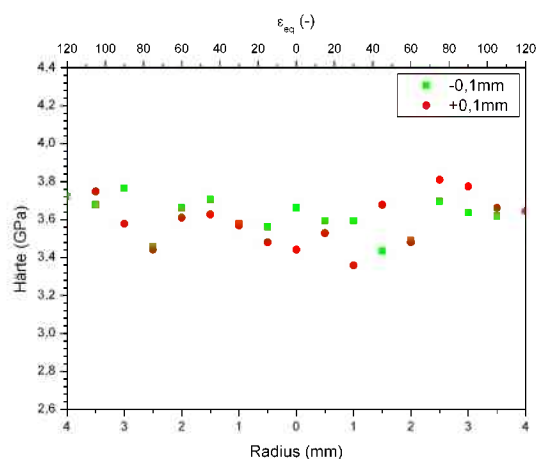
(b) TiAl6V4 b bei 500 °C HPT verformt



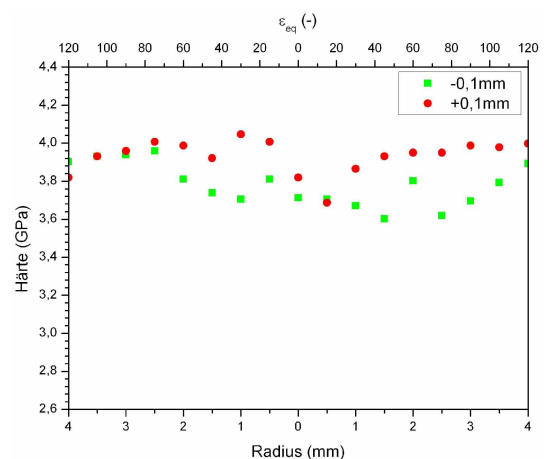
(c) TiAl6V4 c bei Raumtemperatur HPT verformt



(d) TiAl6V4 c bei 500 °C HPT verformt

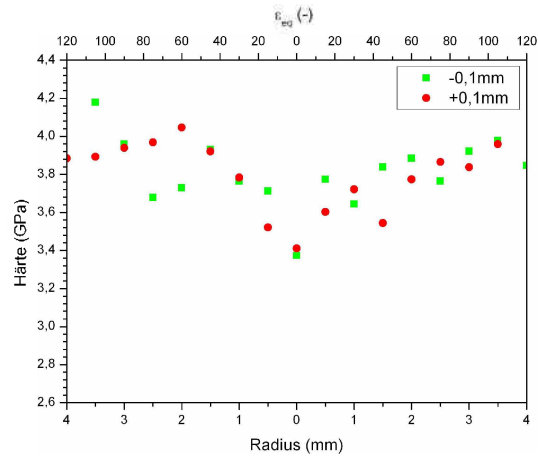


(e) TiAl6V4 d bei Raumtemperatur HPT verformt

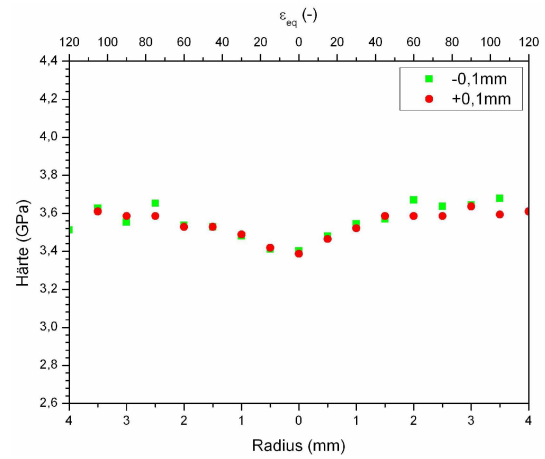


(f) TiAl6V4 d bei 500 °C HPT verformt

Abbildung C.1.: Härteverläufe der HPT verformten TiAl6V4 Legierung in den verschiedenen Wärmebehandlungszuständen laut Tabelle 2.1 mit unterschiedlichen Ausgangsgefügen.



(a) TiNb13Zr13 bei Raumtemperatur HPT verformt



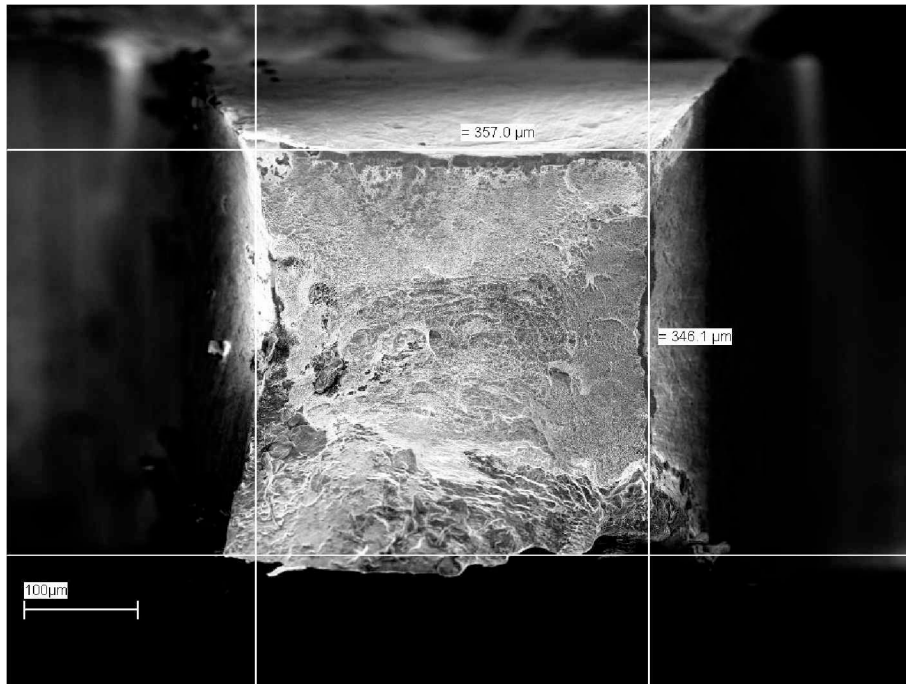
(b) TiNb13Zr13 bei 500°C HPT verformt

Abbildung C.2.: Härteverläufe der HPT verformten TiNb13Zr13 Legierung.

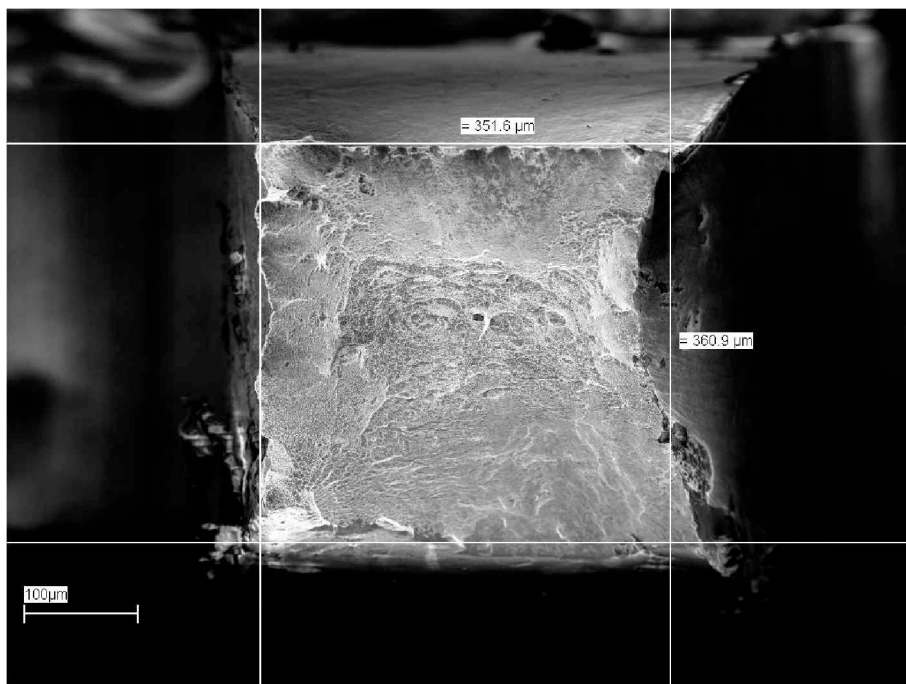
## **Anhang D.**

# **Bruchflächenvermessung der Zugproben**

In diesem Anhang befinden sich die vermessenen Bruchflächen der jeweiligen Probenhälften der Ti-grade 2 Zugproben in den verschiedenen HPT-Verformungszuständen. Bei den verschiedenen Verformungszuständen handelt es sich um unverformte, bei Raumtemperatur und bei 500 °C verformte HPT-Proben. Die Zugproben wurden aus den HPT-Plättchen mit 8 mm Durchmesser gefertigt.

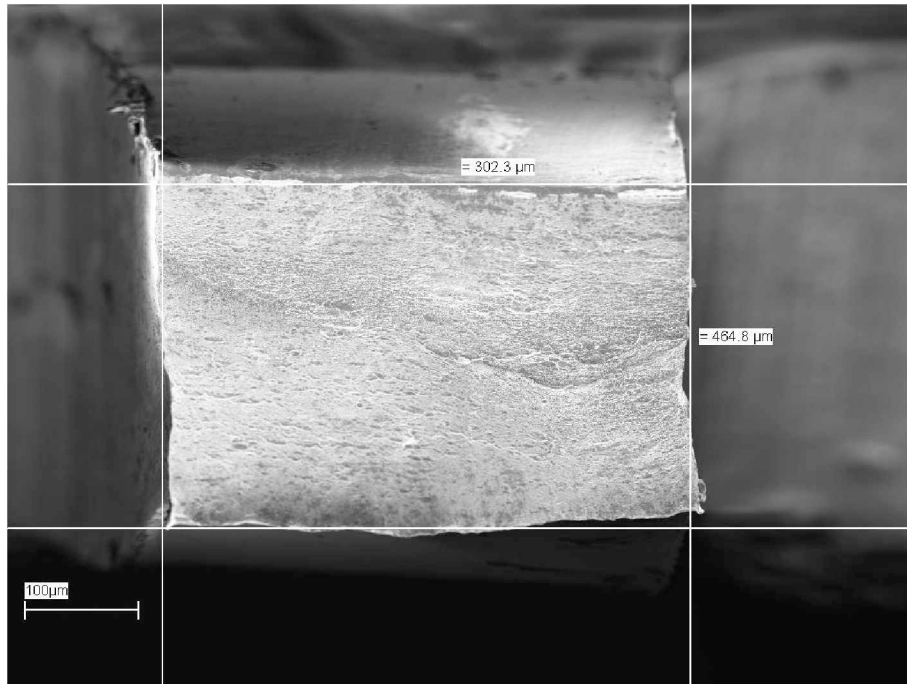


(a) Seite 1

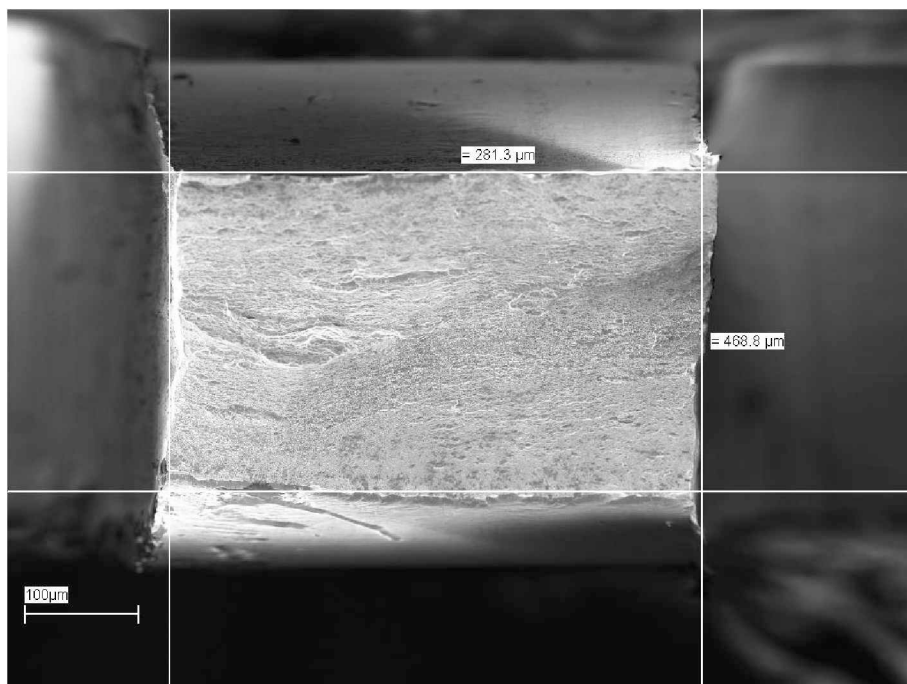


(b) Seite 2

Abbildung D.1.: REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 b Probe. In der Aufnahme ist zu erkennen wie die Einschnürung der Bruchflächen der beiden Probenhälften Vermessen wurde.



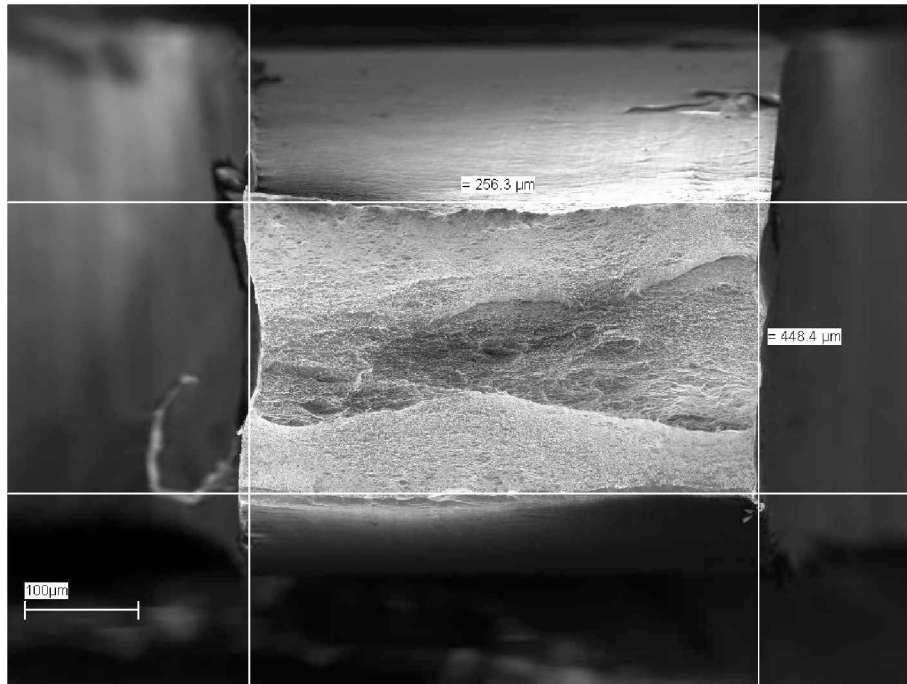
(a) Seite 1



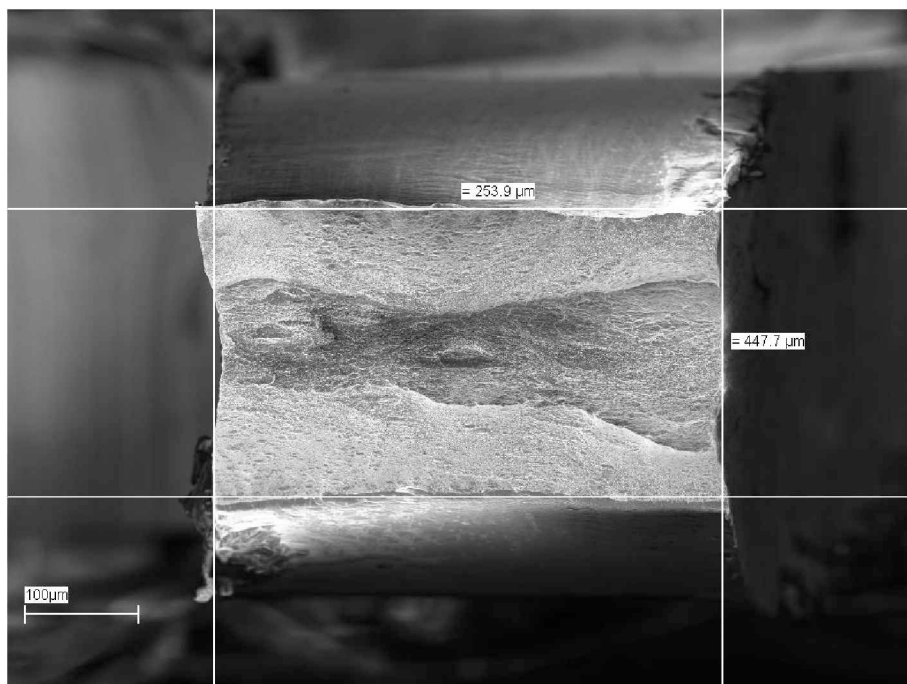
(b) Seite 2

Abbildung D.2.: REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der bei  $500^\circ\text{C}$  HPT verformten Ti-grade 2 a Probe. In der Aufnahme ist zu erkennen wie die Einschnürung der Bruchflächen der beiden Probenhälften Vermessen wurde.



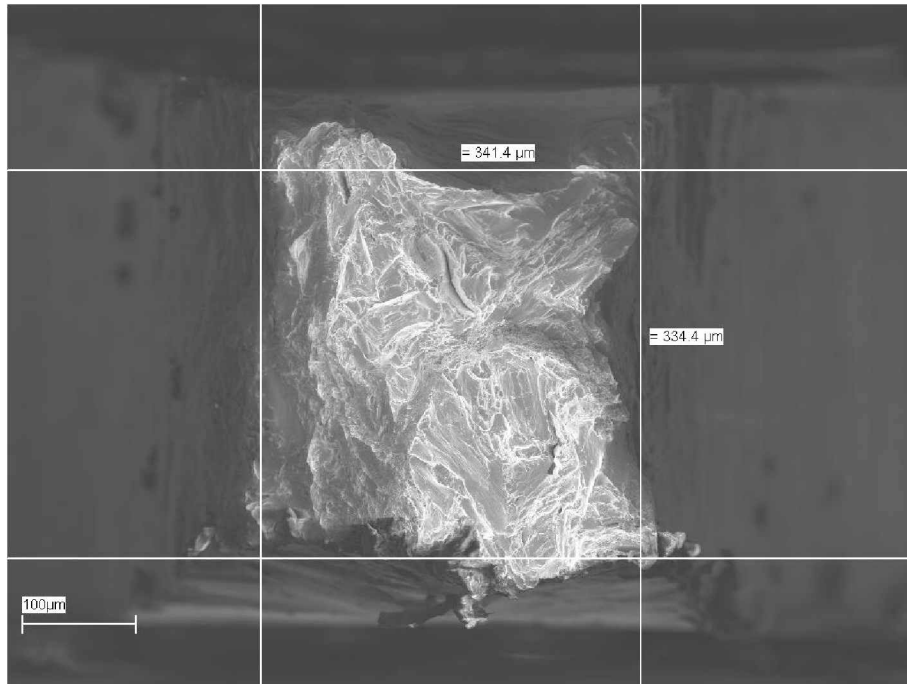


(a) Seite 1

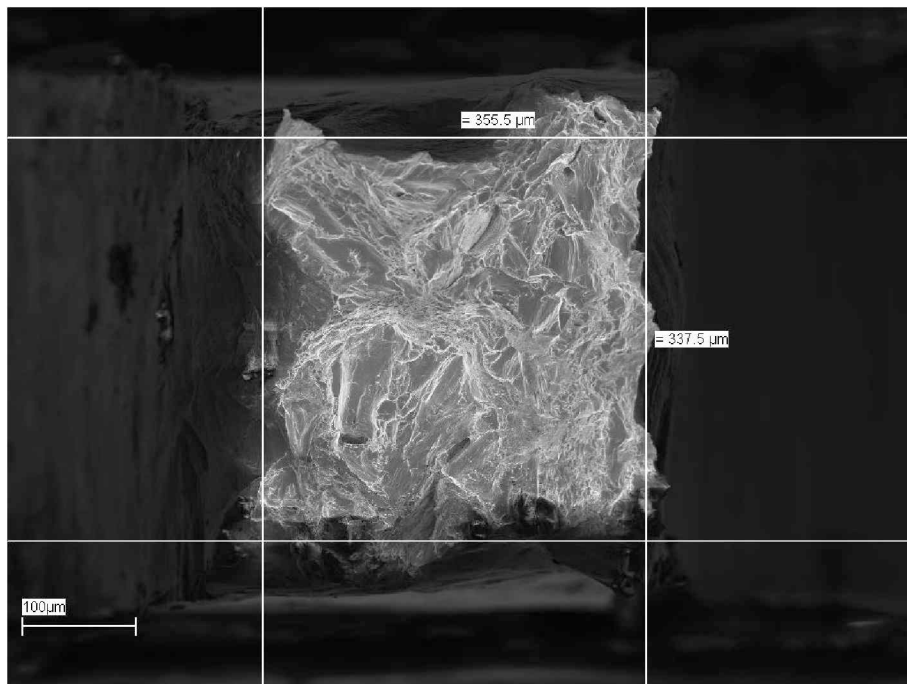


(b) Seite 2

Abbildung D.3.: REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der bei  $500^\circ\text{C}$  HPT verformten Ti-grade 2 b Probe. In der Aufnahme ist zu erkennen wie die Einschnürung der Bruchflächen der beiden Probenhälften Vermessen wurde.

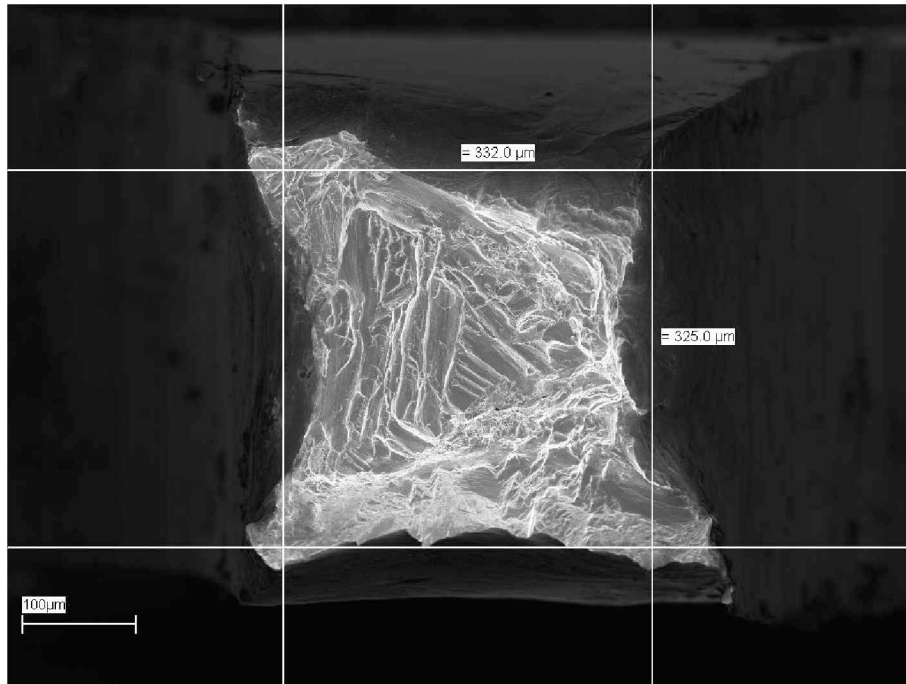


(a) Seite 1

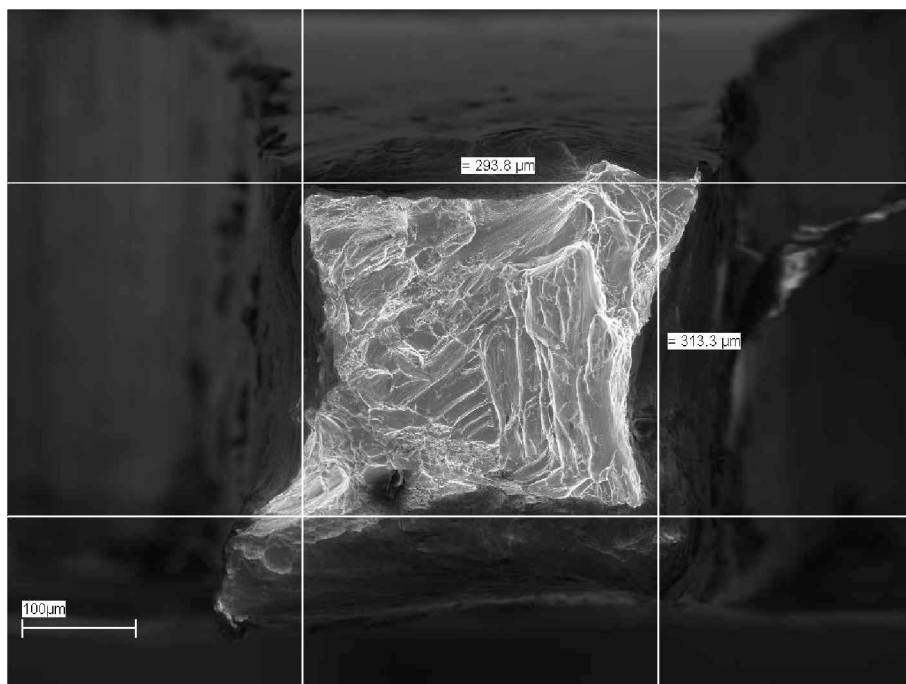


(b) Seite 2

Abbildung D.4.: REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der unverformten Ti-grade 2 a Probe. In der Aufnahme ist zu erkennen wie die Einschnürung der Bruchflächen der beiden Probenhälften vermessen wurde.



(a) Seite 1



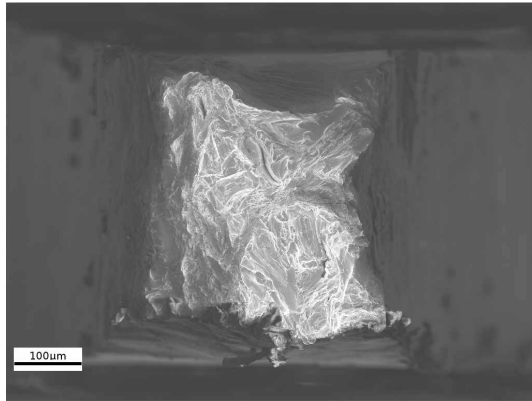
(b) Seite 2

Abbildung D.5.: REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchflächen der unverformten Ti-grade 2 b Probe. In der Aufnahme ist zu erkennen wie die Einschnürung der Bruchflächen der beiden Probenhälften Vermessen wurde.

# Anhang E.

## Bruchflächenaufnahmen

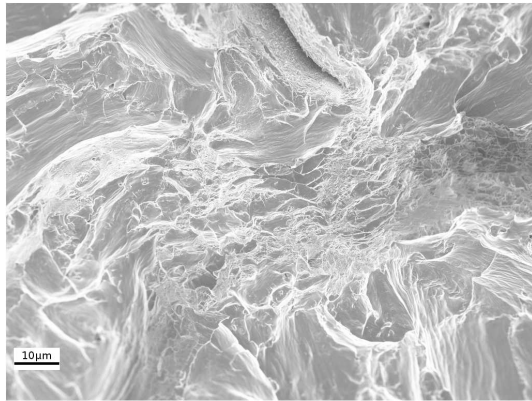
REM-Aufnahmen der Bruchflächen der Ti-grade 2 Zugproben aus den 8 mm Durchmesser HPT-Proben in den verschiedenen HPT-Verformungszuständen (unverformt, Raumtemperatur und 500 °C HPT-Verformung). Zusätzlich werden Detailaufnahmen der verschiedenen Bruchflächen gezeigt.



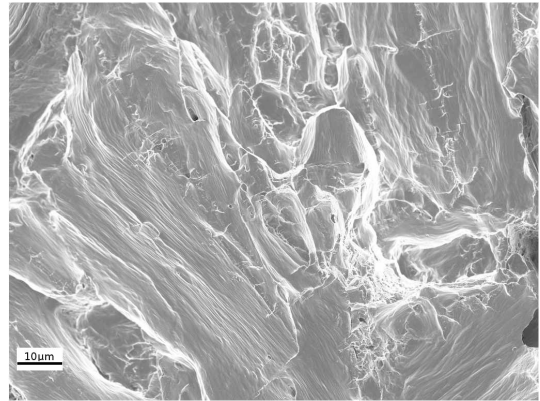
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels InLens-Detektor



(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels Sekundärelektronen-Detektor

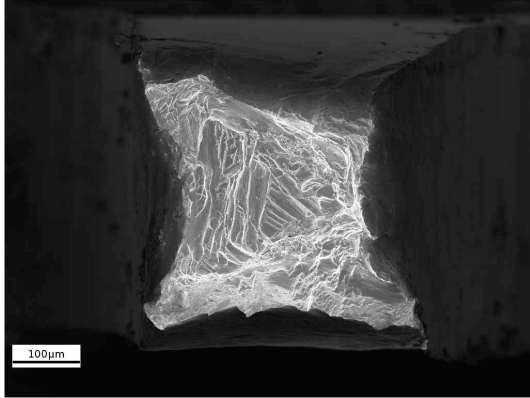


(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

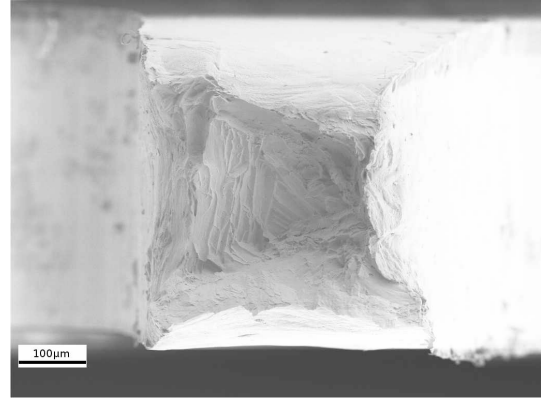


(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

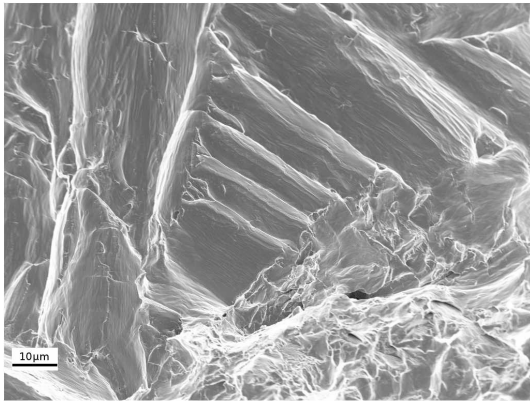
Abbildung E.1.: REM-Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der unverformten Ti-grade 2 a Zugprobe.



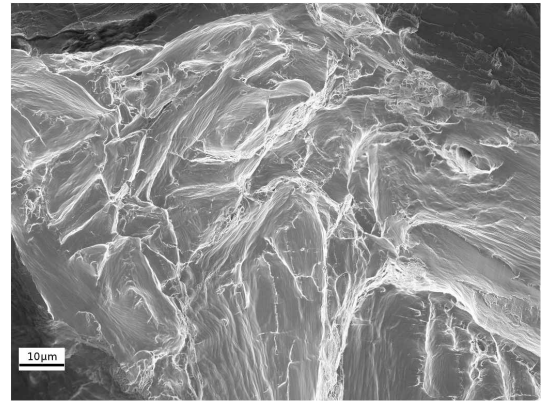
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels InLens-Detektor



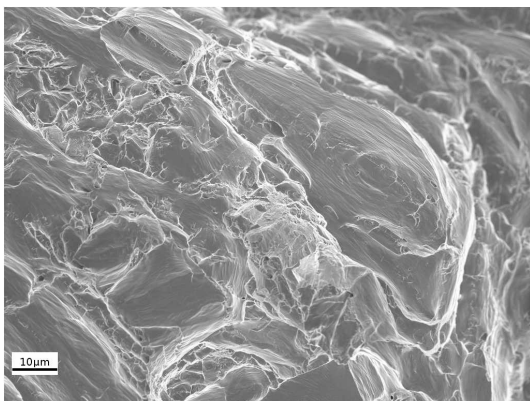
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels Sekundärelektronen-Detektor



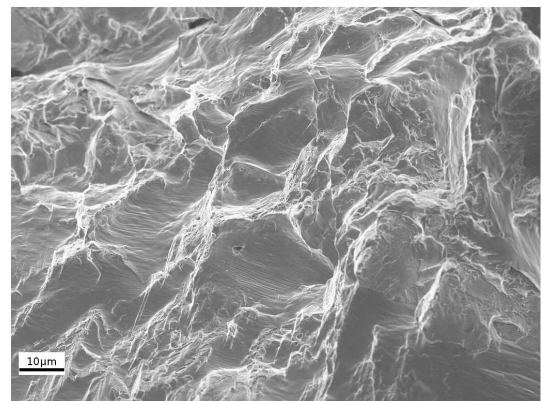
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

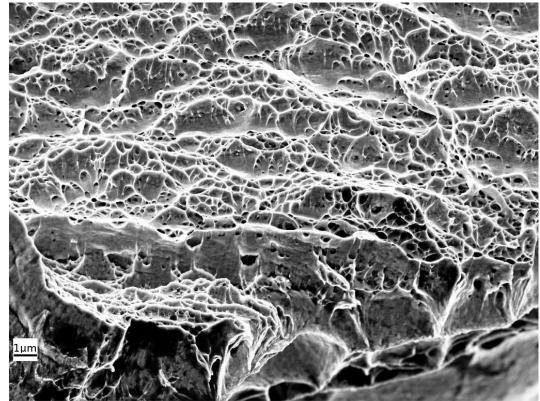


(f) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

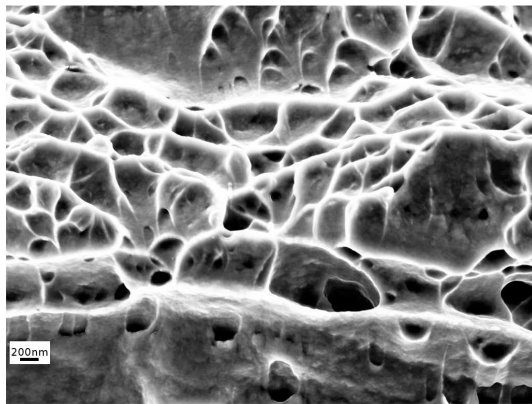
Abbildung E.2.: REM-Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der unverformten Ti-grade 2 b Zugprobe.



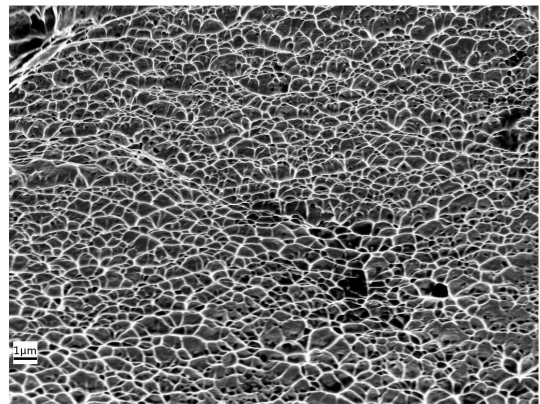
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels InLens-Detektor



(b) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

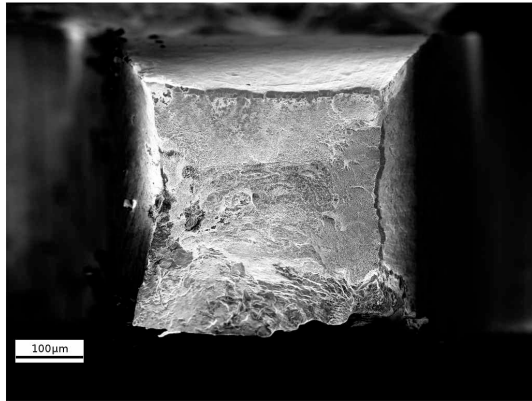


(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

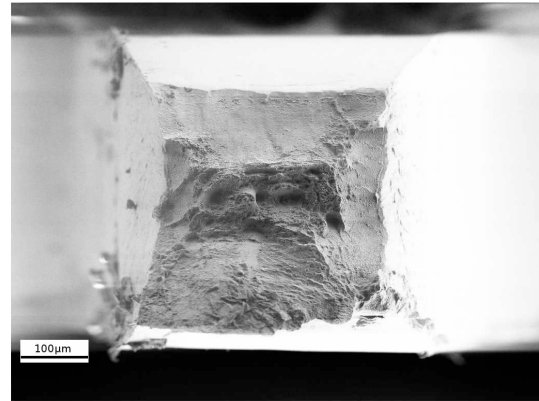


(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

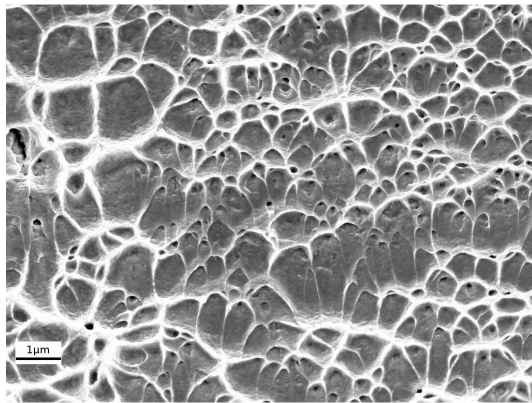
*Abbildung E.3.:* Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 a Zugprobe aus dem Sättigungsbereich bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80.



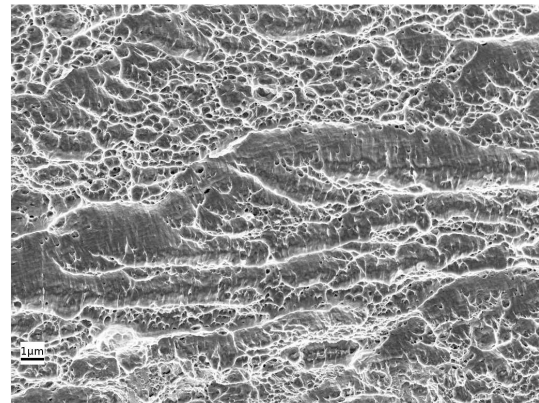
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels InLens-Detektor



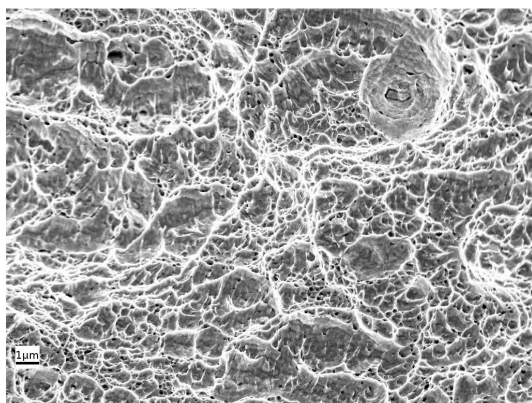
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels Sekundärelektronen-Detektor



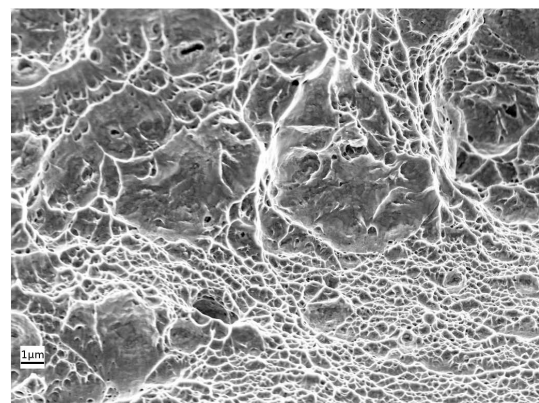
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



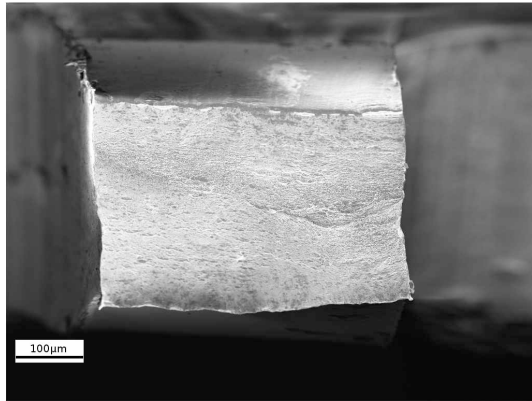
(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



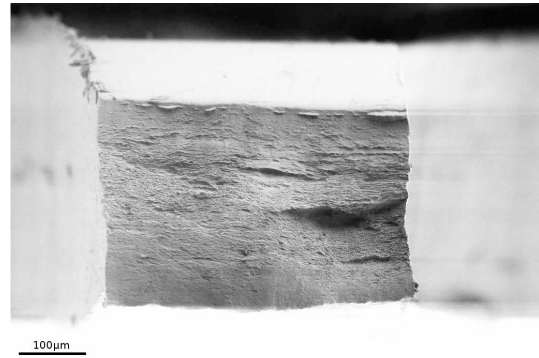
(f) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

Abbildung E.4.: Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 b Zugprobe aus dem Sättigungsbereich bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80.

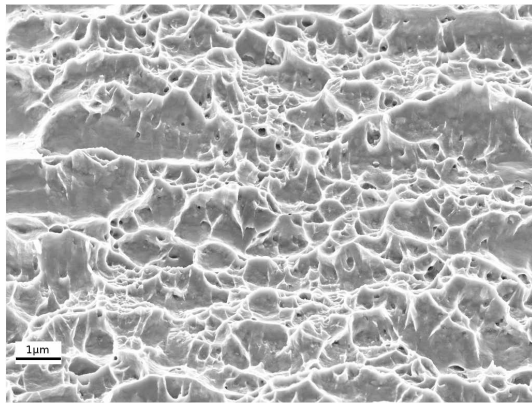




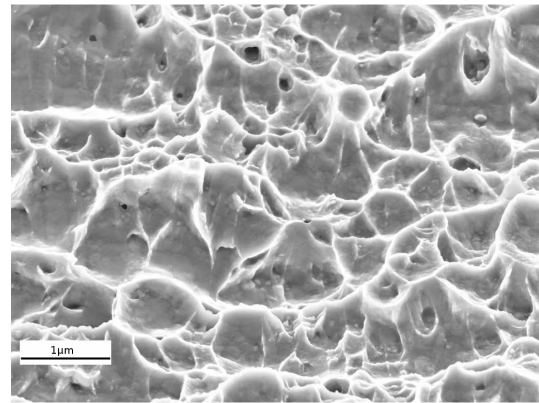
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels InLens-Detektor



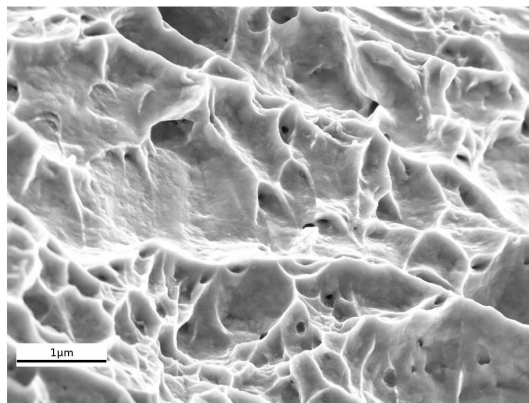
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels Sekundärelektronen-Detektor



(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

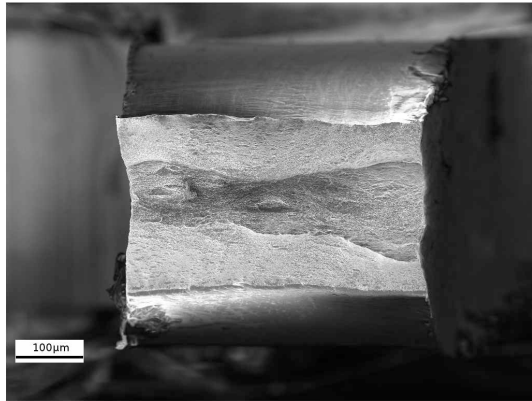


(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

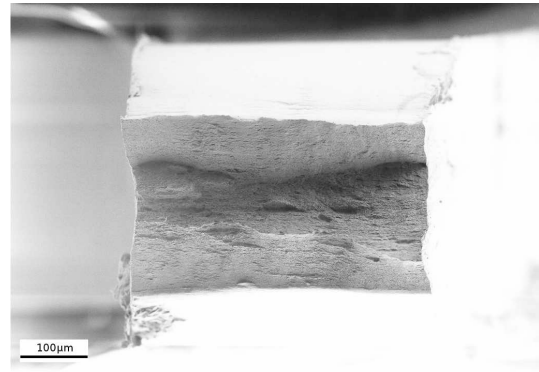


(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

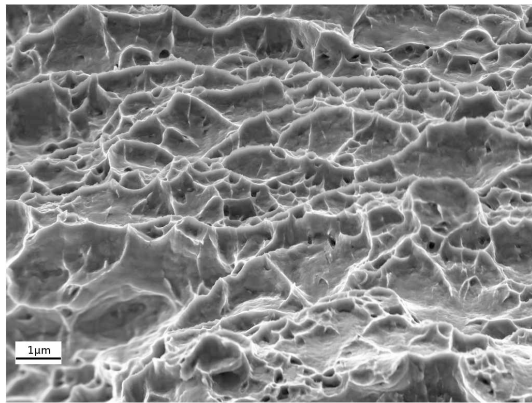
Abbildung E.5.: Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei 500 °C HPT verformten Ti-grade 2 a Zugprobe aus dem Sättigungsbereich bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80.



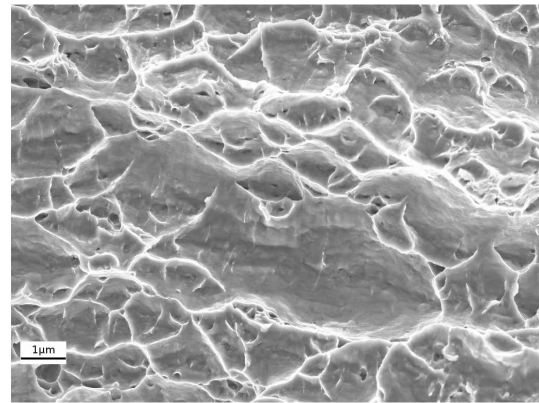
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels InLens-Detektor



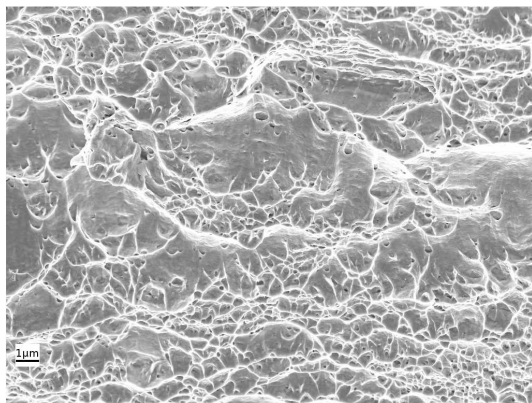
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Hälfte der Zugprobe mittels Sekundärelektronen-Detektor



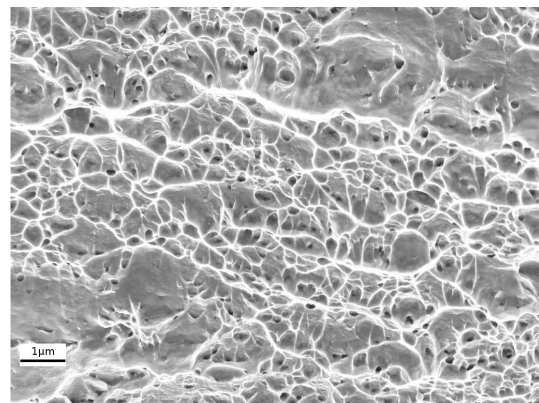
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor



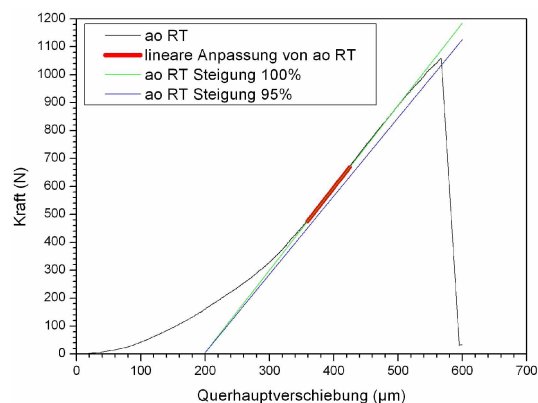
(f) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor

Abbildung E.6.: Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei 500 °C HPT verformten Ti-grade 2 b Zugprobe aus dem Sättigungsbereich bei einer Äquivalentdehnung von ca. 80.

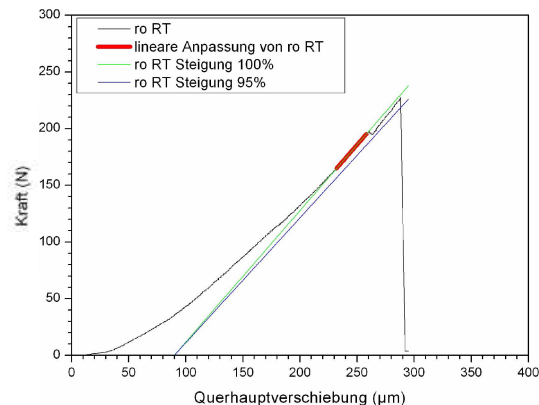
## **Anhang F.**

# **Kraft-Querhauptverschiebungskurven der Bruchzähigkeitsmessung**

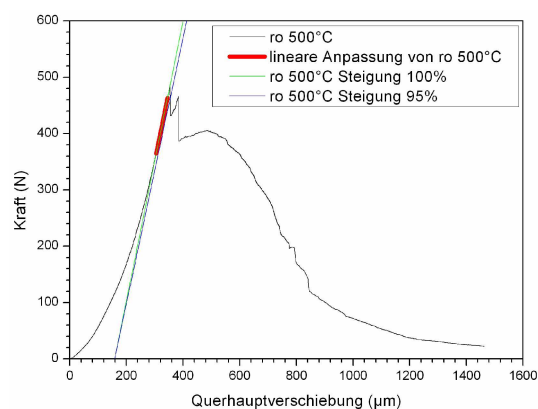
Im folgendem sind die Kraft-Querhauptverschiebungskurven der verschiedenen Rissorientierungen und Verformungszustände abgebildet. In den Abbildungen steht die Abkürzung RT für den HPT-Verformungszustand bei Raumtemperatur und 500 °C für den HPT-Verformungszustand bei 500 °C der 30 mm Durchmesser HPT-Proben. Die Abkürzungen ao (Axial-Orientierung), so (Scher-Orientierung) und ro (Radial-Orientierung) stehen für die Rissorientierung der CT-Proben in der HPT-Probe.



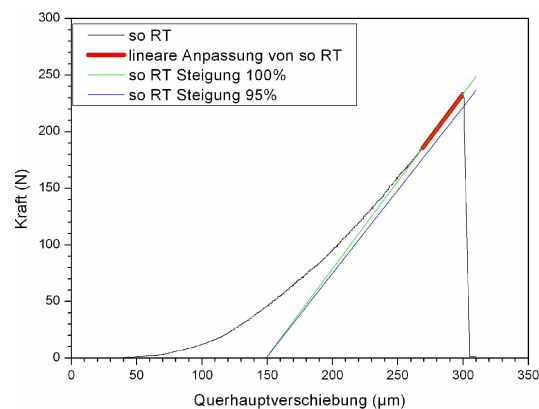
(a) ao-RT Probe



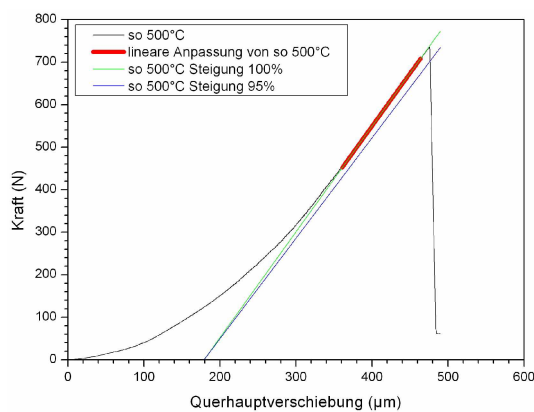
(b) ro-RT Probe



(c) ro-500 °C Probe



(d) so-RT Probe



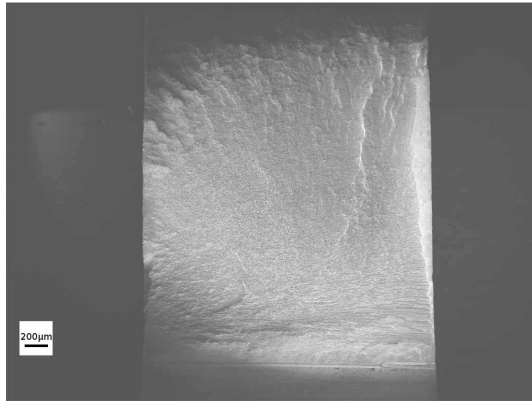
(e) so-500 °C

Abbildung F.1.: Darstellung der Kraft-Querhauptverschiebungskurven der verschiedenen Rissorientierungen der CT-Proben in der 30 mm Durchmesser HPT-Probe (siehe Abbildung 2.6(a)). Es ist die Gerade der linearen Regression (grün) und die Gerade mit einer um 5% verringerten Steigung (blau) abgebildet.

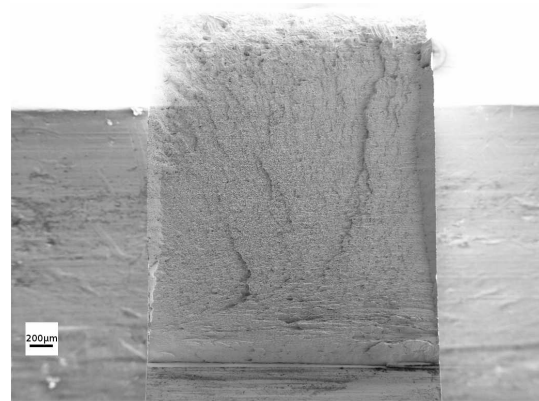
# Anhang G.

## Bruchflächen der CT-Proben

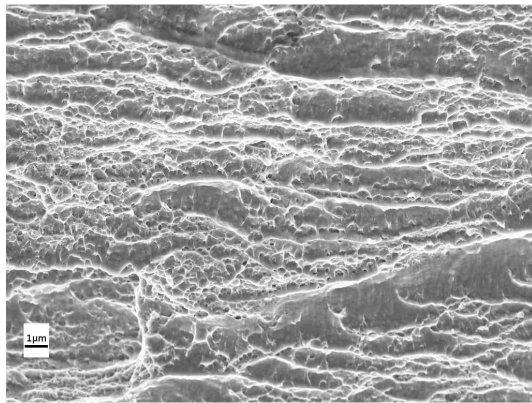
Hier findet man einige REM-Aufnahmen der Bruchflächen der CT-Proben, die aus den 30 mm Durchmesser HPT-Proben heraus gearbeitet wurden, in den verschiedenen Rissorientierungen und Verformungszuständen. Neben den Übersichtsaufnahmen wurden auch Detailaufnahmen der Bruchflächen angefertigt. Die Bruchflächen wurden nur auf einer Hälfte der Probe aufgenommen. Es wird auch die REM-Aufnahme der jeweiligen Probe gezeigt, welche darstellt wie die SZW (Stretched Zone Width) vermessen wurde. Weiters werden auch Detailaufnahmen der runden Bereiche mit anderer Bruchflächenstruktur, die nur bei der axialen und radialen Rissorientierung bei 500 °C HPT-Verformung beobachtet wurden, gezeigt.



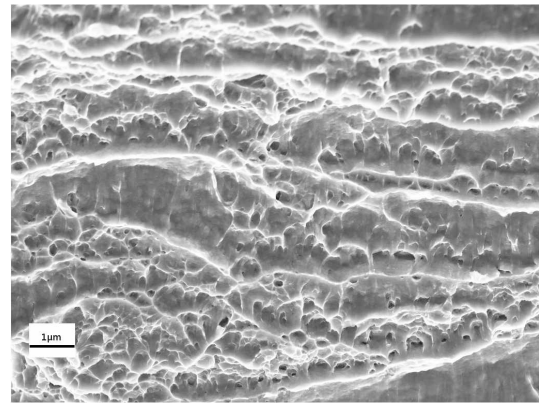
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



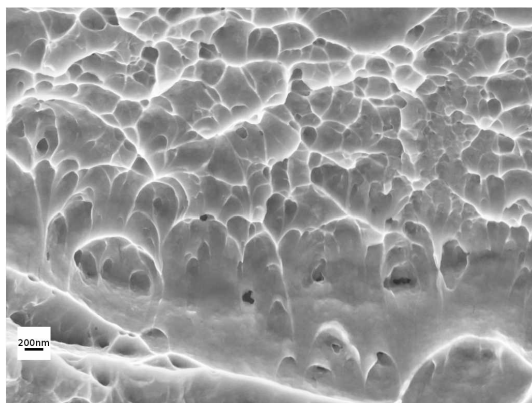
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels Sekundärelektronen-Detektor



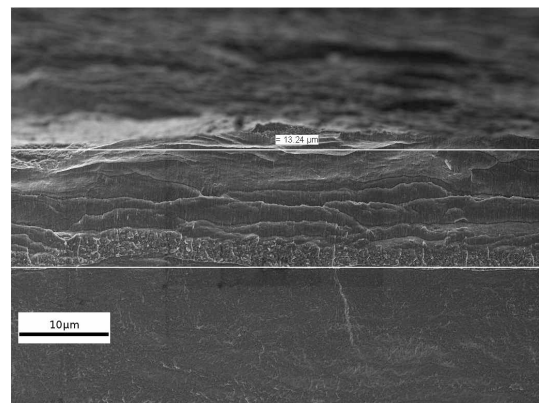
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor

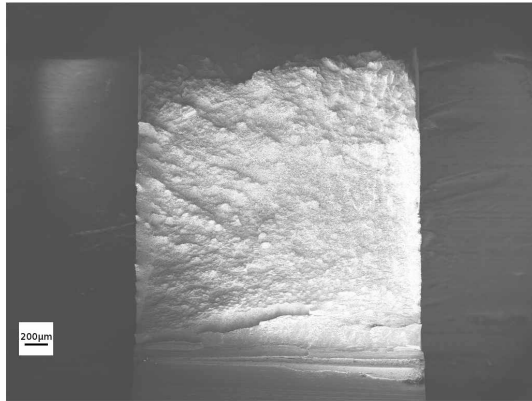


(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor

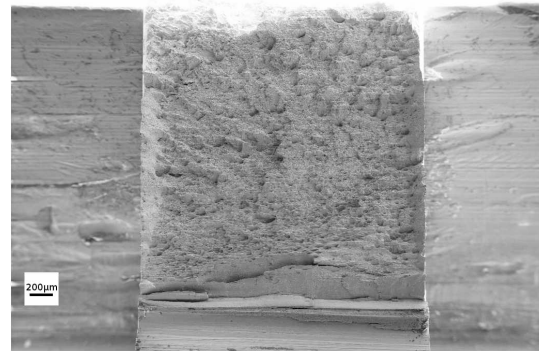


(f) REM-Aufnahme der Vermessung der SZW mittels InLens-Detektor

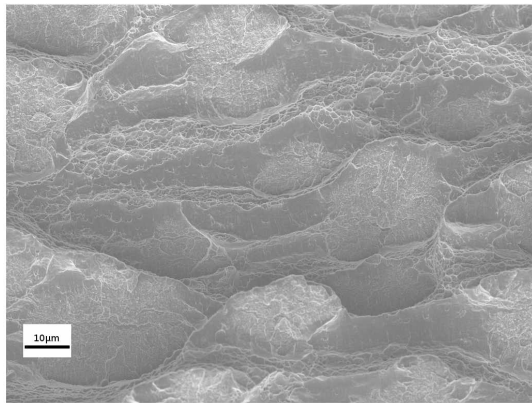
Abbildung G.1.: REM-Bruchflächenaufnahmen der ao-RT (Axial-Risorientierung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe) CT-Probe. In Abbildung (f) wird die Vermessung der SZW gezeigt.



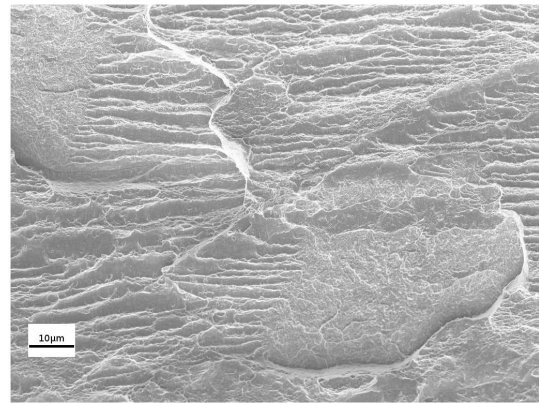
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



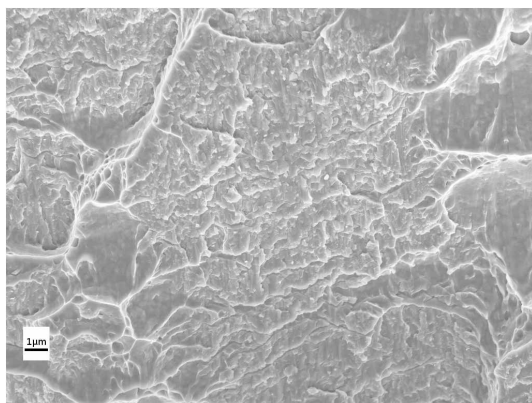
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels Sekundärelektronen-Detektor



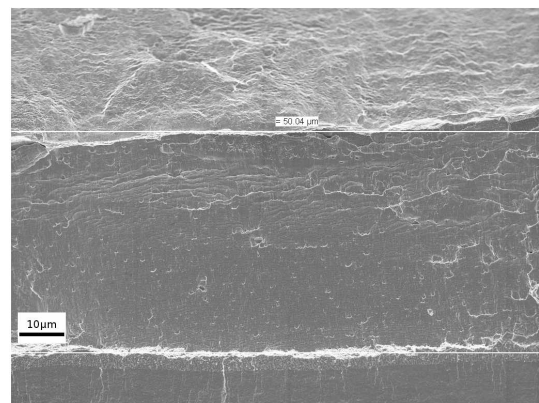
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(e) REM-Detailaufnahme eines runden Bereichs mit anderer Bruchflächenstruktur mittels InLens-Detektor



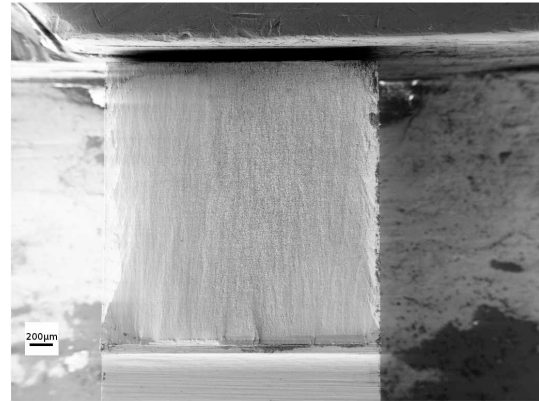
(f) REM-Aufnahme der Vermessung der SZW mittels InLens-Detektor

Abbildung G.2.: REM-Bruchflächenaufnahmen der ao-500 °C (Axial-Rissorientierung der bei 500 °C HPT verformten 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe) CT-Probe. In Abbildung (e) erkennt man die Detailaufnahme der Bruchfläche eines runden Bereichs (die nur bei der Axial- und der Scher-Rissorientierung bei 500 °C HPT-Verformung aufgetreten sind) der, wie vorher erwähnt, eine andere Bruchflächenstruktur besitzt wie die restliche Bruchfläche und in Abbildung (f) wird die Vermessung der SZW gezeigt.

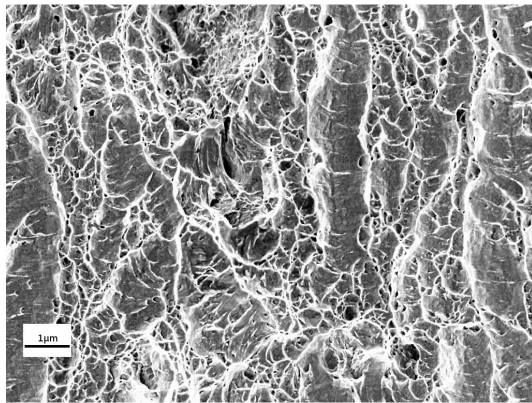




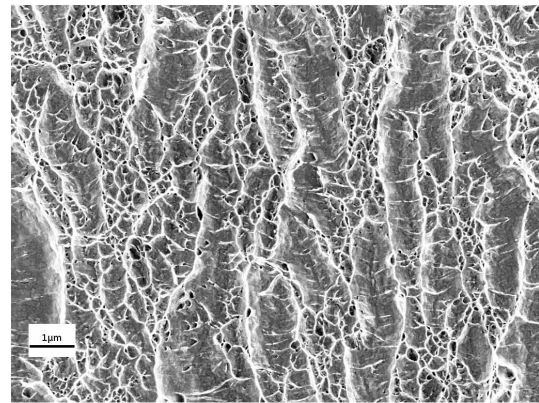
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



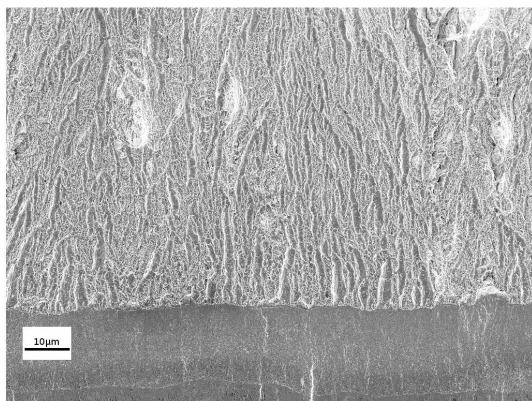
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels Sekundärelektronen-Detektor



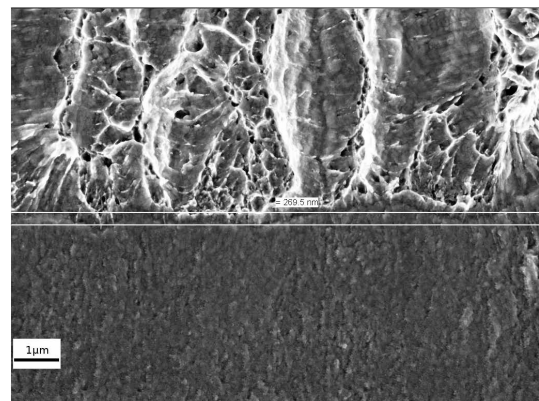
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(f) REM-Aufnahme der Vermessung der SZW mittels InLens-Detektor

Abbildung G.3.: REM-Bruchflächenaufnahmen der ro-RT (Radial-Rissorientierung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe) CT-Probe. In Abbildung (f) wird die Vermessung der SZW gezeigt.

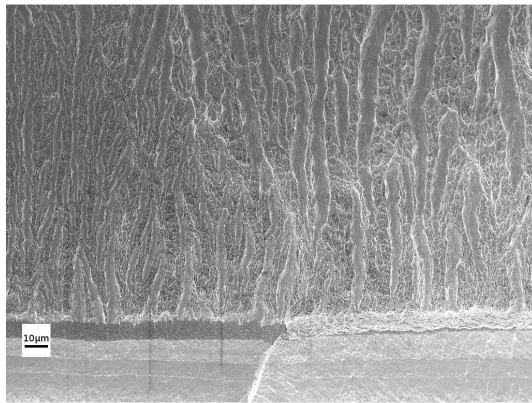




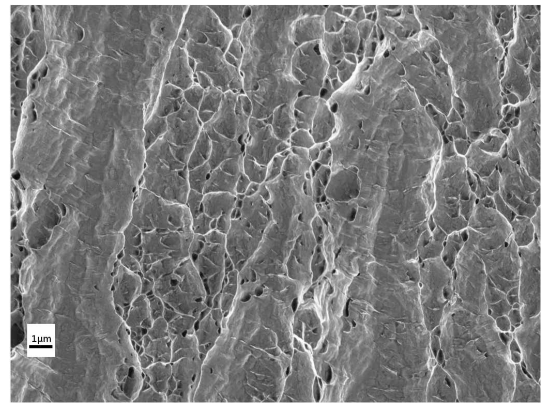
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



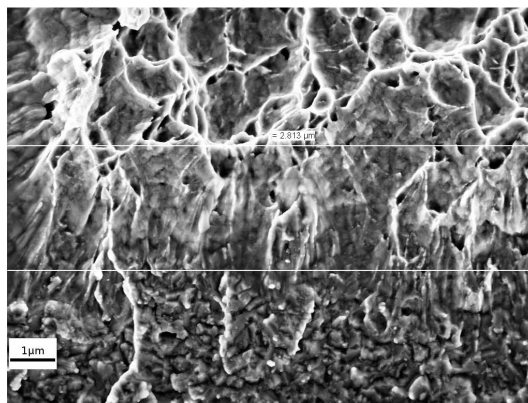
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels Sekundärelektronen-Detektor



(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor

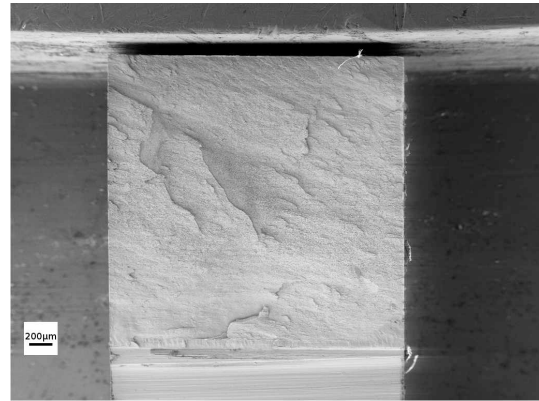


(e) REM-Aufnahme der Vermessung der SZW mittels InLens-Detektor

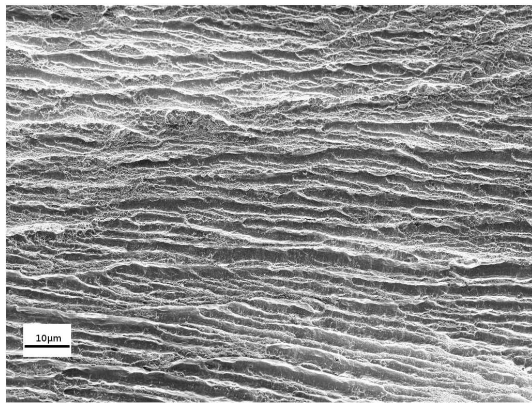
Abbildung G.4.: REM-Bruchflächenaufnahmen der ro-500 °C (Radial-Rissorientierung der bei 500 °C HPT verformten 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe) CT-Probe. In Abbildung (e) wird die Vermessung der SZW gezeigt.



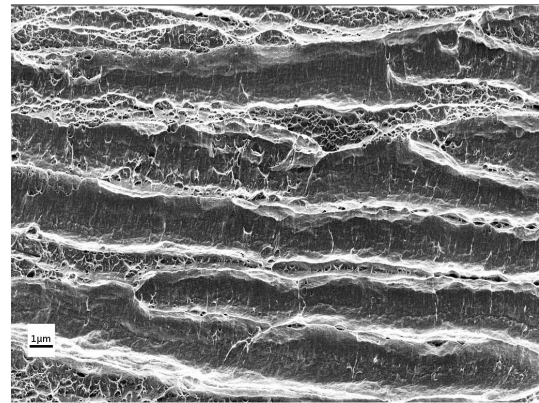
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



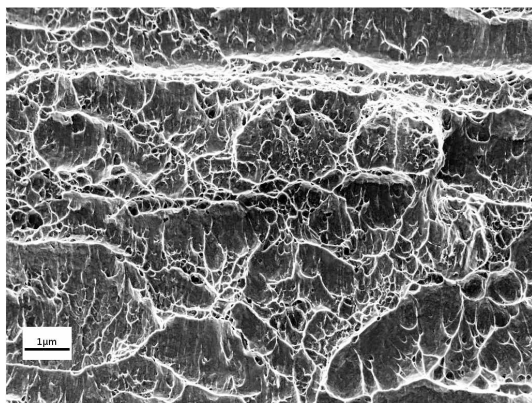
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels Sekundärelektronen-Detektor



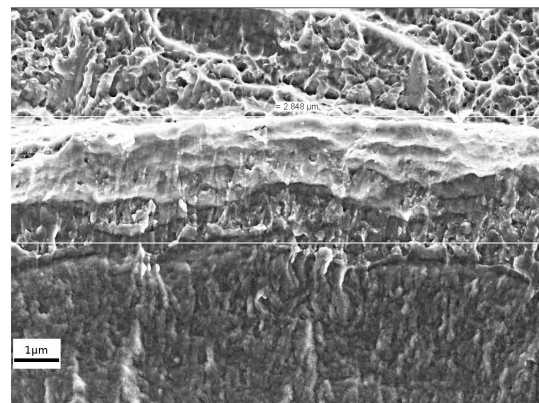
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor

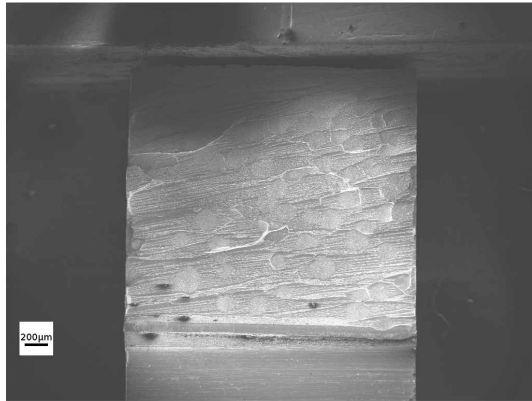


(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(f) REM-Aufnahme der Vermessung der SZW mittels InLens-Detektor

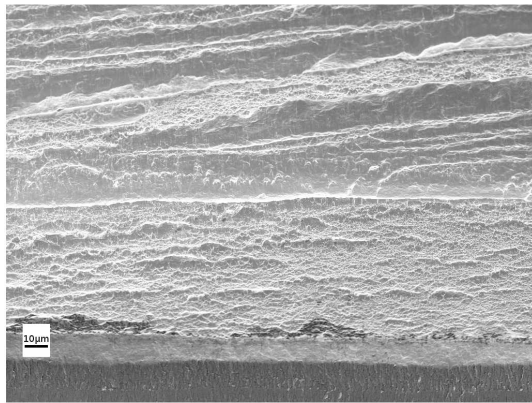
Abbildung G.5.: REM-Bruchflächenaufnahmen der so-RT (Scher-Rissorientierung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe) CT-Probe. In Abbildung (f) wird die Vermessung der SZW gezeigt.



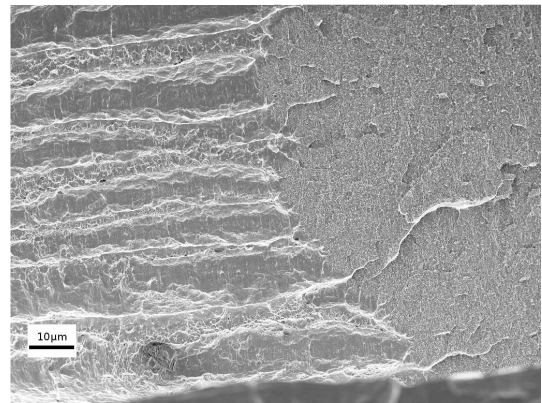
(a) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



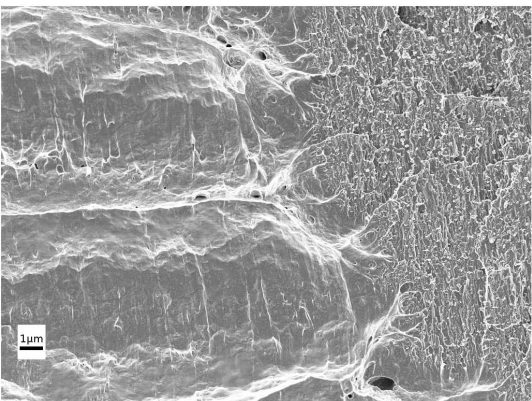
(b) REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels Sekundärelektronen-Detektor



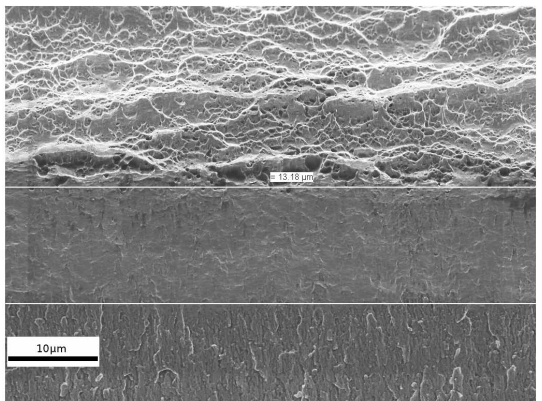
(c) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche einer Probenhälfte mittels InLens-Detektor



(d) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor; Übergang von Normaler Bruchfläche (links) auf runden Bereich mit anderer Bruchflächenstruktur (rechts)



(e) REM-Detailaufnahme der Bruchfläche mittels InLens-Detektor; Übergang von Normaler Bruchfläche (links) auf runden Bereich mit anderer Bruchflächenstruktur (rechts)



(f) REM-Aufnahme der Vermessung der SZW mittels InLens-Detektor

*Abbildung G.6.:* REM-Bruchflächenaufnahmen der so-500 °C (Scher-Rissorientierung der bei 500 °C HPT verformten 30mm Durchmesser Ti-grade 2 Probe) CT-Probe. In Abbildungen (d) und (e) erkennt man die Detailaufnahme eines Übergangs von der normalen Bruchfläche auf einen runden Bereiche (die nur bei der Axial- und der Scher-Rissorientierung bei 500 °C HPT-Verformung aufgetreten sind) der, wie vorher erwähnt, eine andere Bruchflächenstruktur besitzt wie die restliche Bruchfläche. In Abbildung (f) wird die Vermessung der SZW gezeigt.

# Abbildungsverzeichnis

1.1.	Wirkung der verschiedenen Legierungselemente auf die Gefügeentwicklung im Titan [5]. . . . .	3
1.2.	Schematische Darstellung der meist verbreiteten SPD-Verfahren, ARB, ECAP und HPT. . . . .	4
1.3.	Schematische Darstellung des HPT-Verfahrens (a) und die Bezeichnung der Richtungen innerhalb einer HPT verformten Probe (b) [4]. . . . .	5
1.4.	Gefügeentwicklung beim HPT-Verformen von Ni [4]. . . . .	7
1.5.	TEM-Aufnahme der gestreckten Körner nach der HPT-Verformung bei Raumtemperatur von reinem Titan in Radialrichtung. . . . .	8
2.1.	Typische Abmessungen einer 30 mm Durchmesser HPT-Probe nach der HPT-Verformung. . . . .	15
2.2.	Vergleich einer HPT verformten und einer unverformten Probe. . . . .	15
2.3.	Lichtmikroskopischeübersichtsaufnahme einer Ti-grade 2 TEM-Probe (a) und Lichtmikroskopischedetailaufnahme des durchstrahlbaren Bereiches (b). . . . .	16
2.4.	Gegenüberstellung der halbierten und einer verformten HPT-Probe (a) und Darstellung einer eingebetteten HPT-Probe (b). . . . .	18
2.5.	Abmessungen der verwendeten Zugproben (a) und Gegenüberstellung eines verformten HPT-Plättchens und der fertigen Zugproben (b). . . . .	19
2.6.	Darstellung der verschiedenen Orientierungen (a) und Lage der Proben bei der Entnahme (b) in einem 30 mm Durchmesser HPT-Plättchen. . . . .	20
2.7.	Abmessungen der verwendeten CT-Probe in Anlehnung an die ASTM E-399. . . . .	21
2.8.	Lichtmikroskopischeaufnahme des Anrisses einer CT-Probe. . . . .	21
3.1.	Fotografie des verwendeten Härtemessgerätes MicroMet 5104 von Buehler. . . . .	24
3.2.	Lage (a) und Lichtmikroskopischeaufnahme der Härteeindrücke (b) auf den 8 mm Durchmesser HPT-Proben. . . . .	25

3.3. Lage (a) und Lichtmikroskopischeaufnahme der Härteeindrücke (b) auf den 30 mm Durchmesser HPT-Proben. . . . .	25
3.4. Fotografie der verwendeten K & W Prüfmaschine mit dem Zugmodul. . . . .	26
3.5. Fotografie der verwendeten Probenaufnahme für die Zugproben. . . . .	26
3.6. Prinzip des Niederhaltens der Probe mittels Knetmasse. . . . .	27
3.7. Fotografie der verwendeten CT-Probenaufnahme in Draufsicht und Vorderansicht. . . . .	28
4.1. Gegenüberstellung der Härteverläufe der 8 mm Durchmesser "TiAl6V4 a" Proben die bei Raumtemperatur (a) und bei 500 °C (b) HPT verformt wurden. . . . .	31
4.2. Härteverlauf der 8 mm Durchmesser "TiAl6V4 a" Probe die bei Raumtemperatur mit 15 Umdrehungen HPT verformt wurde. . . . .	32
4.3. Gegenüberstellung der Härteverläufe der Ti-grade 2 Durchmesser 30 mm und Durchmesser 8 mm HPT-Proben. . . . .	33
4.4. Gegenüberstellung des Ausgangsgefüges von Ti-grade 2. . . . .	35
4.5. Lichtmikroskopischeaufnahme des Gefüges der TiNb13Zr13 Legierung vor der HPT-Verformung . . . . .	36
4.6. TEM-Aufnahmen der Sättigungsgefüge von Ti-grade 2 HPT verformt bei Raumtemperatur. . . . .	37
4.7. TEM-Aufnahmen der Sättigungsgefüge von Ti-grade 2 HPT verformt bei 500 °C. . . . .	38
4.8. Vergleich der Häufigkeitsverteilung der Korngrößen der beiden Verformungszustände. . . . .	39
4.9. Darstellung der Spannung über die Querhauptverschiebung für Ti-grade 2. . . . .	42
4.10. Darstellung der einzelnen Schritte des Kurvenbearbeitens in einem Diagramm. . . . .	43
4.11. REM-Aufnahmen der Bruchflächen der beiden Hälften der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 a Probe. . . . .	45
4.12. REM-Aufnahmen der Bruchflächen von Ti-grade 2 bei Raumtemperatur (a) und 500 °C (b) HPT verformten Proben. . . . .	47
4.13. REM-Detailaufnahme einer Wabe mit möglichem Einschluss. . . . .	48
4.14. Darstellung der Kurve Kraft-Querhauptverschiebung der bei 500 °C verformten HPT-Probe mit axialer Riss Orientierung. . . . .	49
4.15. Darstellung der verschiedenen Fälle der Kraft-Verschiebungskurven nach [33]. . . . .	50

---

4.16. REM-Aufnahmen der Bruchflächen von CT-Proben mit Rissorientierung in Scherrichtung im Vergleich. . . . .	54
4.17. REM-Aufnahmen der runden Bereiche in den Bruchflächen der ao und so 500 °C CT-Proben. . . . .	55
4.18. REM-Aufnahme die das Vermessen der SZW der ro RT (Radial-Rissorientierung der bei Raumtemperatur HPT verformten 30 mm Durchmesser Probe) Probe zeigt. . . . .	56
4.19. Darstellung der Höhenprofile der so RT und so 500 °C Proben. . . . .	57
4.20. 3D-Darstellung einer Bruchfläche der so 500 °C Probe (a) und die REM-Aufnahmen der Bruchfläche (b & c). . . . .	58
5.1. Darstellung der Festigkeit über der Dichte von verschiedenen Konstruktionswerkstoffen [36]. . . . .	62
5.2. Darstellung der Bruchzähigkeit über der Festigkeit von verschiedenen Konstruktionswerkstoffen [36]. . . . .	64
A.1. Lichtmikroskopischeaufnahmen der durch Ätzen hergestellten Gefügebilder des Ti-grade 2 im Ausgangszustand. . . . .	70
A.2. Lichtmikroskopischeaufnahmen von unverformten Ti-grade 2 Proben. . . . .	71
A.3. Lichtmikroskopischeaufnahmen der Gefüge der TiAl6V4 Legierung nach den verschiedenen Wärmebehandlungen [28]. . . . .	72
A.4. Lichtmikroskopischeaufnahmen des Gefüges der TiNb13Zr13 Legierung vor der HPT-Verformung. . . . .	73
B.1. TEM-Aufnahmen von, bei Raumtemperatur, HPT verformten Ti-grade 2 Proben in Radialrichtung. . . . .	75
B.2. TEM-Aufnahmen von, bei Raumtemperatur, HPT verformten Ti-grade 2 Proben in Radialrichtung. . . . .	76
C.1. Härteverläufe der HPT verformten TiAl6V4 Legierung. . . . .	78
C.2. Härteverläufe der HPT verformten TiNb13Zr13 Legierung. . . . .	79
D.1. REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 b Probe. . . . .	81
D.2. REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der bei 500 °C HPT verformten Ti-grade 2 a Probe. . . . .	82
D.3. REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der bei 500 °C HPT verformten Ti-grade 2 b Probe. . . . .	83

---

D.4. REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchfläche der unverformten Ti-grade 2 a Probe. . . . .	84
D.5. REM-Aufnahmen zur Bestimmung der Größe der Bruchflächen der unverformten Ti-grade 2 b Probe. . . . .	85
E.1. REM-Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der unverformten Ti-grade 2 a Zugprobe. . . . .	87
E.2. REM-Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der unverformten Ti-grade 2 b Zugprobe. . . . .	88
E.3. Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 a Zugprobe. . . . .	89
E.4. Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei Raumtemperatur HPT verformten Ti-grade 2 b Zugprobe. . . . .	90
E.5. Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei 500 °C HPT verformten Ti-grade 2 a Zugprobe. . . . .	91
E.6. Bruchflächenaufnahmen einer Hälfte der bei 500 °C HPT verformten Ti-grade 2 b Zugprobe. . . . .	92
F.1. Darstellung der Kraft-Querhauptverschiebungskurven der verschiedenen Rissorientierungen der CT-Proben. . . . .	94
G.1. REM-Bruchflächenaufnahmen der HPT verformten Ti-grade 2 ao-RT CT-Probe. . . . .	96
G.2. REM-Bruchflächenaufnahmen der HPT verformten Ti-grade 2 ao-500 °C CT-Probe. . . . .	97
G.3. REM-Bruchflächenaufnahmen der HPT verformten Ti-grade 2 ro-RT CT-Probe. . . . .	98
G.4. REM-Bruchflächenaufnahmen der HPT verformten Ti-grade 2 ro-500 °C CT-Probe. . . . .	99
G.5. REM-Bruchflächenaufnahmen der HPT verformten Ti-grade 2 so-RT CT-Probe. . . . .	100
G.6. REM-Bruchflächenaufnahmen der HPT verformten Ti-grade 2 so-500 °C CT-Probe. . . . .	101

# Tabellenverzeichnis

2.1. Parameter der verschiedenen Wärmebehandlungen der TiAl6V4 Legierung [28]. . . . .	11
2.2. Auflistung der verwendeten Materialien und der an ihnen durchgeführten Untersuchungen. . . . .	12
2.3. HPT-Verformungsparameter der Ti-grade 2 Proben mit Durchmesser 30 mm. . . . .	14
2.4. HPT-Verformungsparameter der Ti-grade 2, TiAl6V4 und TiNb13Zr13 Proben mit 8 mm Durchmesser. . . . .	17
2.5. Tatsächliche Abmessungen der zu prüfenden Zugproben. . . . .	19
2.6. Abmessungen der CT-Proben. . . . .	22
4.1. Gemittelte Härte der verschiedenen Materialien vor der HPT-Verformung.	30
4.2. Härtewerte bei den verschiedenen Verformungszuständen der 8 mm Durchmesser HPT-Proben. . . . .	30
4.4. Zugfestigkeiten des Titan bei den verschiedenen Verformungszuständen.	40
4.5. Zugfestigkeiten der verschiedenen Titan Legierungen nach [32] bei verschiedenen Verformungszuständen. . . . .	41
4.6. Ausgangsfläche $A_0$ und Endfläche $A_E$ der Zugproben aus Ti-grade 2. . .	46
4.7. Gegenüberstellung der Gleichmaßdehnung $A_g$ , Bruchdehnung $A$ und der Brucheinschnürung $Z$ für rein Titan. . . . .	46
4.8. Gegenüberstellung der Bruchzähigkeit $K_{max}$ und $K_Q$ der verschiedenen Rissorientierungen. . . . .	51
4.9. Verhältnis von $P_{max}/P_Q$ für die verschiedenen Rissorientierungen und HPT-Verformungszustände der CT-Proben. . . . .	51
4.10. Vergleich der tatsächlicher Breite $B$ und Risslänge $a$ mit der berechneten mindest Breite $B_{min}$ der CT-Proben. . . . .	52



---

4.11. Berechnung von CTOD für die verschiedenen Rissorientierungen und HPT-Verformungszuständen aus den im Versuch gemessenen Bruchzähigkeitswerten. . . . .	54
4.12. Gegenüberstellung der aus $K_Q$ errechneten und der gemessenen CTOD-Werte. . . . .	56
5.1. Vergleich der Zugfestigkeiten aus dem Zugversuch mit den aus der gemessenen Härte ermittelten. . . . .	60

# Literaturverzeichnis

- [1] Gerd Lütjering and James C. Williams. *Titanium*. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, second edition, 2007.
- [2] R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev, and I.V. Alexandrov. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation. *Progress in Material Science*, 45(2):103–189, 2000.
- [3] A. Azushima, R. Kopp, A. Korhonen, D.Y. Yang, F. Micari, G.D. Lahoti, P. Groche, J. Yanagimoto, N. Tsuji, A. Rosochowski, and A. Yanagida. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. *CRIP Annals - Manufacturing Technology*, 57(2):716–735, 2008.
- [4] R. Pippan, S. Scheriau, A. Taylor, M. Hafok, A. Hohenwarter, and A. Bachmaier. Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation. *Annual Review of Materials Research*, 40:319–343, 2010.
- [5] C. Leyens and M. Peters. *Titanium and Titanium Alloys*. Wiley VCH Verlag GmbH und Co. KgaA, Weinheim, 2003.
- [6] R.Z. Valiev and T.G. Langdon. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement. *Progress in Materials Science*, 51(7):881–981, 2006.
- [7] N. Hansen and F.R. Mehl. New discoveries in deformed metals. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 32(12):2917–2935, 2001.
- [8] N. Hansen and D. Kuhlmann-Wilsdorf. Low energy dislocation structures due to

- unidirectional deformation at low temperatures. *Materials Science and Engineering*, 81(C):141–161, 1986.
- [9] G. Winther, X. Huang, and N. Hansen. Crystallographic and macroscopic orientation of planar dislocation boundaries - Correlation with grain orientation. *Acta Materialia*, 48(9):2187–2198, 2000.
- [10] F.J. Humphreys and M. Hatherly. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. Pergamon Oxford UK, first edition, 1995.
- [11] M. Hafok and R. Pippan. High-pressure torsion applied to nickel single crystals. *Philosophical Magazine*, 88(12):1857–1877, 2008.
- [12] H.W. Zhang, X. Huang, and Hansen. Evolution of microstructural parameters and flow stresses toward limits in nickel deformed to ultra-high strains. *Acta Materialia*, 56(19):5451–5465, 2008.
- [13] B. Yang, H. Vehoff, A. Hohenwarter, M. Hafok, and R. Pippan. Strain effects on the coarsening and softening of electrodeposited nanocrystalline Ni subjected to high pressure torsion. *Scripta Materialia*, 58(9):790–793, 2008.
- [14] T. Hebesberger, H.P. Stüwe, A. Vorhauer, F. Wetscher, and R. Pippan. Structure of Cu deformed by high pressure torsion. *Acta Materialia*, 53(2):393–402, 2005.
- [15] R. Pippan, F. Wetscher, M. Hafok, A. Vorhauer, and I. Sabirov. The limits of refinement by severe plastic deformation. *Advanced Engineering Materials*, 8(11):1046–1056, 2006.
- [16] A.P. Zhilyaev and T.G. Langdon. Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications. *Progress in Materials Science*, 53(6):893–979, 2008.
- [17] K. Oh-ishi, Z. Horita, D.J. Smith, R.Z. Valiev, M. Nemoto, and T.G. Langdon. Fabrication and thermal stability of a nanocrystalline Ni-Al-Cr alloy: Comparison with pure Cu and Ni. *Journal of Materials Research*, 14(11):4200–4207, 1999.

- 
- [18] A. Bachmaier, M. Hafok, and R. Pippan. Rate independent and rate dependent structural evolution during severe plastic deformation. *Materials Transactions*, 51(1):8–13, 2010.
- [19] A. Vorhauer and R. Pippan. On the onset of a steady state in body-centered cubic iron during severe plastic deformation at low homologous temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 39(2):417–429, 2008.
- [20] M. Hafok and R. Pippan. Post-shear deformation of high pressure torsion-deformed nickel under hydrostatic pressure. *Scripta Materialia*, 56(9):757–760, 2007.
- [21] M. Hafok and R. Pippan. Shear deformation of submicron-structured materials. *International Journal of Materials Research*, 98(4):283–289, 2007.
- [22] U.F. Kocks and H. Mecking. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case. *Progress in Material Science*, 48:171–273, 2003.
- [23] F. Montheillet. *Moving grain boundaries during hot deformation of metals: dynamic recrystallisation. In Moving Interfaces in Crystalline Solids (CISM Courses and Lectures No. 453)*. New York: Springer, 2004.
- [24] F. Wetscher, R. Pippan, S. Sturm, F. Kauffmann, C. Scheu, and G. Dehm. TEM investigations of the structural evolution in a pearlitic steel deformed by high-pressure torsion. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 37(6):1963–1968, 2006.
- [25] Daniel Errandonea, Y. Meng, M. Somayazulu, and D. Häusermann. Pressure-induced  $\alpha$  to  $\omega$  transition in titanium metal: a systematic study of the effects of uniaxial stress. *Physica B*, 355(1-4):116–125, 2005.
- [26] M.P. Usikov and V.A. Zilbershtein. The Orientation Relationship between the  $\alpha$ - and  $\omega$ -Phases of Titanium and Zirconium. *Physica Status Solidi (A) Applied Research*, 19(1):53–58, 1973.

- 
- [27] Yoshikazu Todaka, Jun Sasaki, Takayuki Moto, and Minoru Umemoto. Bulk sub-microcrystalline  $\omega$ -Ti produced by high-pressure torsion straining. *Scripta Materialia*, 59(6):615–618, 2008.
- [28] I. Cvijovic-Alagic, Z. Cvijovic, S. Mitrovic, M. Rakin, D. Veljovic, and M. Babic. Tribological behaviour of orthopaedic ti-13nb-13zr and ti-6al-4v alloys. *Tribology Letters*, 40(1):59–70, 2010.
- [29] A. Hohenwarter and R. Pippan. Anisotropic fracture behavior of ultrafine-grained iron. *Materials Science and Engineering: A*, 527(10-11):2649–2656, 2010.
- [30] R. Pippan. Growth of short cracks under cyclic compression. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures*, 9(5):319–328, 1986.
- [31] R. Pippan. The length and the shape of cracks under cyclic compression: The influence of notch geometry. *Engineering Fracture Mechanics*, 31(4):715–718, 1988.
- [32] I. Cvijovic-Alagic. *Damage and Fracture Resistance of Titanium Based Alloys for Medical Application*. PhD thesis, University of Belgrade.
- [33] *ASTM E 399-90. Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials, Annual Book of ASTM Standards*, volume 03.01. American Society for Testing and Materials, 2004.
- [34] J. Stampfl, S. Scherer, M. Berchthaler, M. Gruber, and O. Kolednik. Determination of the fracture toughness by automatic image processing. *International Journal of Fracture*, 78(1):35–44, 1996.
- [35] J. Stampfl, S. Scherer, M. Gruber, and O. Kolednik. Reconstruction of surface topographies by scanning electron microscopy for application in fracture research. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 63(4):341–346, 1996.
- [36] M.F. Ashby. *Materials Selectin in Mechanical Design*. Butterworth-Heinemann, second edition, 1999.

- 
- [37] A. Hohenwarter and R. Pippa. Fracture toughness evaluation of ultrafine-grained nickel. *Scripta Materialia*, 64(10):982–985, 2011.
- [38] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Verlag, Berlin-Heidelberg, third edition, 2007.
- [39] Y.T. Zhu, Lowe T.C., and T.G. Langdon. Performance and applications of nanostructured materials produced by severe plastic deformation. *Scripta Materialia*, 51:825–830, 2004.