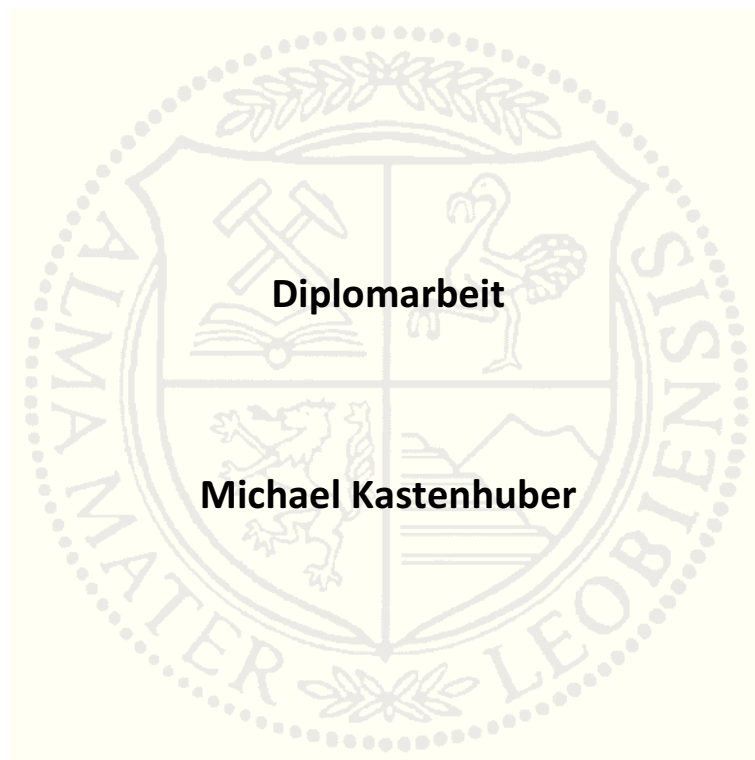


**Montanuniversität Leoben**

**Kurzzeitkriechverhalten intermetallischer  
TNM Titanaluminid-Legierungen**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben unter der Leitung von Frau Ass. Prof. Dr. Svea Mayer und Herrn Prof. Dr. Helmut Clemens in Kooperation mit der MTU Aero Engines GmbH, Deutschland, durchgeführt.

**Leoben, Mai 2013**

**Eidesstattliche Erklärung:**

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

Leoben, Mai 2013

A handwritten signature in black ink on a light yellow rectangular background. The signature is written in a cursive style and reads "Kastenhuber Michael".

(Kastenhuber Michael)

## Danksagung

Ich bedanke mich herzlich bei meinen Betreuern Frau Ass. Prof. Svea Mayer und Herrn Prof. Dr. Helmut Clemens, die mir diese Arbeit ermöglicht und mich unterstützt haben. Ich konnte durch sie viel Praxis und Wissen sammeln, welches mir in meiner zukünftigen beruflichen Laufbahn eine große Hilfe sein wird.

Weiters möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Ing. Emanuel Schwaighofer für seine Zeit und Geduld bedanken, die er mir bei meinen zahlreichen Fragen entgegengebracht hat. Durch seine Erfahrung konnte ich mich ideal auf meine Diplomarbeit vorbereiten und so diese zielstrebig durchführen. Auch bei meinen anderen Kollegen der TiAl-Gruppe, Herrn Dipl.-Ing. Martin Schloffer, Herrn Dipl.-Ing. Robert Werner und Frau Dipl.-Ing. Andrea Gaitzenauer, bedanke ich mich ebenfalls für das gute Arbeitsklima und die tatkräftige Unterstützung.

Herrn Gerhard Hawranek danke ich für die zahlreichen Aufnahmen am Rasterelektronenmikroskop, die für meine Arbeit sehr wichtig waren.

Der MTU Aero Engines GmbH, Deutschland, im Besonderen Herrn Dr. Wilfried Smarsly, sei gedankt für die Kooperation, die Finanzierung und das entgegengebrachte Vertrauen.

Bei meiner Familie bedanke ich mich für die finanzielle und mentale Unterstützung meines Studiums und für das Vertrauen auf diesem wichtigen Weg. Bei meiner Freundin Anna Kugler für das Verständnis, die Geduld und die Motivation, um es mit Erfolg abzuschließen.

Meinen Kollegen und Freunden sei gedankt für die Unterstützung bei den zahlreichen Prüfungen und die schöne Studienzzeit.

# Inhaltsverzeichnis

	Seite
<b>Abkürzungsverzeichnis .....</b>	<b>iii</b>
<b>1 Einleitung .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Theoretische Grundlagen .....</b>	<b>3</b>
2.1 Das TNM Legierungssystem .....	3
2.1.1 Phasendiagramm und Umwandlungstemperaturen .....	3
2.1.2 Einfluss der Legierungselemente .....	4
2.1.3 Mikrostrukturelle Einflussgrößen auf die mechanischen Eigenschaften .....	6
2.1.4 Zellulare Reaktion .....	7
2.2 Kriechen .....	8
2.2.1 Kriechmechanismus: Power-Law-Kriechen.....	9
2.2.2 Auswertemethoden der Kriechversuche .....	10
2.2.3 Flächenanpassungsfunktion.....	11
2.2.4 Larson-Miller-Darstellung .....	13
<b>3 Experimentelles .....</b>	<b>15</b>
3.1 Untersuchte Legierungen .....	15
3.2 Herstellung der Legierungen .....	15
3.3 Wärmebehandlungen .....	16
3.4 Probenpräparation.....	16
3.5 Quantitative Gefügeauswertung .....	18
3.6 Härteprüfung .....	20
3.7 Zugversuche .....	20
3.8 Kriechversuche.....	20
<b>4 Ergebnisse und Diskussion .....</b>	<b>22</b>
4.1 Gegossenes und heißisostatisch gepresstes Material .....	22
4.1.1 Charakterisierung Ausgangszustände .....	22
4.1.2 Kriechversuche .....	24
4.1.3 Aktivierungsenergien und Kriechexponenten mittels „klassischer“ Auswertemethoden .....	37
4.1.4 Aktivierungsenergien und Kriechexponenten mittels Flächen- anpassungsfunktion .....	39

4.1.5 Larson-Miller-Darstellung für 1 % Kriechdehnung .....	42
4.2 Wärmebehandeltes Material.....	44
4.2.1 Charakterisierung Ausgangszustände.....	44
4.2.2 Kriechversuche.....	45
4.2.3 Vergleich mit Guss/HIP .....	49
<b>5 Zusammenfassung und Ausblick.....</b>	<b>51</b>
<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>53</b>
<b>Anhang A: Charakterisierung Ausgangszustände .....</b>	<b>I</b>
<b>Anhang B: Kriechversuche .....</b>	<b>III</b>
<b>Anhang C: Charakterisierung Kriechproben.....</b>	<b>VII</b>
<b>Anhang D: Flächenanpassungsfunktion.....</b>	<b>XIV</b>

## Abkürzungsverzeichnis

$A$	Materialkonstante zur Beschreibung der Kriechrate
$A_1$	Materialkonstante für die Flächenanpassungsfunktion
Å	Angström = $10^{-10}$ m
AC	Air Cooling - Luftabkühlung
Al	Aluminium
$Al_2O_3$	Aluminiumoxid
$Al_4Ti_2$ bzw. $Al_2Ti_4$	Oktaederlücken in $\gamma$ -TiAl umgeben von $Al_x$ - und $Ti_y$ -Atomen
at.%	Atomprozent
$\alpha$	Konstante zur Beschreibung des Verhältnisses zwischen der äußeren und inneren Spannung
$\alpha_2$ -Ti <sub>3</sub> Al	geordnete intermetallische Phase mit DO <sub>19</sub> -Struktur
$\alpha$ -Ti(Al)	ungeordnete Phase mit hexagonalem Gitter
$B$	Materialkonstante zur Beschreibung der Kriechrate
B	Bor
$b$	Burgers-Vektor
$B_1$	Materialkonstante zur Beschreibung der Arrhenius-Funktion
BSE	Back Scattered Electrons – Rückstreuелеktronen
$\beta_o$ -TiAl	geordnete intermetallische Phase mit B2-Struktur
$\beta$ -Ti(Al)	ungeordnete Phase mit krz-Gitter
C	Kohlenstoff
°C	Grad Celsius
$C_1$	Larson-Miller-Konstante
Cr	Chrom
Cu	Kupfer
$d$	Durchmesser
$d_i$	Anfangsdurchmesser der Kriechprobe
$D$	Diffusionskoeffizient
$D_{core}$	temperaturabhängiger Versetzungskerndiffusionskoeffizient
$D_{core0}$	Versetzungskerndiffusionskonstante
$D_v$	temperaturabhängiger Volumendiffusionskoeffizient
$D_{v0}$	Volumendiffusionskonstante
$\dot{\epsilon}_{min}$	Minimale Kriechrate
$\dot{\epsilon}_s$	stationäre Kriechrate

$\epsilon_{ges}$	Gesamtdehnung bis zum Ende des Kriechversuchs
FC	Furnace Cooling - Ofenabkühlung
Fe	Eisen
FL	Vollamellares Gefüge
$G$	Schubmodul
$G(T)$	Temperaturabhängiger Schubmodul
$G_0$	Schubmodul bei RT
$g_1, g_2$	Werkstoffparameter zur Beschreibung von $G(T)$
glob	globular
Guss/HIP	gegossen und heißisostatisch gepresst
$\gamma$ -TiAl	geordnete intermetallische Phase mit $L1_0$ -Struktur
°	Grad
$h$	hours - Stunden
HIP	Hot Isostatic Pressing – heißisostatisches Pressen
HT	Hochtemperatur
HV10	Härte nach Vickers mit 98.1 Newton Belastung
J	Joule
$k$	Boltzmann-Konstante $1.38 \cdot 10^{-23}$ J/K
K	Kelvin
KG	Korngrenze
krz	kubisch-raumzentriert
kV	Kilovolt
$K_\alpha$	Charakteristische Röntgenstrahlung
$L$	Länge
$L_0$	Anfangsmesslänge der Kriechprobe
$L_1, L_2$	Trennlängen der Proben
LaB <sub>6</sub>	Lanthanhexaborid
lam	lamellar
lins	linsenförmig
LMP	Larson-Miller-Parameter
m.%	Massenprozent
mA	Milli-Ampere
min	minutes - Minuten
Mo	Molybdän
mol	Stoffmenge
MPa	Mega-Pascal

$\mu\text{m}$	Mikrometer
$n$	Spannungs- bzw. Kriechexponent
Nb	Niob
NL $\beta$	Nahezu lamellares Gefüge mit $\beta$ -Phase
NL $\gamma$	Nahezu lamellares Gefüge mit $\gamma$ -Phase
$\omega$	Intermetallische Phase mit B8 <sub>2</sub> -Struktur
$Q$	Aktivierungsenergie für Kriechen
$Q_{core}$	Aktivierungsenergie für Versetzungskernndiffusion
$Q_{sd}$	Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion
$Q_v$	Aktivierungsenergie für Volumendiffusion
$R$	Allgemeine Gaskonstante (8.314 J/mol)
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
$\bar{\rho}$	Maximaler zeitlicher Mittelwert der Versetzungsdichte
$\rho_{max}$	Maximale Versetzungsdichte
s	Sekunde
sek	sekundär
Si	Silicium
SiC	Siliciumkarbid
$\sigma$	Spannung
$t$	time – Zeit
$t_{ges}$	Gesamtzeit bis zum Abbruch des Kriechversuchs
2Theta	Bragg- bzw. Beugungswinkel
Ti	Titan
Ti <sub>2</sub> AlC (H-Phase)	hexagonale Karbidphase
Ti <sub>3</sub> AlC (P-Phase)	kubische Karbidphase mit Perowskit-Struktur
Ti <sub>6</sub> -Oktaederlücken	Oktaederlücken umgeben von 6 Titan-Atomen
TiAl	Titanaluminid
TNM	Titanaluminid-Legierung mit Gehalt an Nb und Mo
TNM <sup>+</sup>	TNM-Legierung mit weiteren Legierungselementen (C, Si etc.)
TN1.5Mo+0.5C	TNM <sup>+</sup> -Legierung mit 1.5 at.% Mo und 0.5 at.% C
TNM+0.3C+0.3Si	TNM <sup>+</sup> -Legierung mit je 0.3 at.% C und Si legiert
$T_\beta$	$\beta$ -Transus-Temperaur
$T_{eut}$	eutektoide Reaktionstemperatur
$T_{\gamma solv}$	$\gamma$ -Solvus-Temperatur
$\Theta$	Temperaturkompensierter Zeitparameter



---

V	Vanadium
VAR	Vacuum-Arc-Remelting – Vakuum-Lichtbogen-Umschmelzen
VIM	Vacuum-Induction-Melting – Vakuum-Induktions-Aufschmelzen
vol.%	Volumsprozent
W	Wolfram
WBH	Wärmebehandlung
XRD	X-Ray-Diffraction - Röntgendiffraktometrie
ZR	Zellulare Reaktion

# 1 Einleitung

Intermetallische Titanaluminide eignen sich aufgrund ihrer Eigenschaften, wie geringe Dichte, gute Oxidationsbeständigkeit und hohe spezifische mechanische Eigenschaften, ideal als Hochtemperaturwerkstoffe im Bereich bei etwa 800 °C. Sie sollen in Zukunft bis zu dieser Temperatur die wesentlich schwereren Nickelbasislegierungen verdrängen [1,2]. Ein potentieller Kandidat von TiAl-Legierungen für Anwendungen im Bereich der Luftfahrt- und Automobilindustrie sind die TNM-Legierungen, welche zu den TiAl-Legierungen der 3. Generation gezählt werden [2]. TNM-Legierungen besitzen eine Grundzusammensetzung von  $\text{Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B}$  (in at.%). Die Anfangsbuchstaben von TiAl und der Legierungselemente Nb und Mo geben dieser Klasse von Legierungen ihren Namen. TNM-Legierungen erstarren über die kubisch-raumzentrierte  $\beta$ -Ti(Al)-Phase und nicht peritektisch, wodurch eine texturarme Mikrostruktur entsteht und dies zu isotropen Eigenschaften führt [3]. Bei Raumtemperatur besteht das Gefüge aus den geordneten Phasen  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al,  $\beta_o$ -TiAl und  $\gamma$ -TiAl. Der  $\beta/\beta_o$ -Phasenanteil sollte bei Temperaturen größer 1000 °C hoch sein, um eine gute Warmumformbarkeit zu gewährleisten. Dadurch können auch komplexere Strukturen, wie Turbinenschaufeln, über einen Schmiedeprozess hergestellt werden. Für eine ausreichende Kriechbeständigkeit bei 600-800 °C muss der  $\beta$ -Phasenanteil jedoch durch geeignete Wärmebehandlungen verringert werden [1,3,4]. Um die Kriechbeständigkeit von nominellen TNM-Legierungen noch weiter zu erhöhen, wurden die sogenannten TNM<sup>+</sup>-Legierungen entwickelt. TNM<sup>+</sup> bezeichnet TNM-Legierungen, welche mit weiteren Elementen, wie Kohlenstoff und/oder Silicium, legiert sind. Durch diese Elemente soll die Versetzungsmobilität eingeschränkt werden, um die mögliche Einsatztemperatur von TNM-Legierungen weiter zu erhöhen, die derzeit für Langzeiteinsätze mit ca. 750 °C begrenzt ist.

Das Ziel dieser Arbeit war es, das Potential von TNM<sup>+</sup>-Legierungen hinsichtlich Erhöhung der Einsatztemperatur durch Steigerung der Kriechbeständigkeit gegenüber einer konventionellen TNM-Legierung zu ermitteln. Dazu wurden Kriechversuche im Bereich von 750 bis 815 °C im Spannungsbereich von 100 bis 200 MPa durchgeführt. Verglichen wurde dabei gegossenes und heißisostatisch gepresstes Material (Guss/HIP) der Legierungen TNM, TNM+0.3C+0.3Si und TN1.5Mo+0.5C. Eine geschlossene mathematische Beschreibung der ablaufenden Kriechmechanismen wurde mit Hilfe einer Flächenanpassungsfunktion durchgeführt. Der Plan war es dabei, eine breite Vorhersage über das Kriechverhalten machen zu können, ohne viele zeitaufwändige Versuche durchführen zu müssen. Ebenso sollte dabei eine alternative Möglichkeit zu den bekannten „klassischen“

Auswertemethoden, wie Arrhenius-Auftragung zur Bestimmung der Aktivierungsenergie und Norton-Diagramm für den Kriechexponenten [5,6], entwickelt werden, um Auswertefehler von  $Q$  und  $n$  im Übergangsbereich verschiedener Kriechmechanismen zu vermeiden [7].

Zusätzlich wurde an den untersuchten Legierungen das Hochtemperaturpotential feinelamellarer Gefüge untersucht, welche über eine gezielte Wärmebehandlung eingestellt wurden. Die Idee bestand darin die Kriechbeständigkeit des groblamellaren Guss/HIP-Materials durch den engeren Abstand der  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellen noch weiter zu verbessern [8]. Die Kriechversuche wurden hier bei 815 °C durchgeführt und die Ergebnisse den Kriecheigenschaften des Guss/HIP-Materials gegenübergestellt.

Zur Beurteilung der mikrostrukturellen Einflussgrößen und zur Beurteilung von Gefügeänderungen wurde Rasterelektronenmikroskopie in Kombination mit Röntgendiffraktometrie vor und nach den Kriechversuchen angewendet. Unterstützend dazu wurden Härteprüfungen nach Vickers durchgeführt. Die für die Flächenanpassungsfunktion notwendigen Zugversuchskennwerte wurden vom Lehrstuhl Metallkunde und Werkstoffprüfung der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus, Deutschland, im Rahmen des BMBF-Projekts 03X3530A geprüft und zur weiteren Verwendung zur Verfügung gestellt.

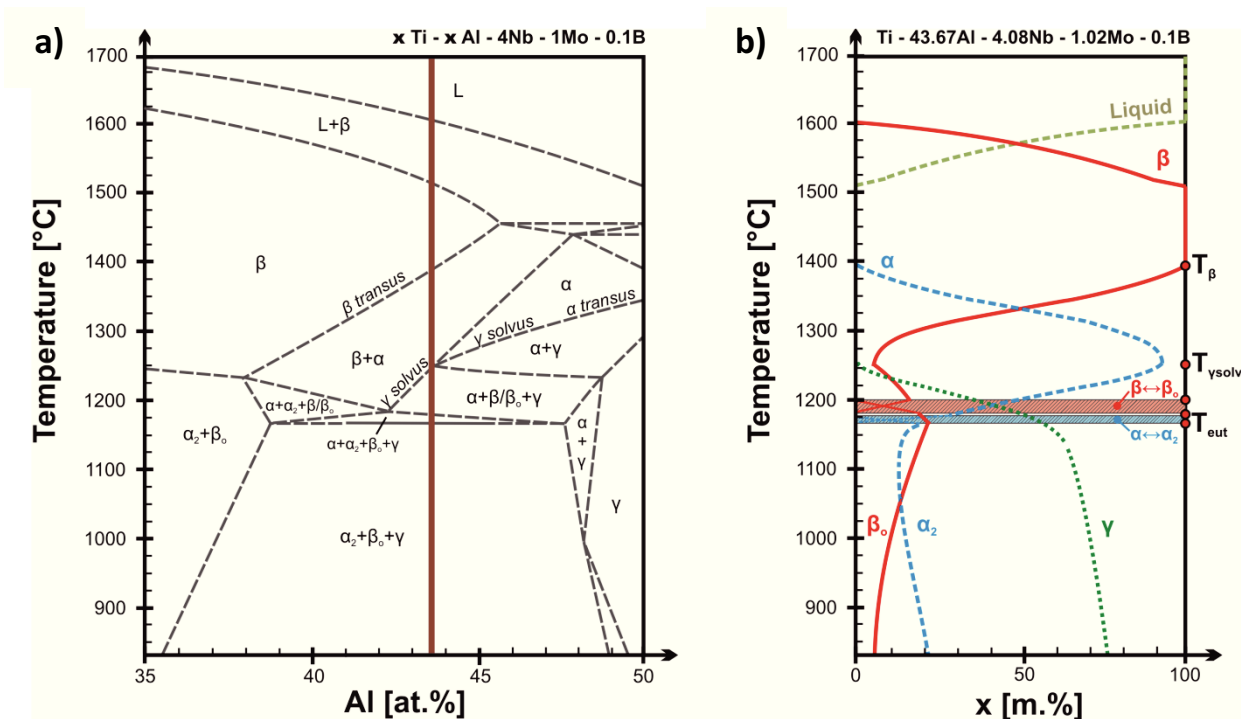
## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 Das TNM Legierungssystem

TNM ist die Kurzbezeichnung einer  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierung mit der nominellen Zusammensetzung von Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B (in at.%). Sie besitzt eine geringe Dichte von  $4.1 \text{ g/cm}^3$ . Die Legierung ist über einer Temperatur von  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  konventionell und isotherm schmiedbar. Bei einer Einsatztemperatur von  $600$  bis ca.  $800 \text{ }^\circ\text{C}$  besitzt sie eine hohe Oxidationsbeständigkeit und gute mechanische Eigenschaften und ist deswegen ideal als Turbinenschaufelwerkstoff geeignet [1–3].

#### 2.1.1 Phasendiagramm und Umwandlungstemperaturen

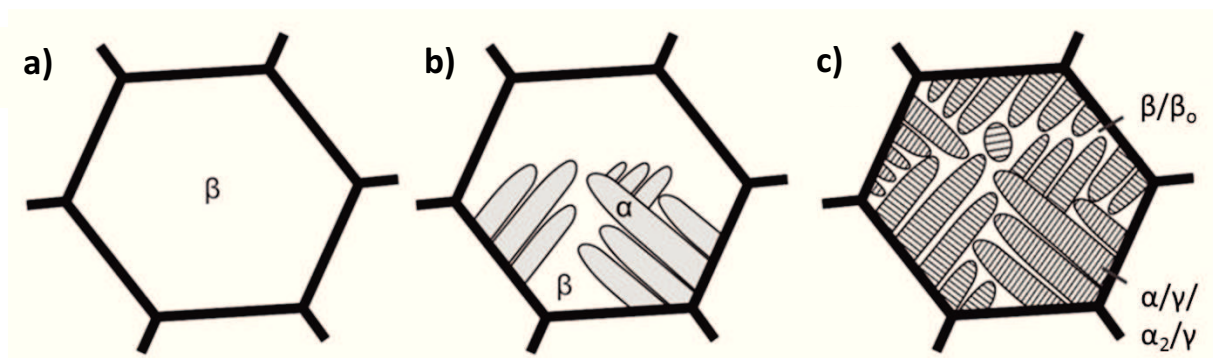
Das quasibinäre Phasendiagramm des TNM-Systems in Abhängigkeit des Al-Gehalts ist in Abb. 2.1a dargestellt. Die rot eingezeichnete Legierungszusammensetzung liegt bei einem Al-Gehalt von  $43.7 \text{ at.}\%$  und entspricht der in dieser Arbeit untersuchten TNM-Legierung.



**Abb. 2.1:** a) Quasibinäres Schnitt durch das TNM-System [9]. Die rot markierte Linie zeigt die TNM-Legierung mit  $43.7 \text{ at.}\%$  Al, b) Phasenanteile in Bezug auf die TNM-Zusammensetzung in a) [9].

TNM-Legierungen sind intermetallische TiAl-Legierungen, welche über die  $\beta$ -Phase erstarren. Aus dem Phasenverlauf in Abb. 2.1b ist die Erstarrung der TNM-Legierung über die  $\beta$ -Phase

ersichtlich. Die Gefügeentwicklung bei der Erstarrung über die  $\beta$ -Phase ist schematisch in Abb. 2.2 dargestellt. Aufgrund des Al-Gehalts und den hohen Anteilen an  $\beta$ -stabilisierenden Elementen Nb und Mo findet keine peritektische Reaktion statt, wie es bei TiAl-Legierungen mit Al-Gehalten größer 45 at.% üblich ist [10]. Das Seigerungsverhalten ist gering und es bildet sich keine signifikante Erstarrungstextur aus [3,10,11]. Unterhalb der  $\beta$ -Transustemperatur,  $T_{\beta}$ , beginnt sich die ungeordnete  $\alpha$ -Phase in den  $\beta$ -Körnern mit bestimmter Burgers-Orientierung zueinander auszubilden (Abb. 2.2b) [12–14]. Bei  $T_{\gamma\text{solv}}$  bildet sich die  $\gamma$ -TiAl-Phase, die sich lamellar in den stängelförmigen  $\alpha$ -Körnern ausscheidet (Abb. 2.2c). Die beiden Phasen nehmen zueinander die sogenannte Blackburn-Orientierungsbeziehung ein, wodurch es zur Bildung von  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien kommt [15]. Bei weiterer Abkühlung finden die Ordnungsumwandlung  $\beta \rightarrow \beta_o$ , im Bereich der eutektoiden Temperatur  $T_{eut}$  die Ordnungsumwandlung  $\alpha \rightarrow \alpha_2$  statt. Des Weiteren scheiden sich in der  $\beta_o$ -Phase  $\gamma$ -Körner aus, die sich während der Abkühlung je nach Abkühlgeschwindigkeit globular oder linsenförmig ausbilden [14,16]. Unterhalb von 800 °C ändern sich die Phasenanteile bis zur Raumtemperatur nur mehr geringfügig. Das Gefüge besteht demnach aus lamellaren  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien, globularen  $\gamma$ -Körnern und geringen Anteilen an  $\beta_o$ -Phase.



**Abb. 2.2:**  $\beta$ -Erstarrung der TNM-Legierungen nach [10]: a) Bildung des  $\beta$ -Einphasengefüges. Für die Größe der  $\beta$ -Körner ist das zulegierte B und die Erstarrungsbedingungen verantwortlich, b) Wachsen von stängelförmigen  $\alpha$ -Körnern ins  $\beta$ -Korn und c) Ausscheidung von  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha$ -Körnern.

### 2.1.2 Einfluss der Legierungselemente

Al ist das wichtigste Legierungselement. Es ist ein  $\alpha$ -Stabilisator und bildet mit Ti die charakteristischen intermetallischen Phasen  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al (DO<sub>19</sub>-Struktur),  $\gamma$ -TiAl (L1<sub>0</sub>-Struktur),  $\beta_o$ -TiAl (B2-Struktur). Duktilität und Oxidationsbeständigkeit steigen mit dem Al-Gehalt, die Festigkeit wird jedoch negativ beeinflusst [17]. Eine Erhöhung des Al-Gehalts von 43 auf 44 at.% führt weiters in der TNM-Legierung zu einer Steigerung der  $\alpha$ -Transustemperatur  $T_{\alpha}$  um 30 °C [18]. Über einem Gehalt von 45 at.% liegt man im Bereich der peritektischen Erstarrung [3,10,11].

Nb und Mo sind starke  $\beta$ -Stabilisatoren und verbessern die Warmumformbarkeit und Duktilität. Diffusionsprozesse werden durch Erhöhung der Aktivierungsenergie behindert und die Oxidationsbeständigkeit durch dichtere Deckschichtbildung, besonders durch Nb, verbessert [17,19,20]. Beide Elemente wirken als Mischkristallverfestiger und steigern somit die Kriechbeständigkeit und Festigkeit, solange der Anteil an  $\beta_o$ -Phase nicht zu groß wird [17,21]. Nb reduziert zusätzlich die Stapelfehlerenergie in  $\gamma$ -TiAl. Dies behindert die Versetzungsbewegung und führt zu mechanischer Zwillingsbildung [17]. Der Verteilungskoeffizient  $k_{\alpha\beta}$  von Mo ist allerdings im Vergleich viel höher als der von Nb, was sich in einer erhöhten Seigerungsneigung von Mo auswirkt [19].

B wird zulegiert, um das Korn zu feinen und die Mikrostruktur im Hochtemperaturbereich zu stabilisieren [17,22]. B bildet mit Ti Titanboride, bei Vorliegen von Nb und Mo auch Mischboride. Der Feinungsprozess findet während des Erstarrungsvorgangs  $L \rightarrow L + \beta \rightarrow \beta$  statt und führt in weiterer Folge zu einer Gefügefeinung während der  $\beta \rightarrow \alpha$  Reaktion [20,22].

C erhöht die Festigkeit und Kriechbeständigkeit. Er wirkt als Mischkristallhärter oder in Form von Ausscheidungen. Diese Ausscheidungen können die kubische  $Ti_3AlC$ -Perowskit-Phase (P-Phase) oder die hexagonale  $Ti_2AlC$ -Phase (H-Phase) sein, die sich abhängig von Wärmebehandlung und Auslagerung bilden [23]. Die größte Löslichkeit für C in hoch Nb-haltigen TiAl-Legierungen besitzt die  $\alpha_2$ -Phase, gefolgt von der  $\gamma$ -Phase [23,24]. Es wird spekuliert, dass die beobachteten C-Cottrell-Wolken bevorzugte Bereiche für eine Ausscheidungsbildung sind, die nach längeren Auslagerungsglühungen auftreten. Einen wesentlichen Einfluss auf die Löslichkeit in der  $\gamma$ -Phase Nb-legierter  $\gamma$ -TiAl-Legierungen hat das Ti/Al-Verhältnis, wobei ein höherer Ti- als Al-Gehalt (Ti:Al Verhältnis größer 1:1) die C-Löslichkeit erhöht. Die Ursache für die höhere Löslichkeit in der  $\alpha_2$ -Phase gegenüber der  $\gamma$ -Phase ist das Vorliegen von  $Ti_6$ -Oktaederlücken. Die Oktaederlücken binärer  $\gamma$ -TiAl-Legierungen werden aus Al- und Ti-Atomen gemischt gebildet,  $Al_4Ti_2$  bzw.  $Al_2Ti_4$  [24]. Zulegiertes Nb besetzt bevorzugt Ti-Gitterplätze in der  $\gamma$ -Phase und verdrängt Ti auf das Al-Untergitter. Diese gebildeten Antisite-Defekte bewirken, dass auch in der  $\gamma$ -Phase  $Ti_6$ -Oktaederlücken auftreten, wodurch die C-Löslichkeit erhöht wird [24,25]. Wie in [24,26] für geHIPte Ti-45Al-5Nb gezeigt, liegt C bis zu einem Gehalt kleiner als 0.75 at.% gelöst und nicht in Form von Karbiden vor. Bei C-legierten TNM-Legierungen liegt die Löslichkeit im Guss/HIP-Gefüge bei größer 0.75 at.% [27]. Nach längeren Wärmebehandlungen bzw. Kriechversuchen können jedoch auch schon bei niedrigeren C-Gehalten Karbidausscheidungen beobachtet werden. C behindert außerdem die Bildung von  $\omega$ -Phase, die sich durch ihre Sprödigkeit

negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt [28]. C wirkt als starker  $\alpha$ -Stabilisator und erhöht die eutektoide Temperatur [27,29]. Ein weiterer Einfluss eines hohen C-Gehalts in TNM-Legierungen ist die Veränderung des Erstarrungspfad auf eine peritektische Erstarrung, welche zu Seigerungen und Grobkornbildung führt [16,27]. Das Gefüge kann bei peritektischer Erstarrung nicht mehr über die ( $\beta \rightarrow \alpha$ )-Umwandlung gefeint werden. Der Erstarrungspfad von höher C-legierten TNM-Legierungen kann durch Zugabe von zusätzlichen Anteilen an  $\beta$ -stabilisierenden Elementen, wie z. B. Nb oder Mo, zur  $\beta$ -Erstarrung zurückgeführt werden, dass wieder feinkörnige und seigerungsarme Gefüge eingestellt werden. Diese kompensieren zusätzlich die versprödende Wirkung von C und können zu einer Erhöhung der Duktilität beitragen [16].

Si erhöht wie C die RT-Festigkeit durch Mischkristallverfestigung [30]. Bei höheren Temperaturen können sich  $Ti_5Si_3$ -Ausscheidungen bilden, die sich zwischen den  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellen einlagern und dort als Hindernisse für Versetzungen wirken [31]. Die Kombination mit C bringt aufgrund der Silizide und Karbide einen Feinungsmechanismus für die Lamellen mit sich [30]. Diese Mechanismen führen zu einer verbesserten Kriechbeständigkeit [31]. Si verbessert auch die Oxidationsbeständigkeit, indem es die Al-Aktivität zur  $Al_2O_3$ -Schichtbildung fördert [32].

### 2.1.3 Mikrostrukturelle Einflussgrößen auf die mechanischen Eigenschaften

TNM-Legierungen können drei verschiedene Gefügearten aufweisen: nahezu lamellar  $\beta$  (NL  $\beta$ ), nahezu lamellar  $\gamma$  (NL  $\gamma$ ), und volllamellar (FL). Allgemein zeigt grobkörniges, volllamellares Gefüge hohe Bruchzähigkeiten und die beste Kriechbeständigkeit, aber niedrige RT-Duktilität und Festigkeiten [21]. Feinkörnige NL  $\beta$ -Gefüge haben hohe Kriechbeständigkeiten, aber bei verhältnismäßig geringer Duktilität [18].

Ein volllamellares Gefüge besteht nur aus  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien und kann in TNM-Legierungen aufgrund des hohen Anteils an  $\beta$ -stabilisierenden Elementen nicht vollständig erreicht werden. Es bleiben in der Regel immer  $\beta_o$ -Reste an den Koloniegrenzen [18], die sich mit zunehmendem Gehalt negativ auf die Kriechbeständigkeit auswirken [4]. Bei der Einstellung dieses Gefüges durch Wärmebehandlung im  $\alpha$ -Einphasengebiet, sofern dieses auftritt, kann es zu starkem Kornwachstum und zum Abfall der RT-Duktilität kommen [16,21,33].

NL  $\beta$  Gefüge, wie es die für diese Arbeit wärmebehandelten Legierungen besitzen, werden durch Lösungsglühung im ( $\alpha+\beta$ )-Phasenfeld erzeugt. NL  $\gamma$  Gefüge, wie es das Guss/HIP-Gefüge ist, können durch Kurzzeitglühungen im  $\alpha$ -Einphasenfeld oder zeitunabhängige

Glühungen im  $(\alpha+\gamma)$ - bzw.  $(\alpha+\beta+\gamma)$ -Gebiet eingestellt werden [16]. Mit steigendem Anteil an globularer  $\gamma$ -Phase kann die Duktilität erhöht werden, jedoch sinken Festigkeit, Kriechbeständigkeit und Bruchzähigkeit [18]. Einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat der Lamellenabstand  $\lambda_l$  in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien. Je feiner die Lamellen sind und umso geringer der Abstand ist, umso höher sind Bruchzähigkeit und Festigkeit. Es besteht eine Art der Hall-Petch-Beziehung, wobei die Grenzflächen zwischen den  $\alpha_2/\gamma$ - und  $\gamma/\gamma$ -Lamellen als Gleitwiderstände fungieren und zu einem Versetzungstau führen [4,34,35]. Dadurch wird auch die Kriechbeständigkeit verbessert, indem Versetzungsklettern in engeren Lamellen behindert wird [4].

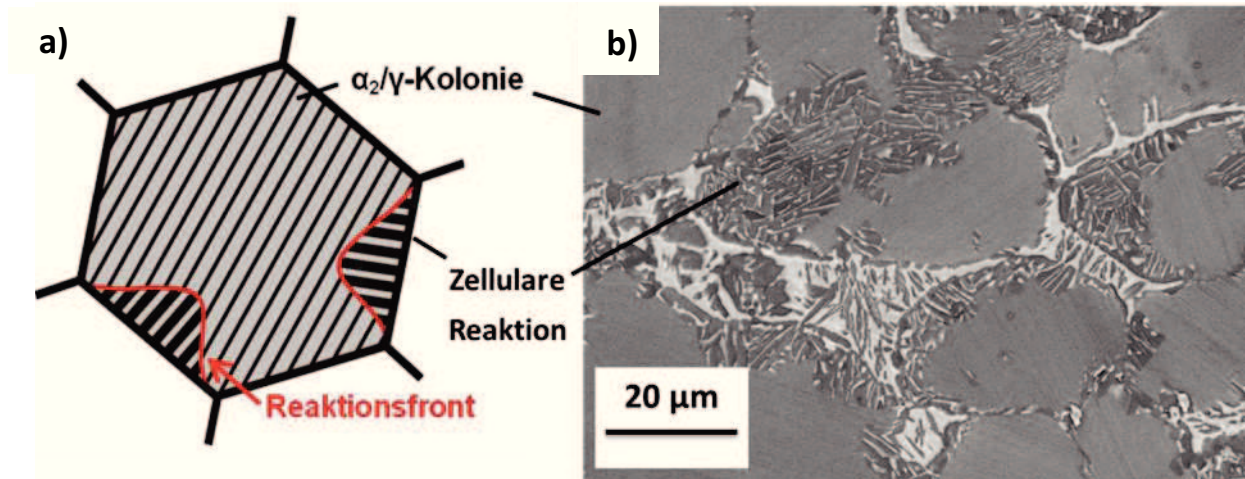
Nach Wärmebehandlungen und Kriechvorgängen unterhalb 800 °C kann die sogenannte  $\omega$ -Phase ( $B8_2$ -Struktur) auftreten, die sich in TNM-Legierungen aus der  $\beta_o$ -Phase über  $\beta_o \rightarrow \omega$  ausscheidet [28,36]. Die Reaktion ist diffusionskontrolliert und läuft bei Anlegen einer Spannung beschleunigt ab [28].

#### 2.1.4 Zellulare Reaktion

Die zellulare Reaktion tritt nach einer zweistufigen Wärmebehandlung im Temperaturbereich des  $(\alpha+\beta)$ - oder  $(\alpha+\beta+\gamma)$ -Phasengebiets mit anschließender Luftabkühlung und nachfolgender mehrstündiger Auslagerung unterhalb der eutektoiden Temperatur auf (Abb. 2.3) [14,16]. Die zellulare Reaktion, die bei den beschriebenen Wärmebehandlungen auftritt, ist in Abb. 2.3a schematisch dargestellt. Abbildung 2.3b zeigt eine REM-Aufnahme im BSE-Modus des Gefüges einer TNM-Legierung, die nach zweistufiger Wärmebehandlung große Bereiche mit zellulärer Reaktion aufweist. Die hohe Abkühlrate nach der ersten Stufe führt zu übersättigter  $\alpha_2$ -Phase, da die  $\gamma$ -Lamellenausscheidung unterdrückt wird [4,16]. Aufgrund des thermodynamischen Ungleichgewichts kommt es in der zweiten Wärmebehandlungsstufe zu einer Ausscheidung von feinen  $\gamma$ -Lamellen in der übersättigten  $\alpha_2$ -Phase, wodurch feinlamellare  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien entstehen [37]. Der Lamellenabstand stellt sich diffusionskontrolliert und damit abhängig von der Auslagerungstemperatur ein. Bei der Ausscheidung der feinen  $\gamma$ -Lamellen während der Auslagerung kommt es zusätzlich zu einer Entmischungsreaktion  $(\alpha_2 + \gamma)_{\text{Lamellar}} \rightarrow (\alpha_2 + \beta_o + \gamma)_{\text{Zellular}}$ , die von den Koloniegrenze ausgeht [4,18]. Die Triebkraft für diese Reaktion kommt aus der hohen Oberflächenenergie durch die Bildung des feinlamellaren Gefüges [37]. Bei der zellulären Reaktion verschiebt sich die Grenzfläche ausgehend von der Koloniegrenze, wobei sich die feinlamellaren Kolonien zersetzen [16]. Zusätzlich tritt eine Vergrößerung links der Reaktionsfront auf und die ursprüngliche kristallographische Orientierungsbeziehung ist nicht mehr gegeben [14,16,37]. Die zellulare Reaktion führt zu



einer Abnahme der Festigkeit sowie zu einer Erhöhung der Duktilität und Kriechrate [37,38]. Der negative Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften ist vermutlich auf das Aufzehren der feinen Lamellen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien zurückzuführen.



**Abb. 2.3:** Zellulare Reaktion: a) Schematische Darstellung nach [16], b) REM-Aufnahme einer TNM-Legierung nach Wärmbehandlung bei 1340°C/15min/AC und Auslagerung bei 1000°C/1h/FC mit zellularen Reaktionsbereichen.

## 2.2 Kriechen

Grundlegende Informationen über das Kriechen sind in [5,6] zu finden und sollen hier nicht weiter besprochen werden. Die Kriechverformungsmechanismen, die in technischen Werkstoffen auftreten, können nach [5,6] unterteilt werden in:

### Versetzungskontrolliertes Kriechen

- **Versetzungsgleiten:** Dieser Mechanismus tritt vor allem bei hohen Spannungen ( $\sigma/G > 10^{-2}$ ) auf. Die Versetzungen bewegen sich entlang ihrer Gleitebenen und überwinden Hindernisse über mechanisch-thermische Aktivierung. Der Übergang von rein kletterkontrolliertem Kriechen zu beginnender gleitender Bewegung wird als „Power-Law-breakdown“ beschrieben [5,6].
- **Versetzungskriechen:** Dieser ist der vorherrschende Mechanismus bei mittleren Spannungen ( $10^{-4} < \sigma/G < 10^{-2}$ ). Versetzungskriechen ist gekennzeichnet durch die Bewegung von Versetzungen, die Hindernisse thermisch aktiviert durch sogenanntes Klettern überwinden. Gitterdiffusion über Leerstellen und/oder die Diffusion von interstitiellen Atomen spielen dabei eine wichtige Rolle. Der Spannungs- bzw. Kriechexponent variiert zwischen 3 und 8. Bezeichnet wird dieser Vorgang auch als „Power-Law-creep“ [5,6].

- Harper-Dorn-Kriechen: Bei niedrigen Spannungen kann außer dem Diffusionskriechen auch diese Sonderform des Power-Law-Kriechmechanismus auftreten. Korngrenzen- bzw. Grenzflächengleiten bestimmen hier die Kriechrate. Er zeichnet sich durch eine lineare Abhängigkeit der minimalen Kriechrate von der Spannung aus. Der Kriechexponent  $n$  liegt wie beim Diffusionskriechen im Bereich von 1. Die Aktivierungsenergie ist dabei in der Größenordnung der Selbstdiffusion im Gitter. Harper-Dorn-Kriechen ist aber unabhängig von der Korngröße und die Versetzungsdichte bleibt konstant in Abhängigkeit der Spannung [7].

### Diffusionskontrolliertes Kriechen

In diesem Bereich, der bei sehr niedrigen Spannungen auftritt ( $\sigma/G < 10^{-4}$ ), ist das Wandern von Leerstellen durch den Kristall unter dem Einfluss der angelegten Spannung maßgebend. Die Unterteilung erfolgt je nach Temperatur in Nabarro-Herring- und Coble-Kriechen [5,6].

#### 2.2.1 Kriechmechanismus: Power-Law-Kriechen

Versetzungskriechen im Power-Law-Kriechbereich ist der vorherrschende Mechanismus in den untersuchten TNM-Legierungen bei den für diese Arbeit gewählten Kriechparametern, weshalb auf diesen Mechanismus genauer eingegangen wird. Im Power-Law-Kriechen ist das Versetzungskriechen der kriechratenkontrollierende Mechanismus [5,7]. Träger der plastischen Verformung sind Versetzungen, die sich durch Gleiten und Klettern fortbewegen, welches von Leerstellendiffusion unterstützt wird [5,6]. Die Bewegung setzt sich aus schnell ablaufenden Gleitschritten und langsam ablaufenden Kletterschritten zusammen [5]. Im Bereich der stationären Kriechrate (sekundärer Bereich) herrscht ein Gleichgewicht zwischen den verfestigenden und erholenden Vorgängen, d.h. es werden durch Dehnung gleich viele Versetzungen erzeugt, wie durch Umordnung und Annihilation wieder ausgelöscht werden [6]. Die langsamen Kletterschritte bewirken die Auslöschung der Versetzungen [5]. Da das Versetzungsklettern Leerstellendiffusion bzw. Diffusion von interstitiell gelösten Atomen voraussetzt, stellt Atomdiffusion den geschwindigkeitsbestimmenden Teilschritt des Kriechens dar [6]. Die Versetzungsdichte kann sich im primären Kriechbereich also soweit erhöhen, bis im sekundären Bereich ein Gleichgewicht zwischen der außen angelegten Spannung  $\sigma_a$  und den durch die Versetzungen verursachten inneren Spannungen  $\sigma_i$  entsteht [5]:

$$\sigma_a \approx \sigma_i = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho_{max}} \quad (2.1)$$

Die Versetzungsdichte nimmt aufgrund des dynamischen Gleichgewichts einen maximalen zeitlichen Mittelwert  $\bar{\rho}$  an [5]:

$$\bar{\rho} = \rho_{max} = \frac{1}{(\alpha \cdot b)^2} \cdot \left(\frac{\sigma_i}{G}\right)^2 \approx \frac{4}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma_a}{G}\right)^2 \quad (2.2)$$

Der Kriechexponent  $n$  kann im Power-Law-Kriechen Werte zwischen 3 und 8 annehmen [6]. Die stationäre Kriechrate  $\dot{\epsilon}_s$  bzw. minimale Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{min}$  kann allgemein über das Norton'sche Kriechgesetz beschrieben werden [5,6]:

$$\dot{\epsilon}_s = A \cdot \frac{D_v \cdot G \cdot b}{k \cdot T} \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (2.3)$$

wobei  $A$  eine Materialkonstante darstellt. Mit dem Diffusionskoeffizienten  $D_v$

$$D_v = D_0 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.4)$$

und der Annahme, dass der Schubmodul  $G$  konstant über die Temperatur ist, verändert sich die Gleichung 2.3 zu [6]:

$$\dot{\epsilon}_s = B \cdot \sigma^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.5)$$

bzw. normiert auf den Schubmodul nach [7] zu:

$$\dot{\epsilon}_s = B \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \cdot \exp\left(-\frac{Q}{k \cdot T}\right) \quad (2.6)$$

mit

$$B = A \cdot \frac{D_0 \cdot G \cdot b}{k \cdot T} \quad (2.7)$$

$B$  stellt wiederum eine Materialkonstante dar und  $Q$  repräsentiert die Aktivierungsenergie für das Kriechen. Gleichung 2.5 gilt für TNM-Legierungen in dieser allgemeinen Form nur bedingt, da der Schubmodul  $G$  im untersuchten Temperaturbereich sehr stark von der Temperatur abhängt. Zusätzlich nimmt der Diffusionskoeffizient einen komplexeren Term an und die Versetzungsdichte ist nicht konstant. Genauer wird in Kapitel 2.2.3 besprochen.

## 2.2.2 Auswertemethoden der Kriechversuche

### Bestimmung des Kriechexponenten $n$

Der Kriechexponent  $n$  wird durch lineare Auftragung der Gleichung 2.5 in logarithmischer Form ermittelt [5]:

$$\log \dot{\epsilon}_s = \log\left(B \cdot \exp\left(-\frac{Q_{sd}}{k \cdot T}\right)\right) + n \cdot \log \sigma \quad (2.8)$$

Die stationären bzw. minimalen Kriechraten werden dabei für jede zugehörige Spannung bei konstanter Temperatur aufgetragen. Für eine bestimmte Temperatur ist der erste Term in Gleichung 2.8 konstant. Die Steigung der Geraden entspricht dem Kriechexponenten  $n$  [5,6].

### Bestimmung der Aktivierungsenergie $Q$

Die Temperaturabhängigkeit der stationären bzw. minimalen Kriechrate folgt einer Arrhenius-Exponentialfunktion [5]:

$$\dot{\epsilon}_s = B_1 \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (2.9)$$

Nach Logarithmieren ergibt sich der Ansatz zu:

$$\ln \dot{\epsilon}_s = \ln B_1 - \frac{Q}{R \cdot T} \quad (2.10)$$

Dabei ist  $B_1$  eine Funktion von Spannung und Werkstoffparametern. Für Reinmetalle entspricht  $Q$  in etwa der Aktivierungsenergie für Selbstdiffusion  $Q_{sd}$  [5,7]. Aus der Arrhenius-Auftragung  $\ln \dot{\epsilon}_s$  über  $1/T$  lässt sich die Steigung der Geraden ( $Q/R$ ) und daraus die Aktivierungsenergie bestimmen [5].  $R$  entspricht hier der allgemeinen Gaskonstante. Bei Legierungen und teilchenverstärkten Werkstoffen wird fast ausnahmslos ein höherer Wert für die Aktivierungsenergie ermittelt, als es der Selbstdiffusion entspricht. Da die Moduli temperaturabhängig sind, stellt sich mit konstanter Spannung und steigender Temperatur eine zunehmende Versetzungsdichte ein. Daher sollte man die Spannung auf  $G(T)$  beziehen. Bei der Bestimmung der Aktivierungsenergie muss für den betreffenden Temperaturbereich ein konstanter Spannungswert vorliegen.

### 2.2.3 Flächenanpassungsfunktion

Zur besseren Beschreibung des Kriechverhaltens und zur genaueren Bestimmung von Aktivierungsenergie und Kriechexponent wurde für die untersuchten TNM-Legierungen eine zweidimensionale Funktion, folgend als Flächenanpassungsfunktion bezeichnet, definiert. Ausgangspunkt für die Bestimmung der Variablen zur Bestimmung der minimalen Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{min}$  war Gleichung 2.3 aus Kapitel 2.2.1:

$$\dot{\epsilon}_s = A \cdot \frac{D_v \cdot G \cdot b}{k \cdot T} \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad (2.3)$$

Der Diffusionskoeffizient  $D$  setzt sich hier jedoch aus der Diffusion entlang von Versetzungskernen  $D_{core}$  und der Volumendiffusion  $D_v$  zusammen und wird als effektiver Diffusionskoeffizient  $D_{eff}$  bezeichnet [5,7,39]:

$$D_{eff} = D_v + a_c \cdot \rho \cdot D_{core} \quad (2.11)$$

Mit

$$a_c \approx 5 \cdot b^2 \quad [5] \quad (2.12)$$

$$\rho \approx \frac{10}{b^2} \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^2 \quad [39] \quad (2.13)$$

$$D_v = D_{v0} \cdot \exp\left(-\frac{Q_v}{R \cdot T}\right) \quad (2.14)$$

$$D_{core} = D_{core0} \cdot \exp\left(-\frac{Q_{core}}{R \cdot T}\right) \quad (2.15)$$

$$f = \frac{Q_{core}}{Q_v} \quad (2.16)$$

ergibt sich:

$$D_{eff} = D_{v0} \cdot \exp\left(-\frac{Q_v}{R \cdot T}\right) + 50 \cdot \left(\frac{\sigma}{G}\right)^2 \cdot D_{core0} \cdot \exp\left(-\frac{f \cdot Q_v}{R \cdot T}\right) \quad (2.17)$$

Dabei sind  $a_c$  die Querschnittsfläche des Versetzungskerns,  $\rho$  die Versetzungsdichte,  $b$  der Burgers-Vektor und  $Q_v$  bzw.  $Q_{core}$  die jeweiligen Aktivierungsenergien. Mit steigender Temperatur dominiert mehr die Volumendiffusion, bei konstanter Temperatur nimmt der Einfluss der Versetzungskerndiffusion mit steigender Spannung zu [5]. Die gesamte Aktivierungsenergie  $Q$  setzt sich vereinfacht wie folgt zusammen:

$$Q = Q_v + Q_{core} = Q_v + f \cdot Q_v \quad (2.18)$$

Durch einsetzen der Gleichung 2.17 in Gleichung 2.3 ergibt sich für die Flächenanpassungsfunktion:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot A_1 \cdot \frac{G(T) \cdot b}{k \cdot T} \cdot \left(\frac{\sigma}{G(T)}\right)^n \cdot \left[ D_{v0} \cdot \exp\left(-\frac{Q_v}{R \cdot T}\right) + 50 \cdot \left(\frac{\sigma}{G(T)}\right)^2 \cdot D_{core0} \cdot \exp\left(-\frac{f \cdot Q_v}{R \cdot T}\right) \right] \quad (2.19)$$

Der Verlauf des Schubmoduls über der Temperatur  $G(T)$  kann aus den HT-Zugversuchen (siehe Kapitel 4.1.4) ermittelt werden. Die allgemeine Form der Funktion ist:

$$G(T) = G_0 - g_1 \cdot \left(1 - \exp\left(-\frac{T}{g_2}\right)\right) \quad (2.20)$$

$G_0$  bezeichnet den Schubmodul bei RT,  $g_1$  und  $g_2$  sind Werkstoffparameter.  $A_1$  stellt eine Materialkonstante dar und wird über Gleichung 2.21 berechnet [39,40]:

$$\log A_1 \approx 3.01 \cdot (n - 2.7) \quad (2.21)$$

Aus Gleichung 2.19 kann somit eine dreidimensionale Darstellung der minimalen Kriechraten in Abhängigkeit von Spannung und Temperatur an Messpunkte angenähert werden. Daher ist eine Vorhersage des Kriechverhaltens innerhalb des betrachteten Parameterfeldes ( $T, \sigma$ ) durch Messung weniger Punkte möglich.

### 2.2.4 Larson-Miller-Darstellung

Zur Vorhersage des Langzeitkriechverhaltens kann die Larson-Miller-Darstellung gewählt werden. Ausgangspunkt ist der temperaturkompensierte Zeitparameter  $\theta$  der Sherby-Dorn-Gleichung:

$$\theta = t \cdot \exp\left(-\frac{Q}{R \cdot T}\right) \quad (2.22)$$

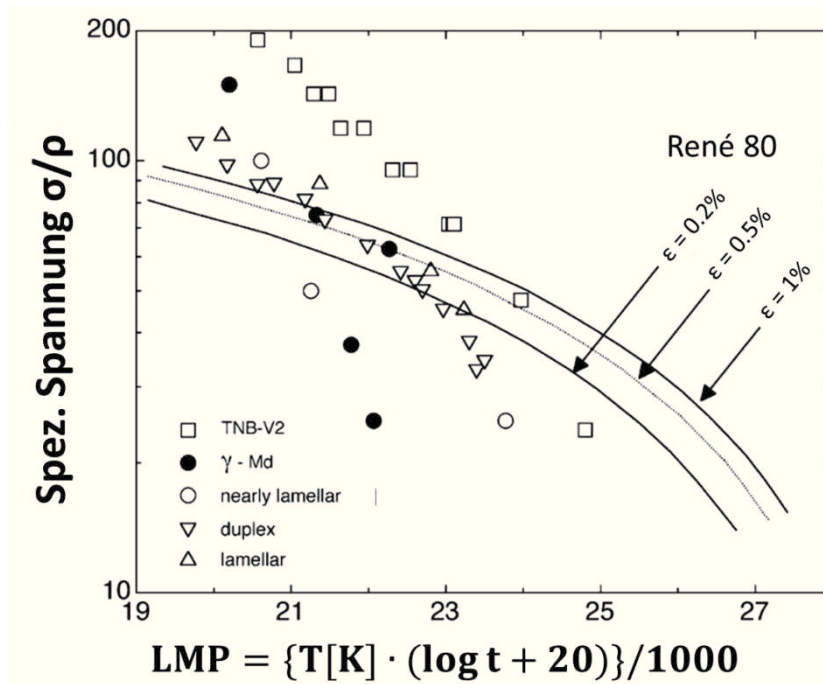
der logarithmiert wird zu:

$$\ln t = \ln \theta + \frac{Q}{R \cdot T} \quad (2.23)$$

Gleichung 2.23 ist linear entsprechend einer Arrhenius-Auftragung  $\ln t$  zu  $1/T$  (vgl. Kapitel 2.2.2), sofern der Parameter  $\theta$  und die Steigung  $Q/R$  nur von der Spannung abhängen. Der Zeitparameter  $t$  kann hier die Zeit bis zum Versagen oder bis zum Erreichen einer bestimmten Kriechdehnung (z.B. 1 %) sein. Der Betrag des Schnittpunkts der Geraden mit der  $(\ln t)$ -Achse bezeichnet die Larson-Miller-Konstante  $C_1$  und liegt bei den meisten Werkstoffen bei 46 (bzw. 20 bei  $\log$ -Auftragung [41,42]) [6]. Der Larson-Miller-Parameter  $LMP$  leitet sich daraus wie folgt ab [6]:

$$T \cdot (\ln t + C_1) = \frac{Q}{R} = LMP \quad (2.24)$$

Um eine Masterkurve erstellen zu können, werden für verschiedene Spannungen die Zeit-Temperatur Paare berechnet und in einem Larson-Miller-Diagramm dargestellt [6]. In Abb. 2.4 ist eine solche Masterkurve für TiAl-Legierungen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen und Mikrostrukturen im Vergleich mit einer Nickelbasislegierung aufgetragen [42]. Unter Berücksichtigung der Dichte ist dadurch eine Vergleichbarkeit zwischen unterschiedlichen Werkstoffen bzw. Werkstoffzuständen hinsichtlich Einsatzpotential möglich [6]. Man muss an dieser Stelle aber anmerken, dass eine Extrapolation zu langen Zeiten kritisch ist, da im Realfall eine mikrostrukturelle Änderung auftreten kann, die das Kriechverhalten gravierend beeinflussen könnte.



**Abb. 2.4:** Larson-Miller-Darstellung mit  $C_1 = 20$  für mehrere TiAl-Legierungen mit Kriechdehnung  $\varepsilon = 1\%$  im Vergleich zur Nickelbasislegierung René 80 nach [42]. TNB-V2: Ti-45Al-8Nb-0.2C (at.%), nearly lamellar;  $\gamma$ -Md: duplex; nearly lamellar: Ti-46.5Al-2Cr-2Nb-0.8Mo-0.2W-0.2Si (at.%); duplex: Ti-46.7Al-1.3Fe-1.1V-0.35B (at.%); lamellar: Ti-46.7Al-1.3Fe-1.1V-0.35B (at.%).

## 3 Experimentelles

### 3.1 Untersuchte Legierungen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden drei TiAl-Legierungen mit unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung untersucht. Eine TNM- und zwei TNM<sup>+</sup>-Varianten mit den Bezeichnungen TNM, TNM+0.3C+0.3Si und TN1.5Mo+0.5C. Die chemische Zusammensetzung der Legierungsvarianten ist in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

**Tab. 3.1:** Chemische Zusammensetzung der untersuchten Legierungen. In runde Klammern gesetzte Werte bezeichnen die nominelle Zusammensetzung. Angaben in at.%.

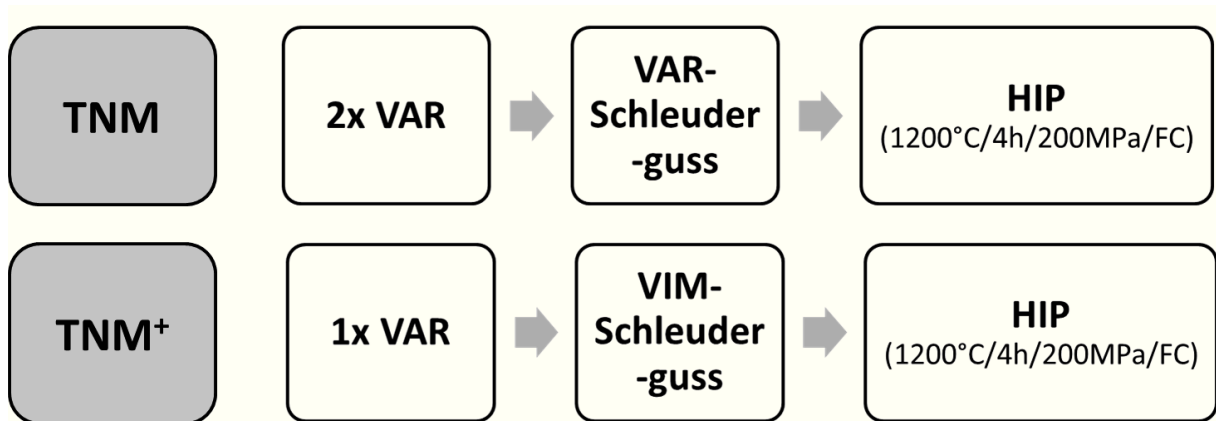
Legierung	Charge	Al	Nb	Mo	B	C	Si	Ti
TNM	101519	43.72 (43.5)	4.08 (4.0)	1.02 (1.0)	0.09 (0.1)	0	0	Rest
TNM+0.3C+0.3Si	114220	42.82 (43.0)	4.05 (4.0)	1.01 (1.0)	0.11 (0.1)	0.29 (0.3)	0.29 (0.3)	Rest
TN1.5Mo+0.5C	114219	42.29 (43.0)	4.01 (4.0)	1.51 (1.5)	0.11 (0.1)	0.48 (0.5)	0	Rest

### 3.2 Herstellung der Legierungen

Die Herstellung der Legierungen erfolgte über eine schmelzmetallurgische Route durch mehrfaches Vakuum-Lichtbogenschmelzen (VAR) und anschließendem Gießen. Die TNM-Variante wurde über den sogenannten „GfE advanced beta Prozess“ zweimal umgeschmolzen und anschließend im VAR-Ofen über ein Schleudergussverfahren abgegossen [1]. Die beiden TNM<sup>+</sup>-Varianten wurden wegen der geringen Masse je nur einmal über VAR umgeschmolzen und anschließend im Vakuuminduktionsofen über Schleuderguss hergestellt. Die entstandenen Gussbolzen der drei Legierungen wurden anschließend einem heißisostatischen Pressvorgang (HIP) unterzogen. Die Bolzen wurden vier Stunden bei einer Temperatur von 1200 °C und einem Druck von 200 MPa verdichtet, um die Mikroporosität aus dem Gussverfahren zu schließen. Nach dem HIP-Vorgang wurden die Gussbolzen mittels Ofenabkühlung auf Raumtemperatur gebracht. Die Ingots hatten einen Durchmesser von 58 mm und eine Länge von 297 mm (TNM) bzw. 100 - 150 mm (TNM<sup>+</sup>). Abb. 3.1 soll die beschriebenen Herstellprozesse der drei Legierungen



überblicksmäßig darstellen. Die Charakterisierung der entsprechenden Guss/HIP-Zustände ist im Anhang A zu finden.



**Abb. 3.1:** Herstellprozesse der untersuchten Legierungen: VAR - Vakuum-Lichtbogenumschmelzen, VIM - Vakuum-Induktionsschmelzen, HIP – heißisostatisches Pressen.

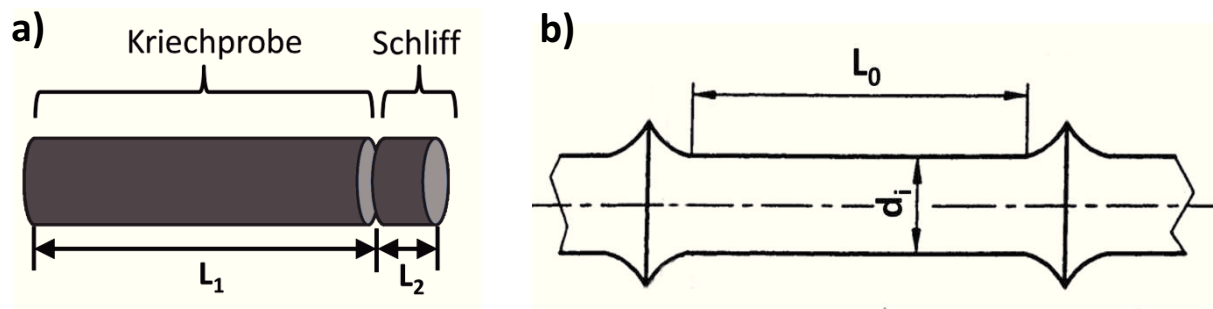
### 3.3 Wärmebehandlungen

Als Vergleich zum Guss/HIP-Zustand wurde ein feinlamellares Gefüge über eine weiterfolgende Wärmebehandlung eingestellt. Die Wärmebehandlung erfolgte in einem Hochtemperatur-Kammerofen RHF 1600 der Firma Carbolite, Großbritannien. Die Probenkammer wurde über Siliciumkarbid-Heizelemente beheizt. Die Temperaturmessung erfolgte über Platin/Platin-Rhodium-Thermoelemente vom Typ S. Die Wärmebehandlungen wurden unter Luftatmosphäre durchgeführt. Der Ofen wurde auf Betriebstemperatur aufgeheizt und anschließend die zylinderförmigen Proben ( $L = 80 \text{ mm}$ ,  $d = 10 \text{ mm}$ ) gemeinsam neben den Thermoelementen auf gleicher Höhe eingelegt, um lokale Temperaturunterschiede in der Probenkammer zu minimieren. Der maximale Fehler in der Temperaturführung liegt dabei bei  $\pm 5 \text{ °C}$ . Die Ofentür wurde beim Einlegen der Proben nur kurz geöffnet, um zu starke Temperaturüberschwingungen während der Einregelphase zu vermeiden. Die Luftabkühlung erfolgte auf einer Keramikplatte.

### 3.4 Probenpräparation

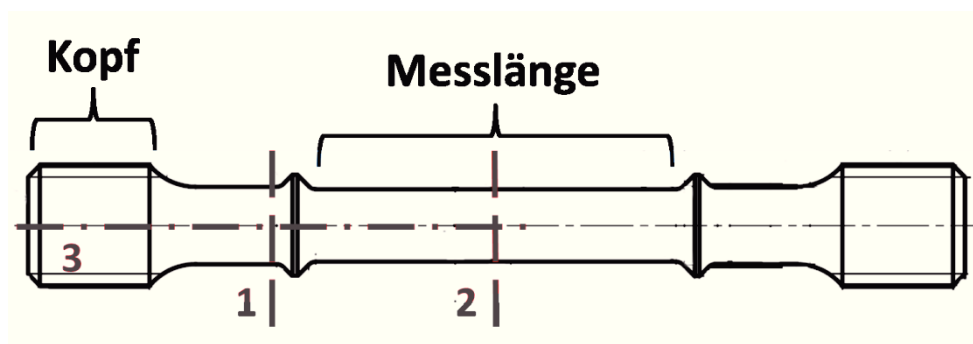
Zur Untersuchung der Mikrostruktur der Guss/HIP-Zustände wurden ca. 10 mm dicke Scheiben des Guss/HIP-Materials mittels einer SiC-Scheibe in einer Trennmaschine vom Typ Abrasimet-2 der Firma Bühler GmbH, Deutschland, abgetrennt und quer dazu halbiert. Zusätzlich wurden über Drahterodieren aus den Ingots der drei Legierungen Rundstäbe mit  $L = 80 \text{ mm}$  und  $d = 10 \text{ mm}$  herausgetrennt. Zur Mikrostrukturuntersuchung der wärmebehandelten Legierungen wurden Probenteile stirnseitig aus je einem dieser

Rundstäbe mit einer Länge von  $L_2 = 8 \text{ mm}$  entnommen (Abb. 3.2a). Die Trennung erfolgte mittels einer Diamantscheibe in der Trennmaschine Brillant 221 der Firma ATM GmbH, Deutschland. Die verbleibenden Rundstäbe mit  $L_1 = 72 \text{ mm}$  bzw.  $80 \text{ mm}$  wurden zur Anfertigung der Kriechproben verwendet. Die Kriechproben wurden nach DIN EN 10291 gefertigt und besaßen eine Anfangsmesslänge von  $L_0 = 30 \text{ mm}$  und einen Anfangsdurchmesser von  $d_i = 6 \text{ mm}$  (Abb. 3.2b).



**Abb. 3.2:** Präparation der Proben: a) Trennlängen  $L_1$  und  $L_2$  der Proben aus den Rundstäben b) Schematische Darstellung der Messlänge der Kriechproben nach DIN EN 10291 mit einer Anfangsmesslänge  $L_0$  und den beiden Messschneiden, die diese begrenzen.

Zur Gefügeanalyse der Einsatzzustände der geprüften Kriechproben wurden die Köpfe von der Messlänge oberhalb der Messschneide getrennt und in der Mitte der Messlänge halbiert (Abb. 3.3). Messlänge und Kopfstück wurden je nochmals längs halbiert. Die Trennschritte erfolgten mittels einer Diamantscheibe in einer Brillant 221 Trennmaschine der ATM GmbH, Deutschland.



**Abb. 3.3:** Kriechprobenschnittmuster mit den gekennzeichneten Schnittlinien. Die Zahlen bezeichnen die Schnittrihenfolge.

Die Kriechprobenabschnitte wurden je nach folgender Untersuchungsmethode unterschiedlich präpariert. Pro Einsatzzustand wurden je eine Hälfte für REM/Härte-Untersuchungen und eine für XRD-Untersuchungen verwendet. Die Präparation der Proben für die XRD-Untersuchungen erfolgte wie die der Ausgangszustände vor dem Kriechen ohne

Einbetten, manuell an einem Schleifgerät LaboPol-21 der Firma Struers, Deutschland, mittels SiC-Schleifpapier. Die Schleifstufen bei der Probenpräparation sind in Tab. 3.2 angeführt. Die REM-Proben hingegen wurden auf der Rückseite mit einer Aluminiumfolie beklebt und anschließend in einer Einbettpresse CitoPress-20 in das leitfähige Kunstharz Polyfast, beides Firma Struers, nach dem dafür vorgegebenen Standardprogramm eingebettet. Die Aluminiumfolie auf der Rückseite der eingebetteten Probe ist dabei notwendig, um einen leitfähigen Kontakt für das elektrolytische Polieren herzustellen. Von allen Proben wurde die bei der Wärmebehandlung bzw. beim Kriechen entstandene Oxidschicht mittels SiC-Schleifpapier entfernt, um eine elektrisch leitende Kontaktfläche für das elektrolytische Polieren zu erreichen.

**Tab. 3.2:** Schleifpapier-Körnung der einzelnen Schleifstufen für die mechanische Probenpräparation.

Drehzahl [min <sup>-1</sup> ]	Körnung [inch <sup>-2</sup> ]	Ausgangszustände REM/ XRD	Einsatzzustände	
			REM/ Härte	XRD
300	320	x	x	x
	800	x	x	x
	1200	x	x	x
	2400	x	x	-
	4000	x	x	-

Das elektrolytische Polieren der Proben erfolgte mittels einer LectroPol-5 mit A3-Elektrolyten der Firma Struers. Es wurde eine Spannung von 36 V, eine Flussrate bei Stufe 11, eine Ätzzeit von 25 s und eine Temperatur unterhalb 20 °C verwendet [18]. Die Temperatur sollte nicht höher liegen, da es sonst zu einer stärkeren Relief- und Schlierenbildung kommen kann. Die Kühlung der Proben und des Elektrolyten wurde über kaltes Wasser bewerkstelligt. Durch das elektrolytische Polieren wird im Gegensatz zum mechanischen Polieren eine eigenspannungsfreie Oberfläche erreicht.

### 3.5 Quantitative Gefügeauswertung

#### Rasterelektronenmikroskopie

Alle Mikrostrukturuntersuchungen, sowohl der Ausgangszustände als auch der Einsatzzustände, erfolgten an einem Rasterelektronenmikroskop EVO 50 der Firma Zeiss, Deutschland, im BSE-Modus an elektrolytisch polierten Proben. Der Kontrast der Phasen entsteht aufgrund der unterschiedlichen Streuung der Elektronen, abhängig von der Ordnungszahl. Die  $\beta_o$ -Phase führt aufgrund der höheren Löslichkeit von Nb und Mo zu einer

stärkeren Rückstreuung der Primärelektronen und erscheint deshalb heller als die beiden anderen Phasen [16]. Die Betriebsspannung lag bei 15 kV. Als Elektronenemitter diente eine LaB<sub>6</sub>-Kathode. Es wurden Aufnahmen in 200- und 500-facher Vergrößerung angefertigt.

Die Bilder der 200-fachen Vergrößerung wurden zur Untersuchung der Gefügemorphologie herangezogen, um eine ausreichende Kornstatistik zu haben. Zuerst erfolgte eine Bildbearbeitung im mit dem Programm Adobe Photoshop 5.5 nach Anleitung aus [18]. Es können im REM nicht alle mikrostrukturellen Bestandteile aufgelöst werden, welches zu einer Falschbestimmung der Phasenmengen führt. Daher wird bei der quantitativen Bildauswertung keine Phasenanalyse, sondern eine Untersuchung der Gefügebestandteile durchgeführt. Die Bildbearbeitung erfolgte im Graustufen-Modus. Anschließend wurden die Lamellen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien verwischt und der Kontrast über einen Scharfzeichnungs- und Weichzeichnungsfilter erhöht. Die Gradiationskurve führt zu einer stärkeren optischen Trennung der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien (grau) von den  $\beta_o$ -Körnern (weiß) und den globularen bzw. linsenförmigen  $\gamma$ -Körnern (schwarz). Zur Untersuchung des Anteils an zellulärer Reaktion in den wärmebehandelten Proben wurden die linsenförmigen  $\gamma$ -Körner separat weiß eingefärbt und wiederum über die Gradiationskurven ein Kontrast zwischen der zellulären Reaktion (schwarz) und den restlichen Körnern (weiß) erreicht. Die Auswertung erfolgte mittels der Software AnalySIS Pro der Firma Olympus, Deutschland. Den einzelnen Graustufen werden noch Schwellwerte zugeteilt [18]. Die Korngröße der globularen  $\gamma$ -Körner wurde über die automatische Partikeltrennung nach dem Binarisieren bestimmt [18]. Die Größe der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien und die Dicke der  $\beta_o$ -Säume wurden durch händisches Ausmessen ermittelt. Bei der Auswertung können Gefügebestandteile, die kleiner als die Bildauflösung sind, wie feine  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien oder sehr kleine sekundäre  $\beta_o$ -Ausscheidungen, nicht detektiert werden [16]. Die Genauigkeit der quantitativen Bildauswertung liegt in der Größenordnung von  $\pm 3$  vol.% und ist stark vom Gefügetyp, von der Gefügemorphologie und der durchgeführten Bildvorbereitung abhängig.

### **Röntgendiffraktometrie**

Zur Bestimmung der Phasenanteile der elektrolytisch polierten Proben wurden röntgendiffraktometrische Untersuchungen an einer D8 Advance Diffraktometer der Firma Bruker AXS, Deutschland, durchgeführt. Die Messung erfolgte in Bragg-Brentano-Anordnung. Verwendet wurde ein Göbel-Spiegel und eine Cu-K $\alpha$ -Strahlung mit einer Wellenlänge von 1.542 Å [16]. An der Röntgenröhre lagen eine Spannung von 40 kV und eine Stromstärke von 40 mA an. Der 2-Theta-Winkelbereich betrug zwischen 14° und 82° und wurde in 0.02° und 2.4 s Schritten aufgenommen. Die gemessenen Diffraktogramme wurden mit der Software

Topas 4.1 der Firma Bruker über eine Rietveld-Analyse quantitativ ausgewertet [43]. Die gemessenen Peaks werden dabei mathematisch mittels der Methode der kleinsten Fehlerquadrate angenähert und daraus die Phasenanteile der vorliegenden Phasen berechnet [16]. Die Rietveld-Analyse ist mit einem Fehler von mindestens  $\pm 3$  m.% behaftet [16].

### **Quantifizierung der Gefügebestandteile**

Aus den REM- und XRD-Ergebnissen wurden anschließend die Anteile der einzelnen Gefügebestandteile bestimmt. Eine detaillierte Beschreibung der Vorgehensweise ist in [9] zu finden.

## **3.6 Härteprüfung**

Die Härteprüfungen wurden nach Vickers HV10 (EN 6507) an elektrolytisch polierten Proben durchgeführt. Verwendet wurde eine Universalprüfmaschine M4C 025 G3M der Firma EMCO-Test, Österreich. Die Vermessung der Eindrücke erfolgte bei einer Vergrößerung von 321.2. Vor jeder Messung wurde eine Vergleichsplatte mit bekannter Härte gemessen, um Gerätemessfehler auszuschließen. Bei jeder Probe erfolgten 5 Härteeindrücke mittig, woraus der arithmetische Mittelwert bestimmt wurde.

## **3.7 Zugversuche**

Der für die Flächenanpassungsfunktion notwendige temperaturabhängige Schubmodulverlauf wurde aus Zugversuchskennwerten der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus, Deutschland, an TNM Guss/HIP-Material im Bereich von 25 bis 800 °C ermittelt. Die Oberflächen der Zugproben waren elektrolytisch poliert. Der Durchmesser der Zugproben betrug 4 mm bei einer Anfangsmesslänge von 20 mm. Die Anfangsdehnrate lag bei  $8 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ .

## **3.8 Kriechversuche**

Die Kriechversuche wurden bei Temperaturen von 750, 780 und 815°C in Anlehnung an DIN EN 10291 durchgeführt. Die Versuche bei 750 °C erfolgten an einem Kriechprüfstand vom Typ Mark II TC 50, die Versuche bei höheren Temperaturen an einem Mark II TC 30, beide Firma Denison Mayes Group, Großbritannien. Die Proben wurden vor dem Messbeginn 1.5 h auf Prüftemperatur gehalten, um das Messsystem ins thermische Gleichgewicht zu bringen. Die Temperatur wurde mittels Thermoelemente vom Typ S in der Ofenkammer und an der Probe geregelt. Die Temperaturabweichung betrug dabei nicht mehr als  $\pm 2$  °C. Die

Messungen erfolgten unter konstanter Kraft zwischen 188 und 375 N, was einem Spannungsbereich von 100 bis 200 MPa bezogen auf den tatsächlichen Anfangsdurchmesser der Probe und die Lastübersetzung des Hebelarms der jeweiligen Prüfmaschine entspricht. Die Einspannung der Proben erfolgte über ein metrisches Gewinde M10. Die Längenänderung wurde mittels induktiven Wegaufnehmern in Differenzschaltung gemessen. Die Wegaufnehmer wandeln die Längendifferenz über ein mechanisch gekoppeltes Potentiometer in eine Spannungsdifferenz um. Die Messpunkte wurden mit einer Taktzeit von 9 s aufgezeichnet. Die genauen Abmessungen der Kriechprüfkörper sind dem Anhang B zu entnehmen. Die Anfangsmesslänge  $L_0$  betrug jeweils 30 mm, der Anfangsdurchmesser  $d_i$  6 mm, die Anfangsgesamtlänge schwankte zwischen 72 und 78 mm. Eine schematische Zeichnung einer Kriechprobe ist in Abb. 3.2 und 3.3 ersichtlich.

Die Kriechversuche bei 750 °C wurden als Mehrstufenversuche durchgeführt. D.h. es wurde bei einer bestimmten Last bis zum Erreichen der minimalen Kriechrate gemessen, anschließend die Last erhöht und bis zum weiteren Erreichen der minimalen Kriechrate die gesteigerte Last gehalten. Die Einstufenversuche wurden mindestens bis zum Erreichen der minimalen Kriechrate durchgeführt.

Die gemessenen Spannungsänderungen der Wegaufnehmer wurden über die Software Origin 9 der Firma OriginLab, USA, ausgewertet. Da die Messsignale ein Rauschen zeigten, musste die ermittelte Kriechkurve aus den beiden Wegaufnehmersignalen mathematisch angenähert werden. Als Bezugslänge diente jeweils die Anfangsmesslänge. Die Ausgabe der Kriechkurven erfolgte in Kriechdehnungs-Zeit-, Kriechraten-Zeit- und Kriechraten-Kriechdehnungs-Diagrammen.

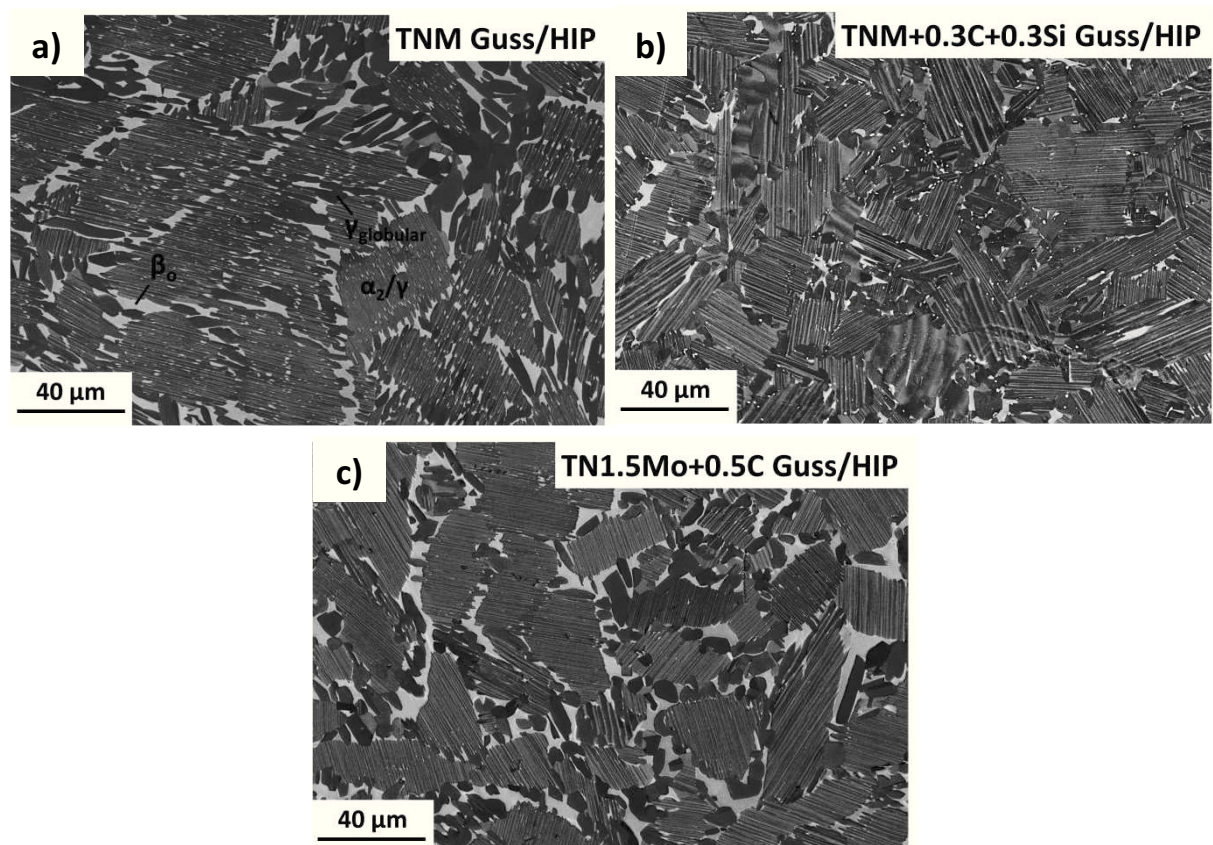
## 4 Ergebnisse und Diskussion

Dieses Kapitel teilt sich in 2 Teilbereiche. Teil 1 beschäftigt sich mit den Messergebnissen am gegossenen, heißisostatisch gepressten Material. In Teil 2 wird das wärmebehandelte Material diskutiert und anschließend ein Vergleich der beiden Zustände angestellt.

### 4.1 Gegossenes und heißisostatisch gepresstes Material

#### 4.1.1 Charakterisierung Ausgangszustände

Die REM-Aufnahmen der Ausgangszustände der Legierungsvarianten im Guss/HIP-Zustand sind in Abb. 4.1 dargestellt.



**Abb. 4.1:** REM-Aufnahmen im BSE-Modus: a) TNM, b) TNM+0.3C+0.3Si und c) TN1.5Mo+0.5C Legierung im Guss/HIP-Zustand.

Das Gefüge der TNM Guss/HIP (Abb. 4.1a) weist aufgrund des Herstellprozesses größere, stark gestreckte  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien auf. Die  $\gamma$ -Lamellen in den Kolonien sind sehr grob, die  $\beta_0$ -

Phase liegt wie ein Saum um diese Kolonien. Sie ist bis zu 20  $\mu\text{m}$  breit und innerhalb der  $\beta_0$ -Phase haben sich globulare  $\gamma$ -Körner ausgeschieden. Der Gefügetyp wird als NL  $\gamma$  bezeichnet. Abbildung 4.1b zeigt die REM-Aufnahme der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung im Guss/HIP-Zustand. Im Vergleich zur TNM-Legierung weist das Gefüge kleinere  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien auf. Die Lamellen haben durch zulegieren von C einen geringeren Abstand, sind aber immer noch sehr grob und im REM klar aufzulösen. Der Saum der  $\beta_0$ -Phase ist mit etwa 1  $\mu\text{m}$  Breite deutlich geringer. Der Anteil der globularen  $\gamma$ -Körner und  $\beta_0$ -Phase hat sich verringert.

Das Gefüge der TN1.5Mo+0.5C Legierung im Guss/HIP-Zustand, ist in Abb. 4.1c dargestellt. Hier zeigen sich im Vergleich zur TNM ebenso eine feinere Koloniegröße und geringere Lamellenabstände. Die globularen  $\gamma$ -Körner im  $\beta$ -Saum sind etwas größer im Vergleich zur TNM+0.3C+0.3Si-Legierung. Die sekundären  $\beta_0$ -Ausscheidungen sind in der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung so fein, dass sie im REM teilweise nicht mehr aufgelöst werden können. Bei der Herstellung über Guss/HIP können sich diese sekundären  $\beta_0$ -Körner bilden. Die  $\gamma$ -Lamellen vergrößern und wachsen aus den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien hinaus.  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien mit gleicher Orientierung können zusammenwachsen und schnüren dabei Bereiche der  $\beta_0$ -Phase ab, die sich nun streifenförmig durch die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien ziehen [18].

Im Anhang A sind die XRD-Spektren der drei Legierungen im Guss/HIP-Zustand zu sehen. Die Peaks der auftretenden Phasen sind farblich gekennzeichnet. Alle drei Spektren sehen ähnlich aus und weisen drei Hauptphasen auf. Die Auswertung der Spektren über die Rietveld-Analyse ist in Tab. 4.1 zusammengefasst. Zur Auswertung wurde zusätzlich die  $\omega$ -Phase hinzugezogen, die sich in der  $\beta_0$ -Phase ausscheiden kann [4]. Die Peaks der  $\omega$ - und  $\beta_0$ -Phase überlagern sich und sind deshalb sehr schwer optisch zu unterscheiden. Die TNM-Legierung zeigt gegenüber den TNM<sup>+</sup>-Varianten einen höheren  $\beta_0$ - und  $\gamma$ -Phasenanteil, auf Kosten der  $\alpha_2$ -Phase. Die beiden C-hältigen Legierungen haben innerhalb der Fehlergrenze der Rietveld-Analyse ein annähernd gleiches Phasenverhältnis. Alle Legierungen weisen Anteile an  $\omega$ -Phase auf, wobei der Gehalt jedoch sehr gering ist.

Die TNM-Legierung weist die größten  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien, sowie den höchsten Anteil an globularen  $\gamma$ -Körnern auf. Die globularen  $\gamma$ -Körner haben in der TNM-Legierung auch den größten Durchmesser. Die beiden TNM<sup>+</sup>-Legierungen zeigen sehr ähnliche Gefügemorphologien. Die Si-Variante besitzt die geringste Koloniegröße und kleinste  $\beta_0$ -Saumdicke aufgrund des geringeren Gehalts an  $\beta$ -stabilisierenden Elementen. Der Härteanstieg ist durch die verfestigende Wirkung des Kohlenstoffs mit zunehmenden Gehalt



verursacht. Die höheren Härtewerte deuten auf verbesserte Kriecheigenschaften der beiden C-legierten Varianten gegenüber der TNM-Legierung hin.

**Tab. 4.1:** Ergebnisse der Charakterisierung der Guss/HIP-Legierungen.

Legierung	Phasenanteile XRD [vol-%]				Morphologie REM									Härte HV10 +/-5
					$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien			$\beta_o$ -Phase		$\gamma$ -Phase				
	KG		sek	glob				lam						
	$\alpha_2$	$\beta_o$	$\gamma$	$\omega$	Anteil [vol.%]	Länge [ $\mu\text{m}$ ]	Breite [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Max. Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Median d. [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	
<b>TNM</b>	<b>13</b>	<b>14</b>	<b>71</b>	<b>2</b>	<b>59</b>	150	30	<b>14</b>	20	0	<b>25</b>	5.3	<b>46</b>	<b>347</b>
<b>TNM+0.3C+0.3Si</b>	<b>27</b>	<b>8</b>	<b>64</b>	<b>1</b>	<b>74</b>	80	20	<b>6</b>	10	2	<b>17</b>	4.3	<b>47</b>	<b>366</b>
<b>TN1.5Mo+0.5C</b>	<b>25</b>	<b>9</b>	<b>65</b>	<b>1</b>	<b>72</b>	120	20	<b>9</b>	20	0	<b>18</b>	4.6	<b>47</b>	<b>384</b>

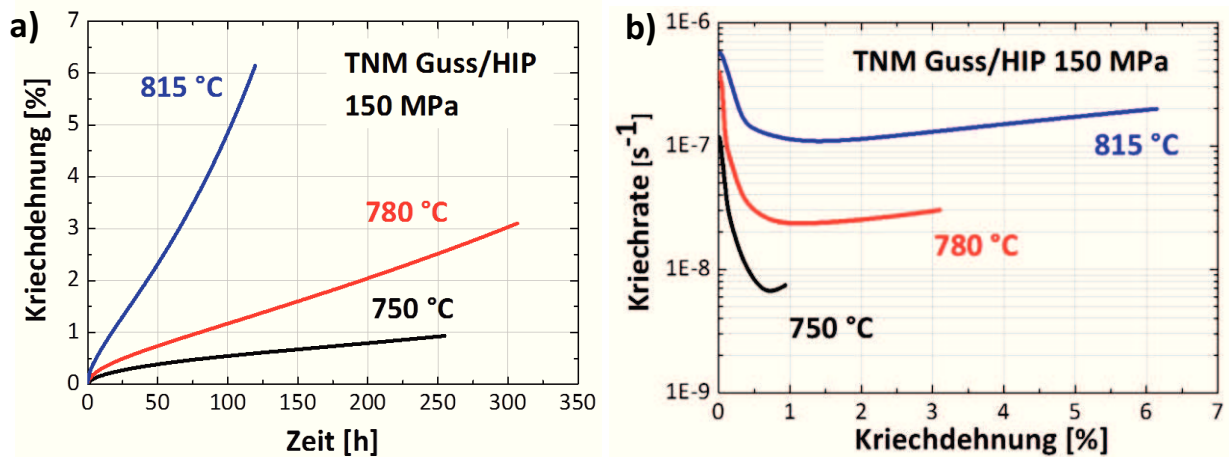
KG=Korngrenze, sek=sekundär, glob=globular, lam=lamellar

#### 4.1.2 Kriechversuche

Zum Vergleich der Legierungen wurden Kriechversuche bei 750, 780 und 815 °C im Spannungsbereich von 100 bis 200 MPa durchgeführt. Nach dem Abbruch der Kriechversuche erfolgten Untersuchungen der Mikrostruktur mittels REM und XRD, um auf die Entwicklung der Phasen und Gefügebestandteile schließen und auf das Kriechverhalten Rückschlüsse treffen zu können.

##### Kriechversuche TNM Guss/HIP

Die aufgenommenen Kriechkurven der TNM-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei 150 MPa und variabler Temperatur sind in Abb. 4.2 dargestellt. Die Kriechkurven weisen einen ausgeprägten primären Bereich auf, welcher durch ein Minimum abgegrenzt ist. Im Allgemeinen besitzen multiphasige Werkstoffe wie TNM-Legierungen keinen oder nur einen schwach ausgeprägten sekundären Kriechbereich [5]. Weitere Darstellungen der Kriechkurven sind im Anhang B explizit angeführt.



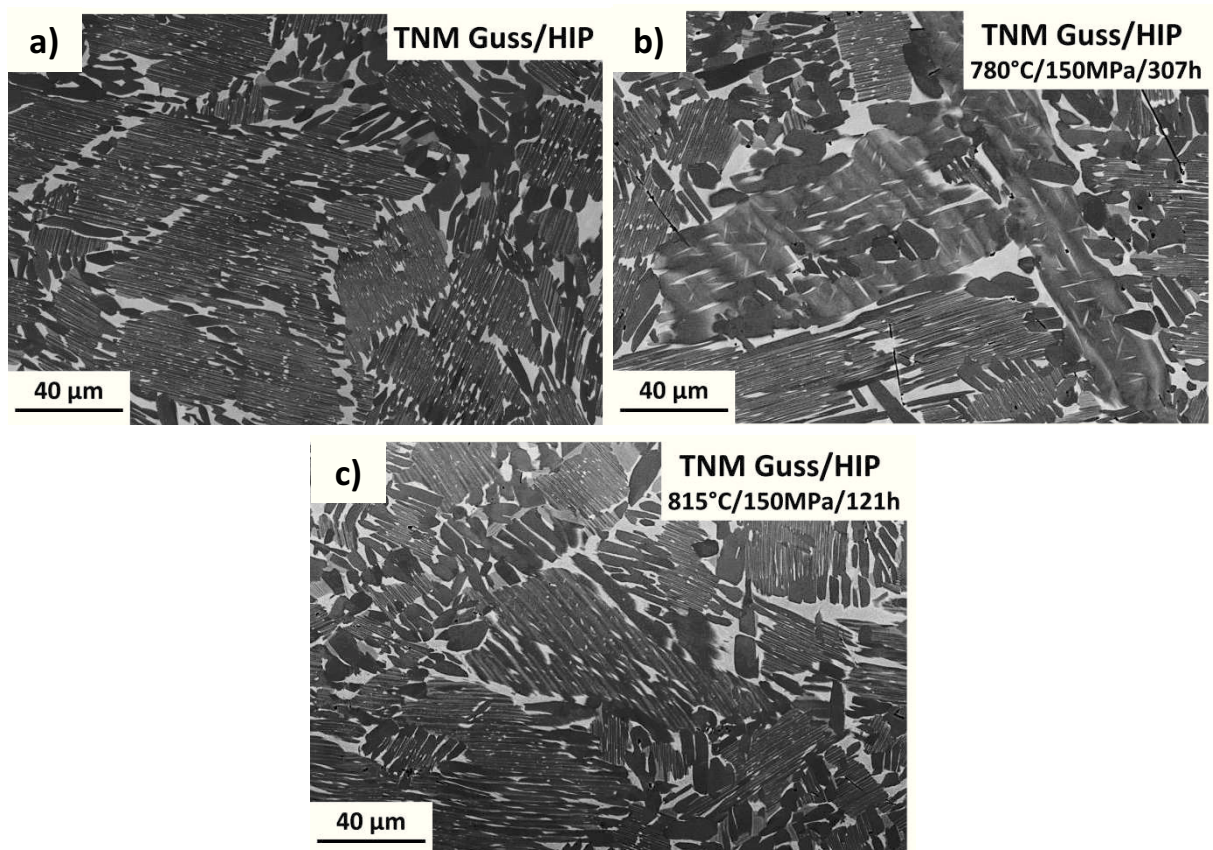
**Abb. 4.2:** Kriechkurven der TNM-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei 150 MPa und variabler Temperatur.

Die Ergebnisse der Auswertung der Kriechkurven sind in Tab. 4.2 zusammengefasst. Bei 750 °C wurde nach 246 h Versuchszeit weniger als 1 % Gesamtkriechdehnung  $\epsilon_{ges}$ , bei 780 °C nach 307 h 3.1 % und bei 815 °C nach 121 h eine Gesamtdehnung von 6.1 % erreicht. Die minimale Kriechrate  $\dot{\epsilon}_{min}$  stieg deutlich von  $6.7 \cdot 10^{-9}$  auf  $1.1 \cdot 10^{-7} s^{-1}$ .

**Tab. 4.2:** Ergebnisse der Kriechversuche von TNM Guss/HIP bei 150 MPa aus Abb. 4.2.

Temperatur [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [1/s]	$t(\dot{\epsilon}_{min})$ [h]	$t_{ges}$ [h]	$\epsilon_{ges}$ [%]
750	6.7E-9	175	255	0.9
780	2.4E-8	100	307	3.1
815	1.1E-7	28	121	6.1

Abbildung 4.3 zeigt die REM-Aufnahmen der Messlängen der TNM Guss/HIP Legierung nach den Kriechversuchen bei 780 °C (Abb. 4.3b) und 815 °C (Abb. 4.3c) mit 150 MPa im Vergleich zum Ausgangszustand (Abb. 4.3a). Die Auswertung der zugehörigen Phasenanteile und Gefügebestandteile ist in Tab. 4.3 zusammengestellt. Es zeigt sich bei diesen Versuchsparametern keine Instabilität einer Phase. Es treten nur vereinzelt Poren auf, die auf eine begonnene Schädigung des Werkstoffs rückschließen lässt. Die zugehörigen Röntgenspektren sind im Anhang C zu finden. Bei 815 °C tritt kein merkbarer Anteil an  $\omega$ -Phase mehr auf und der  $\beta$ -Phasenanteil hat sich verringert, wobei sich der Anteil an  $\gamma$ -Phase leicht erhöht hat. Die  $\gamma$ -Phase ist hauptsächlich in Form von Lamellen ausgeschieden. Dies spiegelt sich auch im Härtewert wider, da die  $\gamma$ -Phase am einfachsten verformbar ist. Im Allgemeinen zeigen sich jedoch nur geringe Veränderungen, die im Rahmen des Fehlers der Auswertemethoden liegen.



**Abb. 4.3:** Die Gefüge der TNM Guss/HIP in der Messlänge der Kriechprobe: a) im Ausgangszustand, b) nach 307 h bei 780 °C und c) nach 121 h bei 815 °C im Vergleich.

**Tab. 4.3:** Zusammenstellung der Phasen- und Gefügeanalyse in der Messlänge der TNM-Legierung (Guss/HIP) nach den Kriechversuchen bei 780 und 815 °C mit 150 MPa.

TNM	Phasenanteile				Morphologie REM									Härte HV10 +/-5
					XRD [vol.%]			$\alpha_2/\gamma$ -Kolonien			$\beta_o$ -Phase		$\gamma$ -Phase	
	Anteil [vol.%]	Länge [ $\mu\text{m}$ ]	Breite [ $\mu\text{m}$ ]	KG				sek	glob	lam				
					$\alpha_2$	$\beta_o$	$\gamma$				$\epsilon$	Anteil [vol.%]	Max. Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	
Guss/HIP	13	14	71	2	59	150	30	14	20	0	25	5.3	46	347
780°C/150MPa/307h	13	12	74	1	59	150	30	12	20	0	29	5.2	45	344
815°C/150MPa/121h	15	10	75	0	67	150	30	8	20	2	23	5.8	52	340

Bei 750 °C wurden für die TNM-Legierung Mehrstufenversuche durchgeführt. Dabei wurde an die Probe eine Spannung in der Abstufung von 150, 170 und 200 MPa angelegt. Die Spannungserhöhung erfolgte jeweils nach dem Erreichen bzw. Durchlaufen der minimalen

Kriechrate. Die Bestimmung erfolgte aus den Kriechkurven, welche im Anhang B zur Vollständigkeit abgebildet sind. Die Ergebnisse der Mehrstufenversuche sind in Tab. 4.4 zusammengefasst. Aus den ermittelten Kriechraten konnte der Kriechexponent der Legierung bestimmt werden.

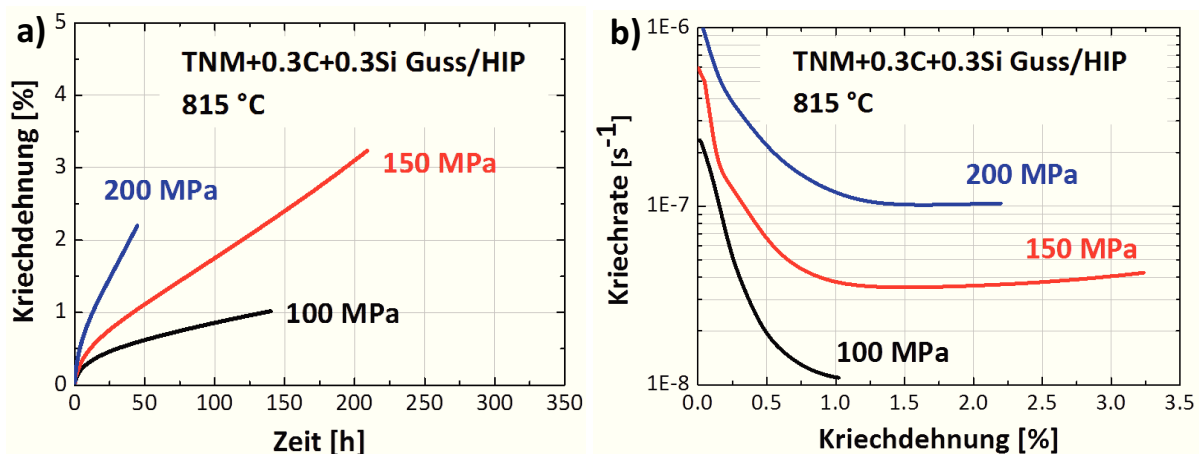
**Tab. 4.4:** Ergebnisse der Mehrstufenversuche der TNM-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei 750 °C.

Mehrstufenversuche TNM Guss/HIP bei 750 °C			
$\sigma$ [MPa]	150	170	200
$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	6.7E-9	1.1E-8	2.0E-8

Zur Bestimmung der minimalen Kriechrate bei 815 °C und 200 MPa wurde dieselbe Kriechprobe verwendet, wie sie zuvor schon bei 750 °C im Mehrstufenversuch eingesetzt wurde. Die Anfangsmesslänge hatte sich auf 31.3 mm verlängert und der Durchmesser dementsprechend auf 5.97 mm verringert. Dies wurde in der Auswertung berücksichtigt, welche im Anhang B ersichtlich ist. Die minimale Kriechrate wurde zu  $3.9 \cdot 10^{-7} \text{ s}^{-1}$  bestimmt.

#### Kriechversuche TNM+0.3C+0.3Si Guss/HIP

Die Kriechkurven der TNM+0.3C+0.3Si sind in Abb. 4.4 für eine konstante Temperatur von 815 °C und drei unterschiedlicher Spannungen (100, 150 und 200 MPa) dargestellt. Die dazugehörige Auswertung ist in Tab. 4.5 aufgelistet. Die Kriechkurven weisen einen ausgeprägten primären Bereich auf, welcher durch ein Minimum abgegrenzt ist.



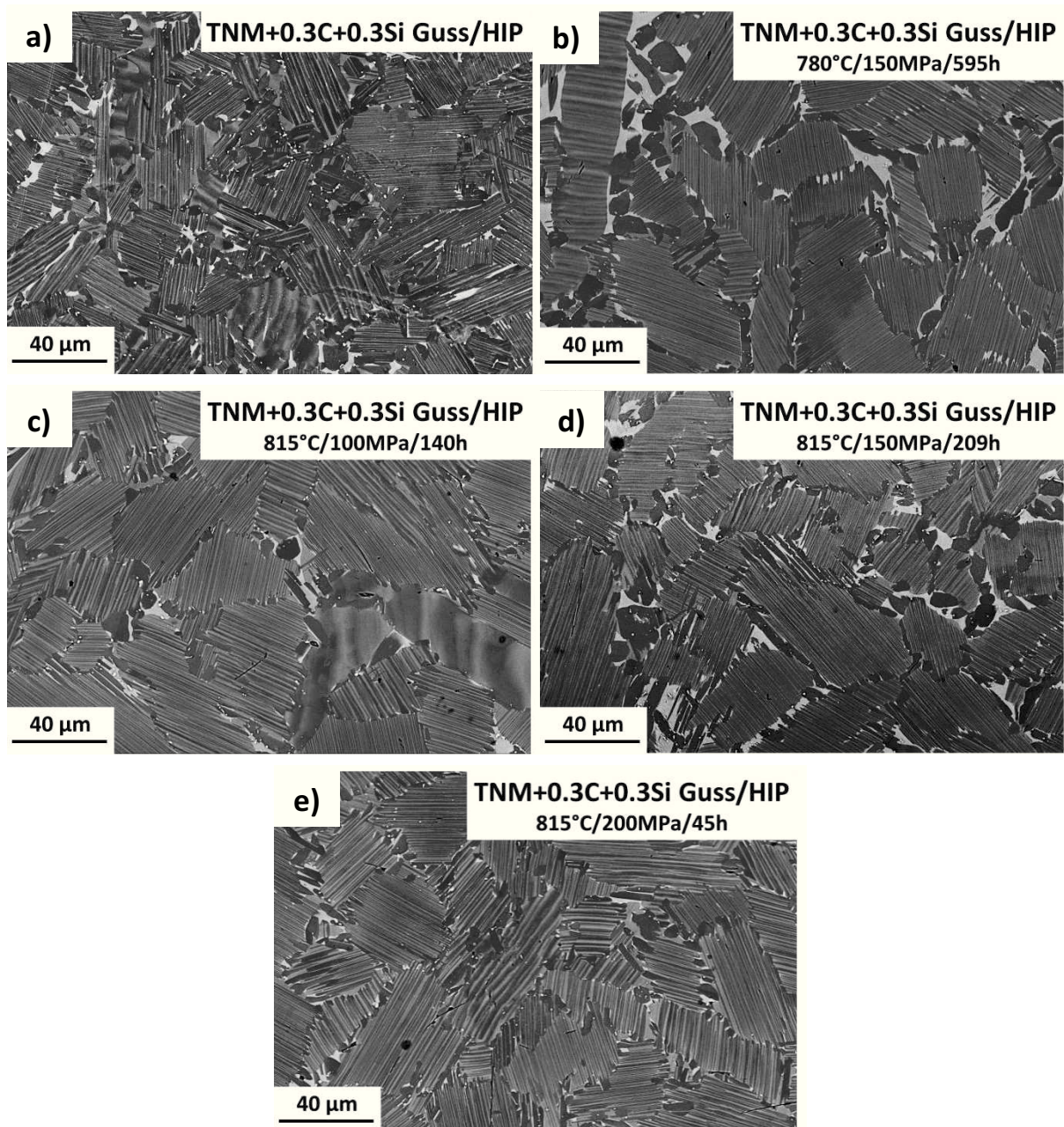
**Abb. 4.4:** Kriechkurven der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei einer Temperatur von 815 °C und Spannungen im Bereich von 100 bis 200 MPa.

Die minimale Kriechrate steigt im untersuchten Spannungsbereich um eine Zehnerpotenz an und wird in einem Dehnungsbereich von 1 bis 2 % erreicht. Die Zeit bis zum Erreichen der minimalen Kriechrate sinkt von 140 h bei 100 MPa auf 30 h bei 200 MPa. Die

mikrostrukturelle Entwicklung ist in Abb. 4.5 und Tab. 4.6 dargestellt. Abbildung 4.5a zeigt

**Tab. 4.5:** Kriechergebnisse der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei 815 °C.

Spannung [MPa]	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	$t(\dot{\epsilon}_{\min})$ [h]	$t_{ges}$ [h]	$\epsilon_{ges}$ [%]
100	1.1E-8	140	140	1.1
150	3.5E-8	78	209	3.2
200	1.0E-7	30	45	2.2



**Abb. 4.5:** Vergleich der REM-Aufnahmen der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung (Guss/HIP) nach den Kriechversuchen bei 780 °C und 815 °C mit dem Ausgangszustand.

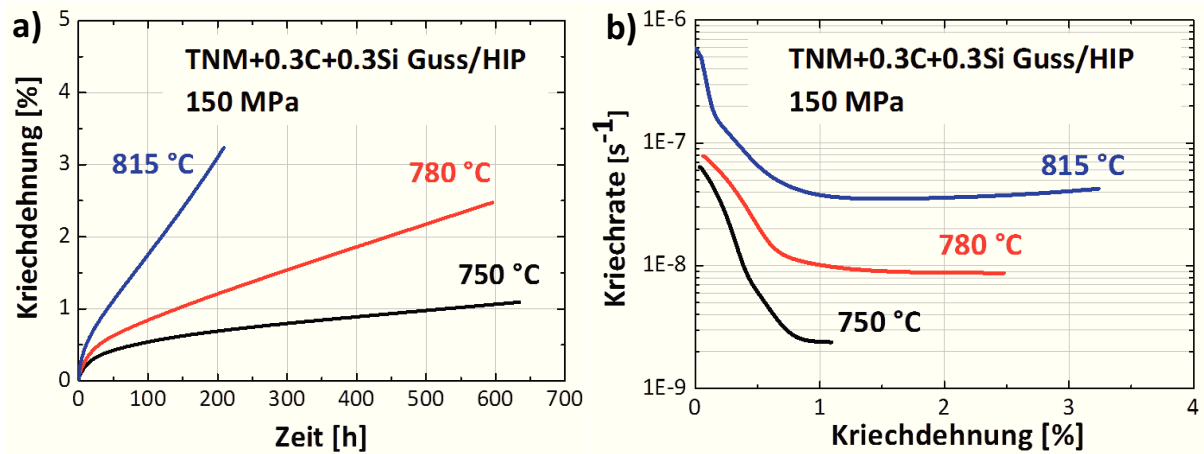
den Ausgangszustand. Der Vergleich dieser Aufnahme mit dem Gefüge nach dem Versuch bei 780 °C in Abb. 4.5b zeigt dickere  $\beta_0$ -Säume um die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien. Die REM-Aufnahmen der weiteren Kriechversuche bei 815 °C und Spannungen von 100 MPa bis 200 MPa sind in Abb. 4.5c bis d zu sehen. Bei 200 MPa sind die  $\beta_0$ -Säume nicht mehr so deutlich zu sehen, wie bei den niedrigeren Spannungen bei dieser Temperatur. Bei allen Versuchen tritt Porenbildung in den Kriechproben auf.

Wie aus Tab. 4.6 ersichtlich, kann kaum eine Änderung in den Phasenanteilen innerhalb der Auswertegenauigkeit und Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung beobachtet werden. Die zugehörigen Röntgendiffraktogramme sind im Anhang C zu finden.

**Tab. 4.6:** Mikrostrukturentwicklung während der Kriechversuche bei 815 °C.

TNM +0.3C+0.3Si	Phasenanteile XRD [vol.%]				Morphologie REM									Härte HV10 +/- 5
					$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien			$\beta_0$ -Phase		$\gamma$ -Phase				
	KG	sek	glob	lam										
	$\alpha_2$	$\beta_0$	$\gamma$	$\omega$	Anteil [vol.%]	Länge [ $\mu\text{m}$ ]	Breite [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Max. Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Median d [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	
Guss/HIP	27	8	64	1	74	80	20	6	10	2	17	4.3	47	366
780°C/150MPa/595h	19	7	72	2	72	100	30	7	15	0	19	4.3	53	365
815°C/100MPa/140h	27	8	65	0	83	120	30	2	10	6	9	4.3	56	356
815°C/150MPa/209h	25	7	69	0	80	80	20	6	20	1	13	5.0	56	359
815°C/200MPa/45h	26	8	66	0	88	100	25	5	10	3	4	4.8	62	356

In Abb. 4.6 sind die Kriechkurven der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung bei einer konstanten Spannung von 150 MPa in Abhängigkeit der Temperatur aufgetragen. Die Auswertung der Kurven ist anschließend in Tab. 4.7 zusammengefasst. Bei den niedrigeren Temperaturen zeigt sich eher ein stationärer Kriechbereich als ein deutliches Minimum. Die minimale Kriechrate steigt um etwa eine Zehnerpotenz im untersuchten Temperaturbereich und wird erst bei einer Dehnung von 1 bis 2% nach langen Kriechzeiten erreicht.



**Abb. 4.6:** Kriechkurven der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung (Guss/HIP) bei 150 MPa und unterschiedlicher Temperaturen.

**Tab. 4.7:** Ergebnisse der Kriechversuche der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung (Guss/HIP) bei 150 MPa.

Temperatur [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [1/s]	$t(\dot{\epsilon}_{min})$ [h]	$t_{ges}$ [h]	$\epsilon_{ges}$ [%]
750	2.4E-9	540	634	1.1
780	8.7E-9	512	595	2.5
815	3.5E-8	78	209	3.2

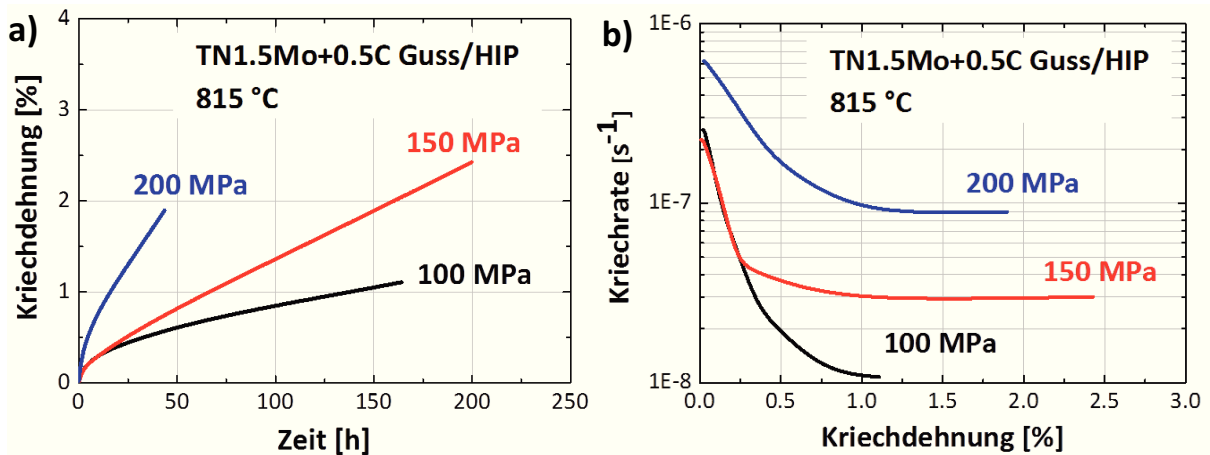
Bei 750 °C wurde auch für die TNM+0.3C+0.3Si-Legierung ein Mehrstufenversuch durchgeführt. Dabei wurde an die Probe wiederum eine Spannung in den drei Stufen von 150, 170 und 200 MPa angelegt. Die Spannungserhöhung erfolgte auch hier jeweils nach dem Erreichen der minimalen Kriechrate. Die Kriechkurven sind im Anhang B und die Ergebnisse nachstehend in Tab. 4.8 ersichtlich. Auffällig ist der sehr geringe Unterschied der minimalen Kriechrate mit steigender Spannung.

**Tab. 4.8:** Ergebnisse des Mehrstufenversuchs der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung (Guss/HIP) bei 750 °C.

Mehrstufenversuch TNM+0.3C+0.3Si Guss/HIP bei 750 °C			
$\sigma$ [MPa]	150	170	200
$\dot{\epsilon}_{min}$ [1/s]	2.4E-9	3.7E-9	6.5E-9

#### Kriechversuche TN1.5Mo+0.5C Guss/HIP

Die Abbildungen der Kriechkurven der TN1.5Mo+0.5C-Legierung im Guss/HIP-Zustand sind in Abb. 4.7 für 815 °C und variabler Spannung von 100 bis 200 MPa dargestellt. Die zugehörigen Auswertungen sind in Tab. 4.9 zusammengefasst.



**Abb. 4.7:** Kriechkurven der TN1.5Mo+0.5C-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei einer Temperatur von 815 °C und verschiedenen Spannungen.

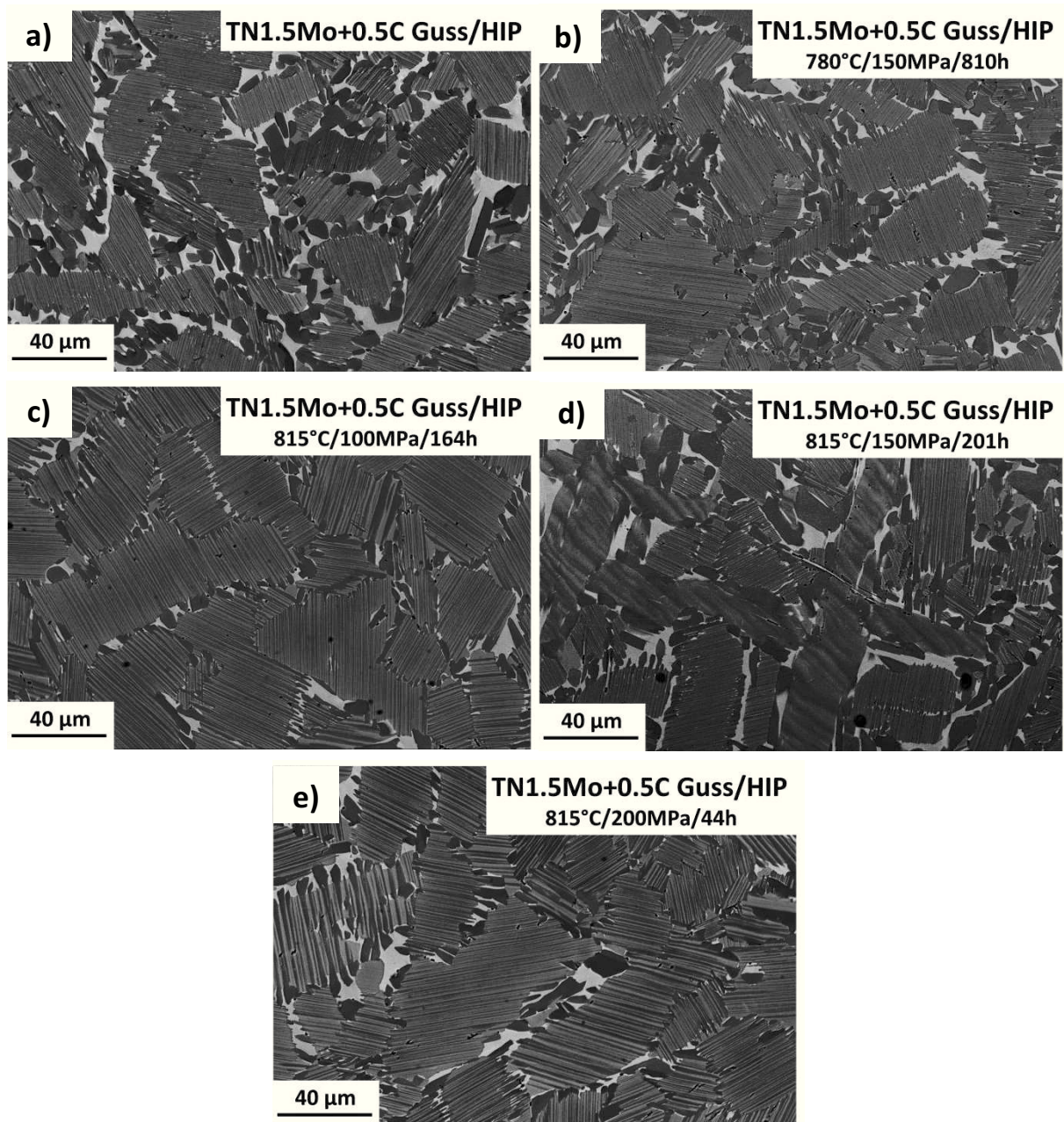
Auch hier tritt ein Minimum der Kriechrate auf und die minimale Kriechrate steigt entsprechend mit der Erhöhung der Spannung. Das Verhalten ist ähnlich der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung, die minimale Kriechrate steigt zwischen 100 und 200 MPa um eine Zehnerpotenz und wird in einem Dehnungsbereich zwischen 1 und 2 % erreicht. Die Zeit bis zum Erreichen dieser minimalen Kriechrate sinkt dementsprechend von knapp 122 auf 29 h.

**Tab. 4.9:** Kriechergebnisse der TN1.5Mo+0.5C Guss/HIP bei 815 °C.

Spannung [MPa]	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	$t(\dot{\epsilon}_{\min})$ [h]	$t_{ges}$ [h]	$\epsilon_{ges}$ [%]
100	1.1E-8	122	164	1.1
150	2.9E-8	94	201	2.4
200	8.9E-8	29	44	1.9

Die zugehörige Mikrostrukturentwicklung ist in Abb. 4.8 angeführt und das Ergebnis der Gefügeanalyse in Tab. 4.10 zusammengefasst. Abbildung 4.8a zeigt den Ausgangszustand, Abb. 4.8b das Gefüge nach dem Kriechversuch bei 780 °C und Abb. 4.8c bis e die Gefüge nach den Versuchen bei 815 °C und Spannungen von 100, 150 und 200 MPa. Während des Kriechens treten Schädigungen des Werkstoffs durch Porenbildung auf. Nach dem Versuch bei 780 °C weist der Werkstoff nach einer Zeit von 810 h eine geringe Zunahme an  $\omega$ -Phase auf. Die anderen Phasenanteile bleiben annähernd konstant. Bei den Kriechversuchen bei 815 °C zeigt sich wie bei der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung keine signifikante Veränderung der Phasenanteile im Vergleich zum Guss/HIP-Ausgangszustand.





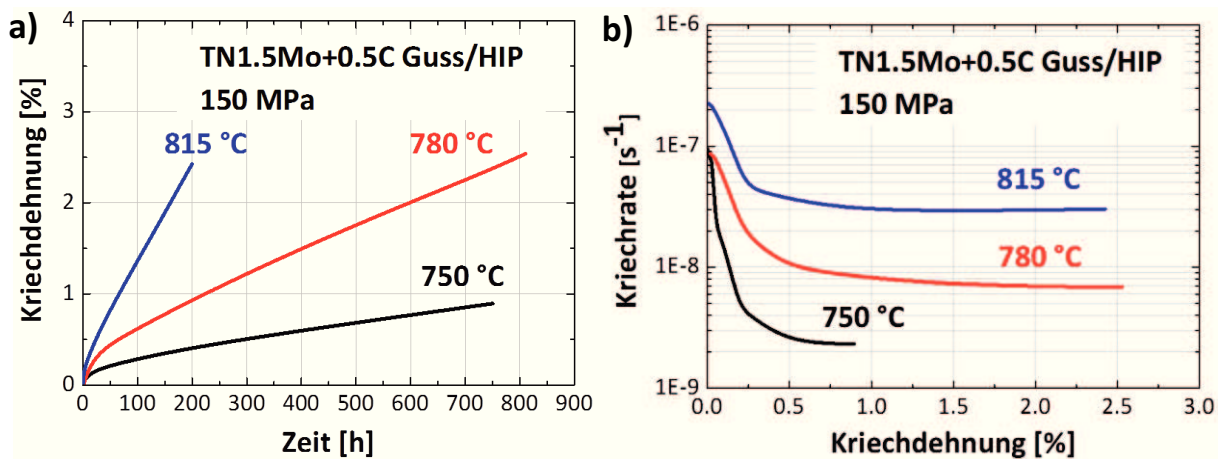
**Abb. 4.8:** REM-Aufnahmen der Kriechversuche der TN1.5Mo+0.5C-Legierung bei 780 und 815 °C im Vergleich zum Guss/HIP Ausgangszustand.

Die Röntgendiffraktogramme sind wiederum im Anhang B zu finden. Die  $\omega$ -Phase verschwindet bei Kriechtemperaturen von 815 °C. Bei der Härtemessung wurden nur geringe Veränderungen festgestellt. Auch das weist auf eine hohe Stabilität des Gefüges hin.

**Tab. 4.10:** Auswertung von Phasenanteilen und Gefügeparametern nach den Kriechversuchen an der TN1.5Mo+0.5C-Legierung im Vergleich zum Guss/HIP-Ausgangszustand.

TN1.5Mo+0.5C	Phasenanteile				Morphologie REM									Härte HV10 +/- 5
					XRD [vol.%]			$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien			$\beta_0$ -Phase		$\gamma$ -Phase	
	$\alpha_2$	$\beta_0$	$\gamma$	$\omega$	Anteil [vol.%]	Länge [ $\mu\text{m}$ ]	Breite [ $\mu\text{m}$ ]	KG		sek	glob		lam	
								Anteil [vol.%]	Max. Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Median d [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	
Guss/HIP	25	9	65	1	72	80	20	9	20	0	18	4.6	47	384
780°C/150MPa/810h	21	9	67	3	72	100	30	9	20	0	16	4.1	51	381
815°C/100MPa/164h	23	9	67	0	82	120	20	5	10	4	9	3.3	58	377
815°C/150MPa/201h	19	9	72	0	73	120	20	6	20	3	18	5.3	54	378
815°C/200MPa/44h	31	9	60	0	73	100	20	7	15	2	13	3.6	47	376

In Abb. 4.9 sind die Kriechkurven der TN1.5Mo+0.5C-Legierungen bei einer konstanten Spannung von 150 MPa und unterschiedlichen Temperaturen im Bereich von 750 bis 815 °C aufgetragen. Die Auswertung der Kriechkurven ist in Tab. 4.11 zusammengefasst.



**Abb. 4.9:** Vergleich der Kriechversuche der TN1.5Mo+0.5C-Legierung Guss/HIP bei 150 MPa und verschiedenen Temperaturen.

Bei den niedrigeren Temperaturen wird die minimale Kriechrate erst nach sehr langen Zeiten erreicht. Sie steigt, wie bei den anderen Legierungen im Guss/HIP-Zustand, um annähernd eine Zehnerpotenz im untersuchten Temperaturbereich. Allerdings ist die Kriechrate sehr gering und das Minimum wird bei einer Dehnung von knapp unter 1 bis kurz oberhalb von 2 % erreicht.

**Tab. 4.11:** Zusammenfassung der Kriechergebnisse der TN1.5Mo+0.5C-Legierung (Guss/HIP) bei 150 MPa.

Temperatur [°C]	$\dot{\epsilon}_{min}$ [1/s]	$t(\dot{\epsilon}_{min})$ [h]	$t_{ges}$ [h]	$\epsilon_{ges}$ [%]
750	2.3E-9	700	750	0.9
780	6.8E-9	560	810	2.5
815	2.9E-8	94	201	2.4

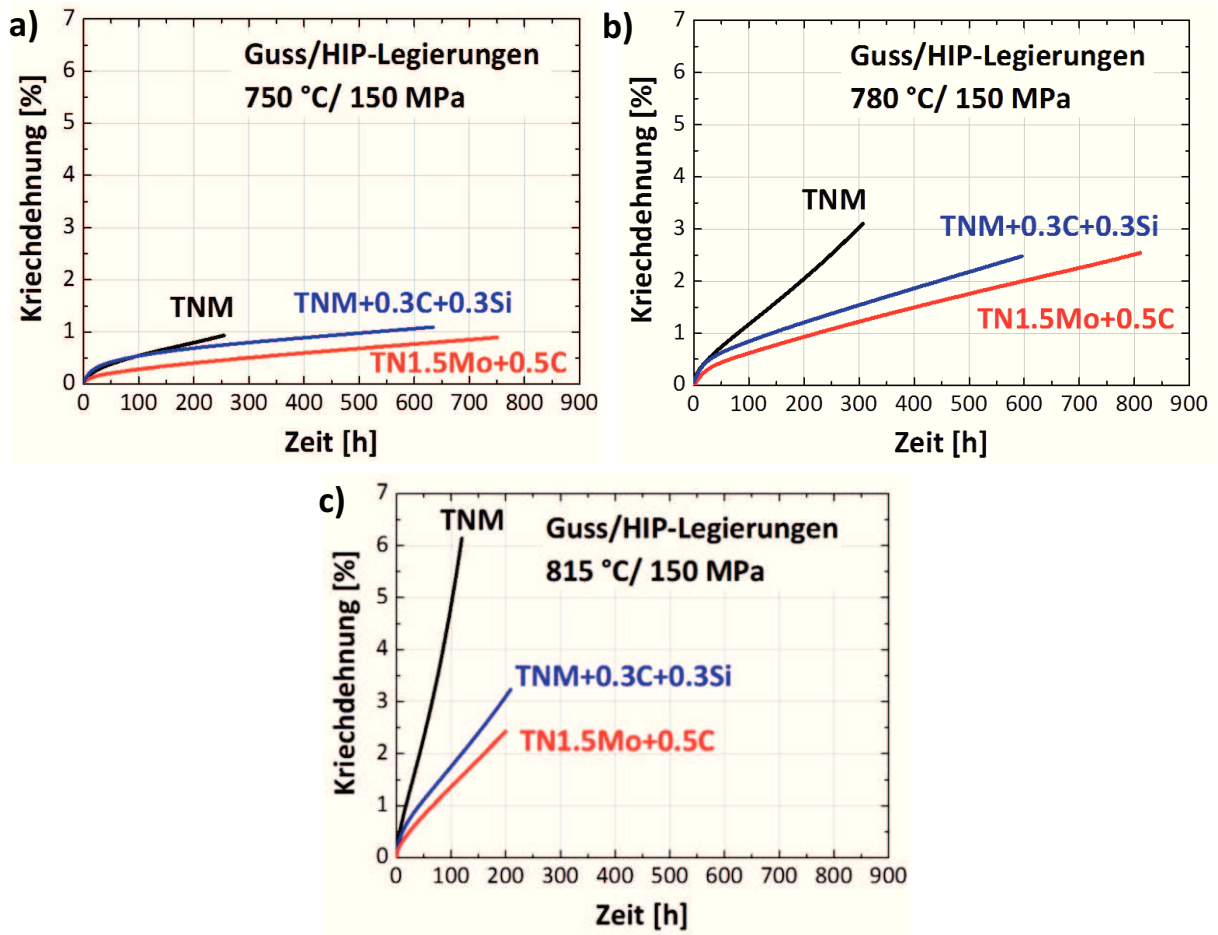
Für die TN1.5Mo+0.5C-Legierung wurde ebenfalls ein Mehrstufenversuch mit einer Spannungsvariation von 150, 170 und 200 MPa durchgeführt. Die Spannungserhöhung erfolgte jeweils nach dem Erreichen der minimalen Kriechrate. Die Kriechkurven sind im Anhang B und die Ergebnisse der Kriechkurvenauswertung nachstehend in Tab. 4.12 zu finden. Der Unterschied der minimalen Kriechraten ist wie bei der TNM+0.3C+0.3Si-Legierung sehr gering.

**Tab. 4.12:** Ergebnisse des Mehrstufenversuchs an der TN1.5Mo+0.5C-Legierung (Guss/HIP) bei 750 °C.

Mehrstufenversuch TN1.5Mo+0.5C Guss/HIP bei 750 °C			
$\sigma$ [MPa]	150	170	200
$\dot{\epsilon}_{min}$ [1/s]	2.3E-9	3.5E-9	5.5E-9

## Vergleich der Legierungen

Die drei untersuchten Legierungen im Guss/HIP-Zustand sind in Abb. 4.10 bei 150 MPa und Temperaturen von 750 bis 815 °C dargestellt. Bei 750 °C zeigt die TNM-Legierung noch gute Eigenschaften, die minimale Kriechrate ist relativ gering. Die beiden TNM<sup>+</sup>-Varianten besitzen relativ ähnliche Kriecheigenschaften, wobei die TN1.5Mo+0.5C-Legierung geringere Dehnungen im primären Kriechbereich aufweist.



**Abb. 4.10:** Vergleich der TNM- und TNM<sup>+</sup>-Legierungen im Guss/HIP-Zustand.

Mit zunehmender Temperatur zeigt sich jedoch, dass die TNM-Legierung deutlich schneller kriecht als die beiden TNM<sup>+</sup>-Varianten, ersichtlich in Abb. 4.11. Grund ist der höhere C- bzw. Mo-Gehalt, die beide die Versetzungsbewegung stark behindern und somit die Einsatztemperatur im Guss/HIP-Zustand gegenüber der C-freien Legierung erhöhen. Außerdem zeigt sich bei den TNM<sup>+</sup> bei allen Temperaturen eher ein stationärer Kriechbereich, als ein klar erkennbares Minimum. Bei 815 °C weist die TNM-Legierung eine wesentlich höhere Kriechrate auf, die annähernd eine Zehnerpotenz höher ist als die der TNM<sup>+</sup>-Legierungen.

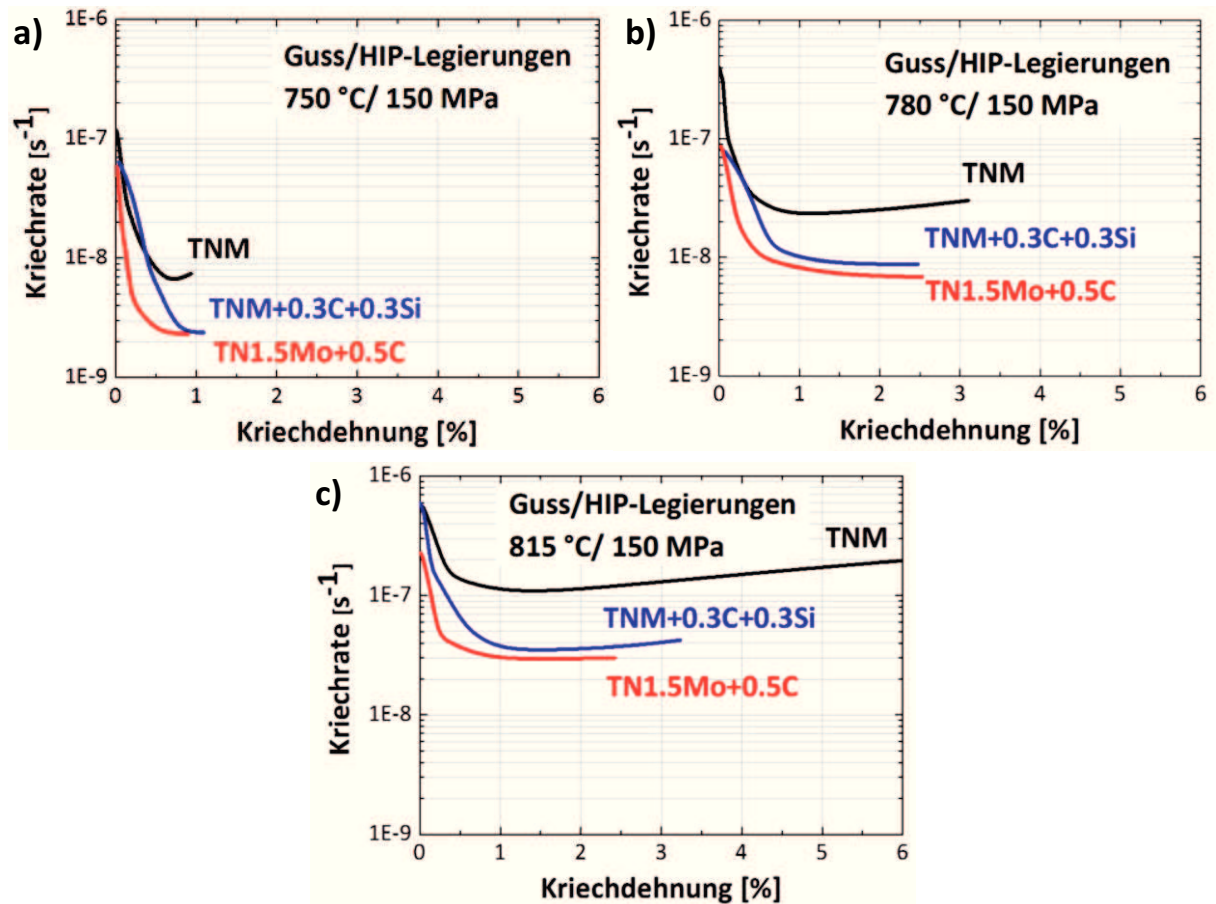


Abb. 4.11: Vergleich der Kriechraten der untersuchten Legierungen im Guss/HIP-Zustand.

Zum besseren Überblick sind die Ergebnisse der minimalen Kriechraten bei 150 MPa in Tab. 4.13 zusammengefasst. Die TNM<sup>+</sup>-Legierungen zeigen im Anlieferzustand (Guss/HIP) deutlich verbesserte Kriecheigenschaften im Vergleich zur TNM-Legierung.

Tab. 4.13: Vergleich der Kriechergebnisse der untersuchten Legierungen bei 150 MPa.

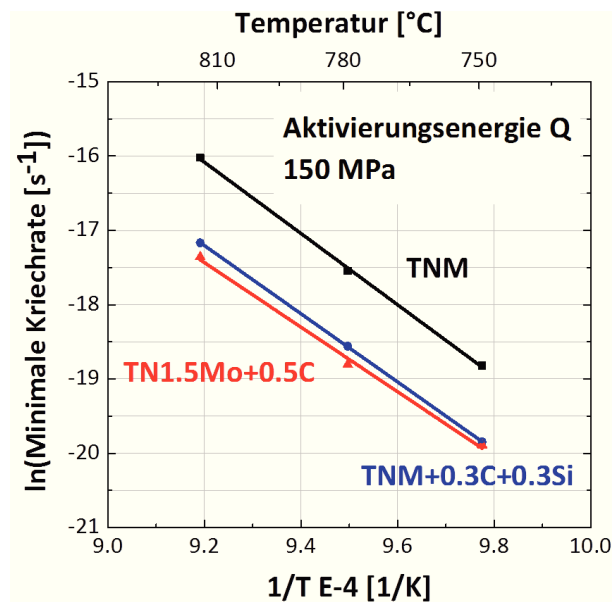
Temperatur [°C]	TNM $\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	TNM+0.3C+0.3Si $\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	TN1.5Mo+0.5C $\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]
750	6.7E-9	2.4E-9	2.3E-9
780	2.4E-8	8.7E-9	6.8E-9
815	1.1E-7	3.5E-8	2.9E-8

### 4.1.3 Aktivierungsenergien und Kriechexponenten mittels „klassischer“ Auswertemethoden

Die Bestimmung der Aktivierungsenergie kann über eine Arrhenius-Auftragung, wie in Kapitel 2.2.2 beschrieben, erfolgen. Dazu wird Gleichung 2.10 verwendet:

$$\ln \dot{\epsilon}_s = \ln B_1 - \frac{Q}{R \cdot T} \quad (2.10)$$

Die Steigung der Geraden aus der Auftragung  $1/T$  zu  $\ln \dot{\epsilon}_s$  (bzw.  $\ln \dot{\epsilon}_{min}$ ) ergibt die Aktivierungsenergie  $Q$ . Voraussetzung ist eine konstante Spannung, damit  $B_1$  eine Konstante darstellt. In Abb. 4.12 ist diese Bestimmungsmethode für die drei untersuchten Legierungen im Guss/HIP-Zustand bei einer Spannung von 150 MPa in einem Temperaturbereich von 750 bis 815 °C dargestellt.



**Abb. 4.12:** Arrhenius-Plot zur Bestimmung der Aktivierungsenergien der untersuchten Legierungen im Guss/HIP-Zustand bei 150 MPa.

Die zugehörigen Aktivierungsenergien sind in Tab. 4.14 zusammengefasst. Die ermittelten Werte sind vergleichbar mit den bisher bekannten Werten für TiAl-Legierungen [41,44,45]. Gemäß der „klassischen“ Bestimmung folgt demnach jedoch eine höhere Aktivierungsenergie für die TNM-Legierung als für die beiden TNM<sup>+</sup>-Varianten. Dies entspricht nicht dem beobachteten Kriechverhalten, da C und Si eine höhere Aktivierungsenergie aufgrund der Kletterbehinderung zufolge haben sollten, wie die Kriechversuche in Kapitel 4.1.2 vermuten lassen. Offenbar fließen zusätzliche Parameter in die Berechnung ein, u.a. stellt sich bei konstanter Spannung mit zunehmender Temperatur

eine höhere Versetzungsdichte ein und der  $G$ -Modul sinkt. Somit kann  $B_1$  in Gleichung 2.10 keineswegs als eine Konstante für eine bestimmte Spannung angenommen werden.

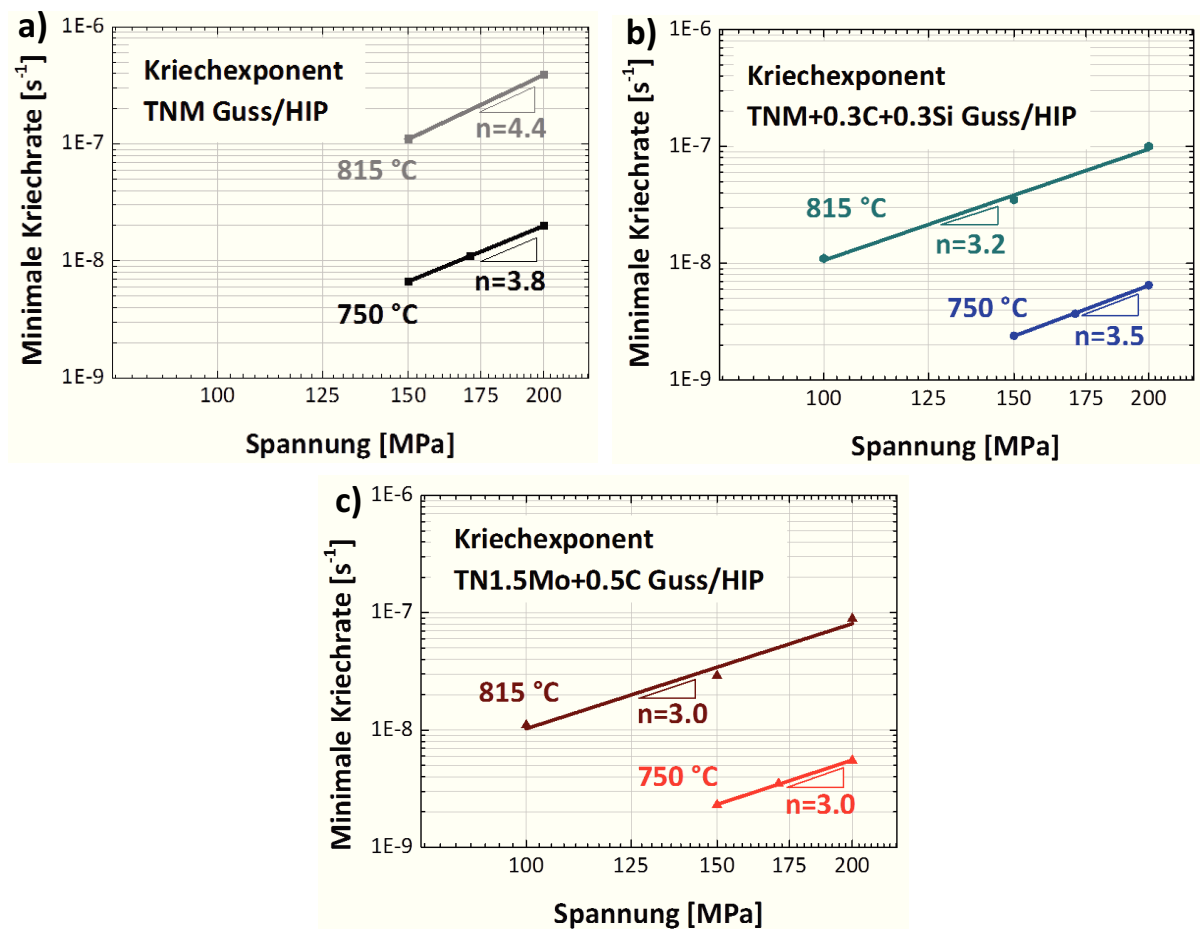
**Tab. 4.14:** Aktivierungsenergien der Legierungen im Guss/HIP-Zustand aus Abb. 4.12.

Legierung	TNM	TNM+0.3C+0.3Si	TN1.5Mo+0.5C
Aktivierungsenergie $Q$ [kJ/mol]	399	382	362

Zur Bestimmung des Kriechexponenten  $n$  wurde Gleichung 2.8 verwendet:

$$\log \dot{\epsilon}_s = \log \left( B \cdot \exp \left( -\frac{Q_{sd}}{k \cdot T} \right) \right) + n \cdot \log \sigma \quad (2.8)$$

Die Auftragung  $\log \dot{\epsilon}_s$  bzw.  $\log \dot{\epsilon}_{\min}$  über  $\log \sigma$  ergibt für eine bestimmte Temperatur eine Gerade, deren Steigung dem Kriechexponenten  $n$  entspricht. Eine solche Auftragung wurde für die drei untersuchten Legierungen im Guss/HIP-Zustand für 750 und 815 °C durchgeführt (Abb. 4.13).



**Abb. 4.13:** Bestimmung des Kriechexponenten der drei Legierungen im Guss/HIP-Zustand mittels linearer Auswertemethode.

Die Werte der minimalen Kriechraten stammen aus den Mehrstufenversuchen bei 750 °C und den Einzelversuchen bei 815 °C. Bei der TNM-Legierung wurde der höchste Kriechexponent mit 3.8 bis 4.4 bestimmt, die TNM+0.3C+0.3Si-Legierung lag bei 3.2 bis 3.5, die TN1.5Mo+0.5C-Legierung hatte den niedrigsten Exponenten mit 3.0. Die Werte zeigen, dass Versetzungskriechen der bestimmende Kriechmechanismus ist und kein Wechsel des Kriechmechanismus im untersuchten Spannungs- und Temperaturbereich für die Gefüge im Guss/HIP-Zustand stattfindet. Die Spannungsempfindlichkeit der Kriechrate ist bei den TNM<sup>+</sup>-Varianten somit geringer als bei der TNM.

#### 4.1.4 Aktivierungsenergien und Kriechexponenten mittels Flächenanpassungsfunktion

Zur besseren Beschreibung des Kriechverhaltens und alternativen Bestimmung der Aktivierungsenergien und Kriechexponenten wurde eine Flächenanpassungsfunktion definiert [39]. Zur Bestimmung der Flächenanpassungsfunktion wurde Gleichung 2.19 verwendet:

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{1}{\sqrt{3}} \cdot A_1 \cdot \frac{G(T) \cdot b}{k \cdot T} \cdot \left( \frac{\sigma}{G(T)} \right)^n \cdot \left[ D_{v0} \cdot \exp\left(-\frac{Q_v}{R \cdot T}\right) + 50 \cdot \left( \frac{\sigma}{G(T)} \right)^2 \cdot D_{core0} \cdot \exp\left(-\frac{f \cdot Q_v}{R \cdot T}\right) \right] \quad (2.19)$$

mit  $b \approx 2.83 \cdot 10^{-10}$  m für TiAl [45],  $k = 1.83 \cdot 10^{-23}$  J/K,  $D_{v0} \approx 10^{-5}$  m<sup>2</sup>/s [46],  $D_{core0} \approx 10^{-15}$  m<sup>2</sup>/s [47],  $f = 0.6$  [48] und  $R = 8.314$  J/(mol·K).

Der Verlauf des Schubmoduls über der Temperatur  $G(T)$  wurde aus den Zugversuchen der TNM-Legierung im Guss/HIP-Zustand über Gleichung 2.20 ermittelt. Die Anpassung des  $G$ -Moduls in Abhängigkeit der Temperatur ist im Anhang D zu finden.

$$G(T) = 60000 + 0.0284 \cdot \left( 1 - \exp\left(\frac{T}{80}\right) \right) \quad (2.20)$$

Die Parameter der Gleichung 2.20 werden dabei zu  $G_0 = 60000$  MPa,  $g_1 = -0.0284$  MPa und  $g_2 = -80$  K.

$A_1$  wird über Gleichung 2.21 als Funktion von  $n$  ermittelt.

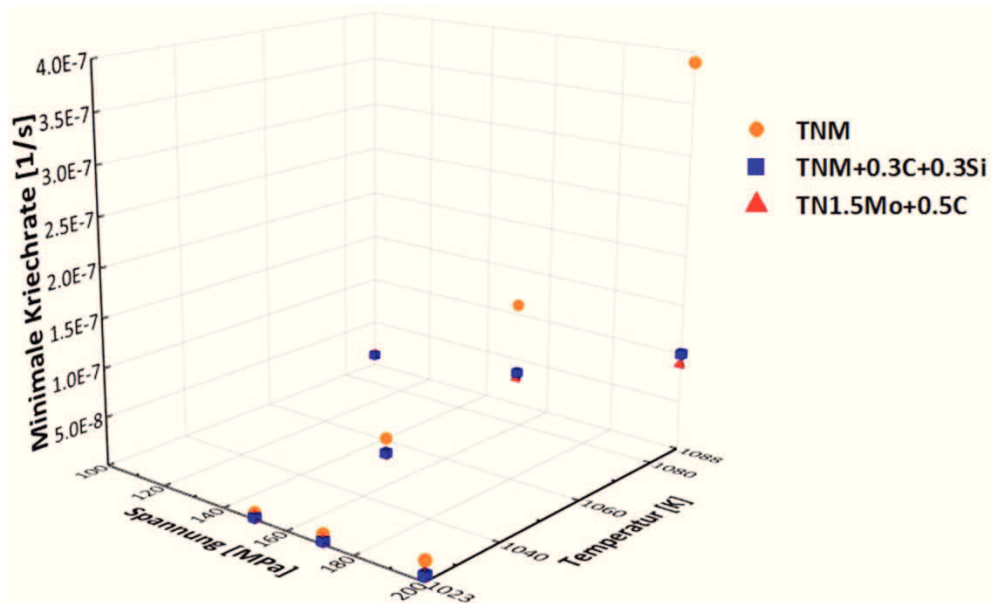
$$A_1 \approx 10^{(3.01 \cdot (n-2.7))} \quad (2.21)$$

Die gemessenen minimalen Kriechraten sind in Abb. 4.14a zur besseren Übersicht in 3D-Darstellung über Temperatur und Spannung aufgetragen. Diese wurden anschließend mittels der oben beschriebenen Flächenanpassungsfunktion angenähert und daraus die Aktivier-

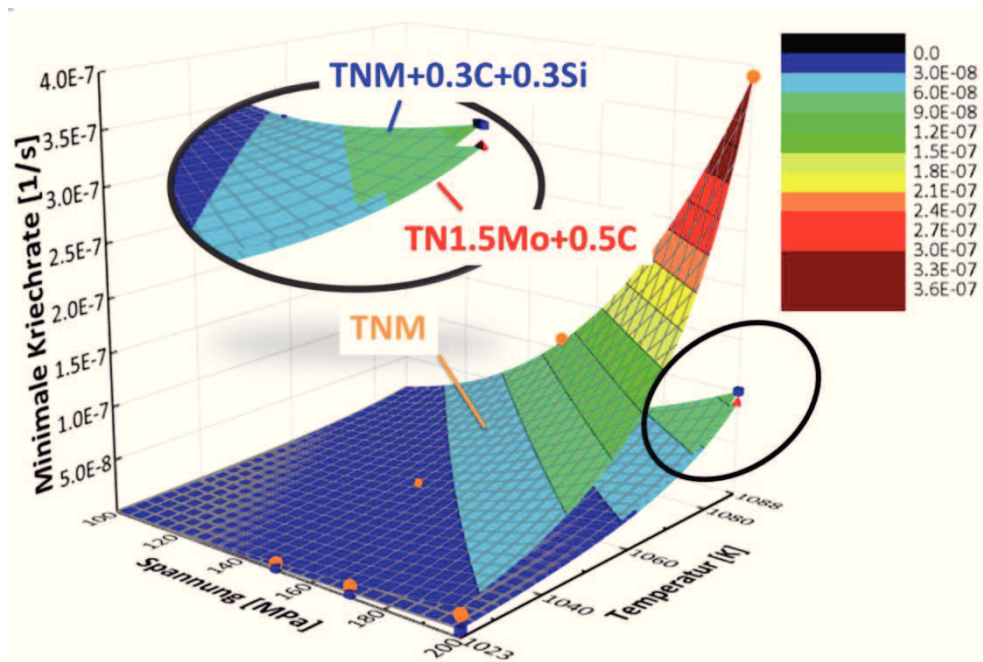


ungsenergie  $Q$  bestimmt, die sich vereinfacht aus den beiden Anteilen  $Q_v$  für Gitterdiffusion und  $Q_{core}$  für Versetzungskernndiffusion über den Faktor  $f$  zusammensetzt (Gleichung 2.18). Des Weiteren konnte der Kriechexponent  $n$  simultan bestimmt werden. Die Flächenanpassungsfunktionen der Legierungen sind in Abb. 4.14b ersichtlich. Die Flächenanpassungsfunktionen der beiden  $TNM^+$ -Legierungen sind sehr ähnlich und unterscheiden sich nur im Detail, welches in Abb. 4.14b vergrößert dargestellt ist.

a)



b)



**Abb. 4.14:** Darstellung der a) Versuchsergebnisse bei der Bestimmung der minimalen Kriechraten und b) durchgeführte Flächenanpassungen (siehe auch Detailausschnitt der beiden  $TNM^+$ -Legierungen).

Die Annäherung mittels der Flächenanpassungsfunktion erfolgte in zwei Iterationsschritten (Tab. 4.15). Im ersten Schritt wurden  $n = 5$  und  $Q_v = 240000$  J als Startwerte der Funktion festgelegt, im zweiten Schritt wurde zusätzlich die Volumendiffusionskonstante  $D_{v0}$  als variabel mit dem Startwert  $D_{v0} = 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$  betrachtet.

**Tab. 4.15:** Ergebnisse der Annäherungsschritte der Flächenanpassungsfunktion.

Legierung	Schritt 1		Schritt 2		
	Q [kJ/mol]	n	Q [kJ/mol]	n	$D_{v0}$ [m <sup>2</sup> /s]
TNM	374	4.5	400	4.5	5.8E-5
TNM+0.3C+0.3Si	373	3.7	414	3.6	2.0E-4
TN1.5Mo+0.5C	376	3.8	414	3.7	1.4E-4

Der erste Schritt lieferte für alle drei Legierungen eine annähernd gleiche Aktivierungsenergie Q, da hier der Diffusionseinfluss noch nicht berücksichtigt wurde. Aus diesem Grund folgte ein zweiter Berechnungsschritt mit dem angenäherten Diffusionskoeffizienten. Diese Ergebnisse wurden anschließend mit den linearen Auswertemethoden verglichen (Tab. 4.16). Die TNM-Legierung weist eine deutlich erhöhte Kriechgeschwindigkeit im Vergleich zu den TNM<sup>+</sup>-Legierungen auf. Der Kriechexponent der TNM-Legierung ist höher, ihre Aktivierungsenergie um 14 kJ/mol geringer. Die Werte der Aktivierungsenergien sind in derselben Größenordnung wie bei der linearen Methode und sind mit den Literaturergebnissen an TiAl-Legierungen vergleichbar [41,44,45]. Jedoch spiegelt sich nach der Flächenanpassung der Trend von steigenden Aktivierungsenergien mit verbesserter Kriechbeständigkeit wider. Die gute Übereinstimmung der Anpassungen mit den Messpunkten weist im untersuchten Temperatur- und Spannungsbereich auf keine Änderung des Kriechmechanismus hin. Für die Kriechexponenten liefert die Anpassungsfunktion ebenfalls abweichende Werte zur linearen Methode, was durch die höhere Anzahl an simultan verfeinerten Messpunkten bedingt sein kann.

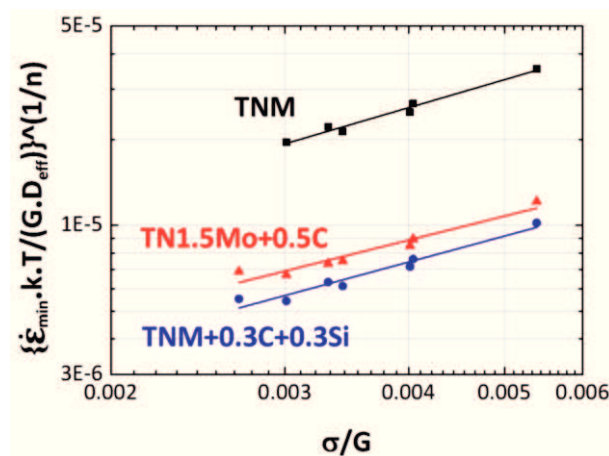
**Tab. 4.16:** Ergebnisse der Flächenanpassungsfunktion im Vergleich zur linearen Methode.

Auswertemethode	TNM		TNM+0.3C+0.3Si		TN1.5Mo+0.5C	
	Q [kJ/mol]	n	Q [kJ/mol]	n	Q [kJ/mol]	n
Linear	399	4.1	382	3.4	362	3.0
Flächenanpassungsfunktion	400	4.5	414	3.6	414	3.7

Aus der Flächenanpassungsfunktion kann die minimale Kriechrate der jeweiligen Legierung normiert auf den temperaturabhängigen  $G$ -Modul und effektiven Diffusionskoeffizienten  $D_{eff}$  mittels

$$\left( \frac{\dot{\epsilon}_{min} \cdot k \cdot T}{G(T) \cdot D_{eff}} \right)^{\frac{1}{n}} \quad (4.1)$$

als Funktion der Spannung  $\sigma$ , normiert auf den  $G$ -Modul ( $\sigma/G$ ), dargestellt werden (Abb. 4.15). In dieser normierten Darstellung ist ersichtlich, dass die ermittelten Kriechraten alle auf einer Geraden liegen. Dies soll zeigen, dass die Werte eine geringe Streuung aufweisen und gut miteinander korrelieren.



**Abb. 4.15:** Normierte Darstellung der minimalen Kriechraten der Legierungen im Guss/HIP-Zustand.

#### 4.1.5 Larson-Miller-Darstellung für 1 % Kriechdehnung

Eine etablierte Methode, um verschiedene Werkstoffe hinsichtlich Lebensdauer und Einsatzpotential vergleichen zu können, ist die Larson-Miller-Darstellung. Die Larson-Miller-Darstellung wurde in dieser Arbeit für eine Kriechdehnung von 1 % bestimmt. Als Berechnungsgrundlage dient dabei Gleichung 2.24:

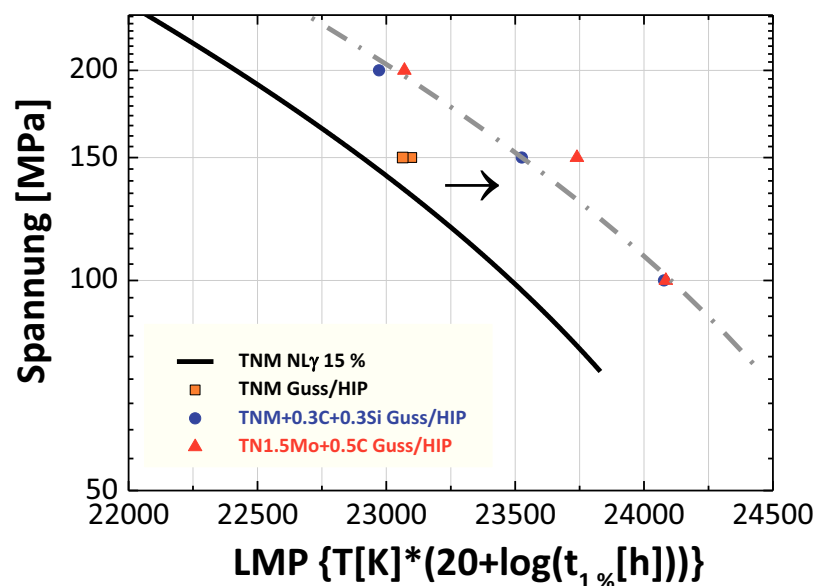
$$T \cdot (\ln t + C_1) = \frac{Q}{R} = LMP \quad (2.24)$$

Die Larson-Miller-Konstante  $C_1$  wurde für die logarithmische Auftragung mit 20 gewählt. Die Zeiten wurden in Stunden und die Temperatur in K eingesetzt. Die Bestimmung der Zeit bis zum Erreichen von 1 % Kriechdehnung für die beiden TNM<sup>+</sup>-Legierungen erfolgte bei 815 °C und Spannungen von 100, 150 und 200 MPa. Die gemessenen Zeiten für 1 % Kriechdehnung und die berechneten Werte für den LMP sind in Tab. 4.17 dargestellt.

**Tab. 4.17:** Zeiten bis zum Erreichen der 1 % Kriechdehnung sowie berechnete LMP-Werte für 815 °C.

Legierung	TNM+0.3C+0.3Si		TN1.5Mo+0.5C	
Spannung [MPa]	Zeit t ( $\epsilon = 1\%$ ) [h]	LMP	Zeit t ( $\epsilon = 1\%$ ) [h]	LMP
100	135	24078	137	24085
150	42	23526	66	23740
200	13	22972	16	23070

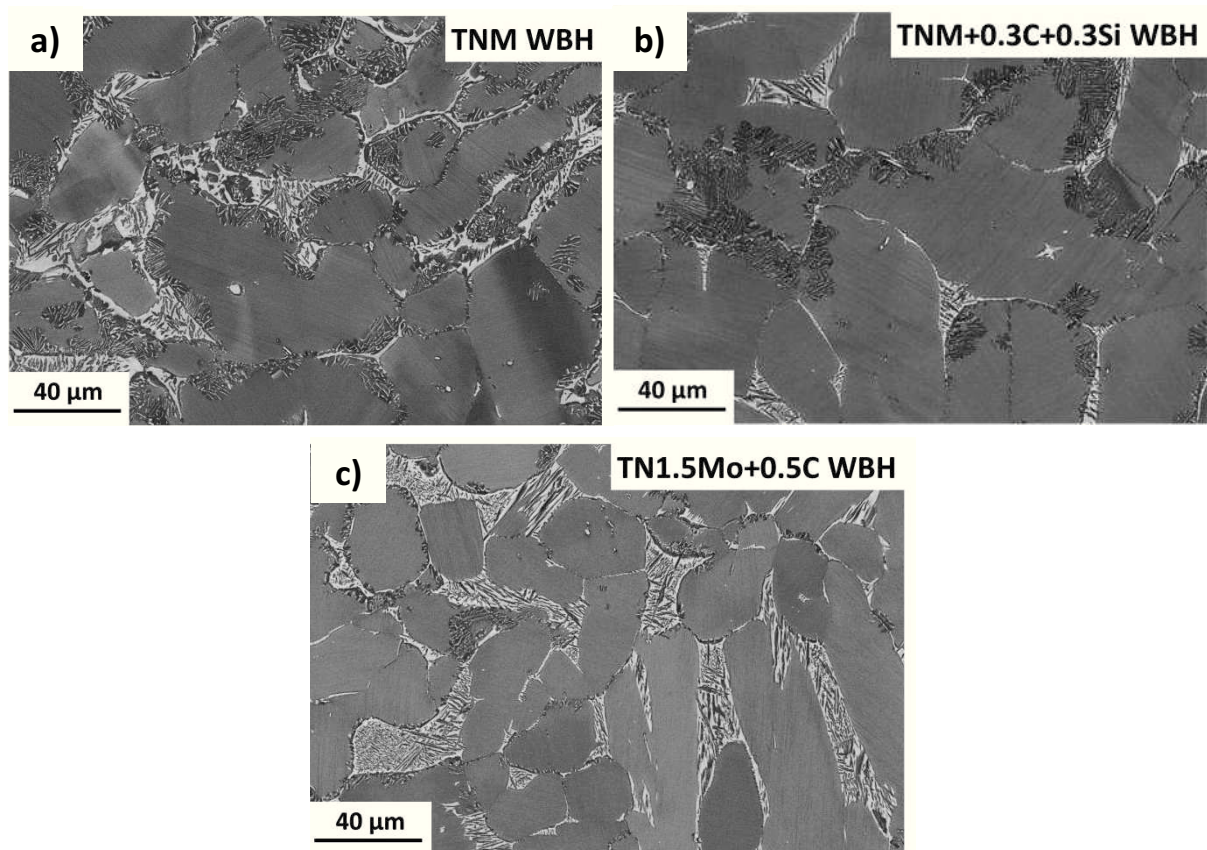
Abbildung 4.16 stellt die Larson-Miller-Darstellung der TNM<sup>+</sup>-Legierungen im Guss/HIP-Zustand im Vergleich zu den Messwerten einer geschmiedeten und wärmebehandelten TNM-Legierung mit 15 %  $\gamma_{\text{globular}}$  (NL  $\gamma$  15 %), welche bei 750 °C geprüft wurde [49], dar. Zu Referenzzwecken sind die Ergebnisse der TNM-Legierung im Guss/HIP-Zustand bei 780 und 815 °C bei 150 MPa dargestellt. Die schwarz dargestellte Kurve der TNM (NL  $\gamma$  15 %) wurde parallel verschoben in Richtung der TNM<sup>+</sup>-Messwerte (grau strichpunktiert). Die Parallelverschiebung ist durch einen schwarzen Pfeil gekennzeichnet. Unter Einbezug der Fehler, die bei den Messungen und der Auswertung entstehen, liegen die Ergebnisse der TNM<sup>+</sup>-Varianten auch annähernd auf der parallel verschobenen Masterkurve. Der LMP-Wert hat sich bei einer Spannung von 150 MPa von 22907 auf 23526, was bei den TNM<sup>+</sup>-Legierungen bei einer Einsatzdauer von 200 h eine Steigung der Anwendungstemperatur um ca. 30 °C bis 1 % Kriechdehnung zur Folge hat. Gezieltes Zulegieren führt somit bereits im Guss/HIP Auslieferungszustand zu einer deutlichen Steigerung des Einsatzpotentials der Legierungen.

**Abb. 4.16:** Larson-Miller-Diagramm für 1 % Kriechdehnung für TNM- und TNM<sup>+</sup>-Legierungen im Guss/HIP Auslieferungszustand.

## 4.2 Wärmebehandeltes Material

### 4.2.1 Charakterisierung Ausgangszustände

Die Guss/HIP-Legierungen wurden einer zweistufigen Wärmebehandlung mit 1340 °C/15 min/AC und anschließend 1000 °C/1 h/FC unterzogen. Dabei scheiden sich nach dem ersten Glühschritt aus dem resultierenden übersättigten Zustand im zweiten Glühschritt feine  $\gamma$ -Lamellen aus. Das Gefüge wird als NL  $\beta$  bezeichnet. Das Ziel der Ausscheidung feiner  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien ist es, die Kriech- und Festigkeitseigenschaften durch Behinderung der Versetzungsbewegung zu verbessern. Auf Grund der feinen  $\gamma$ -Lamellen tritt jedoch auch eine zelluläre Reaktion auf, die in den REM-Aufnahmen in Abb. 4.17 im Endwärmebehandlungszustand deutlich ersichtlich ist.



**Abb. 4.17:** REM-Aufnahmen der wärmebehandelten TNM- und TNM<sup>+</sup>-Legierungen. Die Bereiche der zellulären Reaktion sind deutlich zu erkennen.

Mit steigendem C-Gehalt zeigt sich ein geringerer Anteil an zellulärer Reaktion nach einer Glühung bei 1000 °C, obwohl die Lamellenbreite in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien mit steigendem C-Gehalt gefeint wird [50,51]. Das heißt, dass das Fortschreiten der Reaktionsfront bei der

zellularen Reaktion auf Grund der diffusiven Behinderung durch höhere Anteile an gelösten C stärker gehemmt wird. Die feinen Lamellen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien sind im REM nicht mehr auflösbar. Zusammengefasst dargestellt sind die Ergebnisse der quantitativen Gefügeauswertung und Phasenanalyse in Tab. 4.18. Alle untersuchten Legierungen weisen im wärmebehandelten Zustand höhere Gehalte an  $\beta_0$ -Phase durch die hohe Temperatur im  $(\alpha+\beta)$ -Gebiet während des ersten Glühschritts auf. Die TNM-Legierung besitzt den höchsten  $\gamma$ -Gehalt bei verringertem Anteil an  $\alpha_2$ -Phase. Die beiden TNM<sup>+</sup> unterscheiden sich prinzipiell nur an den Anteilen an  $\beta_0$ -Phase und zellulärer Reaktion. Die Härteunterschiede sind auf die verschiedenen Anteile an C zurückzuführen. Bezogen auf Tab. 4.18 sollte die TN1.5Mo+0.5C die besten Kriecheigenschaften in diesem Gefügestand aufweisen.

**Tab. 4.18:** Mikrostrukturelle Untersuchungsergebnisse der wärmebehandelten TNM- und TNM<sup>+</sup>-Legierungen

Legierung	Phasenanteile XRD [vol.%]			Morphologie REM									Härte HV10 +/- 5
				$\alpha_2/\gamma$ -Kolonien			$\beta_0$ -Phase		$\gamma$ -Phase		ZR		
	KG		sek				lins	lam					
	$\alpha_2$	$\beta_0$	$\gamma$	Anteil [vol.%]	Länge [ $\mu\text{m}$ ]	Breite [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Max. Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	
TNM	10	10	80	72	100	30	10	20	0	2	62	16	421
TNM+0.3C+0.3Si	25	5	70	81	120	30	5	15	0	2	56	12	453
TN1.5Mo+0.5C	25	10	65	78	150	30	10	20	0	6	53	6	479

KG=Korngrenze, sek=sekundär, lins=linsenförmig, lam=lamellar, ZR=zelluläre Reaktion

## 4.2.2 Kriechversuche

Zum Vergleich der wärmebehandelten Legierungen wurden Kriechversuche bei 815 °C und einer Spannung von 150 MPa durchgeführt. Nach den Kriechversuchen erfolgten wiederum Untersuchungen der Mikrostruktur mittels REM und XRD, um die Gefügeentwicklungen zu dokumentieren und dadurch auf das Kriechverhalten rückschließen zu können.

Die Kriechkurven sind in Abb. 4.18 abgebildet. Die TNM-Legierung wies dabei eine deutlich höhere Kriechrate auf, sodass die Belastungsparameter schon nach kurzer Zeit zu einem Bruch der Probe führten. Die minimale Kriechrate wurde schon nach 4 h erreicht (Tab. 4.19). Die TNM+0.3C+0.3Si-Legierung wies eine geringere Kriechrate auf, die zu einer Dehnung von

etwa 6 % nach 200 h führte. Die TN1.5Mo+0.5C-Legierung zeigte das beste Kriechverhalten der drei Legierungen. Alle untersuchten Legierungen zeigten bei den angeführten Testbedingungen ein ausgeprägtes Minimum (Abb. 4.18b).

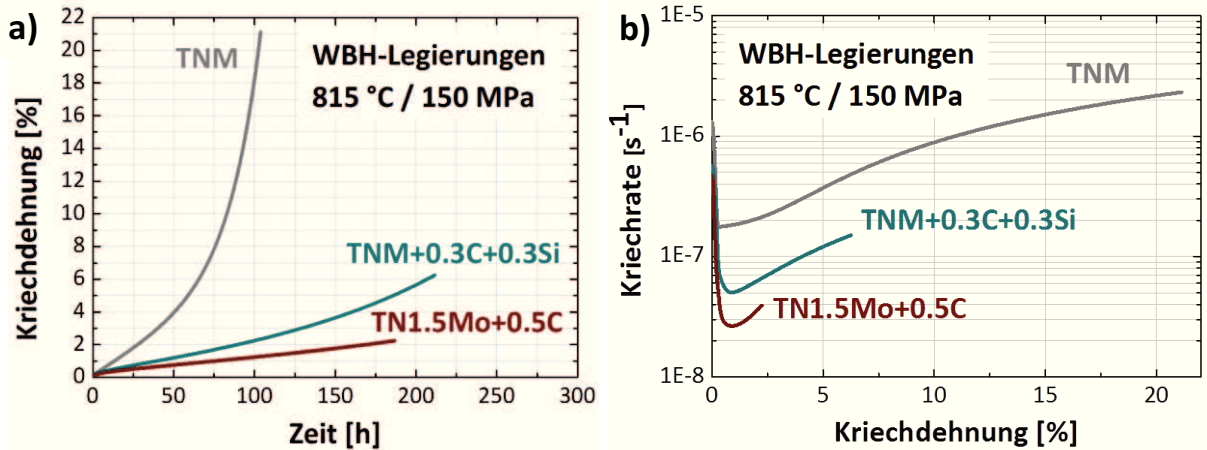


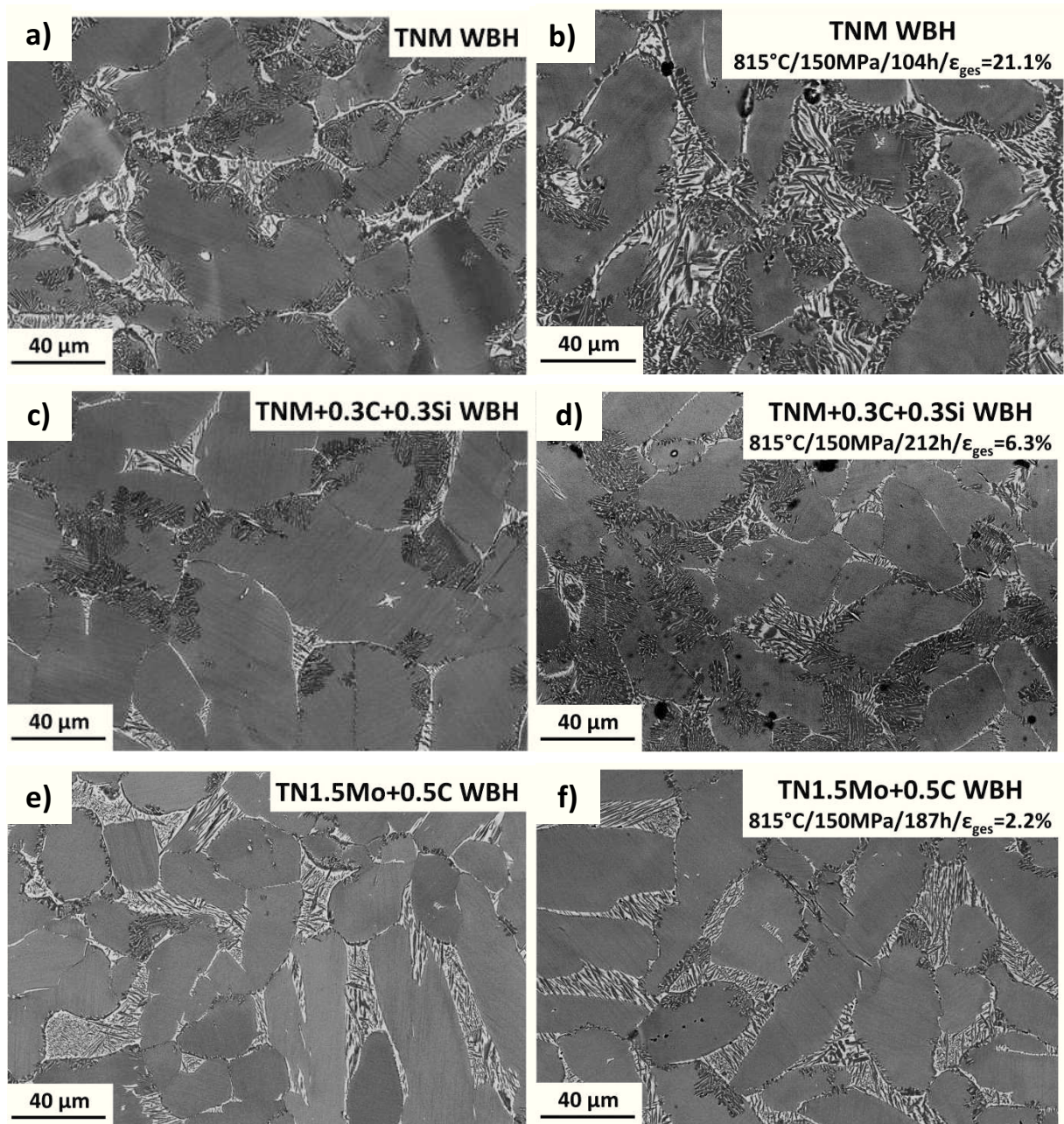
Abb. 4.18: Kriechkurven der wärmebehandelten Legierungen.

Tab. 4.19: Kriechergebnisse der wärmebehandelten Legierungen bei 815 °C und 150 MPa.

Legierung	$\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	$t(\dot{\epsilon}_{\min})$ [h]	$t_{ges}$ [h]	$\epsilon_{ges}$ [%]
TNM	1.8E-7	4	104	21.1
TNM+0.3C+0.3Si	5.0E-8	34	212	6.3
TN1.5Mo+0.5C	2.7E-8	51	187	2.2

Die Mikrostrukturen nach dem Kriechen sind in Abb. 4.19 und ihre quantitative Beschreibung in Tab. 4.20 dokumentiert. Bei der TNM-Legierung hat der Anteil an zellulärer Reaktion deutlich zugenommen. Die zelluläre Reaktion führt, ausgehend von den Koloniegrenzen, zu einem Aufzehren der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien und dadurch zu einer starken Zunahme der Kriechrate. Auch bei der TNM+0.3C+0.3Si-Variante wurde dieser Vorgang beobachtet. Aufgrund des C-Gehalts jedoch weniger ausgeprägt, als bei der TNM-Legierung. Die Phasenanteile der röntgenographischen Untersuchung zeigen hier keinen Unterschied zum Ausgangszustand. Nur die TN1.5Mo+0.5C-Legierung wies kaum einen Anstieg an zellulärer Reaktion im Gefüge gegenüber dem Ausgangszustand auf. Ursache liegt einerseits im höheren Anteil an C, andererseits hatten sich während des Versuchs bei 815 °C und 150 MPa grobe Ti<sub>2</sub>AlC-Karbide ausgeschieden. Diese Karbidausscheidungen hemmen zusätzlich das Fortschreiten der Reaktionsfront der zellulären Reaktion. Das zugehörige XRD-Diffraktogramm, welches zwischen 36 bis 42 ° in 0.01 ° Winkelschritten und 10 s Belichtung pro Schritt aufgenommen wurde, ist in Abb. 4.20a dargestellt. Ein zugehöriges Gefügedetail

ist in Abb. 4.20b zu finden. Die XRD-Diffraktogramme bestätigen die Vermutung, dass es sich um  $Ti_2AlC$ -Teilchen handelt. Bei der Wärmebehandlung zur Einstellung des Gefüges werden jedoch keine  $Ti_2AlC$ -Ausscheidungen gebildet (siehe Abb. 4.19e).



**Abb. 4.19:** Vergleich der REM-Aufnahmen der Ausgangs- und Kriechzustände der wärmebehandelten Legierungen.

Die Phasenanteile bleiben auch bei der TN1.5Mo+0.5C-Legierung annähernd konstant. Die Kriechdehnung bei feinlamellaren Gefüges setzt sich somit aus drei maßgeblichen Beiträgen zusammen, dem Anteil der von den lamellaren Kolonien herrührt, dem Anteil für den das



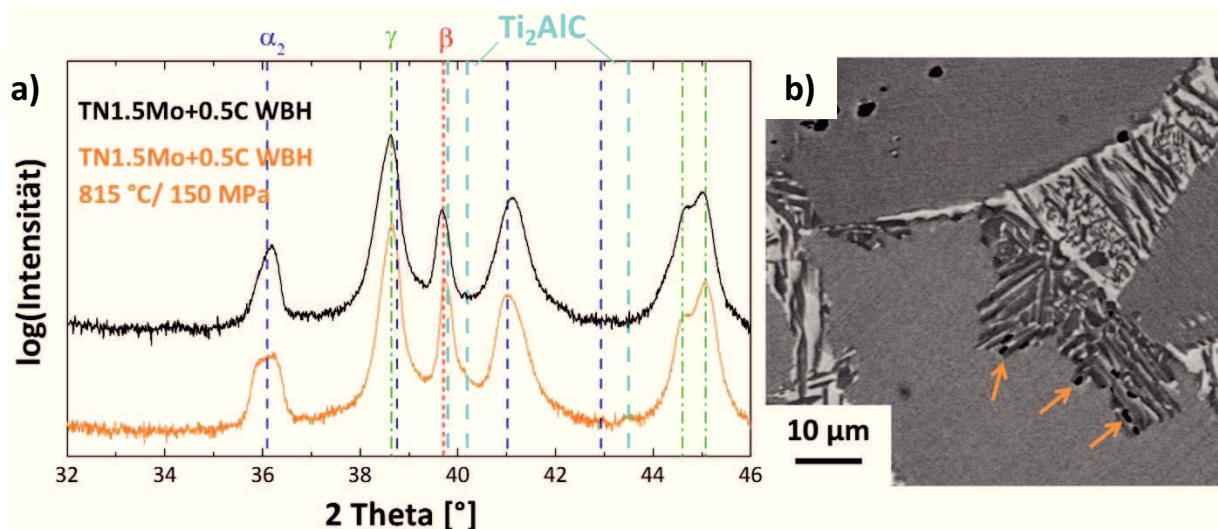
Gefüge der zellularen Reaktion verantwortlich ist und dem Anteil der linsförmigen  $\gamma$ -Körner in der  $\beta_0$ -Phase:

$$\varepsilon_{\text{ges}} = \varepsilon_{\text{Kolonien}} + \varepsilon_{\text{Zellular}} + \varepsilon_{\beta_0\text{-Phase}} \quad (4.2)$$

Die Härteabnahme ist hauptsächlich auf die entfestigende Wirkung der zellularen Reaktion und im geringen Maße auf die Porenbildung während des Kriechvorgangs zurückzuführen. Der Härteabfall korreliert mit dem Anteil an zellulärer Reaktion im Gefüge.

**Tab. 4.20:** Mikrostrukturelle Untersuchungsergebnisse der Kriechzustände der wärmebehandelten Legierungen im Vergleich zum Ausgangszustand.

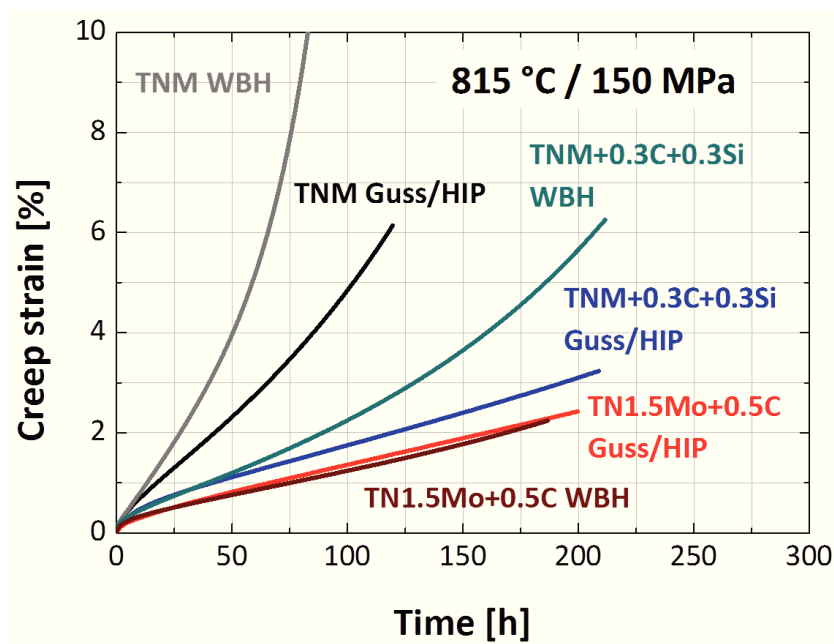
Legierung	Phasenanteile			Morphologie REM									Härte HV10 +/-5
				XRD [vol.%]			$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien			$\beta_0$ -Phase		$\gamma$ -Phase	
	KG	sek	lins							lam			
	$\alpha_2$	$\beta_0$	$\gamma$	Anteil [vol.%]	Länge [ $\mu\text{m}$ ]	Breite [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Max. Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	Anteil [vol.%]	
TNM WBH	10	10	80	72	100	30	10	20	0	2	62	16	421
TNM 815°C/150MPa/104h	17	10	73	62	100	30	7	20	3	5	45	23	397
TNM+0.3C+0.3Si WBH	25	5	70	81	120	30	5	15	0	2	56	12	453
TNM+0.3C+0.3Si 815°C/150MPa/212h	25	6	69	76	80	30	3	15	3	1	51	17	436
TN1.5Mo+0.5C WBH	25	10	65	78	150	30	10	20	0	6	53	6	479
TN1.5Mo+0.5C 815°C/150MPa/187h	27	8	65	82	140	30	8	20	0	3	55	7	469



**Abb. 4.20:** Untersuchungen hinsichtlich Karbidausscheidungen: a) Röntgendiffraktogramme der TN1.5Mo+0.5C-Legierung im wärmebehandelten Zustand im Vergleich zum Kriechzustand mit zusätzlichen  $Ti_2AlC$ -Reflexen. b) REM-Detailaufnahme der Karbide (Pfeile) an der Reaktionsfront der zellularen Reaktion.

### 4.2.3 Vergleich mit Guss/HIP

Die Kriechkurven der wärmebehandelten Legierungen sind mit jenen der Guss/HIP-Legierungen in Abb. 4.21. bei 815 °C und 150 MPa dargestellt. Die zugehörigen minimalen Kriechraten sind in Tab. 4.21 aufgelistet. Trotz der geringen Unterschiede der minimalen Kriechraten zeigt sich ein sehr unterschiedliches Kriechverhalten.



**Abb. 4.21:** Vergleich der Guss/HIP- mit den wärmebehandelten Legierungen bei 815 °C und 150 MPa.

Die TNM und TNM+0.3C+0.3Si zeigen im wärmebehandelten Zustand gegenüber dem Guss/HIP-Zustand einen ausgeprägten tertiären Kriechbereich, in dem die Kriechrate stark ansteigt. Ursache dafür ist die zelluläre Reaktion. Diese bewirkt ein Aufzehren der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien und hebt so den Effekt der Lamellenfeinung als Hindernis für Versetzungsbewegung wieder auf. Der gelöste C-Anteil in der TNM+0.3C+0.3Si verlangsamt den Reaktionsprozess, dieser kann aber dadurch nicht verhindert werden. Die Festigkeiten können durch die Wärmebehandlung aber stark erhöht werden, wie an den Härtemessungen gezeigt. Die Kriechbeständigkeiten haben sich jedoch durch die Wärmebehandlung deutlich verschlechtert. Die TN1.5Mo+0.5C-Legierung verhält sich anders. Das Kriechverhalten im WBH-Zustand ähnelt jenem im Guss/HIP-Zustand und der tertiäre Kriechbereich des feinlamellaren Gefüges ist schwächer ausgeprägt. Grund ist vermutlich die Ausscheidung von Karbiden an der Reaktionsfront der zellulären Reaktion. Dies führt zu einer Verbesserung der Kriechbeständigkeit.

**Tab. 4.21:** Kriechraten der Legierungen im Guss/HIP- und WBH-Zustand bei 815 °C und 150 MPa.

Legierung	TNM		TNM+0.3C+0.3Si		TN1.5Mo+0.5C	
	Guss/HIP	WBH	Guss/HIP	WBH	Guss/HIP	WBH
<b>Minimale Kriechrate</b> $\dot{\epsilon}_{\min}$ [1/s]	1.1E-7	1.8E-7	3.5E-8	5.0E-8	2.9E-8	2.7E-8

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Es wurde gezeigt, dass durch Zulegierung von C und Si bzw. durch Erhöhung des Mo-Gehaltes eine Verbesserung der Kriechbeständigkeit von TNM-Legierungen bei höheren Temperaturen möglich ist. Die höchste Kriechbeständigkeit wurde mit der Legierung mit dem höchsten C-Gehalt erreicht. Kohlenstoff bewirkt durch Mischkristallverfestigung eine Hemmung der Diffusion bzw. Verminderung der Versetzungsbeweglichkeit. Diese Mechanismen erhöhen die Kriechbeständigkeit beträchtlich. Die TNM<sup>+</sup>-Legierungen erreichten bei den in dieser Arbeit durchgeführten Kriechversuchen Kriechraten, die bei der TNM-Legierung bei gleicher Spannung schon bei einer um ca. 30 °C niedrigeren Temperatur gemessen wurden. Das Kriechverhalten zeigt außerdem vor allem bei den niedrigeren Temperaturen eher einen sekundären Kriechbereich als ein ausgeprägtes Minimum. Dabei wird die minimale Kriechrate erst nach sehr langen Zeiten erreicht. Die Phasenanteile blieben bei allen untersuchten Gefügeständen weitestgehend konstant, d.h. es bestand kein ausgeprägtes Phasenungleichgewicht.

Die Auswertungen der Aktivierungsenergien über die linearen, d.h. „klassischen“, Methoden lieferten keine Werte, die das vorliegende Kriechverhalten reflektieren, wodurch die Beschreibung über eine Flächenanpassungsfunktion entwickelt wurde. Diese berücksichtigt den temperaturabhängigen Schubmodul und einen effektiven Diffusionskoeffizienten, der sich aus der Versetzungskernndiffusion und der Gitterdiffusion zusammensetzt. Die Funktion wurde über die ermittelten minimalen Kriechraten angenähert und lieferte die jeweiligen Aktivierungsenergien und Kriechexponenten. Die Aktivierungsenergien lagen über jenen der TNM-Legierung, die Kriechexponenten deutlich niedriger. Eine Änderung des Kriechmechanismus wurde bei keiner Legierung im untersuchten Spannungs- und Temperaturbereich beobachtet. Die 3D-Darstellung visualisiert deutlich die Unterschiede im Kriechverhalten zwischen TNM und TNM<sup>+</sup>.

Die Larson-Miller-Darstellung für 1 % Kriechdehnung zeigt ebenfalls die verbesserte Kriechbeständigkeit der TNM<sup>+</sup>-Variante gegenüber der TNM-Legierung im Guss/HIP-Zustand. Eine Erhöhung der Lebensdauer und des Einsatzpotentials kann durch das Zulegieren von C und Si bzw. Mo erreicht werden. Die Masterkurve verschiebt sich zu höheren LMP-Werten, was im Guss/HIP-Zustand einer Erhöhung der Einsetzbarkeit des Werkstoffs um etwa 30 °C gleich kommt.

Die Wärmebehandlung bei 1340 °C/15 min/AC im ( $\alpha+\beta$ )-Phasengebiet erzeugte einen übersättigten Zustand, in welchem die Ausscheidung an  $\gamma$ -Phase weitestgehend unterdrückt wurde. Bei der nachfolgenden Wärmebehandlung mit 1000 °C/1 h/FC schieden sich feine  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha_2$ -Körnern und linsenförmige  $\gamma$ -Körner in der  $\beta_o$ -Phase aus. Die Feinheit der  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien führte zu einer Erhöhung der Festigkeit gegenüber dem Guss/HIP-Zustand, wie es die Härtemessungen zeigten. Zusätzlich kommt es jedoch bei feinlamellaren Gefügen zum Auftreten einer zellularen Reaktion. Mit zunehmendem C-Gehalt wird ihr Anteil verringert. Die zelluläre Reaktion hat eine Verschlechterung der Kriechbeständigkeit zu Folge. Bei der TN1.5Mo+0.5C-Legierung wurden jedoch während der Kriechversuche bei 815 °C und 150 MPa  $Ti_2AlC$ -Karbide ausgeschieden. Diese verhinderten das Fortschreiten der Reaktionsfront der zellulären Reaktion und behinderten somit deren Ausbreitung. Dadurch konnten die gleichen Kriechraten wie bei der Guss/HIP-Legierung erreicht werden - bei gleichzeitig deutlich erhöhter RT-Härte.

## Literaturverzeichnis

- [1] H. Clemens, S. Mayer, Design, Processing, Microstructure, Properties, and Applications of Advanced Intermetallic TiAl Alloys, *Advanced Engineering Materials*. 15 (2013) 191–215.
- [2] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallisches Titanaluminid – Ein innovativer Leichtbauwerkstoff für Hochtemperaturanwendungen, *BHM Berg- Und Hüttenmännische Monatshefte*. 156 (2011) 255–260.
- [3] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, A. Bartels, Design of novel  $\beta$ -solidifying TiAl alloys with adjustable  $\beta$ /B2-phase fraction and excellent hot-workability, *Advanced Engineering Materials*. 10 (2008).
- [4] W. Wallgram, T. Schmoelzer, L. Cha, G. Das, V. Güther, H. Clemens, Technology and mechanical properties of advanced  $\gamma$ -TiAl based alloys, *International Journal of Materials Research*. 100 (2009) 1021–1030.
- [5] R. Bürgel, "Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik", Vieweg, Braunschweig, Wiesbaden, 1998, p. 88–150.
- [6] G.E. Dieter, D.J. Bacon, "Mechanical metallurgy", McGraw-Hill, London; New York, 1988, p. 432–470.
- [7] M.E. Kassner, "Fundamentals of creep in metals and alloys", 2nd ed, Elsevier, Amsterdam ; Boston, 2009.
- [8] H. Zhu, Effect of microstructural stability on creep behavior of 47XD TiAl alloys with fine-grained fully lamellar structure, *Scripta Materialia*. 52 (2005) 45–50.
- [9] E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, J. Lindemann, J. Klose, W. Smarsly, V. Güther, Microstructural design and mechanical properties of a cast and heat-treated intermetallic multi-phase  $\gamma$ -TiAl-based alloy, (2013) submitted to *Intermetallics*.
- [10] V. Küstner, Untersuchungen zur Gefügebildung bei der Erstarrung von  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen unterschiedlicher Konstitution, Dissertation, Technische Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 2003.
- [11] H. Clemens, H.F. Chladil, W. Wallgram, G.A. Zickler, R. Gerling, K.D. Liss, S. Kremmer, V. Güther, W. Smarsly, In and ex situ investigations of the  $\beta$ -phase in a Nb and Mo containing  $\gamma$ -TiAl based alloy, *Intermetallics*. 16 (2008) 827–833.

- [12] W.G. Burgers, On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium, *Physica*. 1 (1934) 561–586.
- [13] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens, in: C. Leyens (ed.), M. Peters (ed.), "Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications", WILEY-VCH, Weinheim, Germany, 2003: pp. 1–36.
- [14] H. Clemens, S. Mayer, Intermetallische  $\gamma$ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht - eine Fortsetzung, *Prakt. Metallogr.* 48 (2011) 64–100.
- [15] M.J. Blackburn, in: *The Science, Technology and Application of Titanium*, Pergamon Press Ltd., Oxford, 1970: pp. 633–643.
- [16] E. Schwaighofer, Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften gegossener und heißisostatisch gepresster TNM-Legierungen, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2010.
- [17] F. Appel, M. Oehring,  $\gamma$ -titanium aluminide alloys: alloy design and properties, in: *Titanium Und Titanium Alloys*, WILEY-VCH, Weinheim, 2003: pp. 89–152.
- [18] M. Schloffer, Charakterisierung der Mikrostrukturentwicklung von "hot-die" geschmiedetem TNM - Titanaluminid, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2010.
- [19] H. Clemens, H.F. Chladil, W. Wallgram, B. Böck, S. Kremmer, A. Otto, V. Güther, A. Bartels, "A  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloy for improved processing performance", in: *New Orleans, LA*, 2008: pp. 217–228.
- [20] H. Chladil, Entwicklung und Charakterisierung von hoch Niob-haltigen  $\gamma$ -Titanaluminid Legierungen, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [21] H. Kestler, H. Clemens, in: C. Leyens (ed.), M. Peters (ed.), "Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications", WILEY-VCH, Weinheim, 2003: pp. 351–392.
- [22] U. Hecht, V. Witusiewicz, A. Drevermann, J. Zollinger, Grain refinement by low boron additions in niobium-rich TiAl-based alloys, *Intermetallics*. 16 (2008) 969–978.
- [23] W.H. Tian, M. Nemoto, Effect of carbon addition on the microstructures and mechanical properties of  $\gamma$ -TiAl alloys, *Intermetallics*. 5 (1997) 237–244.
- [24] C. Scheu, E. Stergar, M. Schober, L. Cha, H. Clemens, A. Bartels, F.-P. Schimansky, A. Cerezo, High carbon solubility in a  $\gamma$ -TiAl-based Ti–45Al–5Nb–0.5C alloy and its effect on hardening, *Acta Materialia*. 57 (2009) 1504–1511.
- [25] A. Menand, A. Huguet, A. Nérac-Partaix, Interstitial solubility in  $\gamma$  and  $\alpha_2$  phases of TiAl-based alloys, *Acta Materialia*. 44 (1996) 4729–4737.

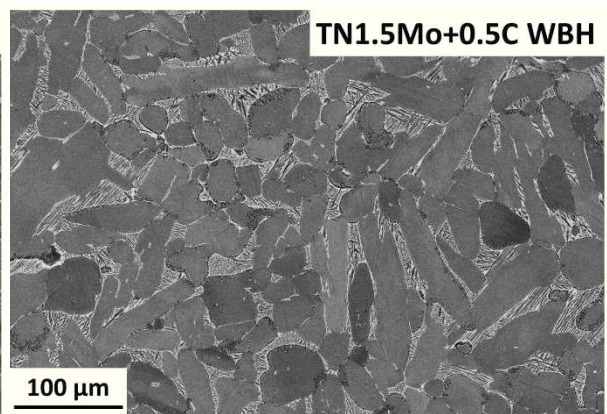
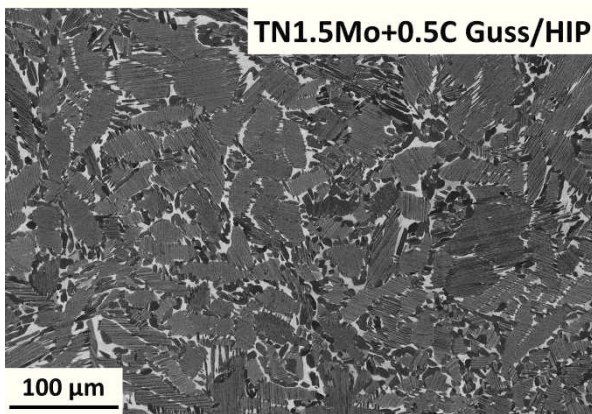
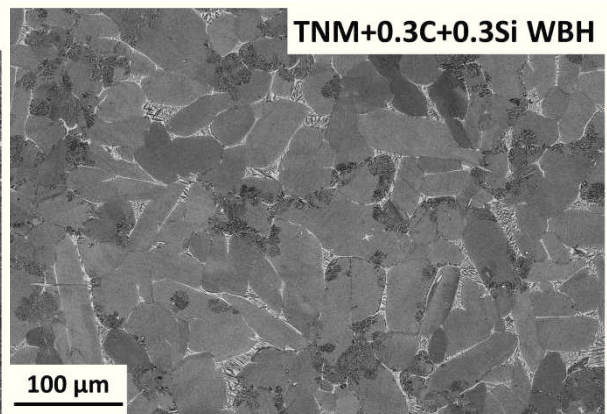
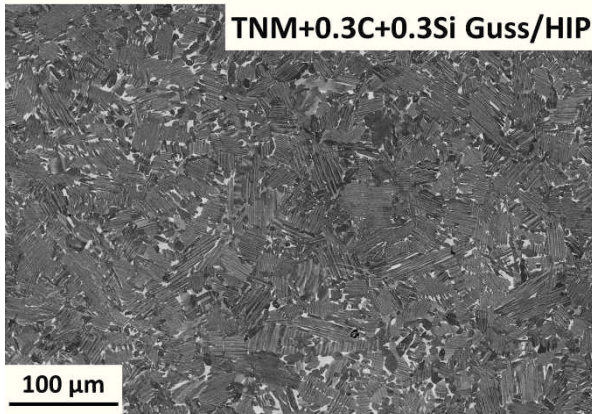
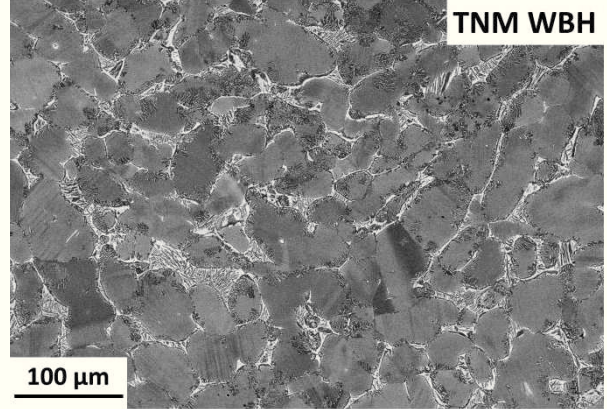
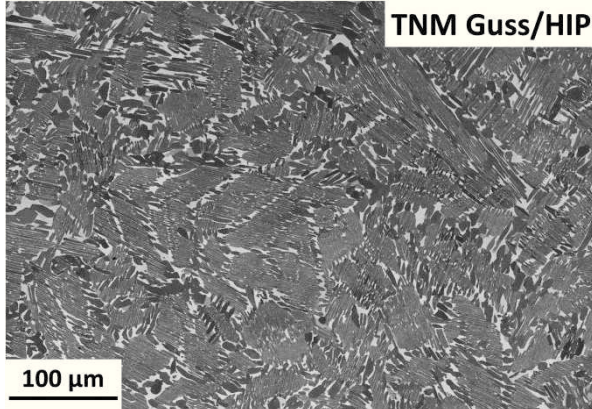
- [26] H. Gabrisch, A. Stark, F.-P. Schimansky, L. Wang, N. Schell, U. Lorenz, F. Pyczak, Investigation of carbides in Ti-45Al-5Nb-xC alloys ( $0 \leq x \leq 1$ ) by transmission electron microscopy and high energy-XRD, *Intermetallics*. 33 (2013) 44–53.
- [27] E. Schwaighofer, B. Rashkova, H. Clemens, A. Stark, V. Güther, S. Mayer, Effect of carbon addition on solidification behavior, phase evolution and creep properties of an intermetallic  $\beta$ -stabilized  $\gamma$ -TiAl based alloy, (2013) Veröffentlichung in Vorbereitung.
- [28] A. Stark, A. Bartels, H. Clemens, F.P. Schimansky, On the formation of ordered  $\omega$ -phase in high Nb containing  $\gamma$ -TiAl based alloys, *Advanced Engineering Materials*. 10 (2008) 929–934.
- [29] H.F. Chladil, H. Clemens, H. Leitner, A. Bartels, R. Gerling, F.P. Schimansky, S. Kremmer, Phase transformations in high niobium and carbon containing  $\gamma$ -TiAl based alloys, *Intermetallics*. 14 (2006) 1194–1198.
- [30] S.W. Kim, P. Wang, M.H. Oh, D.M. Wee, K.S. Kumar, Mechanical properties of Si- and C-doped directionally solidified TiAl-Nb alloys, *Intermetallics*. 12 (2004) 499–509.
- [31] A. Dlouhý, K. Kuchařová, Creep and microstructure of near-gamma TiAl alloys, *Intermetallics*. 12 (2004) 705–711.
- [32] S. Taniguchi, K. Uesaki, Y.-C. Zhu, Y. Matsumoto, T. Shibata, Influence of implantation of Al, Si, Cr or Mo ions on the oxidation behaviour of TiAl under thermal cycle conditions, *Materials Science and Engineering: A*. 266 (1999) 267–275.
- [33] A. Bartels, C. Koeppe, H. Mecking, Microstructure and properties of Ti-48Al-2Cr after thermomechanical treatment, *Materials Science and Engineering: A*. 192-193 (1995) 226–232.
- [34] Y.-W. Kim, Effects of microstructure on the deformation and fracture of  $\gamma$ -TiAl alloys, *Materials Science and Engineering A*. 192-193 (1995) 519–533.
- [35] F. Appel, R. Wagner, Microstructure and deformation of two-phase  $\gamma$ -titanium aluminides, *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 22 (1998) 187–268.
- [36] Z.W. Huang, Ordered  $\omega$  phases in a 4Zr-4Nb-containing TiAl-based alloy, *Acta Materialia*. 56 (2008) 1689–1700.
- [37] L. Cha, H. Clemens, G. Dehm, Microstructure evolution and mechanical properties of an intermetallic Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B alloy after ageing below the eutectoid temperature, *Int. J. Mat. Res. (formerly Z. Metallkd.)*. 102 (2011) 703–708.



- [38] R. Yamamoto, K. Mizoguchi, G. Wegmann, K. Maruyama, Effects of discontinuous coarsening of lamellae on creep strength of fully lamellar TiAl alloys, *Intermetallics*. 6 (1998) 699–702.
- [39] H.J. Frost, M.F. Ashby, "Deformation-mechanism maps: the plasticity and creep of metals and ceramics", Pergamon Press, Oxford, New York, 1982.
- [40] A.M. Brown, M.F. Ashby, On the power-law creep equation, *Scripta Metallurgica*. 14 (1980) 1297–1302.
- [41] J. Lapin, Creep behavior of a cast intermetallic Ti–45.2Al–2W–0.6Si–0.7B alloy, *Scripta Materialia*. 50 (2004) 261–265.
- [42] F. Appel, J.D.H. Paul, M. Oehring, Phase transformations during creep of a multiphase TiAl-based alloy with a modulated microstructure, *Materials Science and Engineering: A*. 510-511 (2009) 342–349.
- [43] L.B. McCusker, R.B. Von Dreele, D.E. Cox, D. Louër, P. Scardi, Rietveld refinement guidelines, *Journal of Applied Crystallography*. 32 (1999) 36–50.
- [44] M. Yamaguchi, H. Zhu, M. Suzuki, K. Maruyama, F. Appel, Importance of microstructural stability in creep resistance of lamellar TiAl alloys, *Materials Science and Engineering: A*. 483-484 (2008) 517–520.
- [45] A. Gorzel, G. Sauthoff, Diffusion creep of intermetallic TiAl alloys, *Intermetallics*. 7 (1999) 371–380.
- [46] Y. Mishin, C. Herzig, Diffusion in the Ti–Al system, *Acta Materialia*. 48 (2000) 589–623.
- [47] C. Herzig, T. Przeorski, Y. Mishin, Self-diffusion in  $\gamma$ -TiAl: an experimental study and atomistic calculations, *Intermetallics*. 7 (1999) 389–404.
- [48] L.M. Hsiung, T.G. Nieh, Creep deformation of fully lamellar TiAl controlled by the viscous glide of interfacial dislocations, *Intermetallics*. 7 (1999) 821–827.
- [49] M. Schloffer, Mechanische Charakterisierung verschiedener Mikrostrukturen der intermetallischen TiAl-Legierung, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2013.
- [50] L. Cha, C. Scheu, H. Clemens, H. Chladil, G. Dehm, R. Gerling, A. Bartels, Nanometer-scaled lamellar microstructures in Ti–45Al–7.5Nb–(0; 0.5)C alloys and their influence on hardness, *Intermetallics*. 16 (2008) 868–875.
- [51] H.S. Park, S.W. Nam, N.J. Kim, S.K. Hwang, Refinement of the lamellar structure in TiAl-based intermetallic compound by addition of carbon, *Scripta Materialia*. 41 (1999) 1197–1203.

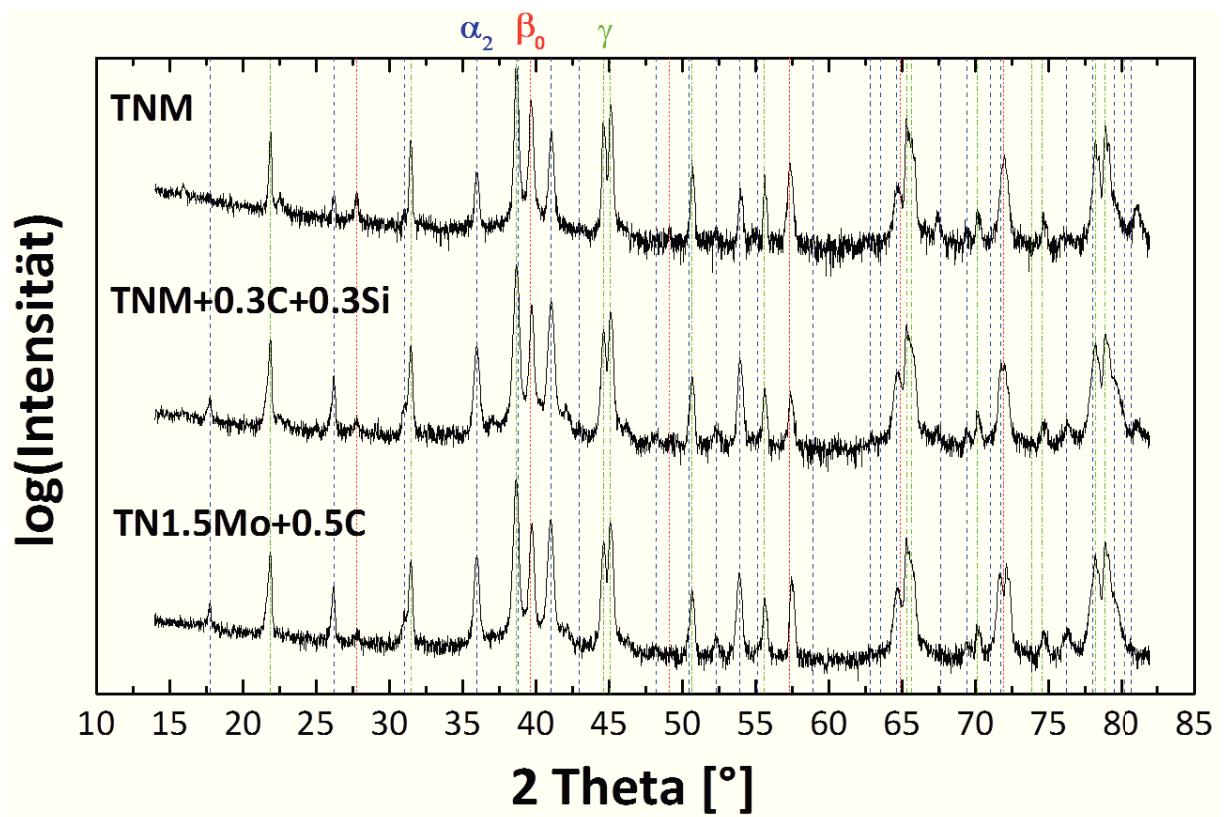
## Anhang A: Charakterisierung Ausgangszustände

REM-Aufnahmen:

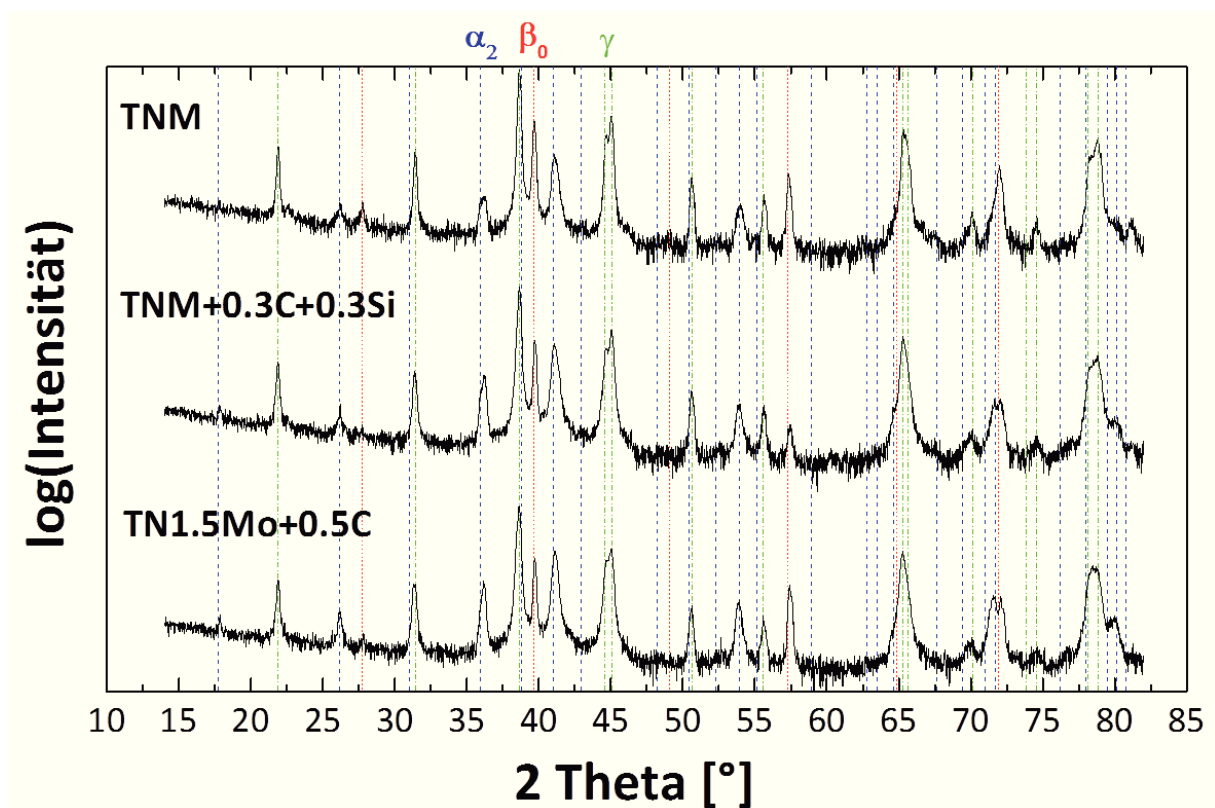


## Röntgendiffraktogramme:

## Guss/HIP-Zustand:

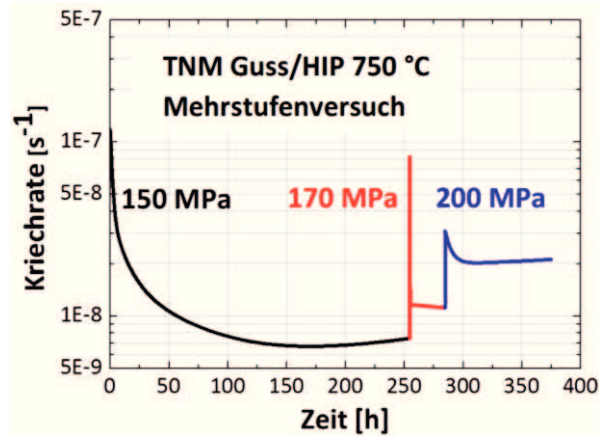
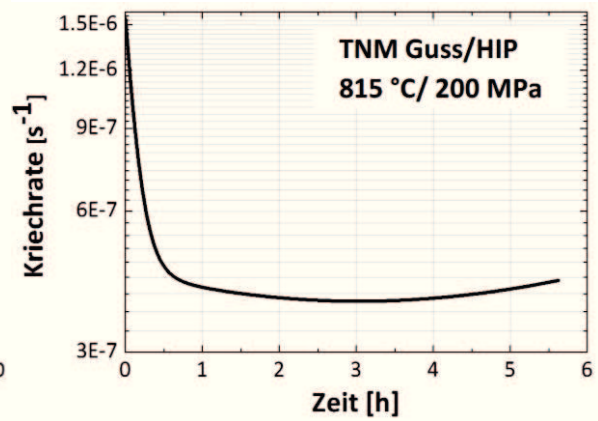
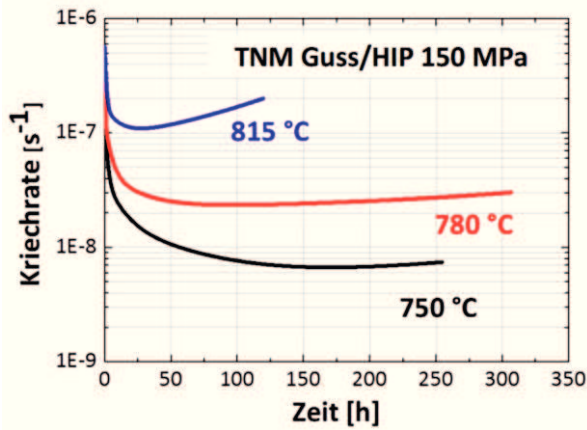


## WBH-Zustand:

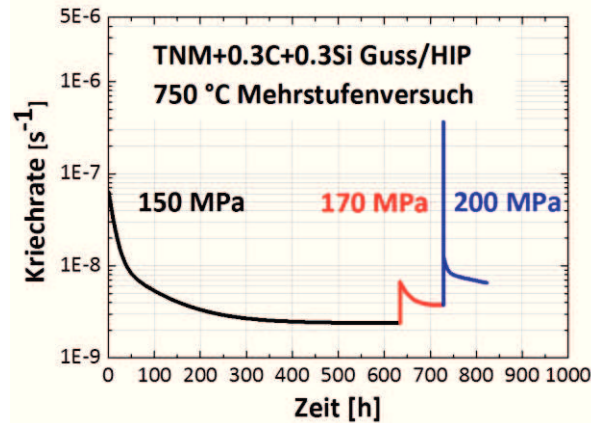
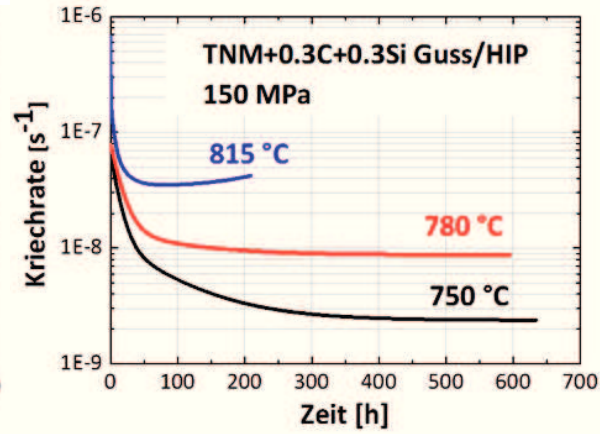
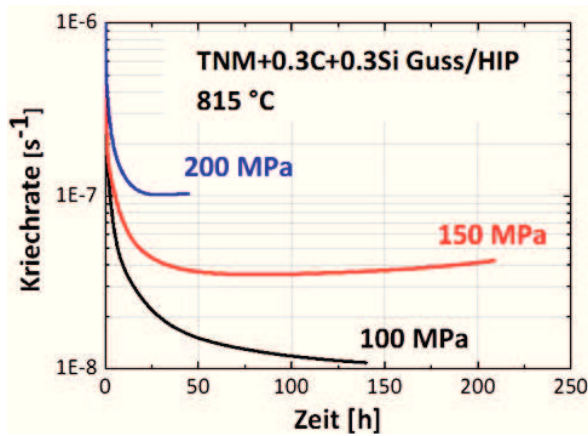




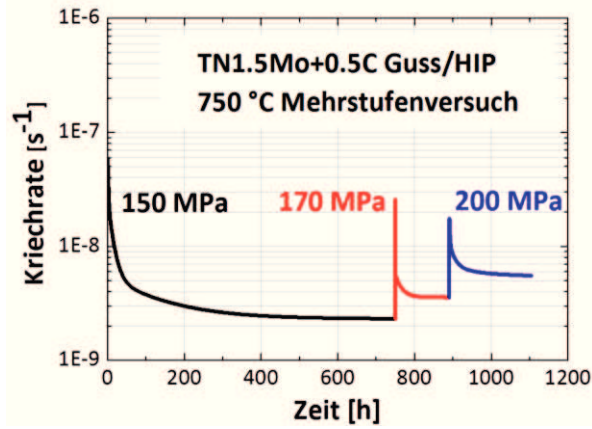
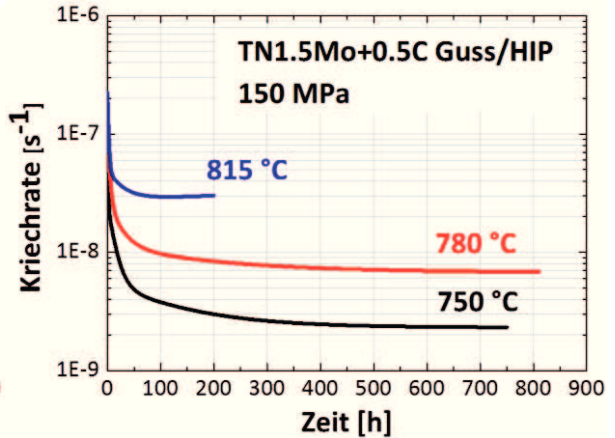
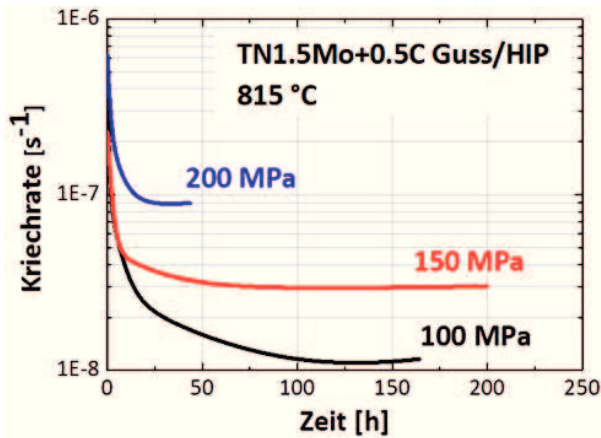
**TNM Guss/HIP**



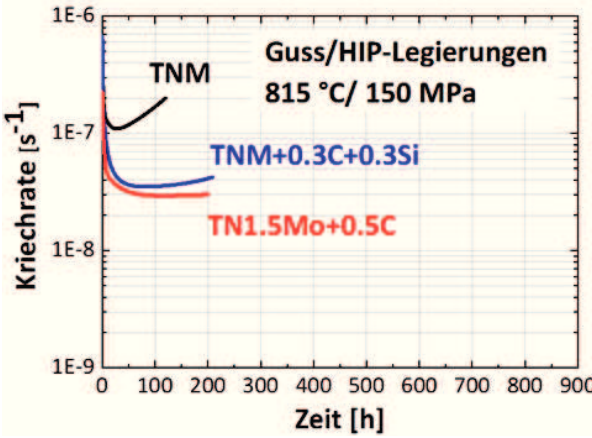
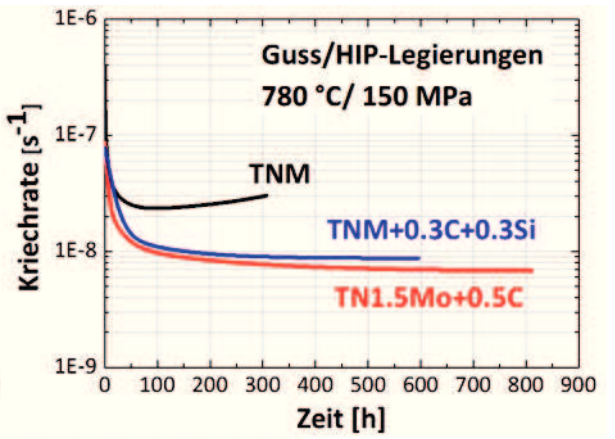
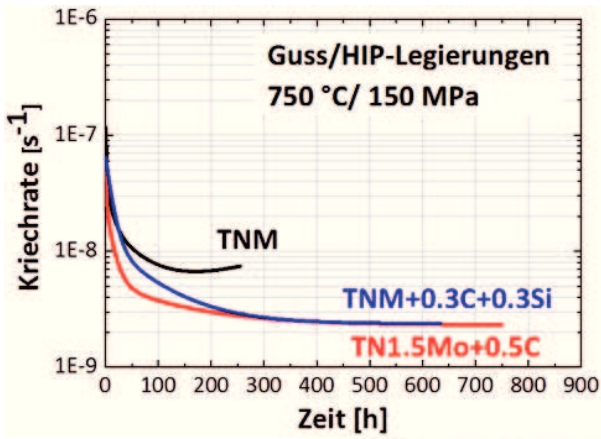
**TNM+0.3C+0.3Si Guss/HIP**



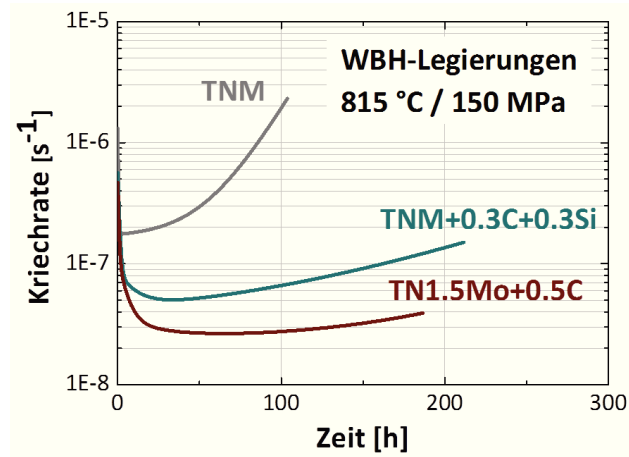
**TN1.5Mo+0.5C Guss/HIP**



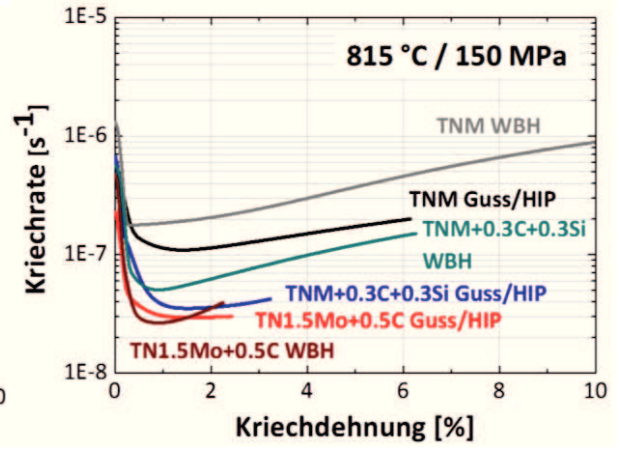
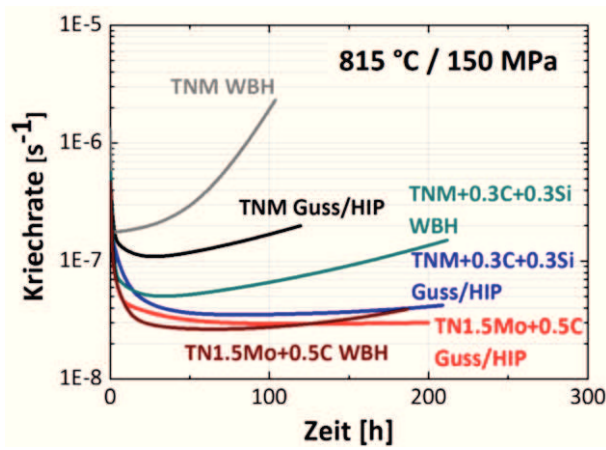
**Vergleich Guss/HIP**



**WBH-Legierungen**



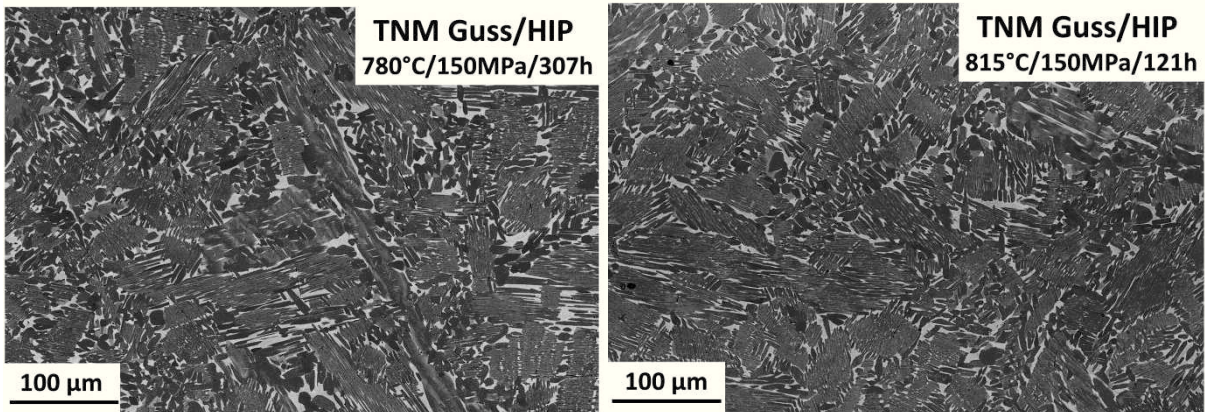
**Vergleich Guss/HIP mit WBH**



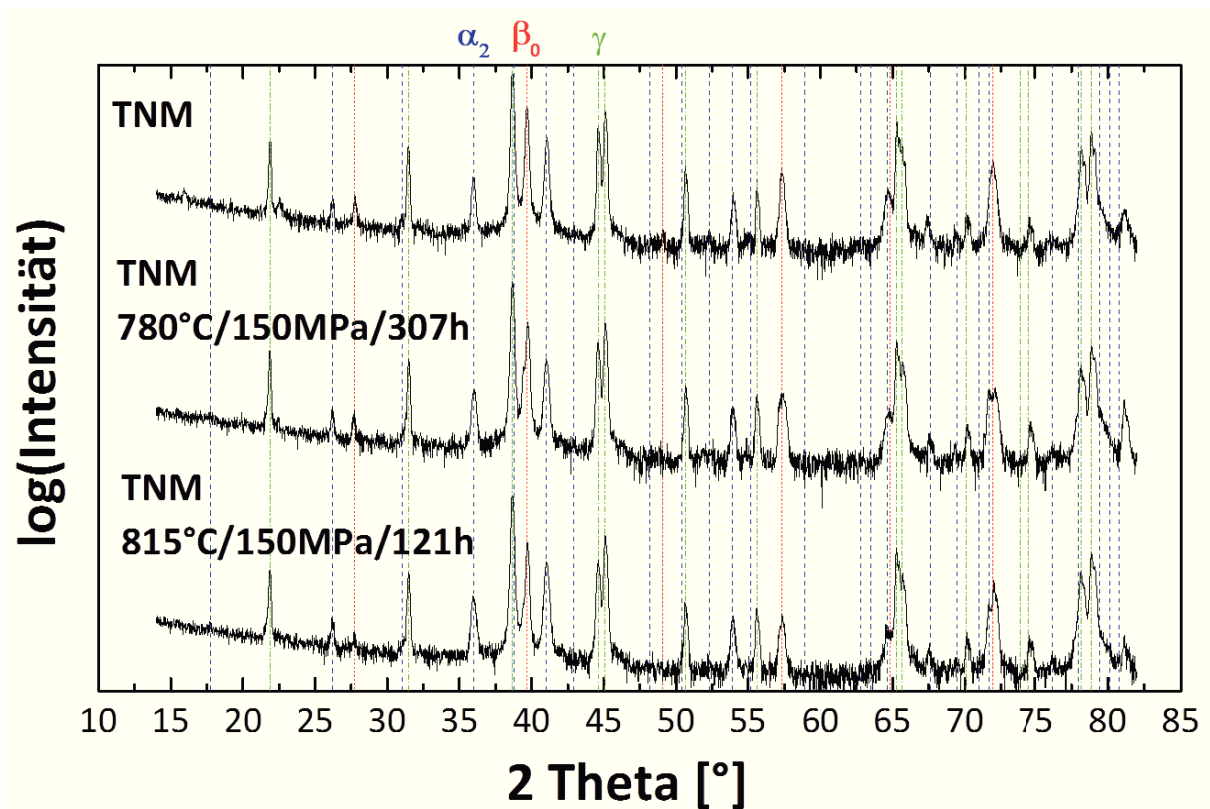
## Anhang C: Charakterisierung Kriechproben

### TNM Guss/HIP

REM-Aufnahmen:



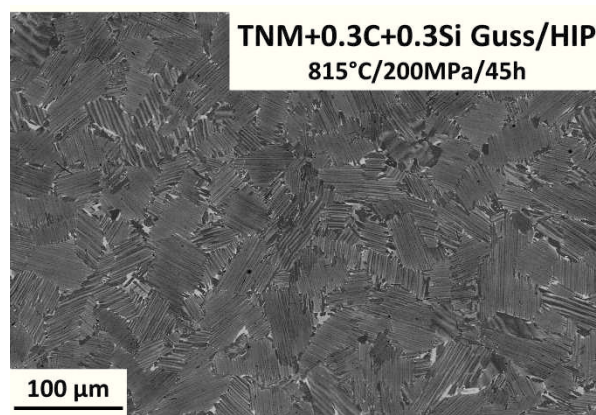
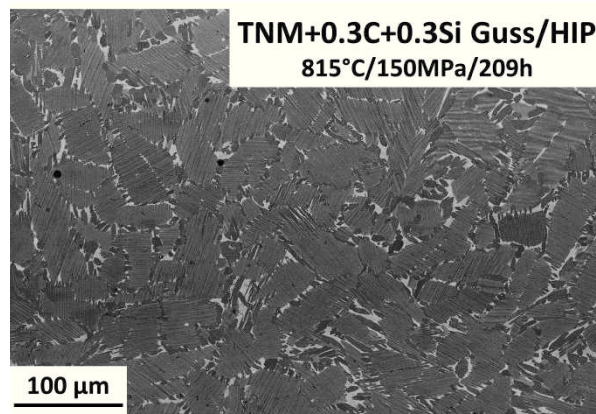
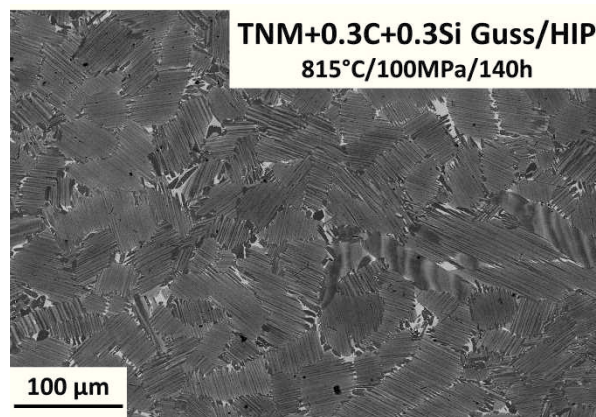
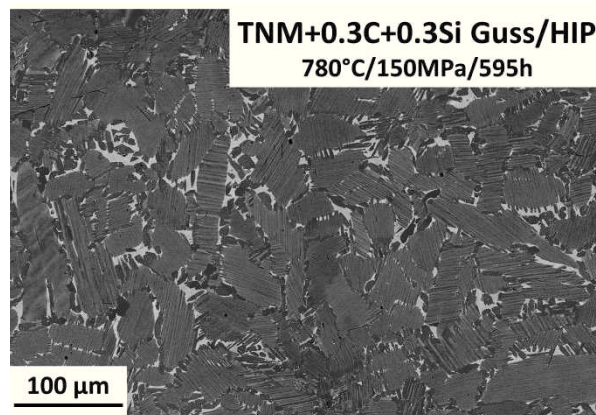
Röntgendiffraktogramme:



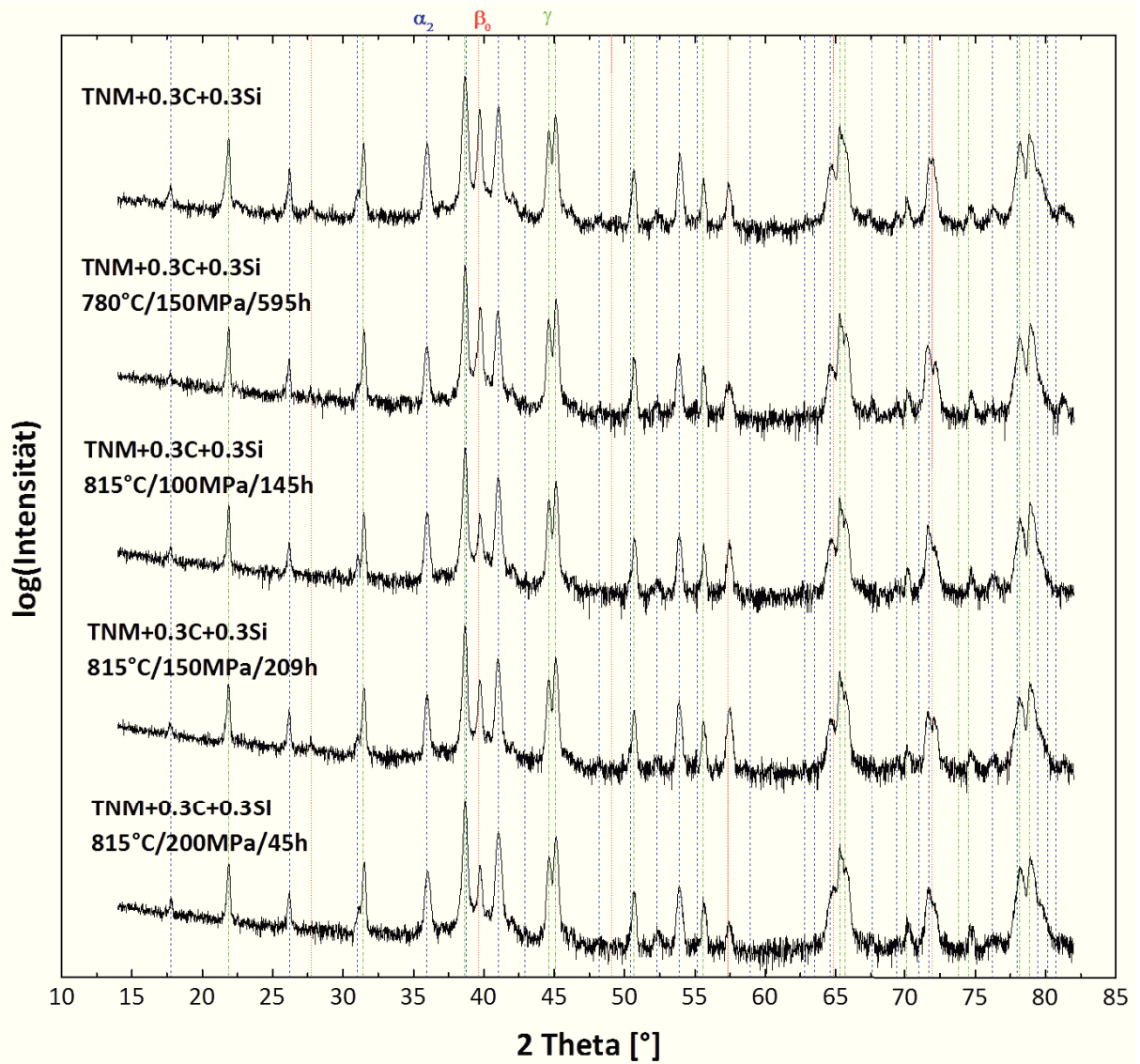


**TNM+0.3C+0.3Si Guss/HIP**

REM-Aufnahmen:

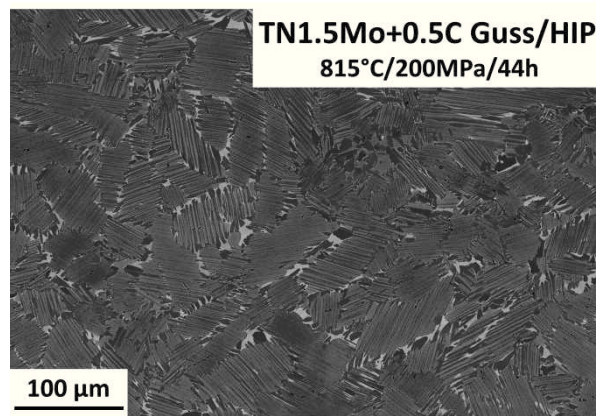
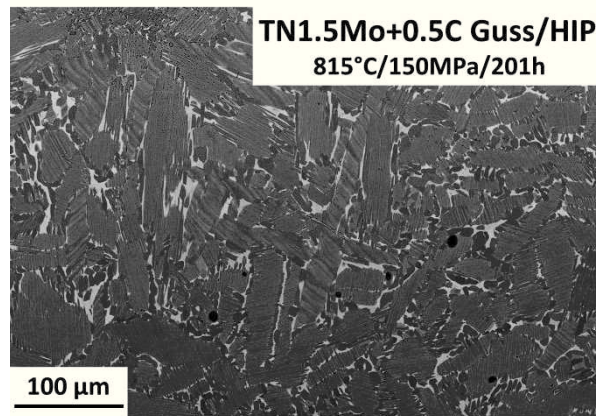
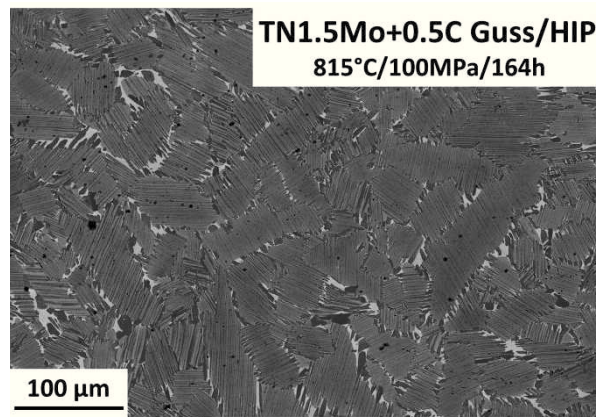
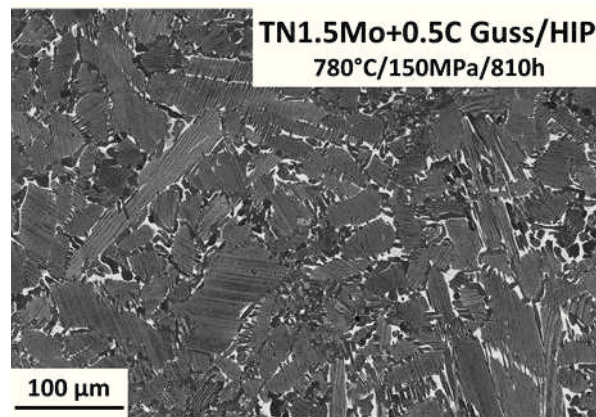


## Röntgendiffraktogramme:

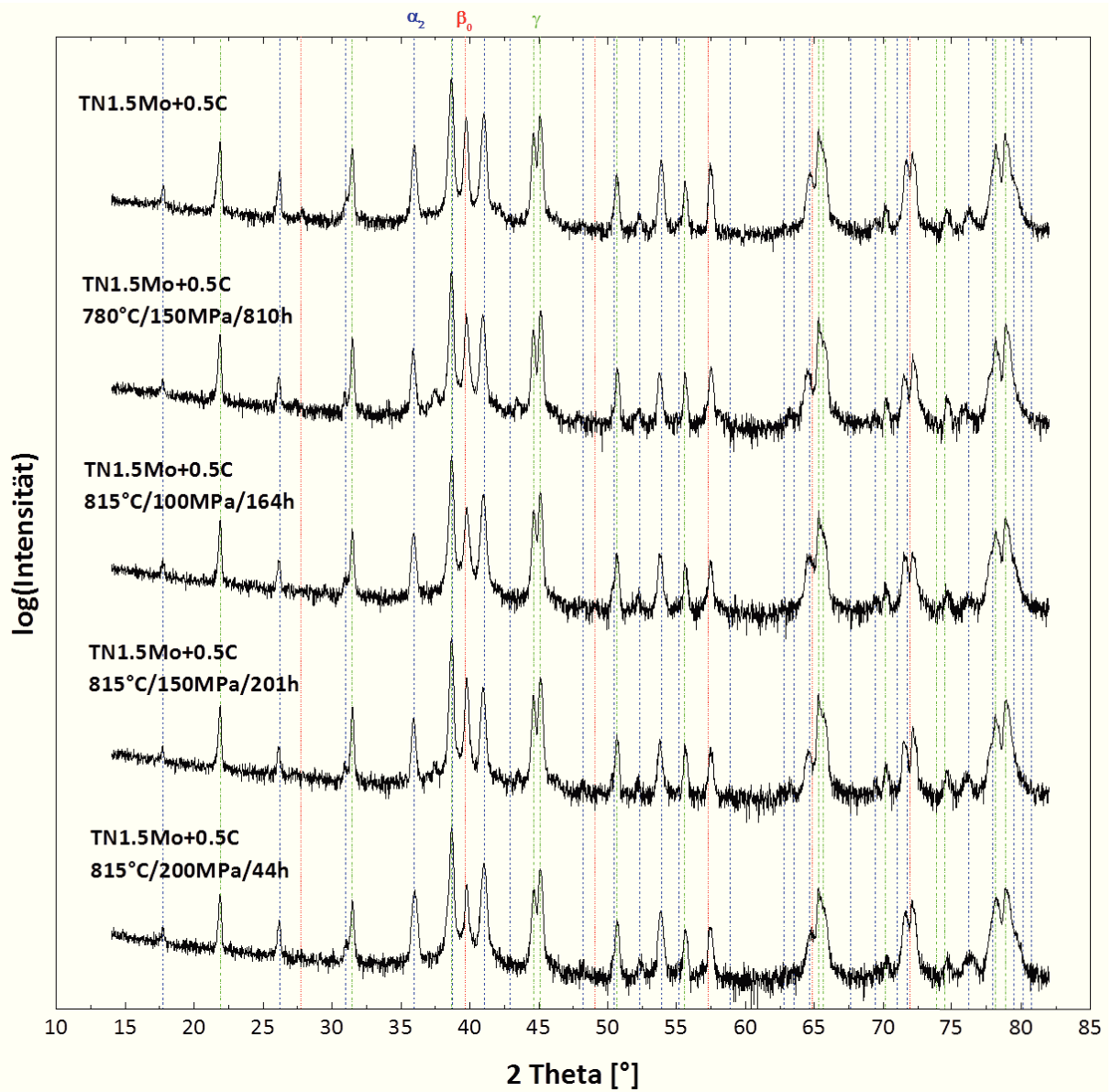


## TN1.5Mo+0.5C Guss/HIP

REM-Aufnahmen:

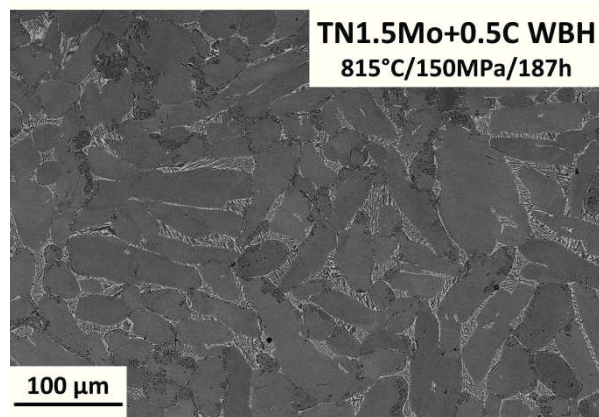
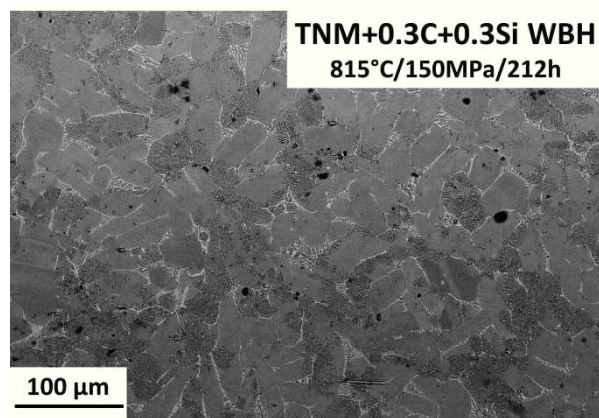
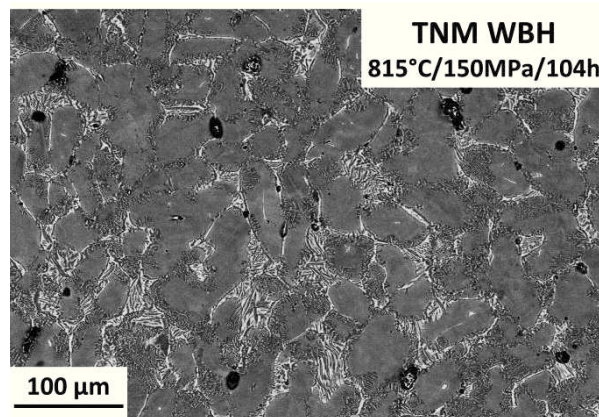


## Röntgendiffraktogramme:

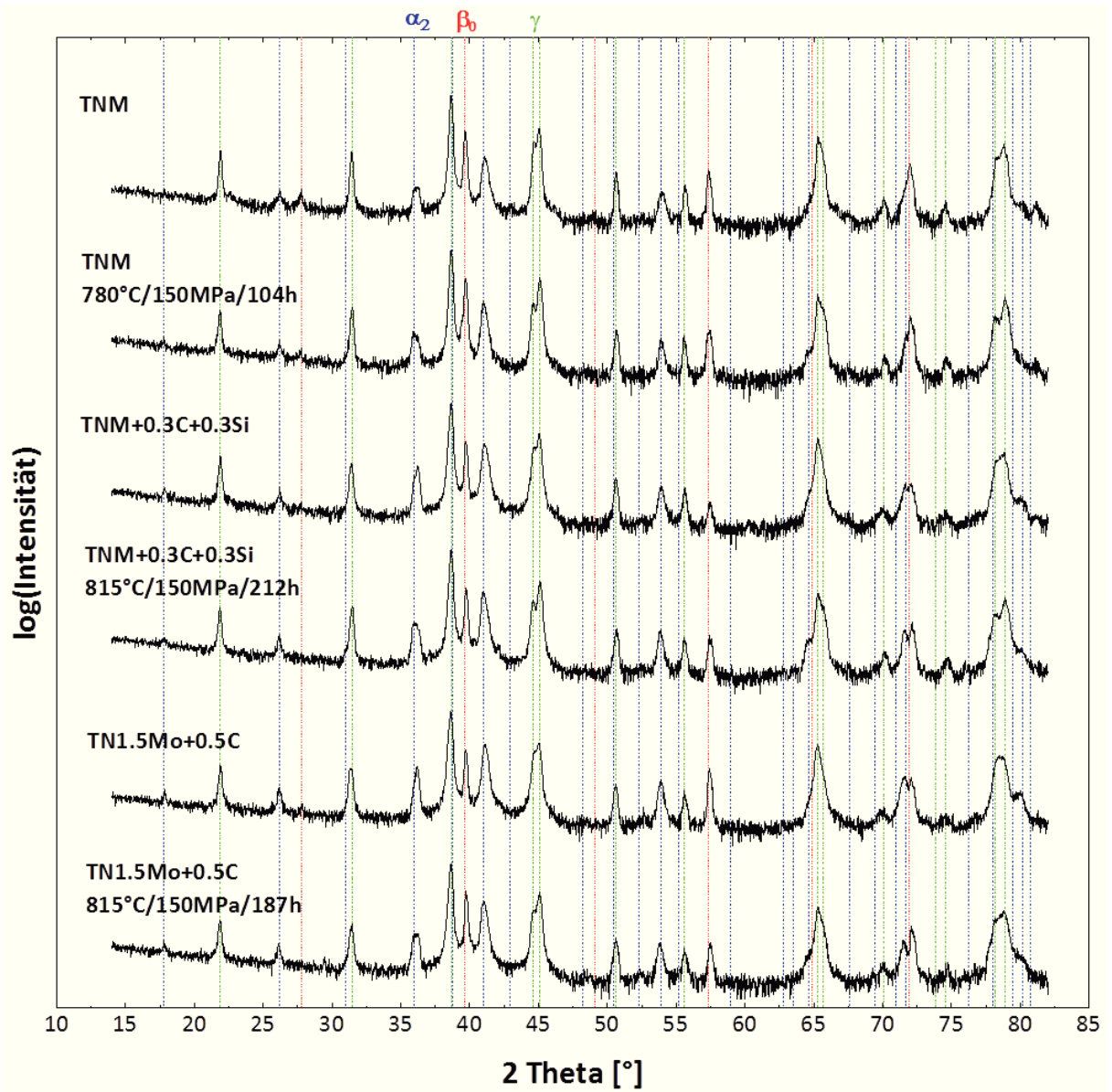


**WBH-Legierungen**

**REM-Aufnahmen:**

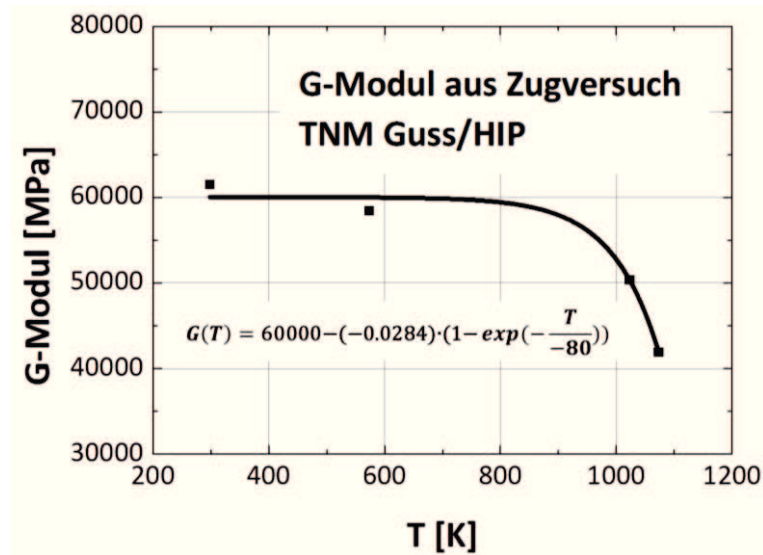


## Röntgendiffraktogramme:



# Anhang D: Flächenanpassungsfunktion

## Bestimmung des temperaturabhängigen G-Modul



## Flächenanpassungsfunktionen:

