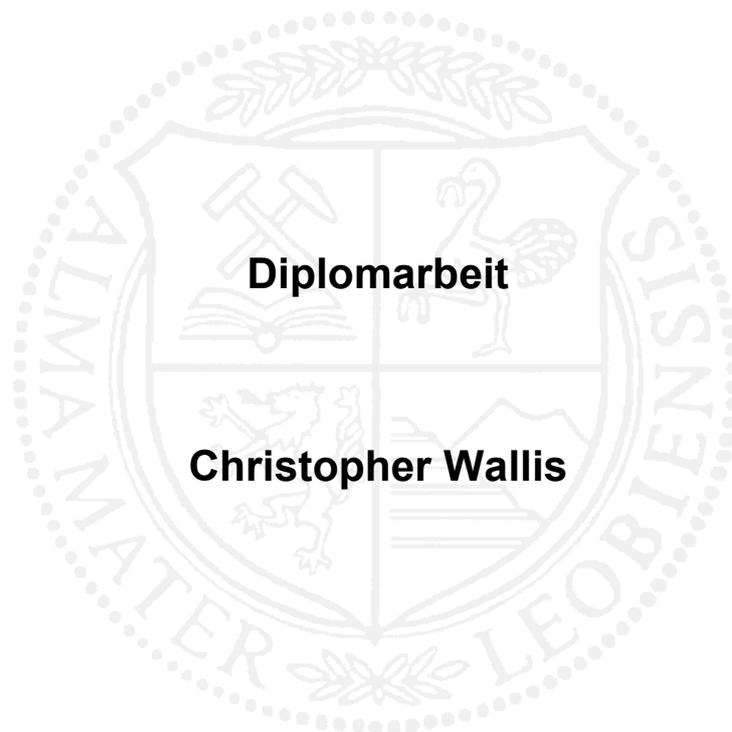


**Montanuniversität Leoben**

**Mikrostrukturanalyse im  
Herstellungsprozess zur Qualitätskontrolle  
von Bauteilen der TNM-Legierung**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben, Österreich in Kooperation mit MTU Aero Engines AG, Deutschland durchgeführt.

**Leoben, November 2014**

### **Eidesstattliche Erklärung**

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

Leoben, November 2014

(Christopher Wallis)

## Danksagung

Ich bedanke mich bei meinen Betreuern, Prof. Dr. Helmut Clemens, Ass.Prof. Dr. Svea Mayer und Dr. Martin Schloffer für ihre fachliche Unterstützung bei der Erstellung dieser Arbeit sowie ihren Anregungen zu neuen Sichtweisen und Ideen.

Ich möchte mich auch bei den Kollegen der TiAl-Arbeitsgruppe bedanken, deren Rat und Meinung mich bei meiner Arbeit vorangebracht haben. Allen Mitarbeitern des Departments Metallkunde und Werkstoffprüfung sei ebenfalls ein herzlicher Dank ausgesprochen, deren Erfahrung unverzichtbar für den erfolgreichen Abschluss der Arbeit gewesen ist.

Herrn Ing. Ronald Binder und Prof. Dr. Robert Danzer vom Institut für Struktur- und Funktionskeramik sei für ihre Unterstützung ein Dank ausgesprochen. Bei Herrn Dipl.-Ing. Christoph Spijker bedanke ich mich für die freundliche Unterstützung zu Fragen der Wärmetechnik. Ebenso möchte ich Dr. Stefan Wurster und allen Mitarbeitern des Erich Schmid Instituts für Materialwissenschaft der österreichischen Akademie der Wissenschaften in Leoben für ihre Zeit und Geduld in fach- und gerätespezifischen Fragen danken.

Mein Dank gilt auch der MTU Aero Engines AG für das Diplomarbeitsthema und der Bereitstellung der Proben. Ebenso möchte ich Dr. Patrick Voigt von der Hanseatischen Waren Handelsgesellschaft mbH & Co. KG und M.Sc. Michael Heuser vom Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung für ihre Unterstützung danken.

Ein besonderer Dank gilt meinen Freunden und meiner Familie, die mir stets Kraft und Rückhalt bei der Bewältigung von Herausforderungen gaben.

## Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole .....	II
<b>1 Einleitung und Problemstellung .....</b>	<b>1</b>
<b>2 Theoretische Grundlagen .....</b>	<b>3</b>
2.1 TNM-Legierungssystem.....	3
2.1.1 Auftretende Phasen im TNM-Phasendiagramm.....	4
2.1.2 Legierungselemente.....	6
2.1.3 Phasenanteilsdiagramm und $\gamma$ -Solvus Temperatur $T_{\gamma\text{Solv}}$ .....	6
2.1.4 Nearly Lamellar $\gamma$ -Gefüge .....	8
2.2 Unterschiede zwischen Mikrostruktur und Phasenanalyse .....	9
2.3 Abkühlratenabhängigkeit der $\gamma$ -Ausscheidung.....	10
2.4 XRD-Auswertung .....	10
2.5 EBSD-Texturanalyse .....	11
<b>3 Experimentelle Durchführung .....</b>	<b>16</b>
3.1 Ausgangsmaterial und Herstellung .....	16
3.2 Vorgehen zur Bestimmung von $T_{\gamma\text{Solv}}$ .....	19
3.2.1 Vorversuch .....	20
3.2.2 Wärmebehandlung.....	21
3.3 Probenpräparation .....	22
3.3.1 Schneiden der Proben.....	22
3.3.2 Schneiden der Analyseflächen.....	23
3.3.3 Mechanische Präparation.....	23
3.3.4 Präparation für XRD Phasenanalyse .....	23
3.3.5 Präparation für LIMi Mikrostrukturanalyse.....	24
3.4 Mikrostruktur- und Phasenanalyse .....	24
3.4.1 Röntgendiffraktometrie .....	24
3.4.2 Quantitative Metallographie.....	25
3.5 EBSD-Texturanalyse .....	27
3.6 Abkühlversuche .....	31
3.6.1 Vorversuche zur Messung der Abkühlgeschwindigkeit .....	32
3.6.2 Hauptversuch: Messaufbau und Parameter .....	33

<b>4 Ergebnisse und Diskussion</b> .....	<b>35</b>
4.1 Texturanalyse an den Schmiedegraten .....	35
4.2 Bestimmung des globularen $\gamma$ -Phasenanteils in Schmiedegraten .....	43
4.2.1 Auswertung mittels XRD .....	43
4.2.2 Auswertung mittels quantitativer Metallographie .....	48
4.2.3 Gegenüberstellung der Ergebnisse .....	50
4.3 Bestimmung der Abkühlraten .....	54
4.3.1 Ölabschreckung .....	54
4.3.2 Luftabkühlung mit Kühlluftgebläse .....	57
4.3.3 Luftabkühlung.....	64
4.3.4 Gegenüberstellung der Ergebnisse .....	66
4.4 $T_{\text{Solv}}$ -Bestimmung.....	68
4.4.1 GeHiptes Billet .....	68
4.4.2 Schmiedegrat af2 (Route II) .....	72
4.4.3 Schmiedegrat af3 (Route III) .....	74
4.4.4 Isotherm geschmiedeter <i>Pancake</i> af4 (Route IV).....	77
4.5 Fehlerrechnung.....	81
<b>5 Zusammenfassung</b> .....	<b>84</b>
<b>Literaturverzeichnis</b> .....	<b>86</b>
<b>Anhang A: Parameter TOPAS</b> .....	<b>I</b>
<b>Anhang B: Texturanalyse</b> .....	<b>I</b>
<b>Anhang C: Mikrostrukturanalyse</b> .....	<b>I</b>
<b>Anhang D: Wärmetechnische Berechnungen</b> .....	<b>I</b>

## Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole

$\alpha$ .....	ungeordnete $\alpha$ -TiAl-Phase
$\alpha_2$ .....	geordnete $\alpha_2$ -Ti <sub>3</sub> Al-Phase
$\alpha$ .....	Wärmeübergangskoeffizient
AC .....	<i>air cooling</i> , Luftabkühlung
af .....	<i>as forged</i> , geschmiedet
af1 / 2 / 3 .....	Schmiedeprobe aus der Prozessroute I / II / III
af4 .....	Schmiedeprobe aus der Prozessroute IV = <i>Pancake</i>
Al .....	Aluminium
at% .....	Atomprozent
$\beta$ .....	ungeordnete $\beta$ -TiAl-Phase
$\beta_o$ .....	geordnete $\beta_o$ -TiAl-Phase
B .....	Bor
B_ .....	Billetprobe
BSE .....	<i>backscattered electrons</i> , rückgestreute Elektronen
°C .....	Grad Celsius
$\varepsilon$ .....	Emissionskoeffizient
EBSD .....	<i>electron backscatter diffraction</i> , Elektronenrückstreubeugung
FAC .....	<i>fan air cooling</i> , Luftabkühlung mit Kühlluftgebläse
FAC_langs .....	<i>fan air cooling</i> langsam
FAC_schn .....	<i>fan air cooling</i> schnell
FC .....	<i>furnace cooling</i> , Ofenabkühlung
h .....	<i>hour</i> , Stunde(n)
hdp .....	hexagonal dichteste Packung
HIP .....	heißisostatisch Pressen
<i>hot-die forged</i> ...	heiß-Gesenk geschmiedet
hom. ....	Homogenisierung / homogenisiert
IPF .....	inverse Polfigur

JCPDS	.....	<i>Joint Committee on Powder Diffraction Standards</i> , internationale Diffraktionsdatenbank
K	.....	Kelvin
k	.....	Steigung einer linearen Gleichung
k.A.	.....	keine Angaben
kfz	.....	kubisch flächenzentriert
krz	.....	kubisch raumzentriert
$\lambda$	.....	Wärmeleitfähigkeit
$L_C$	.....	charakteristische Länge
LOM / LIM1	.....	<i>light optical microscopy</i> , Lichtmikroskopie
m	.....	Meter
m%	.....	Massenprozent
Mo	.....	Molybdän
mol%	.....	Molprozent
MPa	.....	Mega-Pascal
MRD	.....	<i>multiple random of distribution</i> , regellose Verteilung
MUL	.....	Montanuniversität Leoben
n	.....	Anzahl der Phasen
Nb	.....	Niob
NL	.....	nahezu lamellares Gefüge
$Nu_M$	.....	mittlere Nußelt-Zahl
O	.....	Sauerstoff
OQ	.....	<i>oil quenching</i> , Ölabschreckung
PF	.....	Polfigur
PO	.....	<i>preferred orientation</i> , Vorzugsorientierung
Pr	.....	Prandtl-Zahl
$\rho$	.....	Dichte
$q_{Konv}$	.....	Wärmestromdichte über Konvektion
$q_{Str}$	.....	Wärmestromdichte über Strahlung

---

$Re_{krit}$	.....	kritische Reynolds-Zahl
REM	.....	Rasterelektronenmikroskopie
Rex.	.....	Rekristallisation
RFA	.....	Röntgenfluoreszenzanalyse
$\sigma$	.....	Stefan-Boltzmann Konstante
SH	.....	<i>spherical harmonics</i> , Kugelfunktionen
$T_{Eut}$	.....	eutektoide Temperatur
$T_G$	.....	Temperatur am (Schmiede-) Grat
$T_L$	.....	Lufttemperatur
$T_{\gamma Solv}$	.....	$\gamma$ -Solvus Temperatur
TE	.....	Thermoelement
tfz	.....	tetragonal flächenzentriert
TEM	.....	Transmissionselektronenmikroskopie
Ti	.....	Titan
TiAl	.....	Titanaluminid
TNM	.....	Titanaluminid-Legierung mit Niob- und Molybdän
$\nu$	.....	kinematische Viskosität
$\nu_i$	.....	Volumsprozent der Phase i
VAR	.....	<i>vacuum arc remelting</i> , Vakuum-Lichtbogenofenumschmelzen
VV	.....	Vorversuch
w	.....	Strömungsgeschwindigkeit
$w_i$	.....	Massenprozent der Phase i
W	.....	Watt
WB / wb	.....	Wärmebehandlung / wärmebehandelt
XRD	.....	<i>X-ray diffraction</i> , Röntgendiffraktometrie
$\gamma$	.....	geordnete $\gamma$ -TiAl-Phase
ZTU	.....	Zeit-Temperatur-Umwandlung

## 1 Einleitung und Problemstellung

Titanaluminide (TiAl) haben sich durch jahrelange Forschung und Entwicklung als zukunftssträchtiger Werkstoff im Bereich der Automobil- und Luftfahrtindustrie etabliert [1–5]. Aufgrund ihrer ausgewogenen mechanischen Eigenschaften und geringen Dichte sind Titanaluminide ein geeigneter Kandidat für Hochtemperaturleichtbaukomponenten [6]. Sie eignen sich u.a. als neuer Werkstoff für Turbinenschaufeln in Strahltriebwerken, dessen Anforderungsprofil eine ausreichende Kriechbeständigkeit, eine hohe Festigkeit und Bruchzähigkeit, sowie eine hohe thermische Stabilität der Mikrostruktur fordert, um den Einsatz im Inneren des Triebwerks standzuhalten [7,8]. Bis zu diesem Zeitpunkt waren nur Nickelbasis-Superlegierungen in der Lage diese Anforderungen zu erfüllen, allerdings besitzt diese Legierungsklasse eine hohe Dichte von  $8 \text{ g/cm}^3$ , Titanaluminide hingegen bewegen sich im Bereich von  $4 \text{ g/cm}^3$  [7]. Um das Material an das Anforderungsprofil anzupassen wurde in den vergangenen 20 Jahren intensiv an  $\gamma$ -TiAl Legierungen geforscht [6,8]. Ein Ergebnis ist die in dieser Arbeit behandelte **TNM-Legierung**. Sie gehört zur Gruppe der Titanaluminide, eine intermetallische Legierung, die aus den Hauptlegierungselementen Titan, Aluminium, Niob und Molybdän besteht, deren Initialen für die Kurzbezeichnung **TNM** stehen [8]. Um nun einen erfolgreichen Einsatz in der Triebwerkstechnologie zu gewährleisten, muss der Werkstoff verstanden werden. Von grundlegendem Interesse ist dabei die Kenntnis der Thermodynamik des Werkstoffs, um das Gefüge gezielt einstellen zu können, welches zum großen Teil für das Werkstoffverhalten verantwortlich ist [7,8].

Zu Beginn dieser Arbeit wird auf die Gefügeanalyse von wärmebehandelten Schmiedeproben der TNM-Legierung eingegangen. Ziel ist es, die Mikrostruktur und die Phasenanteile über die Methoden der quantitativen Metallographie und der Röntgendiffraktometrie (engl. *X-ray diffraction*, XRD) zu bestimmen. Phasenanalysen mittels XRD besitzen einen geringeren Aufwand an Probenpräparation und Auswertearbeit, wodurch diese Methode ein hohes Potential für eine schnellere Qualitätskontrolle des Materials im Herstellungsprozess besitzt.

Ein weiterer Teil dieser Arbeit beschäftigt sich mit Wärmebehandlungsstudien und einer anschließenden Mikrostruktur- und Phasenanalyse. Diese erfolgt auch hier über die Auswertemethoden der Metallographie und XRD. Anhand dieser Ergebnisse wird die  $\gamma$ -Phasenauflösungstemperatur, die so genannte  **$\gamma$ -Solvus Temperatur ( $T_{\gamma\text{Solv}}$ )**, durch Interpolation von Messergebnissen bestimmt. Sie ist von entscheidender Bedeutung, da unter dieser Temperatur die Nearly-Lamellar  $\gamma$  (NL+ $\gamma$ ) Mikrostruktur der TNM-Legierung mittels Wärmebehandlungen eingestellt wird [9].

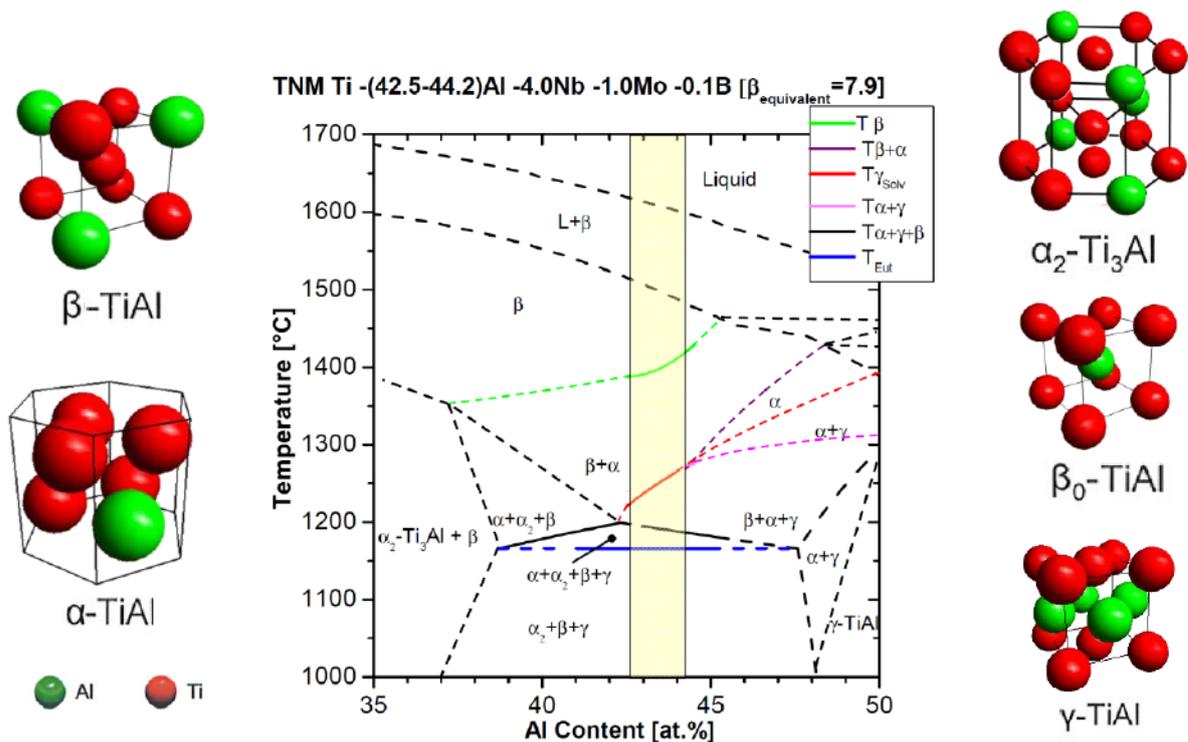
Ziel ist es im Zuge der Qualitätssicherung an Schmiedegraten den globularen  $\gamma$ -Phasengehalt quantitativ mittels XRD zu messen und durch einzelne Wärmebehandlungen und anschließender Phasenanalysen die Umwandlungstemperatur  $T_{\gamma\text{Solv}}$  zu ermitteln.

Als letzten Punkt dieser Arbeit werden verschiedene Abkühlraten an Schmiedegraten mittels Thermoelementen gemessen. Es soll jenes Abkühlverfahren ermittelt werden, ab welchem das Hochtemperaturgefüge im Schaufelgrat weitgehend eingefroren wird, ohne dass lamellare Ausscheidungen der  $\gamma$ -Phase in den  $\alpha_2$ -Körnern stattfinden. Ziel ist es die Veränderung des  $\gamma$ -Gehalts beim Abkühlen zu verhindern um mittels XRD den globularen  $\gamma$ -Phasengehalt bestimmen zu können.

## 2 Theoretische Grundlagen

### 2.1 TNM-Legierungssystem

Die TNM-Legierung gehört zu den Titanaluminid-Legierungen auf Basis der  $\gamma$ (TiAl)-Phase und ist durch einen hohen Gehalt an den Legierungselementen Niob (Nb) und Molybdän (Mo) gekennzeichnet [6,8]. Die Zusammensetzung dieser Legierungsklasse beträgt **Ti-(42-45)Al-(3-5)Nb-(0,1-2)Mo-(0,1-1)B,C** (alle Angaben in at%), wobei jedes Legierungselement einen Einfluss auf das Gefüge und die darin enthaltenen Phasen hat und letzten Endes für die besonderen mechanischen Eigenschaften verantwortlich ist [8]. **Abb. 2.1** zeigt einen Ausschnitt eines TiAl-Phasendiagramms mit konstantem Nb-, Mo- und B-Gehalt bzw. die Kristallstruktur der vorkommenden Phasen. Das farblich hervorgehobene Feld soll den Existenzbereich der TNM-Legierung darstellen, in welchem sich auch die chemische Zusammensetzung der in dieser Arbeit verwendeten Proben befindet.



**Abb. 2.1:** TNM-Phasendiagramm mit Kristallstruktur der vorkommenden Phasen. Das farblich hervorgehobene Feld zeigt die chemische Zusammensetzung der hier behandelten Legierungen [10].

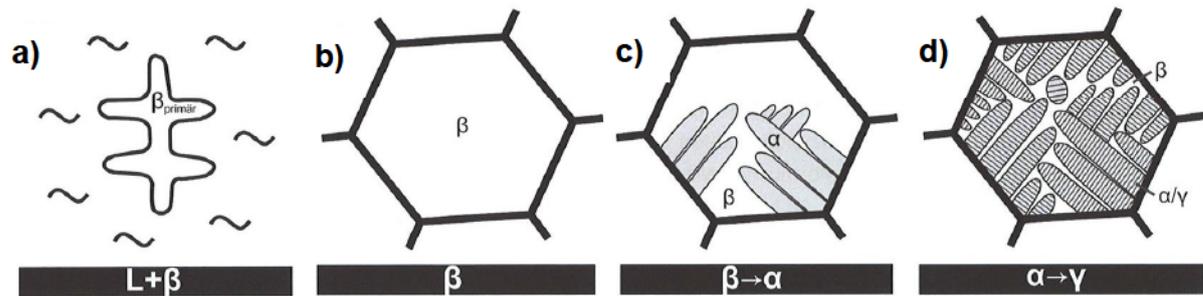
### 2.1.1 Auftretende Phasen im TNM-Phasendiagramm

Beim Abkühlen erstarrt die Schmelze vollständig über die  $\beta$ -Phase, in der beim Erreichen der Umwandlungstemperatur  $T_\beta$  (in **Abb. 2.1** grün eingezeichnet) sich die ersten  $\alpha$ -Keime an den Boriden und  $\beta$ -Korngrenzen bilden, wie in **Abb. 2.2** dargestellt wird [11–15]. Oberhalb der  $T_{\gamma\text{Solv}}$  (rote Kurve in **Abb. 2.1**) besteht die TNM-Legierung aus der ungeordneten  $\beta$ -Phase mit einer kubisch raumzentrierten (krz) Kristallstruktur und der ungeordneten hexagonalen  $\alpha$ -Phase [5,8,16,17]. Vor allem die ungeordnete  $\beta$ -Phase ist durch die hohe Anzahl an unabhängigen Gleitsystemen mit ihren  $\{110\}$ -Gleitebenen für die gute Umformbarkeit bei hohen Temperaturen verantwortlich [7,9]. Dadurch kann die TNM-Legierung mit konventionellen Schmiedeaggregaten bearbeitet werden und muss nicht wie andere TiAl-Legierungen isotherm geschmiedet werden [7].

Nach dem Unterschreiten der  $T_{\gamma\text{Solv}}$  beginnt sich die  $\gamma$ -(TiAl) Phase auszuscheiden, die eine geordnete tetragonal flächenzentrierte (tfz) Zelle mit  $L1_0$ -Struktur besitzt (siehe **Abb. 2.1**) [6,8]. In den  $\alpha$ -Körnern scheidet sich  $\gamma$  in Form von Lamellen aus (**Abb. 2.2d**), die mit der  $\alpha$ -Phase in einer bestimmten Orientierungsbeziehung zueinander stehen [18,19]. Diese Orientierungsbeziehung nennt sich **Blackburn-Beziehung**, bei der die  $(0001)$ -Ebenen der  $\alpha$ -Phase parallel zu den  $\{111\}$ -Ebenen der  $\gamma$ -Phase stehen [19]:

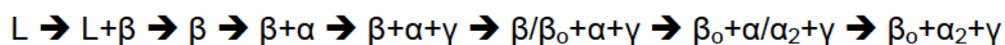
$$(0001)_\alpha \parallel \{111\}_\gamma \quad \text{bzw. auch} \quad \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha \parallel \langle 1\bar{1}0 \rangle_\gamma$$

Durch Rekristallisationsprozesse nach dem Schmieden und darauf folgende Wärmebehandlungen formen sich die  $\gamma$ -Lamellen zu globularen Körnern, wodurch man zwischen zwei Strukturarten der  $\gamma$ -Phase unterscheiden kann, nämlich das globulare  $\gamma_g$  und das lamellare  $\gamma_{\text{lamellar}}$  [11,20]. Die  $\gamma$ -Phase spielt in der Qualitätskontrolle eine entscheidende Rolle, denn über den  $\gamma$ -Anteil im Gefüge kann die  $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Temperatur bestimmt werden. Zudem werden über den  $\gamma_g$ -Mikrostrukturanteil die mechanischen Eigenschaften eingestellt [13,20].



**Abb. 2.2:** Phasenausscheidung in einer TNM-Legierung beim Abkühlen. In a) bilden sich die ersten  $\beta$ -Kristalle bis in b) alles zu  $\beta$  erstarrt ist [13–15]. In c) scheidet sich  $\alpha$  aus  $\beta$  aus; d) unter  $T_{\text{SolV}}$  beginnt die Ausscheidung von lamellarem  $\gamma$  in den  $\alpha$ -Körnern [13–15].

Durch das Abkühlen geht im weiteren Verlauf die ungeordnete  $\beta$ -Phase in den geordneten krz Zustand der  $\beta_0$ -Phase mit B2-Struktur über [8]. Hier sitzt regelmäßig ein Al-Atom im Zentrum, umgeben von Ti-Atomen an den Ecken der krz Zelle [10]. Kühlt man unter die in **Abb. 2.1** dargestellte eutektoide Temperatur  $T_{\text{Eut}}$  ab, wandelt sich  $\alpha$  zur geordneten  $\alpha_2$ -Phase ( $\text{Ti}_3\text{Al}$ ) um, die eine hexagonale  $\text{DO}_{19}$ -Kristallstruktur besitzt [8]. Bei Raumtemperatur (RT) liegt ein Gefüge vor, das aus den Phasen  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$  besteht. Der Verlauf der Erstarrung läuft demnach wie folgt ab:



Die vorkommenden Phasen, deren Struktur und Gittertyp sind zur Übersicht in **Tab. 2.1** dargestellt.

**Tab. 2.1:** Übersichtstabelle der TNM-Phasen [10,15,21,22]

Phase	$\alpha$	$\alpha_2$	$\beta$	$\beta_0$	$\gamma$
Bezeichnung	$\alpha$ -TiAl	$\alpha_2$ - $\text{Ti}_3\text{Al}$	$\beta$ -TiAl	$\beta_0$ -TiAl	$\gamma$ -TiAl
Gittertyp	hdp	hdp	krz	krz	tfz
Struktur	A3	$\text{DO}_{19}$	A2	B2	$\text{L1}_0$
Einheitszelle					



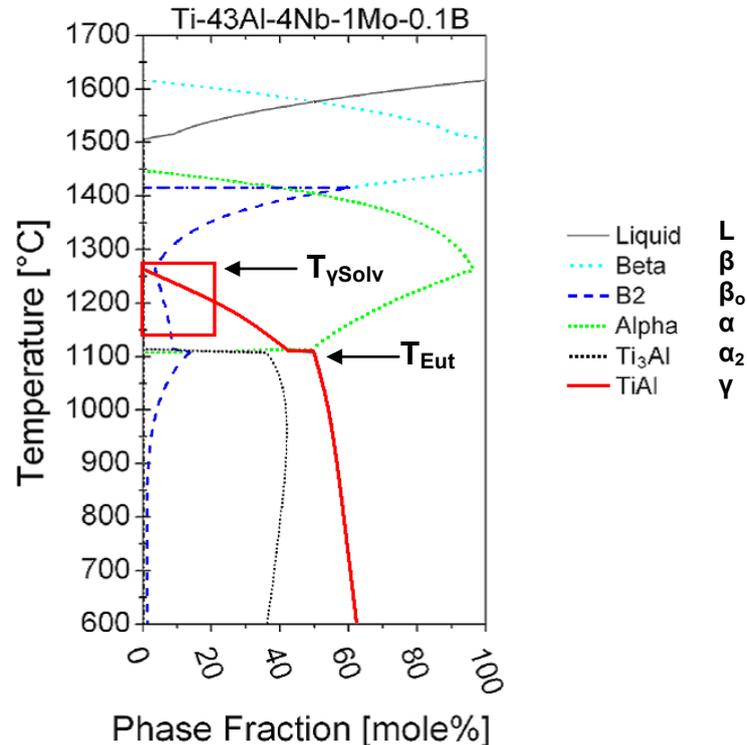
### 2.1.2 Legierungselemente

Wie bereits erwähnt, beeinflussen die Legierungselemente die mechanischen Eigenschaften der TiAlN-Legierung. Das Hauptlegierungselement Al (42-45at%) bewirkt bei Titan-Legierungen i.a. eine Steigerung der Duktilität und senkt zugleich die Fließspannung [7,20]. Al wirkt auch als  $\gamma$ -Stabilisator, da bei höheren Al-Gehalten der  $\gamma$ -Phasenanteil und  $T_{\gamma\text{Solv}}$  steigt, wie in **Abb. 2.1** gezeigt wird.

Die Refraktärmetalle Nb und Mo, die vorwiegend in der  $\beta$ -Phase gelöst sind, machen die Reaktionen der  $\beta$ -Phase träge, da Nb und Mo aufgrund ihrer Atomgröße eine geringe Diffusionsgeschwindigkeit besitzen [7,11,20,23]. Mo und Nb wirken daher als  $\beta$ -Stabilisatoren [7,20,23]. Dadurch ist es möglich das Zweiphasengebiet ( $\alpha+\beta$ ) auch bei höheren Al-Gehalten zu stabilisieren und das Durchlaufen des  $\alpha$ -Einphasengebiets zu unterbinden (siehe markierter Bereich in **Abb. 2.1**) [5,7]. Weiters sind Mo und Nb in der Lage die Festigkeit und Kriechbeständigkeit durch Mischkristallverfestigung zu steigern [14,24]. Bor bildet bereits in der Schmelze Nb- und Mo-reiche Ti-Boride, die als feine Nadeln im Gefüge vorliegen und zu einer Kornfeinung während der Umwandlung  $\beta\rightarrow\alpha$  führen [8,25,26]. Es ist für die Qualität des Materials entscheidend, dass die Erstarrung über die  $\beta$ -Phase stattfindet, weil dadurch das Gussgefüge eine isotrope, gleichgerichtete und eine annähernd texturfreie Mikrostruktur ausbildet, die weniger Mikrosegregation aufweist, als die Erstarrung über das Peritektikum [5,27].

### 2.1.3 Phasenanteilsdiagramm und $\gamma$ -Solvus Temperatur ( $T_{\gamma\text{Solv}}$ )

Die Veränderung der einzelnen Phasen mit zunehmender Temperatur wird im **Phasenanteilsdiagramm** dargestellt. In diesem werden die Phasenanteile (in mol%) gegen die Temperatur (in °C) für eine bestimmte chemische Zusammensetzung aufgetragen und man erhält u.a. einen Überblick, ab welcher Temperatur sich Phasen auflösen bzw. auszuscheiden beginnen. In **Abb. 2.3** ist das Phasenanteilsdiagramm für eine Zusammensetzung Ti-43Al-4Nb-1Mo-0,1B (in at%) dargestellt. Die Phasenanteile wurden durch thermodynamische Berechnungen im MathCalc ermittelt, deren Grundlage eine kommerziell verfügbare Datenbank war, die für diese chemische Zusammensetzung modifiziert wurden [7,28,29].



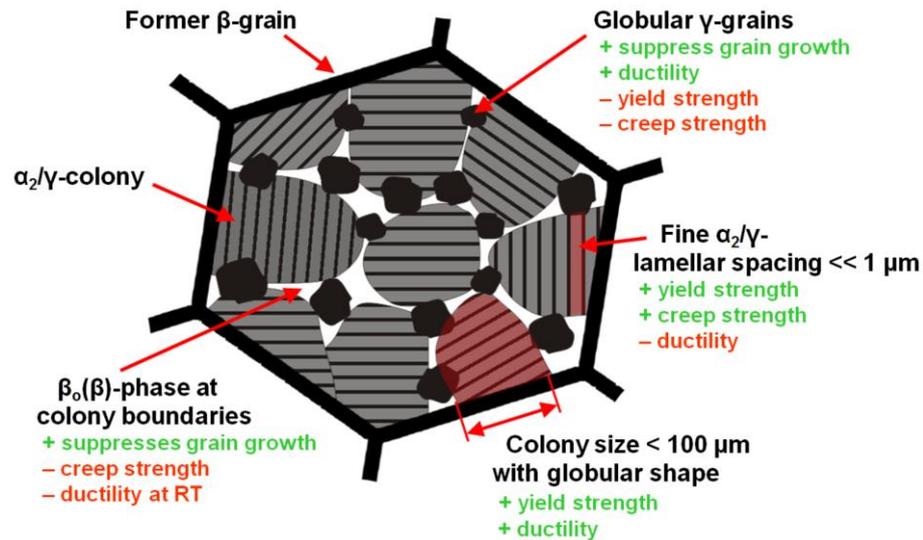
**Abb. 2.3:** Berechnetes Phasenanteilsdiagramm einer TNM-Legierung mit der Zusammensetzung Ti-43Al-4Nb-1Mo-0,1B [7,28]. Die Pfeile deuten auf die eutektoide ( $T_{\text{Eut}}$ ) und die  $\gamma$ -Solvus Temperatur ( $T_{\gamma\text{Solv}}$ ) hin [7,30,31].

Die eutektoide Temperatur  $T_{\text{Eut}}$  befindet sich laut **Abb. 2.3** um den Bereich 1100°C, ab welcher bei Abkühlung die  $\alpha$ -Phase in den geordneten Zustand  $\alpha_2$  übergeht. Verfolgt man den Anteil der  $\gamma$ -Phase (rote Kurve in **Abb. 2.3**), erkennt man, dass sich die gesamte Phase beim Aufwärmen um 1250°C aufgelöst hat. Diese Umwandlungstemperatur wird die  **$\gamma$ -Solvus Temperatur ( $T_{\gamma\text{Solv}}$ )** genannt [32]. Je näher die Glüh­temperatur bei  $T_{\gamma\text{Solv}}$  liegt, desto geringer wird der  $\beta_0$  und  $\gamma$ -Anteil, wie **Abb. 2.3** zeigt. Durch die hohe Sensibilität des Gefüges auf Wärmebehandlungen um  $T_{\gamma\text{Solv}}$  hat der Hersteller nur ein schmales Prozessfenster zur Verfügung. Daher ist es entscheidend den Prozessparameter  $T_{\gamma\text{Solv}}$  zu kennen. Der in **Abb. 2.3** rot eingerahmte Bereich soll zeigen, dass die Abnahme der  $\gamma$ -Phase mit zunehmender Temperatur annähernd linear verläuft. Im späteren Kapitel 3.2 „Vorgehen zur Bestimmung der  $T_{\gamma\text{Solv}}$ “ wird erklärt, wie dieser Umstand verwendet wird, um  $T_{\gamma\text{Solv}}$  zu bestimmen.

### 2.1.4 Nearly Lamellar $\gamma$ -Gefüge

Für die Anwendung als Niederdruckturbinenschaufel ist ein Werkstoff notwendig, der eine hohe Kriechbeständigkeit und Festigkeit mit ausreichender Duktilität aufweist [5]. Das **Nearly Lamellar  $\gamma$ -Gefüge** (NL+ $\gamma$ ) der TNM-Legierungen zeigt diese Eigenschaften [32]. Es weist, wie in **Abb. 2.4** dargestellt, ein Multi-Phasengefüge aus  $\alpha_2$ ,  $\gamma$  und teilweise  $\beta_0$  auf [32]. Der Einfluss der  $\gamma$ -Phase auf die mechanischen Eigenschaften hängt entscheidend von seiner Mikrostruktur ab [32]. Dazu treten im NL+ $\gamma$ -Gefüge zwei Formen der  $\gamma$ -Phase auf,  $\gamma_g$  und  $\gamma_{\text{lamellar}}$ . Das  $\gamma_{\text{lamellar}}$  scheidet sich in den  $\alpha_2$ -Körnern in Form von feinen  $\gamma$ -Lamellen aus, man spricht in diesem Fall auch von den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien [8,17]. Das globulare  $\gamma_g$  bildet sich in der  $\beta$ -Phase durch dynamische Erholungs- und Rekristallisationsprozesse in Verbindung mit Phasenumwandlungen während dem isothermen Schmiedeprozess bei Temperaturen unter 1200°C [11,20]. Die treibende Kraft zur Bildung von  $\gamma_g$  ist zum einen das Phasungleichgewicht, zum anderen die Versetzungsdichte, die durch das Schmieden eingebracht wurde [20].

Ist die Umwandlungstemperatur  $T_{\gamma\text{Solv}}$  bekannt, kann durch eine Wärmebehandlung knapp unter  $T_{\gamma\text{Solv}}$  der  $\gamma_g$ -Phasenanteil auf einen gewünschten Wert eingestellt werden und man erhält nach einer anschließenden Stabilisierungsglühung ein für die Anwendung geeignetes Nearly Lamellar  $\gamma$ -Gefüge [20,32]. Die  $\beta$ -Phase verhindert bei Glühungen im ( $\alpha+\beta$ )-Phasengebiet das Kornwachstum der  $\alpha$ -Phase, wodurch die späteren  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien geringe Korngrößen aufweisen (höhere Festigkeit) [7,33]. Es ist aber nur ein geringer Anteil an  $\beta_0$  im Endgefüge erwünscht, da  $\beta_0(\beta)$  durch sein krz Gitter für eine erhöhte Diffusion verantwortlich ist und sich damit negativ auf die Kriechbeständigkeit auswirkt [7]. Die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien sind mit den feinen  $\gamma$ -Lamellen der kriechbeständigste Mikrostrukturanteil [24]. Er trägt durch seine kleine Koloniegröße (optimal ca. 30  $\mu\text{m}$  bis 40  $\mu\text{m}$ ) neben der Festigkeit auch zur Duktilität bei [15,34–36]. Zur Steigerung der Duktilität und der Bruchdehnung, die bei RT zumindest bei 1% liegen sollte, benötigt man homogen verteilte  $\gamma_g$ -Körner [15]. Die  $\gamma$ -Phase ist die weichste im Gefüge und damit entscheidend für die Duktilität der TNM-Legierungen [24,37].  $\gamma_{\text{lamellar}}$  hingegen sorgt in den Kolonien für höchste Kriechbeständigkeit und Festigkeit, entscheidend dabei ist aber der Lamellenabstand innerhalb der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonie, der wesentlich kleiner als 1  $\mu\text{m}$  sein sollte [7,24,38]. Ist der Lamellenabstand hingegen zu gering, erhält man eine geringere Duktilität [20,38]. **Abb. 2.4** bietet einen Überblick über die Phasen in einem NL+ $\gamma$ -Gefüge und deren konkurrierenden Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Erst durch eine geschickte Kombination der Gefügebestandteile und eine homogene Verteilung ist der Einsatz der TNM-Legierung in Niederdruckturbinenschaufeln überhaupt möglich [6,15,34,35].



**Abb. 2.4:** Nearly Lamellar  $\gamma$ -Gefüge schematisch dargestellt mit Beschreibung der einzelnen Phasen und deren Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften [39].

## 2.2 Unterschiede zwischen Mikrostruktur und Phasenanalyse

Bei der quantitativen Phasenanalyse werden die Anteile aller vorkommenden Phasen bestimmt, ungeachtet dessen welche Mikrostruktur die einzelnen Phasen besitzen [11,40]. Es wird daher bei der Auswertung der  $\gamma$ -Phase nicht zwischen der globularen oder lamellaren Form unterschieden, da beide Strukturen aus derselben Phase bestehen. Die Phasenanalyse wird in dieser Arbeit mit XRD und anschließender Datenauswertung nach der Rietveld-Methode durchgeführt. Die Auswertung wird in Kap. 3.4.1 „Röntgendiffraktometrie XRD“ beschrieben.

Die Mikrostrukturanalyse gibt die Anteile von  $\gamma_g$ ,  $\beta_0$  und  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien wieder, welche im Lichtmikroskop (LIMI) oder im Rasterelektronenmikroskop (REM) im Rückstreuelektronenmodus (engl. *backscattered electrons*, BSE) aufgelöst werden können. Die  $\gamma$ -Phase tritt im Gefüge lamellar bzw. globular auf [20,40]. Beim Ausscheiden von  $\gamma$ -Lamellen im Nanometerbereich in den  $\alpha_2$ -Körnern können diese im LIMI aufgrund der begrenzten Bildauflösung optisch nicht erfasst werden, wodurch der tatsächliche  $\gamma$ -Anteil unterschätzt und der  $\alpha_2$ -Anteil überschätzt wird [40]. Aus diesem Grund misst man bei einer quantitativen Mikrostrukturanalyse nicht den  $\gamma$ -Anteil, sondern den optisch auflösbaren globularen  $\gamma$ -Anteil.

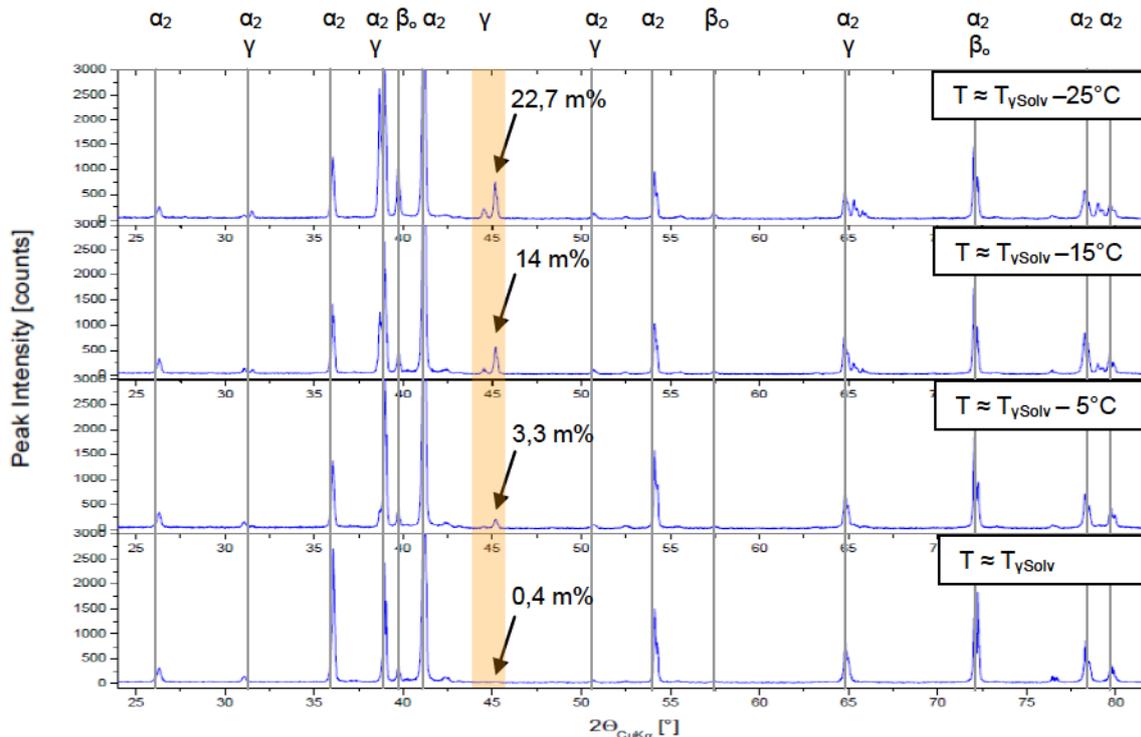
### 2.3 Abkühlratenabhängigkeit der $\gamma$ -Ausscheidung

Die Geschwindigkeit, mit der ein Schmiedegrat abgekühlt wird, bestimmt, ob sich  $\gamma_{\text{lamellar}}$  ausscheidet oder unterdrückt wird [8,41]. In letzterem Fall findet die Abkühlung so schnell statt, dass die diffusionsgesteuerte Bildung von  $\gamma_{\text{lamellar}}$  nicht stattfinden kann und der  $\alpha_2$ -Mischkristall an Al übersättigt bleibt [11,40]. Dadurch ist der mittels quantitativer Metallographie ausgewertete  $\gamma_g$ -Mikrostrukturgehalt gleich dem mittels XRD ermittelten  $\gamma$ -Phasengehalt. Die Mikrostrukturanalyse ergibt allerdings bei zu langsamen Abkühlgeschwindigkeiten, bei denen sich  $\gamma$ -Lamellen ausscheiden können, einen geringeren  $\gamma$ -Anteil als die XRD-Phasenanalyse [40].

### 2.4 XRD-Auswertung

Zur Bestimmung des Phasenanteils wurden die Proben mittels XRD untersucht [40]. Mit dieser Methode ist man nicht auf die Bildauflösung von Mikroskopen angewiesen und Mikrostrukturen im Nanometerbereich, wie z.B. die  $\gamma$ -Lamellen, werden bei der Bestimmung der Phasenanteile mitberücksichtigt [40]. Die Kristallstrukturen, welche die Bragg-Bedingung (siehe Formel 2.1) erfüllen, „reflektieren“ bei einem bestimmten Winkel den Röntgenstrahl auf den Detektor, der als Reflex bzw. Peak mit höherer Intensität in einem  $2\theta$ -Intensitätsdiagramm ( $2\theta$ -I) abgebildet wird (**Abb. 2.5**) [42]. Mit den Rohdaten aus einem solchen Beugungsspektrum kann über eine **Rietveld-Analyse** eine quantitative Auswertung der Phasenanteile, die in der Legierung vorkommen, durchgeführt werden [15,40,43]. Bei der Rietveld-Analyse wird über einen Rechenalgorithmus, der auf der Methode der kleinsten Fehlerquadrate beruht, eine Fit-Kurve an das Gesamtspektrum durch gleichzeitiges Anfitten aller vorgegebenen Phasen iterativ approximiert [43]. Über den Flächeninhalt der Reflexe einer Phase werden die Phasenanteile in m% berechnet [43]. An **Abb. 2.5** erkennt man z.B., wie der markierte  $\gamma$ -Peak mit zunehmender Temperatur kleiner wird, womit auch der berechnete  $\gamma$ -Anteil abnimmt, bis bei  $T_{\gamma\text{Solv}}$  der Peak gänzlich verschwindet und keine  $\gamma$ -Phase mehr detektiert wird.

Je mehr man von dem Material, seinen Phasen, den Legierungselementen, deren Besetzungspositionen und den Texturen kennt, desto mehr phasenbezogene Fit-Parameter stehen für den Rechenalgorithmus zur Verfügung [11,44]. Das Anfitten an die XRD-Rohdaten wird dadurch genauer, womit auch der analysierte Phasenanteil genauer wird [11,44].



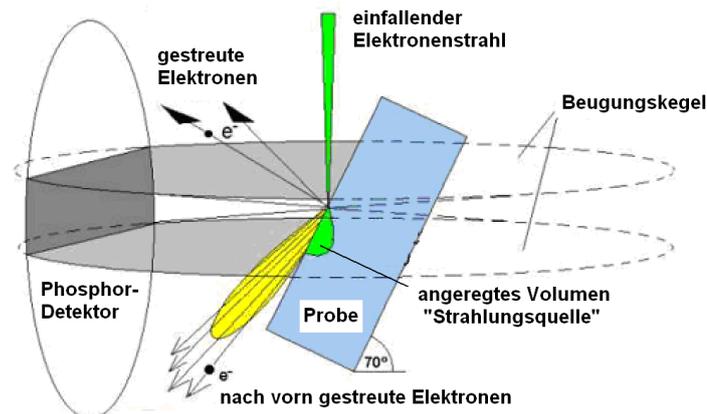
**Abb. 2.5:** Röntgenbeugungsbild einer TNM-Probe, die bei vier verschiedenen Temperaturen nahe  $T_{\gamma\text{Solv}}$  wärmebehandelt wurde. Die Flächeninhalte der Reflexe einer Phase geben die Phasenanteile von  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  bzw.  $\gamma$  an [43]. Die Pfeile markieren den  $\gamma$ -Doppelreflex im Bereich von ca.  $45^\circ$ .

## 2.5 EBSD-Texturanalyse

Beim Umformen in Schmiedeaggregaten verformt sich das Material in Fließrichtung, wobei sich bestimmte kristallographische Ebenen der Körner im Material in die Fließrichtung ausrichten [45]. Da das Fließen vorwiegend entlang den Gleitebenen stattfindet, in denen die geringste Peierlsspannung entlang einer kristallographischen Ebene herrscht, bilden die Körner eine Vorzugsorientierung in Fließrichtung [33,45]. Die Orientierung der Kristallgitter in den Körnern ist nicht mehr nach allen Seiten gleich verteilt, sondern in Fließrichtung ausgerichtet, womit das Material eine Textur besitzt [45]. Bei einer Gosstextur z.B. sind die (110)-Ebenen einer kubischen Zelle entlang der Verformungsrichtung ausgerichtet, bei einer Würfel-Textur sind es die (100)-Ebenen [46]. Sind die (0001)-Ebenen einer hexagonalen Zelle zur Verformungsrichtung ausgerichtet, spricht man von einer Basaltextur [12]. Bei der Auswertung der XRD-Rohdaten über die Rietveld-Analyse kann es zu Abweichungen im Ergebnis kommen, wenn eine Textur im Gefüge unberücksichtigt bleibt. Um dies zu vermeiden, wurde bei den geschmiedeten Proben eine Texturanalyse mittels

Elektronenrückstreubeugung (engl. *electron backscatter diffraction*, EBSD) vorgenommen [47].

Die EBSD-Analysemethode basiert auf der Rasterelektronenmikroskopie, bei welcher der Elektronenstrahl im REM auf eine präparierte Probe unter einem Winkel von  $70^\circ$  trifft, an der Probe gebeugt und auf einem Phosphordetektor geworfen wird (**Abb. 2.6**) [47,48]. Das detektierte Signal wird über ein Computerprogramm ausgewertet, um Information über die Kornorientierung zu erhalten [47].



**Abb. 2.6:** Aufbau einer EBSD-Analyse mit einer Probe unter  $70^\circ$  zum einfallenden Elektronenstrahl und Phosphorschirm [49].

Die auftreffenden Elektronen werden inelastisch im Gitter in alle möglichen Raumrichtungen diffus gestreut, wobei der Energieverlust der Elektronen gering bleibt [47,50]. Dadurch, dass die Elektronen in alle Richtungen abgelenkt werden, entsteht an der Probenoberfläche quasi eine Strahlenquelle, von der aus die Elektronen unter verschiedenen Winkeln auf die im Korn befindlichen Netzebenen auftreffen [49,50]. Diejenigen Elektronen, welche die Bragg-Bedingung (siehe Formel 2.1) erfüllen, werden elastisch in Richtung Detektor gestreut [49,50].

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin(\theta_B) \quad (2.1)$$

$d_{hkl}$  ... Abstand der Netzebenenschar mit Miller'schen Indizes (hkl)

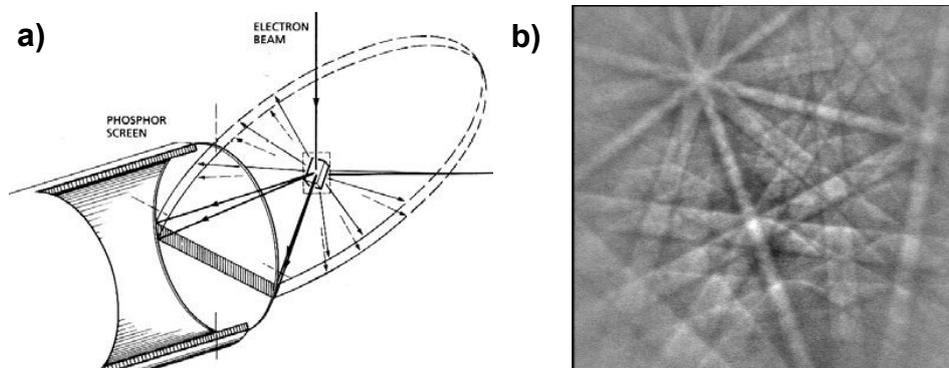
$\theta_B$  ... Bragg'scher Beugungswinkel

$\lambda$  ... Wellenlänge der Elektronen

$n$  ... Interferenzordnung, (meist  $n=1$ )

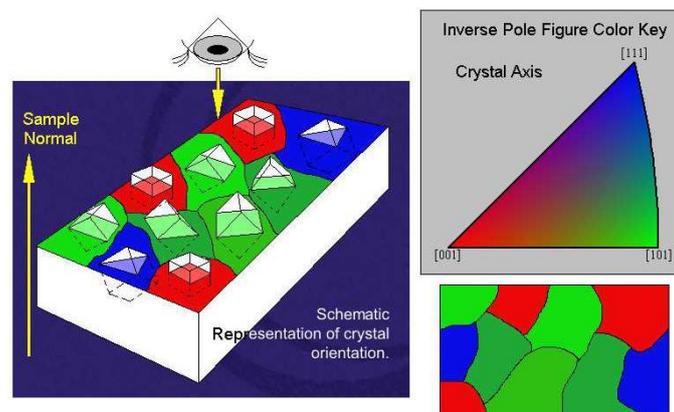
Im polykristallinen Material bilden die gestreuten Elektronen für jede kristallographische Beugungsebene zwei Beugungskegel (Kossel-Kegel), die die Detektoroberfläche schneiden und ein Linienmuster abbilden, das aufgrund ihres Entdeckers Kikuchi-Linie genannt wird [48,50]. Wegen der Vielzahl an möglichen Auftreffwinkel der inelastisch gestreuten Elektronen an Gitterebenen entstehen

mehrere Kikuchi-Linien für einen gescannten Bereich (**Abb. 2.7b**) [47,50]. Das am Detektor entstehende Bild nennt sich Kikuchi-Pattern (engl. *electron backscatter pattern*, EBSP) [50].



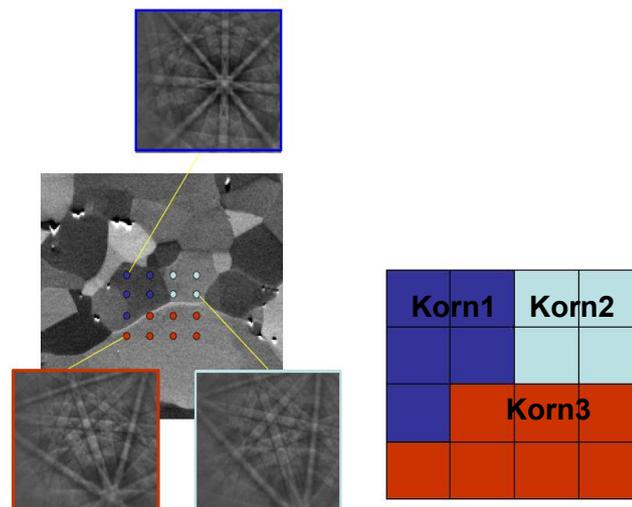
**Abb. 2.7:** a) Schematische Darstellung, wie eine Kikuchi-Linie über zwei Beugungskegel auf dem Phosphorschirm entsteht; b) EBSP mit mehreren Kikuchi-Linien [49–51].

Bei der EBSD-Analyse werden Kikuchi-Patterns nach der Methode der Hough-Transformation ausgewertet und erhält damit Informationen über die Kristallorientierung des gescannten Bereichs [47]. Das Ergebnis kann in einem inversen Polfigur (IPF)-Orientierungsschaubild (engl. *Orientation Map*) oder in einer Polfigur (PF) dargestellt werden [50]. In der *Orientation Map* (**Abb. 2.8**) sieht man farblich unterschiedliche Bereiche, welche die Körner mit unterschiedlicher Kristallorientierung beschreiben. Mit dem nebenstehenden Farbschlüssel erkennt man, welche Netzebene (beschrieben durch die Miller'schen Indizes  $[hkl]$ ) normal zur Oberfläche liegen, somit erhält man eine Information, wie die Körner zur Oberfläche ausgerichtet sind [49].



**Abb. 2.8:** Schematische Darstellung eines Orientierungsschaubildes mit dem zugehörigen IPF-Farbschlüssel (rechts oben): ■... [001], ■ ... [101], ■... [111] [49].

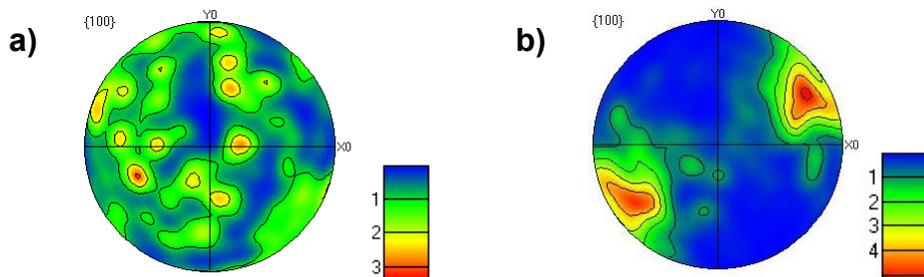
Bei der Auswertung von mehrphasigen Legierungen werden die Phasen durch ihre unterschiedliche Kristallstruktur voneinander unterschieden [48]. Zu jedem Messpunkt findet neben der Kristallorientierung auch die Zuordnung der Phasen statt, die ebenfalls auf der Auswertung der Kikuchi-Linien basiert [48]. Durch ein dichtes Netzwerk an Messpunkten kann somit die Mikrostruktur rekonstruiert werden und in einer so genannten *Phase Map* dargestellt werden, wobei der Abstand der Messpunkte (Schrittweite oder *step size*) die Genauigkeit der Auswertung bestimmt, wie in **Abb. 2.9** zu sehen ist [48,50]. In der Abbildung erkennt man einen Ausschnitt aus einem Messraster mit den dazugehörigen Kikuchi-*Patterns*. Die schematische Auswertung rechts zeigt drei Körner mit unterschiedlicher Orientierung (*Orientation Map*) und/oder mit unterschiedlicher Kristallstruktur (*Phase Map*). Es ist ersichtlich, dass durch kleine Schrittweiten das Messraster feiner wird und kleine Körner besser erfasst werden können. Dadurch wird das Messergebnis genauer, allerdings steigt mit zunehmenden Messpunkten auch die Messzeit [48,50].



**Abb. 2.9:** Darstellung des Messrasters bei einer EBSD-Analyse mit den zugehörigen Kikuchi-Linien. Die Punktabstände geben die Schrittweite der Messpunkte an. Die Auswertung rechts zeigt drei Körner mit unterschiedlicher kristallographischer Orientierung und/oder unterschiedlicher Kristallstruktur [48].

Um die Verteilung der Orientierungen im gescannten Bereich besser zu veranschaulichen, kann die Information anstatt in einer *Orientation Map* auch in einer Polfigur (PF) dargestellt werden [50]. In diesem wird die kristallographische Richtung über Punkte (stereographische Projektionen, Spots) in einem probenfesten Koordinatensystem dargestellt [52]. Dabei gibt es für jede kristallographische Form eine eigene PF, so werden in den in **Abb. 2.10** gezeigten  $\{111\}$ -PF nur Spots der  $\{111\}$ -Ebenen dargestellt [52]. Die Dichte der Spots gibt Auskunft über die Wahrscheinlichkeit, eine kristallographische Ebene in der Umgebung der vom Spot

repräsentierten Probenrichtung zu finden [52]. Die Wahrscheinlichkeiten werden als Farbintensitäten normiert dargestellt, so geben z.B. die roten Bereiche die Dichtemaxima an, die dem Vielfachen einer regellosen Verteilung entsprechen (engl. *multiple of a random distribution*, MRD) [53]. Je höher der MRD-Wert ist (siehe Skala neben der PF in **Abb. 2.10**), desto höher ist die Regelung der kristallographischen Ebenen in der Probe, wobei ein MRD-Wert von 1 eine regellose Verteilung bedeutet [53]. Treten in **Abb. 2.10b** die  $\{100\}$ -Netzebenen in einer bestimmten Probenrichtung vermehrt auf, liegt eine Textur in  $[100]$ -Richtung vor [48,52]. **Abb. 2.10a** zeigt hingegen kein eindeutiges Dichtemaximum. Die Spots sind in allen Raumrichtungen verteilt, wonach keine Textur existiert [48,52].



**Abb. 2.10:**  $\{100\}$ -Polfigur mit a) schwacher bzw. nicht existierender Textur und b) stark ausgeprägter Textur in  $[100]$ -Richtung [48,52].

## 3 Experimentelle Durchführung

Bevor die Experimente und die verwendeten Versuchsparameter am Probenmaterial beschrieben werden, wird die Herstellungsrouten näher erläutert, um die Entwicklung des Gefüges besser verstehen zu können.

### 3.1 Ausgangsmaterial und Herstellung

Die TNM-Legierung wird aus Ti-Schwamm und Masterlegierungen hergestellt, die aus den Legierungselementen Al, Nb, Mo und B bestehen [11,24]. Zu Beginn des Herstellungsprozesses werden diese zu Stangen verpresst und in einem Vakuum-Lichtbogenofen mehrmals umgeschmolzen (engl. *vacuum arc remelting*, VAR), um eine bessere Homogenität der Chemie im Material zu erhalten [20,24]. Im Schleudergussverfahren wird die mittels VAR erschmolzene TNM-Legierung zu zylindrischen Billets abgegossen, die beim Erstarren im Zentrum teilweise Hohlräume aufweisen, den so genannten Fadenlunker [20]. Um diesen zu schließen, werden die Billets im Anschluss bei Temperaturen um 1200°C und unter einem Druck von 200 MPa für vier Stunden heißisostatisch gepresst (**HIPen**), bevor sie im Ofen langsam auskühlen (engl. *furnace cooling*, FC) [20,24]. Das Gefüge besteht danach u.a. aus  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien, die von vergrößerten  $\gamma$ -Lamellen durchzogen sind. Zum Teil bilden sich bereits globulare  $\gamma_g$ -Körner in der  $\beta$ -Phase [8,20]. In diesem Zustand werden die Billets durch isothermes Schmieden unter 1200°C zu Turbinenschaufelschmiederohrteilen oder *Pancakes* umgeformt [11,20]. Dabei bilden sich im Gefüge aus den groben  $\gamma$ -Lamellen die globularen  $\gamma_g$ -Körner durch dynamische Erholungs- und Rekristallisationsprozesse in Verbindung mit Phasenumwandlungen [20]. Triebkraft für das Einformen ist die über Versetzungen eingebrachte Verformungsenergie und das Phasenumgleichgewicht [20,33]. Um das NL+ $\gamma$ -Gefüge einzustellen, wird am Material eine abschließende zweistufige Wärmebehandlung durchgeführt [11,20].

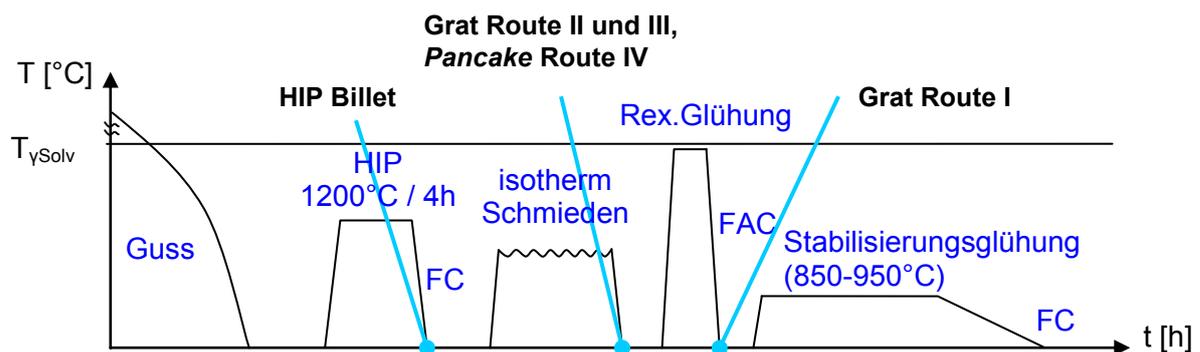
#### (1) „Rekristallisierungsglühung“ (Rex.) / Hochtemperaturglühung:

„Rekristallisierungsglühung“ ist eine MTU-interne Bezeichnung und wird u.a. auch Hochtemperaturglühung genannt [11,20]. Sie dient dazu in den Schmiederohrteilen (*Pancake*) und den Schmiedegraten die geforderte Phasenverteilung und Korngröße des NL+ $\gamma$ -Gefüges einzustellen, indem knapp unter  $T_{\gamma\text{Solv}}$  für eine Stunde geglüht und anschließend durch ein Luftgebläse (engl. *fan air cooling*, FAC) abgekühlt wird [20]. Während dieser einstündigen Glühung stellt sich die Phasenverteilung nach dem Phasenanteilsdiagramm (**Abb. 2.3**) ein, wobei der Gehalt an  $\gamma_g$  durch die

Zieltemperatur bestimmt wird [11,20]. Die Schaufelgrate sollen rasch abgekühlt werden, damit der Phasenanteil aus der Hochtemperaturlage eingefroren wird.

## (2) Stabilisierungsglühung:

Zum Abschluss werden die Schaufeln einer Stabilisierungsglühung unterzogen. Dabei glüht man das Material für sechs Stunden bei 850-950°C im ( $\alpha_2 + \beta_0 + \gamma$ )-Gebiet und lässt es im Ofen langsam auskühlen (FC) [7,20]. Die Stabilisierungsglühung dient dazu das System in einen Zustand nahe des thermodynamischen Gleichgewichts zu überführen, damit im späteren Gebrauch bei Betriebstemperaturen bis zu 750°C das Gefüge thermodynamisch stabil ist [5,20]. Durch die 6 h Haltezeit bei Temperaturen von 850-950°C können sich die  $\gamma$ -Lamellen im  $\alpha_2$ -Mischkristall durch Diffusion vergrößern und den Gleichgewichts-Phasenanteil erreichen [7,20]. Die Breite der Lamellen kann über die Temperatur und die Haltezeit gesteuert werden [20]. In **Abb. 3.1** sind die Stadien der Wärmebehandlung zusammengefasst.



**Abb. 3.1:** Zusammenfassung der Wärmebehandlung einer TNM-Legierung.

Die für die Untersuchung gelieferten Proben wurden aus verschiedenen Stadien des oben angeführten Wärmebehandlungsprozesses entnommen. **Tab. 3.1** zeigt eine Übersicht dieser Proben und deren Bezeichnungen, die im weiteren Verlauf dieser Arbeit verwendet werden. Die einzelnen Proben unterscheiden sich durch ihre unterschiedlichen Wärmebehandlungen (WB). So wurden die Proben der Route II bis IV geHIPt und isotherm geschmiedet, während die Proben der Route I zusätzlich noch einer Rex.Glühung unterzogen wurden (**Abb. 3.1**). Bei den Proben der Route I bis III handelt es sich um Schmiedegräte, bei der Probe der Route IV um einen isotherm geschmiedeten *Pancake*, der vom Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben (MUL) zur Verfügung gestellt wurde. Bis auf das Billet B\_ befinden sich jedoch alle Proben im isotherm geschmiedeten Zustand. In **Abb. 3.2** sind die Proben in ihrem Ausgangs- bzw. Lieferzustand zu sehen.

Tab. 3.1: Übersicht und Bezeichnung des Ausgangsmaterials

Probe	Kurz-bezeichnung	Charge	WB	Rex.Temp. [°C]
Grat af_Route I	af1_134	117178-1	<ul style="list-style-type: none"> <li>HIP (1200°C, 200 MPa, 4h /FC)</li> <li>isotherm Schmieden</li> <li>Rekristallisationsglühung, Rex.Glühung (1h / FAC)</li> </ul>	1255
	af1_145	117178-2		1250
	af1_152	117178-2		1250
	af1_154	117178-2		1250
	af1_249	117178-3		1255
HIP Billet	B_	M-1194-1	<ul style="list-style-type: none"> <li>HIP (1200°C, 200 MPa, 4h /FC)</li> </ul>	-
Grat af_Route II	af2			-
Grat af_Route III	af3	129663-1	<ul style="list-style-type: none"> <li>HIP (1200°C, 200 MPa, 4h /FC)</li> <li>isotherm Schmieden</li> </ul>	-
<i>Pancake</i> Route IV	af4	103488 mas		-

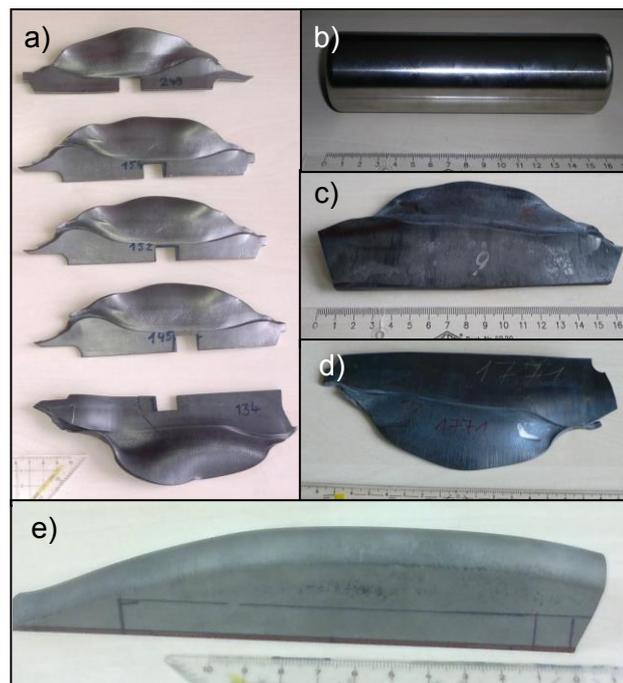


Abb. 3.2: a) Schmiedegrat af1 (Route I), b) HIP Billet c) Schmiedegrat af2 (Route II), d) Schmiedegrat af3 (Route III) und e) *Pancake* af4 (Route IV).

Die Chemie und  $T_{\text{SolV}}$  wurden von der MTU Aero Engines AG zur Information mitgeliefert. Zum Verifizieren der Chemie wurde eine Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA) an den Chargen M-1194-1 und 103488 von der Hanseatischen Waren Handelsgesellschaft mbH & Co. KG durchgeführt. In einem Rechenprogramm,

welches die Chemie als Basis zur Berechnung der Umwandlungstemperaturen einer TNM-Legierung besitzt [10], wird als erste Näherung  $T_{\text{YSolv}} (\pm 5^\circ\text{C})$  der TNM-Legierung ermittelt. Mit Ausnahme der Charge M-1194-1 wurden alle Legierungen von der GfE Metalle und Materialien GmbH hergestellt. **Tab. 3.2** gibt einen Überblick über die Chemie der in dieser Arbeit verwendeten TNM-Legierungen. Die Proben B\_ und af2 besitzen dieselbe Chemie, da sie aus derselben Charge stammen. Bor kann mit der RFA-Methode nicht analysiert werden [54], daher wurde kein Bor-Gehalt angegeben. Der Restgehalt auf 100 at% kommt durch Begleitelemente zustande.

**Tab. 3.2:** Übersicht Probenchemie

Probe	Quelle	Ti [at%]	Al [at%]	Nb [at%]	Mo [at%]	B [at%]
af1_134	MTU	51,45	43,35	4,082	1,028	0,09
af1_145	MTU	51,64	43,16	4,092	1,008	0,10
af1_152	MTU	51,64	43,16	4,092	1,008	0,10
af1_154	MTU	51,64	43,16	4,092	1,008	0,10
af1_249	MTU	51,35	43,42	4,110	1,020	0,10
B_ und af2	MTU	50,37	44,50	3,995	1,038	k. A.
	RFA	52,05	42,51	4,020	0,970	k. A.
af3	MTU	51,37	43,41	4,082	1,038	0,10
af4	MTU	51,07	43,74	4,071	1,029	0,09
	RFA	52,11	42,53	3,950	0,960	k. A.

k.A.. ... keine Angaben

### 3.2 Vorgehen zur Bestimmung der $T_{\text{YSolv}}$

Zur Bestimmung von  $T_{\text{YSolv}}$  müssen die Proben einer Wärmebehandlung unterzogen werden. Sieben aus derselben Charge entnommene Proben sollen auf unterschiedliche Zieltemperaturen nahe der  $T_{\text{YSolv}}$  für eine Stunde gehalten werden, ehe sie durch Ölabschreckung (engl. *oil quenching*, OQ) abgekühlt werden. Die rasche OQ-Abkühlung wurde gewählt, um die Mikrostruktur im Hochtemperaturbereich vollständig einzufrieren. Zuvor wurde zur Abschätzung von  $T_{\text{YSolv}}$  ein Vorversuch durchgeführt.

### 3.2.1 Vorversuch

Beim Vorversuch (VV) nimmt man die aus der Chemie ermittelte Umwandlungstemperatur  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})}$ , die über das Rechenprogramm [10] bestimmt wurde, als erste Abschätzung für  $T_{\gamma\text{Solv}}$  (siehe unten „1. Annahme“). Die Vorversuchsprobe wird auf  $T^* = T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})} - 10^\circ\text{C}$  für eine Stunde gehalten und im Ölbad abgeschreckt. Die  $10^\circ\text{C}$  werden von  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})}$  abgezogen, um zu gewährleisten, dass im 3-Phasengebiet ( $\alpha + \beta/\beta_o + \gamma$ ) geglüht wird. Bei Temperaturen nahe  $T_{\gamma\text{Solv}}$  nimmt der  $\gamma$ -Phasenanteil um ca. 1 vol% ab, wenn die Glühtemperatur um  $1^\circ\text{C}$  steigt, bis er beim Erreichen von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  auf 0 vol% gesunken ist [11,20]. Daraus resultiert ein linearer Verlauf mit einer Steigung  $k$  von etwa  $1^\circ\text{C}/\text{vol}\%$ , wie in **Abb. 2.3** (rot umrandeter Bereich) erwähnt wurde. Ergibt die Mikrostrukturanalyse bei Glühtemperatur  $T^*$  einen  $\gamma_g$ -Anteil von ca. 10%, wird der aus dem Vorversuch abgeschätzte Wert  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})}$  dem zuvor berechneten Wert  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})}$  gleichgesetzt. Wäre der  $\gamma$ -Anteil 20 vol%, ergibt das für  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})}$  einen Wert von  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})} + 10^\circ\text{C}$ , da die erste Annahme um  $10^\circ\text{C}$  unterschätzt wurde. In der unten angeführten „2. Annahme“ wird dieser Sachverhalt als Formel dargestellt. Für  $\gamma_g$  ist der gemessene  $\gamma$ -Anteil in  $^\circ\text{C}$  einzusetzen.  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})}$  gilt als genauere Schätzung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$ , die für die Wärmebehandlungen im Hauptversuch als Referenz herangezogen wird.

→ 1. Annahme:  $T_{\gamma\text{Solv}} = T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})}$

→ 2. Annahme:  $T_{\gamma\text{Solv}} = T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})} = T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})} + (\gamma_g [^\circ\text{C}] - 10^\circ\text{C})$

#### Rechenbeispiel:

geg.:  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})} = 1260^\circ\text{C}$

es folgt:  $T^* = 1260^\circ\text{C} - 10^\circ\text{C} = \underline{1250^\circ\text{C}}$  ... Glühung für 1h /OQ

Mikrostrukturanalyse (LIMI) ergibt z.B.:  $\gamma_g = 20 \text{ vol}\%$

aus Zusammenhang  $(-1)^\circ\text{C} \approx +1 \text{ vol}\%$  folgt:  $T^* = T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})} - 20^\circ\text{C}$

$T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})} = T^* + 20^\circ\text{C} = 1250^\circ\text{C} + 20^\circ\text{C} = \underline{1270^\circ\text{C}}$  oder

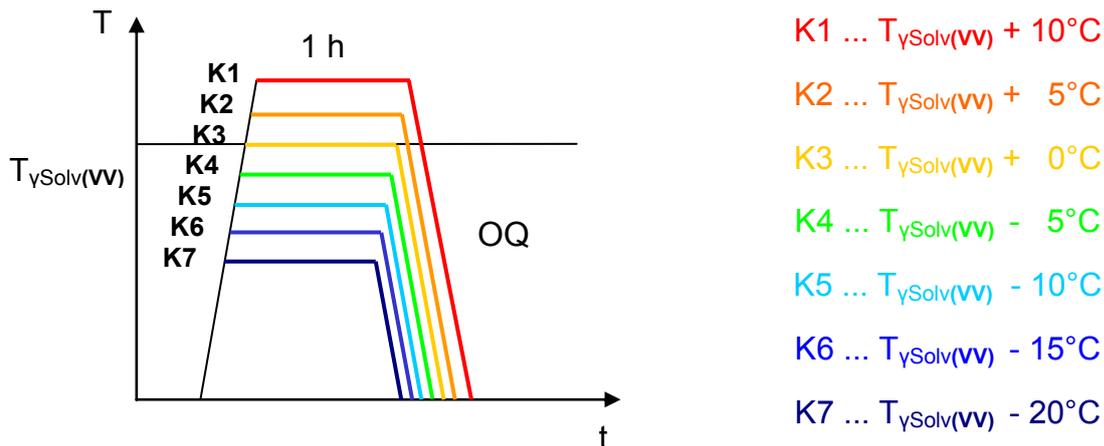
$T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})} = T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})} + (\gamma_g [^\circ\text{C}] - 10^\circ\text{C})$

$T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})} = 1260^\circ\text{C} + (20^\circ\text{C} - 10^\circ\text{C}) = \underline{1270^\circ\text{C}}$

Der Vorversuch hat den Zweck das Glühfenster der Wärmebehandlung zu bestimmen, in dem sich  $T_{\gamma\text{Solv}}$  befindet. Die Steigung von ca.  $1^\circ\text{C}/\text{vol}\%$  ist nur ein Schätzwert [11,20]. Der genaue Wert und die Streuung werden bei der Bestimmung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  in Kap. 4.4 und 4.5 im Ergebnisteil ermittelt.

### 3.2.2 Wärmebehandlung

Nach dem Vorversuch wurden an den Proben der Route II, III, IV und dem HIP Billet, die in **Tab. 3.1** aufgelistet sind, je sieben Wärmebehandlungen durchgeführt. Dazu wurden die Schmiedegrate bzw. das Billet in jeweils sieben Stücke gleicher Größe geschnitten, damit ein jedes bei einer anderen Zieltemperatur für eine Stunde geglüht werden konnte, bevor es im Öl abgeschreckt wurde. Die Zieltemperaturen, die mit K1 bis K7 bezeichnet wurden, sind in **Abb. 3.3** graphisch dargestellt.



**Abb. 3.3:** Wärmebehandlungsdiagramm an 7 verschiedenen Temperaturen um  $T_{YSolv}$  (K1 bis K7).

Die Wärmebehandlungen wurden an der MUL in einem Carbolite Hochtemperaturofen des Typs RHF 16/15 durchgeführt. Die Temperatur im Ofeninneren wurde mit drei Thermoelementen des Typs S gemessen, die an einem Chessel 6100A der Firma Eurotherm angeschlossen waren. Um eine konstante Temperatur im Ofeninneren zu gewährleisten, wurde nach Erreichen der Zieltemperatur noch ca. ein bis zwei Stunden gewartet, bis die Probe wärmebehandelt wurde, damit sich der Ofen vollständig durchwärmt. Die Wärmebehandlungen bei  $+5^{\circ}\text{C}$  und  $+10^{\circ}\text{C}$  über  $T_{YSolv(vv)}$  werden zur Absicherung vorgenommen, falls der eigentliche Wert  $T_{YSolv}$  über dem von  $T_{YSolv(vv)}$  liegen sollte. Die Ergebnisse wurden in einem Phasenanteilsdiagramm ( $\gamma$  gegen  $T$ ) eingetragen und linear gefittet. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Ordinate ergibt letztendlich  $T_{YSolv}$  der Legierung.

### 3.3 Probenpräparation

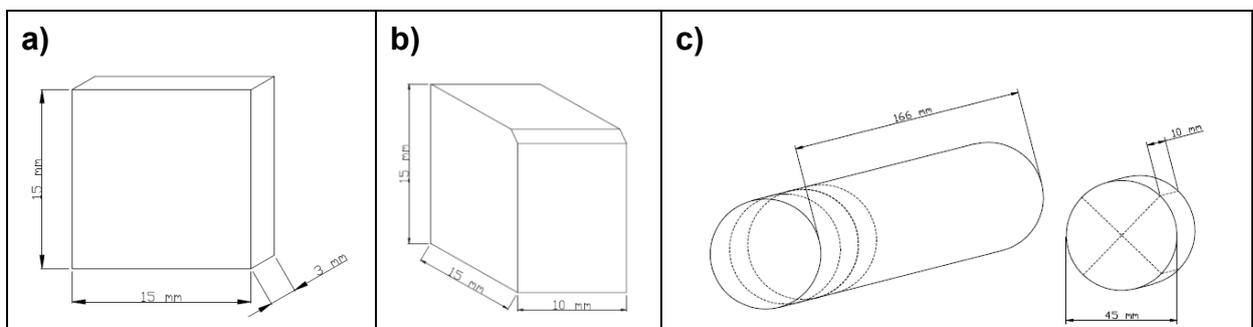
#### 3.3.1 Schneiden der Proben

Die in **Tab. 3.1** gezeigten Proben werden zum größten Teil einheitlich präpariert. Aus jenen Proben, die zur Bestimmung von  $T_{ySolv}$  einer Wärmebehandlung unterzogen werden müssen, wurden sieben Teile mit einer Trennscheibe 10230P der Firma Buehler an den Trennmaschinen AbrasiMatic 300 bzw. Abrasimet 2 (ebenfalls Firma Buehler) geschnitten. Die einzelnen Probenteile wurden zur Kennzeichnung der durchzuführenden Wärmebehandlung mit K1 bis K7 beschriftet.

z.B.: B\_K1, af2\_K1, af3\_K1, af4\_K1  
 B\_K2, af2\_K2, af3\_K2, af4\_K2  
 usw.

Aus dem Billet B\_, das einen Durchmesser von 45 mm und eine Länge von 166 mm besitzt, wurden zwei Scheiben mit einer Dicke von je 10 mm geschnitten, nachdem die erste Scheibe vom Rand weg geschnitten wurde, um Randeinflüsse (z.B. durch Erstarrungsdendriten) zu vermeiden. Auf diese Weise kann man für alle Proben ein gleichartiges Ausgangsgefüge gewährleisten. Die Scheiben wurden geviertelt, mit K1 bis K7 beschriftet und anschließend der Wärmebehandlung unterzogen.

Aus dem *Pancake* af4 wurden Quaderblöcke mit einer Abmessung von 15x15x10 mm<sup>3</sup> herausgeschnitten. An jeweils einer Kante wurde eine Fase als Referenzkante geschliffen. Da die Schmiedegrate der Route I bis III eine geringe Dicke von 3 bis 4 mm aufweisen, begrenzt sich deren Probengeometrie auf 15x15x3 mm<sup>3</sup>. Aus den Proben des wärmebehandelten Schmiedegrats der Route I wurden nur jeweils zwei Plättchen geschnitten, eine für die XRD-Analyse, welche mit **af1\_a** bezeichnet wurde, und die andere für die LIMi-Analyse, die **af1\_b** genannt wurde. Die Probenoberfläche von 15x15 mm<sup>2</sup> wurde bewusst so gewählt, dass genügend Oberfläche für die XRD- und LIMi-Analyse zur Verfügung steht. Die Schnittmodelle sind in **Abb. 3.4** zusammengefasst.



**Abb. 3.4:** Schnittmodell von a) den Schmiedegraten af1, af2, af3, b) vom *Pancake* af4 und c) vom Billet B\_.

### 3.3.2 Schneiden der Analyseflächen

Die Proben sind während der Wärmebehandlung im Hochtemperaturofen dem Sauerstoff O ausgesetzt, welcher mit den Legierungselementen Ti und Al zu Oxiden reagiert und zur Bildung einer spröden und harten Schicht an der Oberfläche führt, den so genannten „ $\alpha$ -case“ [55,56]. Der Sauerstoff diffundiert dabei in die obere Schicht der Probe und stabilisiert die  $\alpha$ -Phase [57]. Für eine Mikrostruktur- und Phasenanalyse muss dieser Bereich gemieden werden, um kein verfälschtes Messergebnis zu bekommen. Dazu wurden die Proben in der Mitte mit der Präzisionstrennmaschine ATM Brillant 221 durchgetrennt, sodass eine unverfälschte Oberfläche zur Untersuchung herangezogen werden konnte. Die Proben aus dem geHIPten Billet und dem isotherm geschmiedeten *Pancake* af4 konnten aufgrund ihrer größeren Probengeometrie mit der Trennscheibe 10230P der Firma Buehler durchgeschnitten werden. Die Proben af1 wurden mit einer kunstharzgebundenen Diamantschleifscheibe D 46 der Firma Winter auf einer Flächenschleifmaschine Juwel20 SPS der Firma ELB Schliff auf ca. die Hälfte ihrer Dicke abgeschliffen. Die Schnitt- bzw. Schliffflächen weisen keinen  $\alpha$ -case auf, sodass hier die Analyse durchgeführt werden konnte.

### 3.3.3 Mechanische Präparation

Für eine XRD- und EBSD-Analyse müssen die Proben eine ebene Oberfläche besitzen. Die Proben wurden daher händisch auf einer Schleifmaschine LaboPol-21 der Firma Struers mit SiC-Nassschleifpapier und einer Papierkörnung von 500, über 800, 1200, 2400 bis 4000 [ $\text{inch}^{-2}$ ] geschliffen. Die nicht leitenden Oxidschichten auf der Hinterseite bzw. am Rand der Proben wurden ebenfalls abgeschliffen, um die Kontaktierung beim anschließenden elektrolytischen Polieren zu gewährleisten.

### 3.3.4 Präparation für XRD Phasenanalyse

Nach dem mechanischen Halbieren und Schleifen wurden die für die XRD-Phasenanalyse vorgesehenen Proben mit dem Elektrolyten A3 auf einem LectroPol-5 der Firma Struers elektrolytisch poliert. Als Polierparameter wurde eine Spannung von 36 V bei einer Flussrate von 11 [Einstellwert] und einer Ätzdauer von 25 s verwendet (Details dazu siehe [20,40]). Während dem Polieren wurde die Elektrolyttemperatur mit Wasser auf 20°C gehalten. Da der Ätzprozess die Probe erwärmt, muss die Probe im Anschluss sofort unter kaltem Wasser gekühlt werden, um das Abdampfen des Elektrolyten von der Probe und die daraus resultierende Schlierenbildung an der Oberfläche zu verhindern [20,40]. Durch elektrolytisches Polieren werden mechanisch verformte Kristallstrukturen an der Oberfläche, die u.a.

durch das Schleifen mit Nassschleifpapier entstanden sind, abgetragen und man erreicht eine ebene, eigenspannungsfreie Oberfläche [20,40]. In diesem Zustand werden die Proben für die EBSD- und XRD-Untersuchung verwendet.

### 3.3.5 Präparation für LIMi Mikrostrukturanalyse

Betrachtet man die elektrolytisch polierten Proben im LIMi heben sich die auftretenden Phasen nicht genügend voneinander ab, um sie unterscheiden zu können. Zur quantitativen Auswertung der Mikrostruktur im LIMi werden die elektrolytisch polierten Proben daher nach der XRD-Analyse elektrochemisch farbgeätzt. Die Farbätzung nach Ence und Margolin mit einem LectroPol-5 der Firma Struers ist in [40,58] beschrieben. Die Proben wurden mit einer Spannung von 39 V bei einer Flussrate von 11 [Einstellwert] für eine Dauer von 6 s geätzt [20,40].

## 3.4 Mikrostruktur und Phasenanalyse

### 3.4.1 Röntgendiffraktometrie

Nach dem elektrolytischen Polieren der Proben aus **Tab. 3.1** wurden an ihnen eine Röntgenbeugungsuntersuchung mit einem D8 Advance der Firma Bruker AXS in Bragg-Brentano-Anordnung vorgenommen, welcher mit einem Göbel-Spiegel und einem Sol-X Detektor ausgestattet ist. Für die Röntgenbeugung wurde eine Cu-K $\alpha$ -Strahlung mit einer Wellenlänge  $\lambda$  von 1,542 Å verwendet [25]. Die Proben wurden im „*locked coupled*“-Modus in einem Winkelbereich  $2\theta$  von 11° bis 82° mit einer Schrittweite von 0,02° untersucht. Die Messzeit pro Schritt beträgt 2,5 Sekunden, wonach die Messzeit für eine Probe ca. 2,5 h beträgt. Da in geschmiedeten Proben Vorzugsorientierungen zu erwarten sind, die das Ergebnis beeinflussen können, wurden die Proben im Rotations-Modus untersucht, bei welchem die Proben während der Röntgenbeugung um die Achse normal zur Oberfläche rotiert werden. Durch die Rotation kann die Oberfläche von mehreren Seiten analysiert werden und man erhält eine bessere Kornstatistik für das Beugungsbild.

### Rietveld-Analyse

Die quantitative Bestimmung der Phasenanteile wurde mittels Rietveld-Analyse über das Programm Topas der Firma Bruker AXS umgesetzt, wobei der Begriff „Topas“ für **Total Pattern Analysis Solution** steht [59]. Aus dem mathematischen Algorithmus wird das Beugungsspektrum mit einer Kurve angefügt und daraus die Phasenanteile in Massenprozent (m%) berechnet [43]. Die phasenbezogenen Parameter beeinflussen das Ergebnis erheblich [44]. Die für die Auswertung wichtigen

Parameter sind u.a. die Besetzung der Zellplätze einer Phase (Unterordner „Sites“ im Topas-Programm) mit den Hauptlegierungselementen Ti, Al, Nb und Mo, und deren Besetzungswahrscheinlichkeit, mit welcher man die Wahrscheinlichkeit angibt, wie häufig ein Atom an seinem Gitterplatz zu finden ist. Diese wurde über die Phasenchemie von  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$  berechnet und im Strukturfile eingetragen. Die Auswertung ist im Ergebnisteil beschrieben.

Die weiteren Parameter, die für die Auswertung verwendet wurden, sind im Anhang A aufgelistet. Die Parameter dieses Strukturfiles basieren auf dem Strukturfile „PM-TNM HIP\_NEWEST\_OMEGA\_TOPAS\_SCHULUNG.pro“ der MUL, das im Zuge der Topas-Schulung [44] erstellt wurde. Die Grundeinstellungen in den Unterordnern „*Emission Profile*“, „*Background*“, „*Instrument*“, „*Corrections*“ und „*Miscellaneous*“ wurden übernommen und sind ebenfalls im Anhang A zusammengefasst. Die Auswertung der Rietveld-Analyse ist mit einem Fehler von  $\pm 3$  m% behaftet, der aber nicht auf eine Streuung der Messergebnisse zurückzuführen ist, sondern auf eine Unsicherheit in der Auswertung mittels Rietveld-Analyse, da beim Anfitzen des Beugungsspektrums mit einem Fehler durch den Rietveld-Auswertealgorithmus zu rechnen ist [11].

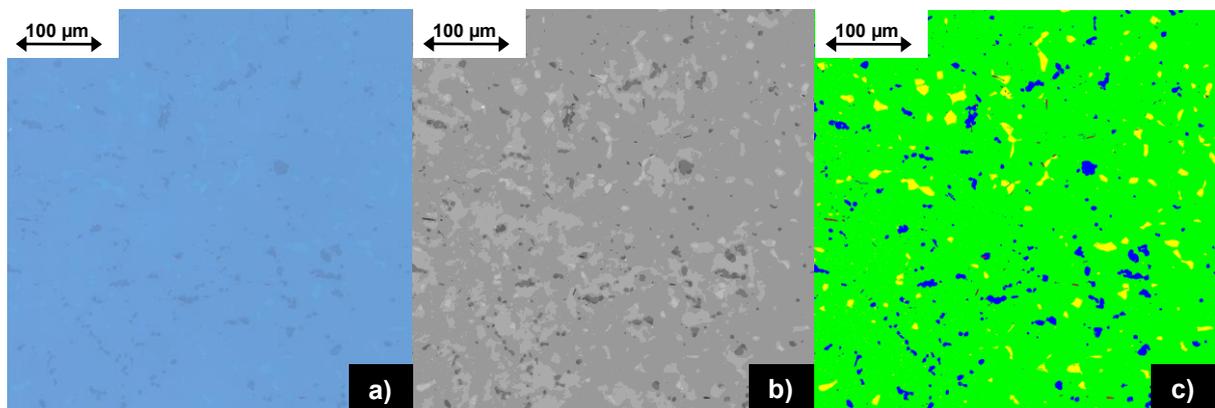
### 3.4.2 Quantitative Metallographie

Im Anschluss an die Röntgendiffraktometrie wurden die Proben einer Farbätzung unterzogen, um die Mikrostruktur mittels quantitativer Metallographie zu analysieren. Im Auflichtmikroskop Axio Imager M1m der Firma Zeiss wurden Gefügeaufnahmen mit einer Kamera des Typs AxioCam MRc5 (Firma Zeiss) gemacht. Das Mikroskop und die Kamera wurden über die Software AxioVision (ebenfalls Firma Zeiss) bedient. Es wurden Aufnahmen in Hellfeldabbildung mit Weißlichtbeleuchtung bei 12,5-, 25-, 50-, 100-, 200-, 500- und 1000-facher Vergrößerung erstellt. Um den Farbkontrast der Gefügebestandteile und die Bildqualität zu verbessern, wurden für jede Probe ein Weißabgleich und eine *Shading-Correction* vorgenommen.

Für die Mikrostrukturanalyse wurden repräsentative Aufnahmen mit 200-facher Vergrößerung verwendet (**Abb. 3.5a**). Bevor die Mikrostrukturen analysiert werden können, müssen die LIMI-Aufnahmen mit dem Programm Adobe Photoshop 7.0 der Firma Adobe Systems bearbeitet werden. Das Bild wird dabei in Graustufen konvertiert, anschließend wird der Kontrast durch selektive Farbfilter erhöht [20]. Zunächst wurde ein Scharfzeichnungsfilter verwendet, in dessen Untermenü „Unschärf maskieren...“ die Parameter „Stärke“ mit 298%, „Radius“ mit 60,3 Pixel und „Schwellwert“ mit 2 Stufen eingestellt wurden [20]. Der Weichzeichnungsfilter enthält das Untermenü „Selektiver Weichzeichner...“, in welchem eine optimale Glättung der

Mikrostrukturen bei Kontrasterhalt der Korngrenzen erreicht wurde, indem die Qualität auf „Hoch“ eingestellt, der Radius im Bereich 55, und der Schwellwert zwischen 30 und 35 gesetzt wurde. Optional wurden mit dem Pinsel-Programm die wenigen Verunreinigungen oder Ethanolrückstände auf der Probenoberfläche von der Aufnahme nachträglich entfernt. Die Software Adobe Photoshop bietet auch noch die Möglichkeit, die Grauwerte zu verschieben, sodass  $\beta_o$  einen helleren und  $\gamma_g$  einen dunkleren Grauton erhalten. Dieses Tool wurde aber zum größten Teil nicht verwendet, da bereits genügend Kontrast vorhanden war.

Die bearbeiteten Aufnahmen zeigen nun ein geglättetes Gefüge, dessen Mikrostrukturen sich durch ihre Grauwerte soweit unterscheiden, dass sie von einem Auswerteprogramm zugeordnet werden können (**Abb. 3.5b**). Mit Hilfe der Software Analysis Pro der Firma Olympus wurde durch Setzen der Schwellwerte einem jeden Graubereich eine Phase zugeordnet. Das Programm wertet die Flächen aus und gibt die Mikrostrukturanteile in Volumsprozent (vol%) wieder. Zur besseren Darstellung wurde eine Phasen-Farbkodierung verwendet. So ist nach **Abb. 3.5c** die  $\alpha_2$ -Phase grün,  $\beta_o$  gelb und  $\gamma_g$  blau dargestellt. Die wenigen roten Anteile stellen die Boride dar. Eine genaue Beschreibung zur Auswertung im Adobe Photoshop 7.0 und mit Analysis Pro kann aus [20] entnommen werden.



**Abb. 3.5:** a) LIM- Aufnahme bei 200-facher Vergrößerung, b) nach der Bearbeitung im Adobe Photoshop 7.0 und c) mit Phasen-Farbkodierung: ■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma_g$ , ■... $\beta_o$ .

### 3.5 EBSD-Texturanalyse

Für die Texturanalyse im REM werden die Proben wie für die Analyse im XRD präpariert. Es wurde die Textur an vier unterschiedlich wärmebehandelten Proben ermittelt, die aus den Schmiedegraten geschnitten wurden. Die Texturproben und deren Zustand sind in **Tab. 3.3** zur Übersicht zusammengefasst.

**Tab. 3.3:** Probenübersicht zur EBSD-Analyse

Probe	Bezeichnung	Zustand	aus Schmiedegrat
1	<b>af_tex</b>	isotherm geschmiedet	af2 (Route II)
2	<b>af_hom_tex</b>	isotherm geschmiedet + homogenisiert	
3	<b>af_hom_wb_tex</b>	isotherm geschmiedet + homogenisiert + wärmebehandelt (Rex.)	
4	<b>af_wb_tex</b>	isotherm geschmiedet + wärmebehandelt (Rex.)	af1_152_a (Route I)

af ... as forged, homogenisiert (hom) ... 1150°C 5h/AC, wärmebehandelt (wb) ...  $T_{YSolv}-20^{\circ}C$  1h/OQ, Rex. ... Rekristallisationsglühung

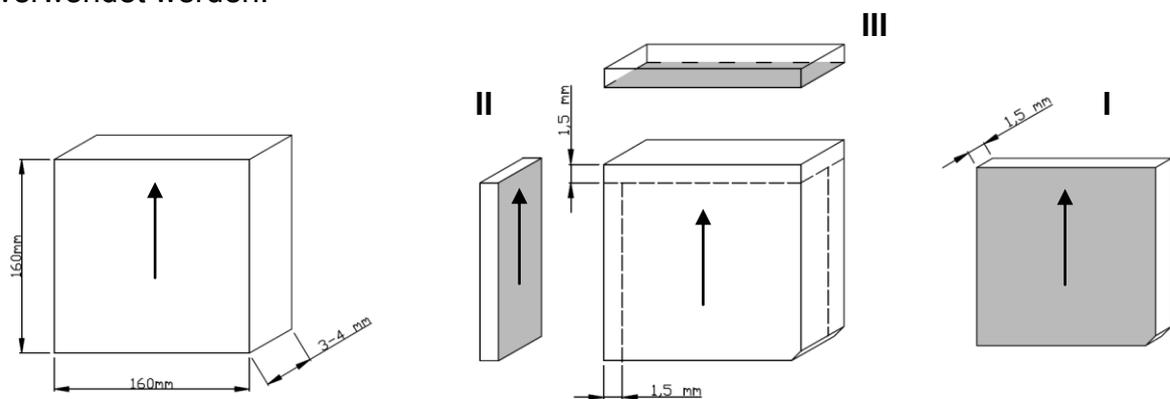
Bei der Homogenisierung handelt es sich um eine Wärmebehandlung, bei welcher die Legierung unter  $T_{Eut}$  bei 1150°C für 5 Stunden geglüht und durch *Air Cooling* (AC) abgekühlt wird [20]. Dieser zwischengeschaltete Glühvorgang soll die globulare Einformung von  $\gamma$  fördern und das Schmiedegefüge feinen [20]. Die Rex.Glühung beschreibt eine Wärmebehandlung bei  $T_{YSolv}-20^{\circ}C$  für eine Stunde mit Ölabschreckung (OQ). Die verschiedenen Probenzustände sollen u.a. den Einfluss der Wärmebehandlung auf die Textur zeigen.

#### Probenpräparation

Aus dem Schmiedegrat af2 wurden für die Proben af\_tex, af\_hom\_tex und af\_hom\_wb\_tex zunächst quaderförmige Plättchen mit einer Abmessung von 16x16x4 mm<sup>3</sup> analog zu Kap. 3.3.1 geschnitten. Die Proben af\_hom\_tex und af\_hom\_wb\_tex wurden im Hochtemperaturofen Carbolite RHF 16/15 der Wärmebehandlung unterzogen, bevor sie zusammen mit der Probe af\_tex (jene Probe ohne eine zusätzliche Wärmebehandlung) im metallographischen Labor für die EBSD-Analyse präpariert wurden.

Um die Textur von mehreren Seiten betrachten zu können, wurden die Proben zu je drei 1,5 ± 0,15 mm dicken Probenscheiben mittels der Präzisionstrennmaschine ATM Brillant 221 zerschnitten. Das Schnittmodell ist in **Abb. 3.6** dargestellt. Durch die

verschiedenen Schnittflächen (grau markiert) ist es möglich, den Einfluss der Fließrichtung (=Pfeilrichtung) auf die Textur von mehreren Seiten zu betrachten. Die Probenschnitte wurden zur Unterscheidung mit den Ziffern I, II und III laut **Abb. 3.6** gekennzeichnet. Für die EBSD-Untersuchung benötigen die geschnittenen Proben I bis III eine elektrolytisch polierte Oberfläche. Die Behandlung der Oberflächen wurde daher analog zu Kap. 3.3 durchgeführt. Bei der vierten Probe aus **Tab. 3.3** (af\_wb\_tex) handelt es sich um die Probe af1\_152\_a, die schon im geschmiedeten und wärmebehandelten Zustand geliefert wurde. Da diese bereits für die XRD-Analyse zur Bestimmung des  $\gamma$ -Gehalts (Kap. 4.2) elektrolytisch poliert wurde, musste sie nicht eigens präpariert werden und konnte direkt für die EBSD-Analyse verwendet werden.



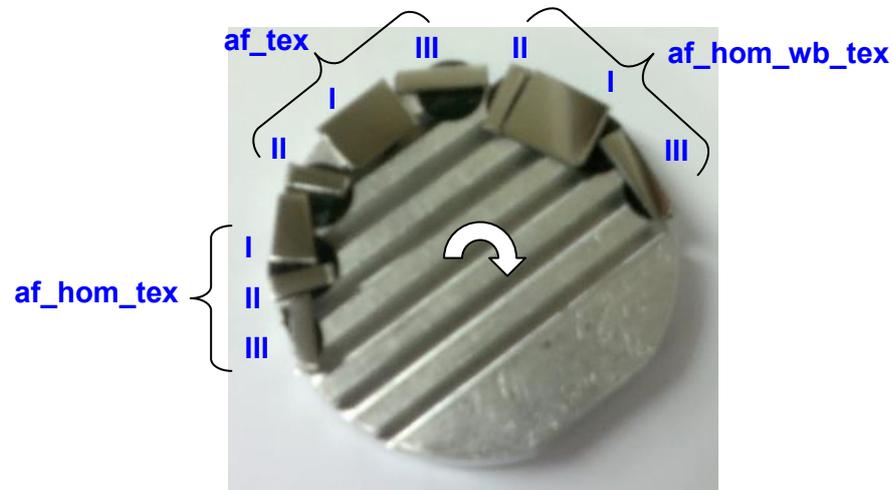
**Abb. 3.6:** Schematische Darstellung der Schnitte für die EBSD-Proben.

### EBSD-Analyse am REM

Die Texturanalyse wurde am Rasterelektronenmikroskop Gemini der Firma Oxford Instruments im EBSD-Modus durchgeführt. Der Winkel zwischen Probenoberfläche und einfallendem Elektronenstrahl beträgt  $70^\circ$  (siehe **Abb. 2.6**) [47,48]. Der Arbeitsabstand (engl. *working distance*, WD) zwischen der Blende (engl. *gun*), aus der der Elektronenstrahl kommt, und dem Probenpunkt, der gescannt wird, beträgt ca. 12 mm. Die Proben wurden laut **Abb. 3.7** auf einen metallischen Probenhalter mit Graphitklebestreifen aufgeklebt, damit sich die Proben beim Scan-Vorgang nicht elektrostatisch negativ aufladen können. Um zwischen den Proben zu wechseln, wird der Probenhalter in Pfeilrichtung laut **Abb. 3.7** gedreht.

Während der EBSD-Analyse muss der gescannte Probenpunkt im Fokus liegen. Beim Wechseln der Probe durch Drehen des Probenhalters muss der Fokus für den neuen Probenpunkt wieder neu eingestellt werden. Um diesen Arbeitsaufwand zu minimieren, wurde eine einheitliche Probendicke für Proben af\_tex, af\_hom\_tex und af\_hom\_wb\_tex von  $1,5 \pm 0,15$  mm verwendet. Die Probe af\_wb\_tex wurde zu einem

späteren Zeitpunkt im REM untersucht, daher war es hier nicht notwendig die Probendicke an die anderen Proben anzupassen.



**Abb. 3.7:** Anordnung der Texturproben auf dem Probenhalter, der zum Wechseln der Proben in Pfeilrichtung gedreht wird.

Das REM wurde mit der Software OIM Data Collection 5.31 der Firma EDAX TSL bedient, wobei OIM für *Orientation Imaging Microscopy* steht. In diesem wurden die Parameter für die EBSD-Analyse eingestellt. Für die  $\alpha_2$ -,  $\beta_0$ - und  $\gamma$ -Phase wurden die Strukturfiles „AlTi3.bmt“, „TiAl\_beta.bmt“ und „TiAl\_gamma\_cubic0hm3.bmt“ aus dem Datenordner des REM Gemini am Erich Schmid Institut für Materialwissenschaft der österreichischen Akademie der Wissenschaften in Leoben verwendet. Die Strukturdaten sind in **Tab. 3.4** zusammengefasst.

**Tab. 3.4:** Phasenparameter für OIM Data Collection 5.31

Phase Parameters	$\alpha_2$	$\beta_0$	$\gamma$
Material Name	AlTi3	Titanium Aluminium beta	Titanium Aluminium
Formula	AlTi3	TiAl_beta	TiAl_gamma_cubic0hm3m
Symmetry Point Group	Hexagonal (D6h) [6/mmm]	Cubic(0h) [m3m]	Cubic(0h) [m3m]
Lattice Parameters	a [Å] c [Å]	3,216 -	3,976 -
	5,775 4,683		

Damit kein Fehler bei der Berechnung der Textur entsteht, musste das Standardstrukturfile der  $\gamma$ -Phase modifiziert werden, indem die Raumgruppe (*Symmetrie Point Group*) von „Tetragonal(D4h)4mmm“ auf „Cubic(0h) [m3m]“ geändert wurde. Denn durch Verwenden einer tetragonalen Raumgruppe entsteht

bei der Auswertung in jeder Betrachtungsebene (I bis III) eine nicht reale (001)-Textur der  $\gamma$ -Phase. Die kubische Raumgruppe „Cubic(0h) [m3m]“ konnte im Vergleich zu den übrigen in der OIM-Software zur Verfügung stehenden kubischen Raumgruppen die  $\gamma$ -Phase bestmöglich auswerten.

Die Größe des Scanbereichs und die Schrittweite (engl. *step size*) werden vor dem Scanstart im OIM Data Collection 5.31 festgelegt. Je kleiner die Schrittweite, desto genauer wird das Ergebnis, der Analysevorgang wird dadurch allerdings zeitaufwändiger [48,50]. Bei der Wahl des Scanbereichs verhält es sich umgekehrt, denn je größer der Messbereich ist, desto mehr Statistik über die Orientungsverteilung bekommt man, da mehr Körner analysiert werden. Eine Übersicht über die Größe des verwendeten Messbereichs und der Schrittweite für jede Texturprobe ist in **Tab. 3.5** zu finden. Bei den ersten Proben wurde eine kleine Schrittweite von 0,5  $\mu\text{m}$  gewählt, um sicher zu stellen, dass alle Körner bei der Messung erfasst werden können. Bei späteren Proben wurde die Schrittweite vergrößert, da die Auflösung für eine Texturauswertung ausreichend war. Auf die Auswertung der Texturproben mit der Ausrichtungsbezeichnung III (**Abb. 3.6**) wurde verzichtet, da bereits zu jeder Probe zwei EBSD-Messungen vorlagen.

**Tab. 3.5:** Messparameter zur EBSD-Analyse

Probe	Scanbereich [ $\mu\text{m}^2$ ]	Schrittweite [ $\mu\text{m}$ ]
af_hom_tex_I	200x200	0,5
af_hom_tex_II	400x300	0,5
af_hom_wb_tex_I	600x600	1
af_hom_wb_tex_II	300x300	1,5
af1_152_a (Teil 1)	800x400	2
af1_152_a (Teil 2)	800x250	2
af1_152_a (Teil 3)	800x800	5
af_tex_I	800x800	1

Die Datenauswertung der EBSD-Analyse erfolgte mit Hilfe der Software OIM Analysis 5 der Firma EDAX TSL. Mit diesem wurde aus den Rohdaten der EBSD-Analyse für jede Texturprobe eine *Orientation Map* generiert, um einen groben Überblick über die Kornverteilung und deren Orientierung zu bekommen. Schließlich wurden für jede Phase Polfiguren (PF) erstellt, um die Textur bestimmen zu können. Für die  $\alpha_2$ -Phase wurden Polfiguren der [0001]-, [11-20]- und [11-21]-Richtung gemacht. Für die Phasen  $\beta_0$  und  $\gamma$  wurden jeweils Polfiguren der [100]-, [110]- und [111]-Richtung erzeugt. Das Programm ermöglicht noch weitere benutzerspezifische

Einstellungen beim Erstellen einer PF, für die stets die Standardparameter des OIM Analysis 5 verwendet wurden:

Calculation Method: Harmonic Series Expansion  
Series Rank [L]: 16  
Gaussian Smoothing: 5°  
Gaussian Half-Width: 5°  
Sample Symmetry: Triclinic  
■ Use all measurement points in partition

Zusätzlich zu den Aussagen über die Kristallorientierung kann man über die Software eine *Phase Map* erstellen, die die Phasenanteile des gescannten Bereichs auswertet. Nach der EBSD-Analyse wurden jene Stellen, die gescannt wurden, am REM im BSE-Modus betrachtet und Bilder aufgenommen, mit dem Ziel das Gefüge, das aus den EBSD-Daten berechnet wurde, mit dem Gefüge aus der BSE-Aufnahme zu vergleichen. Damit ist es möglich zu überprüfen, ob die Phasen vom OIM Analysis 5 richtig erfasst wurden, oder sich Abweichungen vom tatsächlichen Gefüge ergeben. Die gescannten Zonen sind im REM leicht erkennbar durch ihre Kohlenstoff-Kontamination an der Probenoberfläche, die durch den hochenergetischen Elektronenstrahl entsteht, der den Kohlenstoff aus dem Inneren der Vakuumkammer während dem Messen aufspaltet.

### 3.6 Abkühlversuche

Untersucht wurde die Abkühlgeschwindigkeit an vier geschmiedeten Versuchsproben mit bekannter Chemie (von MTU zur Verfügung gestellt), die, nachdem sie für eine Stunde bei Temperaturen nahe der  $T_{\text{Solv}}$  gehalten wurden, über verschiedene Abkühlverfahren auf Raumtemperatur RT abgekühlt wurden:

Luftabkühlung (*Air Cooling ... AC*)  
Kühlluftgebläse I (*Fan Air Cooling langsam ... FAC\_langs*)  
Kühlluftgebläse II (*Fan Air Cooling schnell ... FAC\_schn*)  
Ölabschreckung (*Oil Quenching ... OQ*)

Um die Temperatur in-situ zu messen, wurde ein Thermoelement vom Typ K mit Keramikfaser-Ummantelung verwendet, das während der Wärmebehandlung am Messgerät HH-147U Data Logger der Firma Omega angeschlossen war und die Temperatur alle 2 Sekunden aufzeichnete. Die Daten wurden über die Software HH-147U Temp Monitor\_S2, ebenfalls Firma Omega, als txt-Datei abgespeichert und im Anschluss mit Hilfe der Software Origin8Pro der Firma OriginLab ausgewertet. Beim Abschreckversuch OQ wurde aufgrund der raschen Abkühlung das Chessel 6100A

von Eurotherm zur Temperaturlaufzeichnung verwendet, das mehrere Datenwerte pro Sekunde aufzeichnet.

Die Wärmebehandlung wurde im Hochtemperaturofen Carbolite RHF 16/15 bei einer Glüh­temperatur von  $T_{\text{ySolv}}-15^{\circ}\text{C}$  für eine Stunde durchgeführt, während der Temperaturverlauf mittels Thermo­elementen aufgezeichnet wurde. Um zu bestimmen, ob sich  $\gamma$ -Lamellen beim Abkühlen ausgeschieden haben, wurden über XRD und LIMl analog zu Kap. 3.4 die Phasen- und Mikrostrukturanteile der  $\gamma$ -Phase bestimmt. Die Differenz des  $\gamma$ -Anteils aus XRD- und metallographischer Untersuchung soll dabei Auskunft geben, ob die  $\gamma$ -Lamellenausscheidung unterdrückt wurde oder nicht (siehe Kap. 2.2 und 2.3). Die verwendeten Proben und deren Chemie sind in **Tab. 3.6** zusammengefasst. Die Differenz zu 100 at% ergibt sich durch Begleitelemente in der Legierung.

**Tab. 3.6:** Proben zu den Abkühlversuchen mit angegebener Chemie

Proben aus Route III	Gratnr.	Charge	Chemische Zusammensetzung [at%]				
			Ti	Al	Nb	Mo	B
af_AC	1774	129663-1	51,24	43,27	4,069	1,031	0,10
af_FAC_langs	1763	129529-2	51,43	43,29	4,073	1,042	0,10
af_FAC_schn	1772	129663-1	51,24	43,27	4,069	1,031	0,10
af_OQ	1771						

Die Proben af\_OQ, af\_FAC\_schn und af\_AC stammen aus derselben Charge wie der Grat af3 (Route III) aus **Tab. 3.1**, der zur Bestimmung von  $T_{\text{ySolv}}$  verwendet wurde. Somit konnte man bereits im Vorfeld  $T_{\text{ySolv}}$  und musste keinen eigenen Vorversuch zur Bestimmung des Glühfensters durchführen. Für die Probe af\_FAC\_langs wurde aus den gelieferten Schmiedegraten ein Schmiedegrat mit einer möglichst ähnlichen Chemie zu den übrigen Proben gewählt, sodass für die Wärmebehandlung dieselbe Glüh­temperatur wie bei den übrigen Proben verwendet werden konnte.

Den Versuchen mit *Fan Air Cooling* standen Vorversuche bevor, um den Messaufbau und Probenabstand af\_FAC\_schn / langs zum Gebläse zu bestimmen bzw. um die Parameter für das Gebläse zu ermitteln.

### 3.6.1 Vorversuche zur Messung der Abkühlgeschwindigkeit

Die Vorversuche wurden an einem Schmiedegrat durchgeführt, der eine möglichst ähnliche Form wie die FAC-Proben des Hauptversuchs aufweist, um im Hauptversuch dasselbe Strömungsverhalten zu erreichen. Diese Probe wurde nach

einem kurzen Aufwärmvorgang auf  $T_{\text{ySolv}}-15^{\circ}\text{C}$  vor ein Gebläse, bestehend aus 4 Haartrockner der Firma Koenic vom Typ KHD 210 mit 2 Regelstufen (halbe / volle Kraft), gestellt und bei verschiedenen Abständen zum Gebläse die Abkühlgeschwindigkeit gemessen. Aus diesen wurde der optimale Abstand für ein schnellstmögliches Abkühlen (FAC\_schn) bzw. langsameres Abkühlen (FAC\_langs) über *Fan Air Cooling* ermittelt. Als weiteres Hilfsmittel wurde die Luftgeschwindigkeit mit einem Hitzedraht-Anemometer PCE-423 der Firma PCE Instruments an verschiedenen Positionen gemessen, um herauszufinden, in welchem Abstand zum Gebläse die maximale Luftgeschwindigkeit und somit die maximale Abkühlgeschwindigkeit herrscht.

### Thermoelement

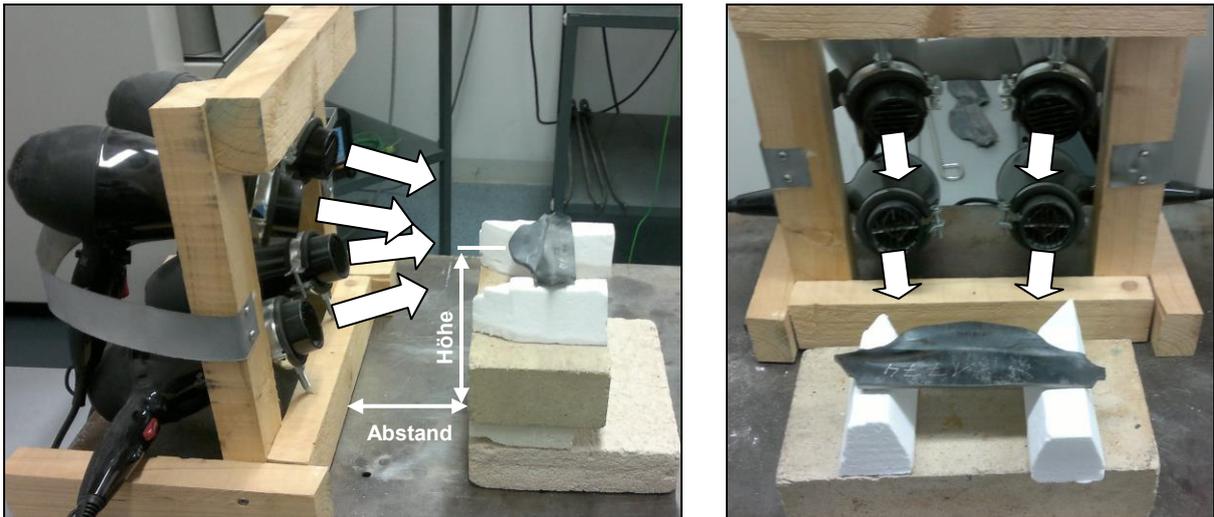
Die Befestigung der Thermoelemente (TE) vom Typ K (NiCr/Ni) an den Proben war durch Aufschweißen nicht möglich. Daher wurden Löcher mit einem Durchmesser von 1,3 mm und ca. 6 mm Tiefe an den schmalen Querschnittflächen der Schmiedegräte mit einem Spezialbohrer aus Hartmetall der Firma RoNa gebohrt. Am TE Typ K wurde eine Schweißperle mit Hilfe eines Elektroschweißgeräts XW640 der Firma Misumi bei 45 Ampere (einzustellen am DECA Staros 120 Inverter Tech) erzeugt, die in das Bohrloch eingesetzt wurde. Zum Schutz vor den hohen Temperaturen im Ofeninneren wurden Keramikfaser ummantelte Thermoelemente verwendet, die mit einem Glasfaser-ummantelten Nickeldraht am Schmiedegrat befestigt wurden. Beim Ölabschrecken musste zum Abdichten des Bohrlochs ein Keramik-Schlicker verwendet werden, damit das Öl nicht direkt auf die Schweißperle des TE gelangt und so das Messergebnis verfälscht. Der Schlicker wurde dabei um das Bohrloch aufgetragen und bei  $100^{\circ}\text{C}$  im Ofen TK/L 4105 EHRET ausgehärtet.

### 3.6.2 Hauptversuch: Messaufbau und Parameter

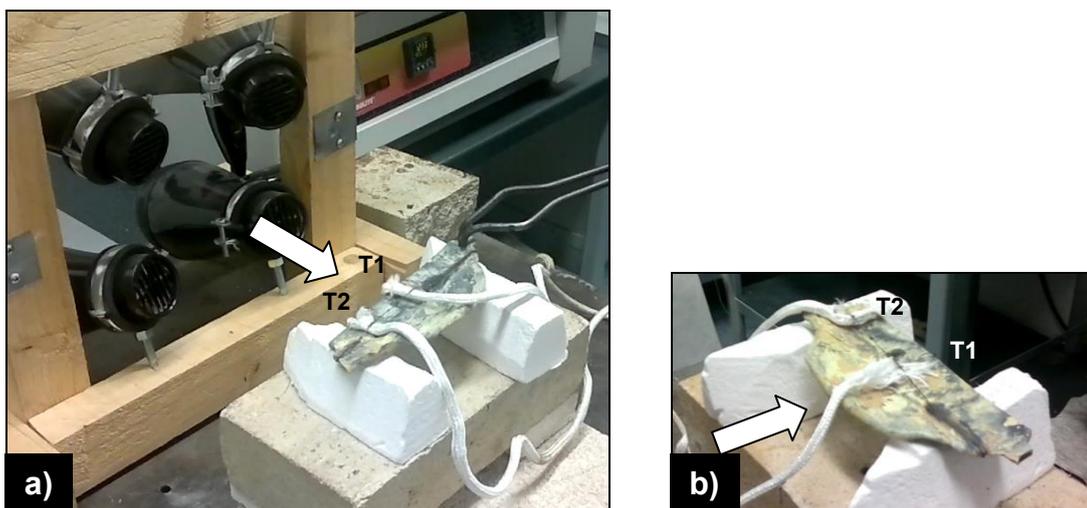
Alle Proben wurden nach der Wärmebehandlung so rasch wie möglich aus dem Ofen entnommen. Beim Ölabschreckversuch wurde die Probe in das Ölbad neben dem Ofen eingetaucht und nach einigen Minuten entnommen. Die Versuchsproben zu *Air Cooling* und *Fan Air Cooling* wurden nach der Ofenentnahme auf keramischen Sockeln zum Abkühlen gelegt. Beim *Fan Air Cooling* wurden die Proben in einer Höhe von 20 cm positioniert, in der alle 4 Strömungsfelder der Gebläsevorrichtung konvergieren (siehe **Abb. 3.8**). Der Abstand der Probe af\_FAC\_schn zum Gebläse betrug 12,5 cm, wobei alle 4 Föns bei voller Kraft mit Kaltluft verwendet wurden und die Kante mit den Bohrlöchern zum Gebläse ausgerichtet war (**Abb. 3.9**). Der Abstand der Probe af\_FAC\_langs zum Gebläse betrug 40 cm, wobei 2 Föns bei halber Stärke mit Kaltluft verwendet wurden und der Grat so positioniert wurde, dass

die Kante mit den Bohrlöchern zu der vom Gebläse abgewandten Seite blickte (siehe **Abb. 3.9b**).

Um die Abkühlung an verschiedenen Positionen am Schmiedegrat verfolgen zu können, wurden je 2 TE verwendet. Das erste wurde in der Mitte des Schaufelgrats angebracht, das zweite weiter außen am Rand, wo der Grat am Sockel aufliegt (siehe **Abb. 3.9**). Bei allen Proben wurden Videoaufzeichnungen gemacht, um das Glühverhalten der Grate zu dokumentieren.



**Abb. 3.8:** Messaufbau zum *Fan Air Cooling* mit einer Versuchsprobe auf dem keramischen Sockel. Die Pfeile deuten die Richtung des Luftstrahls an.



**Abb. 3.9:** Messaufbau zu a) FAC\_schnell und b) FAC\_langsam mit den Thermoelementen an den Messpositionen T1 und T2. Die Pfeile deuten die Richtung des Luftstrahls an.

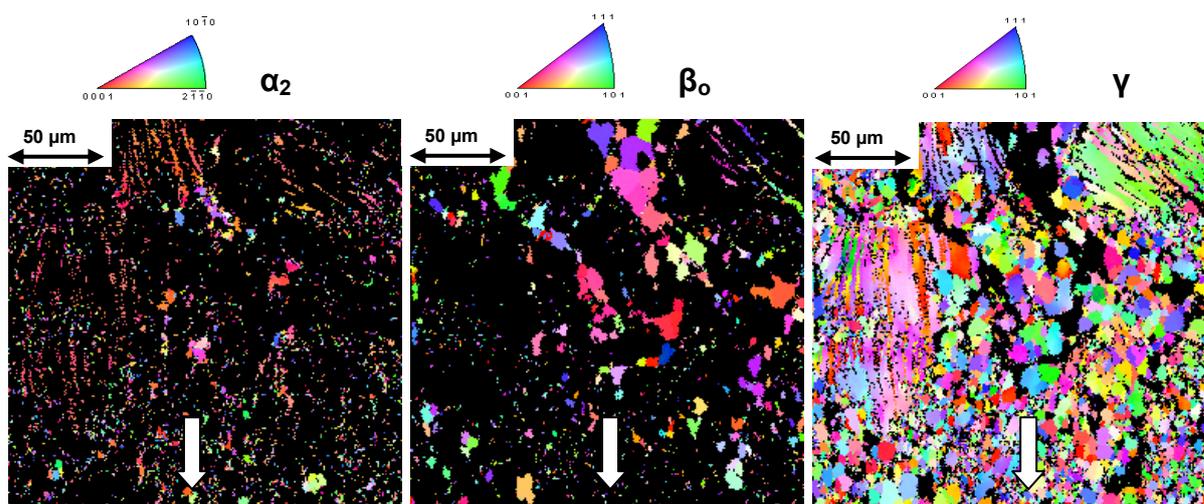
## 4 Ergebnisse und Diskussion

### 4.1 Texturanalyse an den Schmiedegraten

Zu Beginn wird die Texturanalyse behandelt. Die Textur wird in den stark gerichteten Schaufelgraten ermittelt, um die sich einstellenden Vorzugsorientierungen in der Rietveld-Analyse berücksichtigen zu können. Im Folgenden wird zu jeder Probe die Textur mittels *Orientation Mapping* und Polfigur diskutiert.

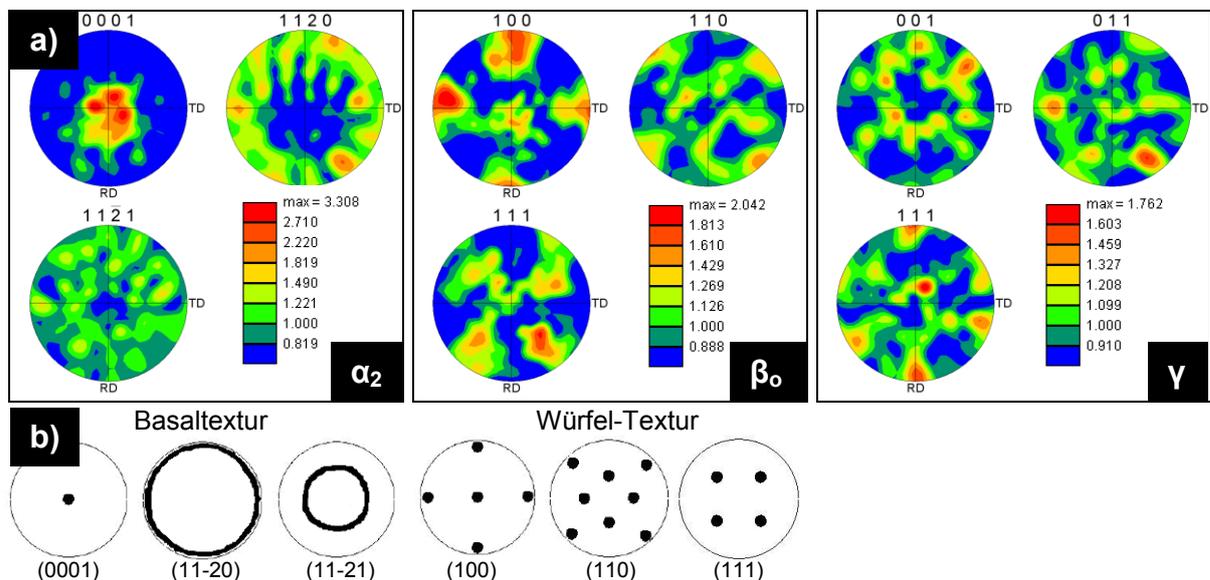
#### Probe af\_tex\_I: (800x800 $\mu\text{m}^2$ , step size 1 $\mu\text{m}$ )

Die Schmiedegratprobe af\_tex\_I liegt im geschmiedeten Zustand vor, nachdem sie unterhalb von 1200°C im Dreiphasengebiet  $\alpha_2+\beta_0+\gamma$  isotherm geschmiedet wurde. Die *Orientation Map* in **Abb. 4.1** zeigt einen 200x200  $\mu\text{m}^2$  Ausschnitt des gescannten Bereichs, in dem man einen hohen  $\gamma$ -Anteil mit  $\beta_0$ - und  $\alpha_2$ -Anteil erkennt. Das gesamte Pattern ist im Anhang B dargestellt. Die  $\gamma$ -Phase hat sich durch den isothermen Schmiedeprozess zum größten Teil globular eingeformt. Die einzelnen Körner sind durch ihre unterschiedliche Färbung zu erkennen, da jedes Korn eine zum Nachbarkorn variierende Kristallorientierung besitzt. Mit Hilfe der inversen Polfigur (IPF) erkennt man u.a., dass aufgrund der grünen Färbung des  $\gamma$ -Korns in **Abb. 4.1** rechts oben dieses Korn mit der (101)-Ebene zur Oberfläche ausgerichtet ist. Eine rötliche Färbung gibt an, dass die Körner mit der (001)-Ebene zur Oberfläche ausgerichtet sind, eine bläuliche Färbung indiziert die (111)-Ebene. Die Pfeilrichtung gibt die Fließrichtung des Materials im untersuchten Gratstück an.



**Abb. 4.1:** Ausschnitt aus der *Orientation Map* der Probe af\_tex\_I (Route II) für  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$  mit dazugehöriger IPF und angegebener Fließrichtung.

Zum Überblick werden die zur jeweiligen *Orientation Map* gehörenden Polfiguren betrachtet, die in **Abb. 4.2** abgebildet sind. Man erkennt bei der  $\alpha_2$ -Phase in [0001]-Richtung im Zentrum der PF einen Punkt (Spot oder stereographische Projektion) mit einem Dichtemaximum, das durch den MRD-Wert in der Skala in **Abb. 4.2** ausgedrückt wird. D.h., dass in der näheren Umgebung des Punktes die kristallographische Ebene (0001) häufig vorkommt. Die Position des Punktes repräsentiert die Ausrichtung der kristallographischen Ebene zur Probenoberfläche [52]. Da sich der Punkt auf das Zentrum der (0001)-PF konzentriert, bedeutet das, dass die (0001)-Ebene der  $\alpha_2$ -Körner, die auch **Basalebene** [12] genannt wird, zum Großteil parallel zur Probenoberfläche liegt. Die zur Basalebene senkrecht stehende (11-20)-Ebene muss demnach senkrecht zur Probenoberfläche stehen, was auch in der (11-20)-PF durch die über den Rand verteilten Projektionen gezeigt wird. Die  $\alpha_2$ -Phase besitzt demnach parallel zur Oberfläche eine Textur in [0001]-Richtung, die auch **Basaltextur** genannt wird [12]. Aufgrund der nahezu gleich verteilten Projektionen am Rand der (11-20)-PF sind die hdp-Zellen axial um die Flächennormale in allen Richtungen angeordnet. Die in **Abb. 4.2b** graphisch eingefügten Polfiguren zeigen zum Vergleich die Projektionen, die für eine Basaltextur in (0001)-, (11-20)- und (11-21)-Richtung zu erwarten sind, welche zum größtenteils mit den gemessenen Polfiguren übereinstimmen. Auch die in der (11-21)-PF dargestellten Projektionen zeigen eine leicht konzentrische Anordnung um das Zentrum.

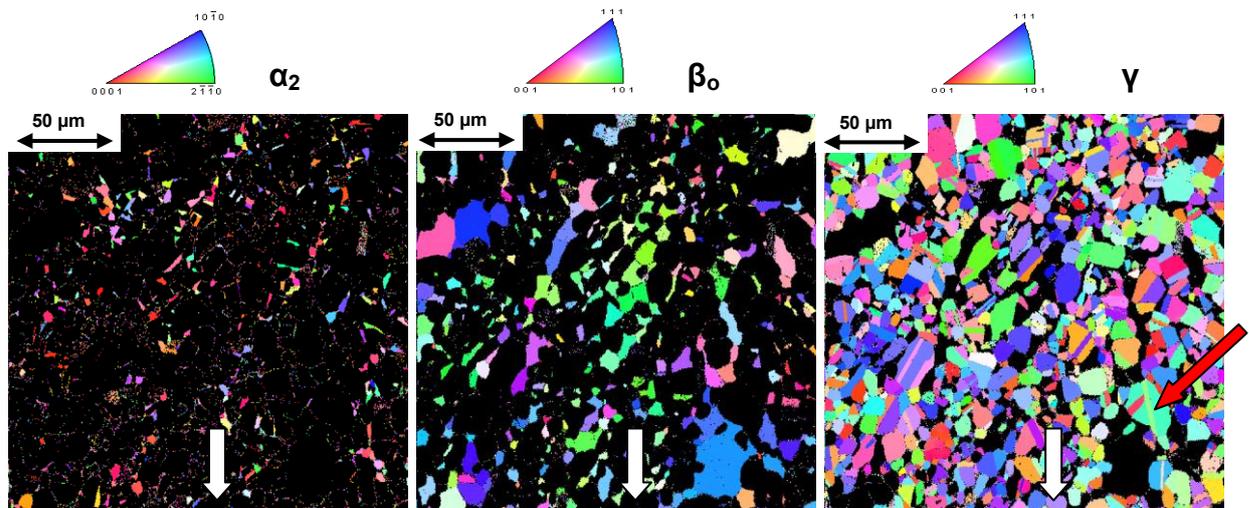


**Abb. 4.2:** a) Polfiguren zu den *Orientation Maps* aus **Abb. 4.1**. b) Die graphisch hinzugefügten Polfiguren darunter zeigen typische Projektionsmuster einer Basal- und Würfel-Textur.

Die  $\beta_0$ -Phase weist für die (100)-, (110)- und (111)-Richtung die Projektionen einer Würfel-Textur [46] auf, wie anhand der graphischen Polfiguren in **Abb. 4.2b** zu erkennen ist. Der MRD-Wert von 2 deutet aber auf eine geringere Regelung der  $\beta_0$ -Phase hin. Die kubische Zelle der  $\beta_0$ -Phase besitzt demnach eine nur schwach ausgeprägte (Würfel-)Textur. Die  $\gamma$ -Phase zeigt in den Polfiguren aufgrund der Projektionen und dem geringen MRD-Wert keine bestimmte Vorzugsorientierung.

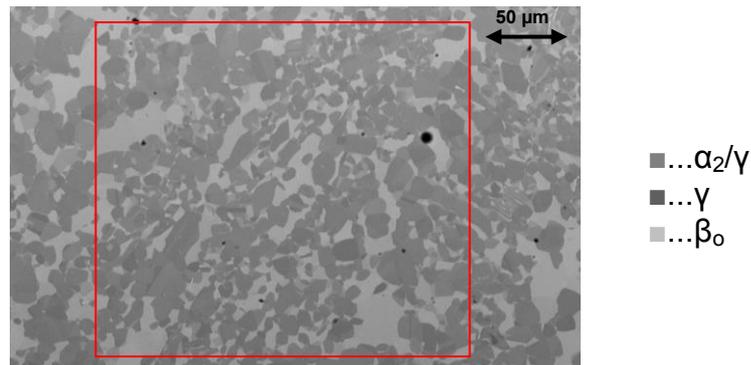
**Probe af\_hom\_tex\_I: (200x200  $\mu\text{m}^2$ , step size 0,5  $\mu\text{m}$ )**

Im Anschluss an das geschmiedete Gefüge wird untersucht, ob sich die Textur aus der Probe f\_tex\_I nach einer Homogenisierungsglühung auflöst oder sich eine neue Textur bildet. Aus der *Orientation Map* in **Abb. 4.3** erkennt man, dass durch die Homogenisierungsglühung die  $\gamma$ -Körner weiter globular eingeformt und eine homogene Korngrößenverteilung im Vergleich zu **Abb. 4.1** eingenommen haben. In der  $\beta_0$ -*Orientation Map* sind viele grün indizierte  $\beta_0$ -Körner zu erkennen, das auf eine bevorzugte Ausrichtung der (101)-Ebene zur Probenoberfläche hindeutet. Der streifenartige Farbwechsel (roter Pfeil) innerhalb  $\gamma$ -Phase beschreibt eine Zwillingskorngrenze.



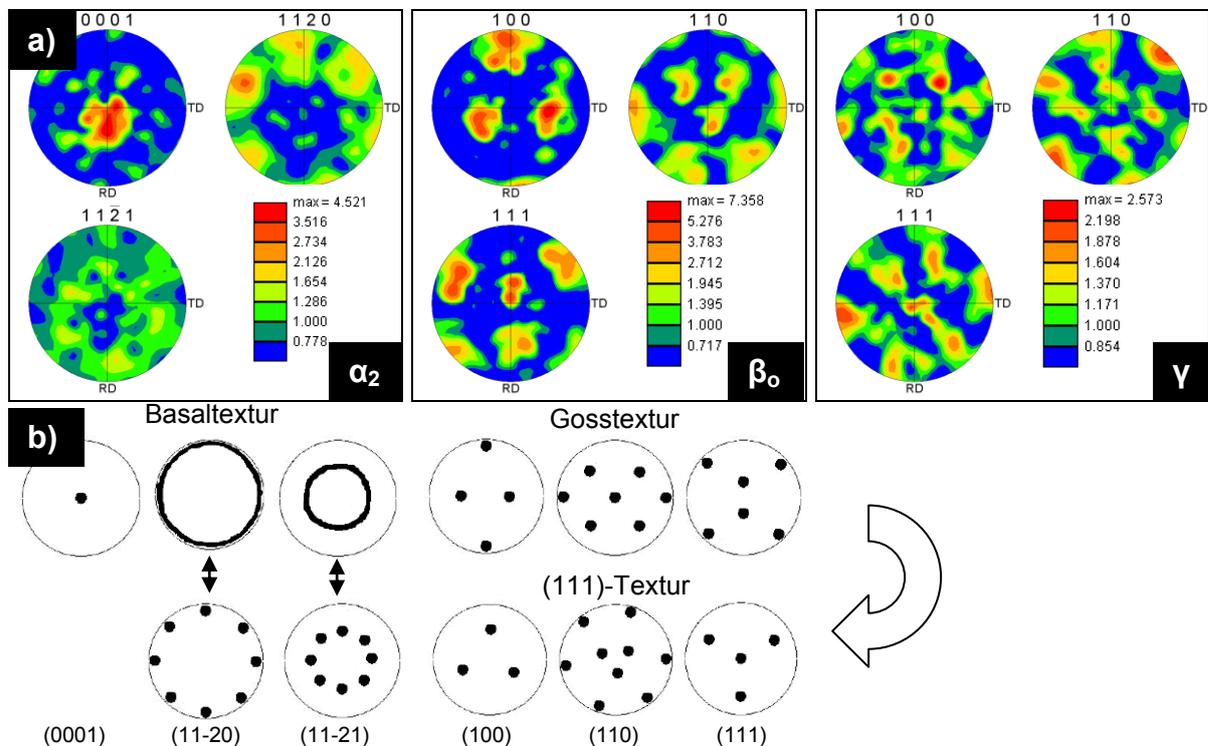
**Abb. 4.3:** *Orientation Map* der Probe af\_hom\_tex\_I für  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$  mit IPF und angegebener Fließrichtung (weißer Peil). Die  $\gamma$ -Körner besitzen im homogenisierten Zustand eine nahezu einheitliche Korngröße.

Um zu überprüfen, ob bei der Auswertung der EBSD-Analyse die Phasen richtig zugeordnet wurden, wurde eine BSE-Aufnahme an der gescannten Stelle gemacht und mit der *Orientation Map* verglichen. Am Gefüge in **Abb. 4.4** erkennt man, dass die Mikrostrukturanteile der einzelnen Phasen mit denen der *Orientation Map* übereinstimmen, was auf eine korrekte Zuordnung der Phasen durch geeignete Parameter (**Tab. 3.4**) bei der EBSD-Analyse hindeutet.



**Abb. 4.4:** Vergleich der BSE-Aufnahme mit den *Orientation Maps* der Probe af\_hom\_tex\_I aus der EBSD-Analyse.

Die Polfiguren in **Abb. 4.5** zeigen, dass in der  $\alpha_2$ -Phase die Basaltextur auch nach der Homogenisierungsglühung erhalten bleibt. Die Projektionen sind denen aus der vorherigen Probe in **Abb. 4.2** für  $\alpha_2$  sehr ähnlich. Am Rand der (11-20)-PF sind die Projektionen auf bestimmte Zonen konzentriert, d.h. dass die hdp-Zelle nicht mehr axial um die c-Achse in allen Lagen vorkommt, sondern eine fixe Ausrichtung in der Probe besitzt.

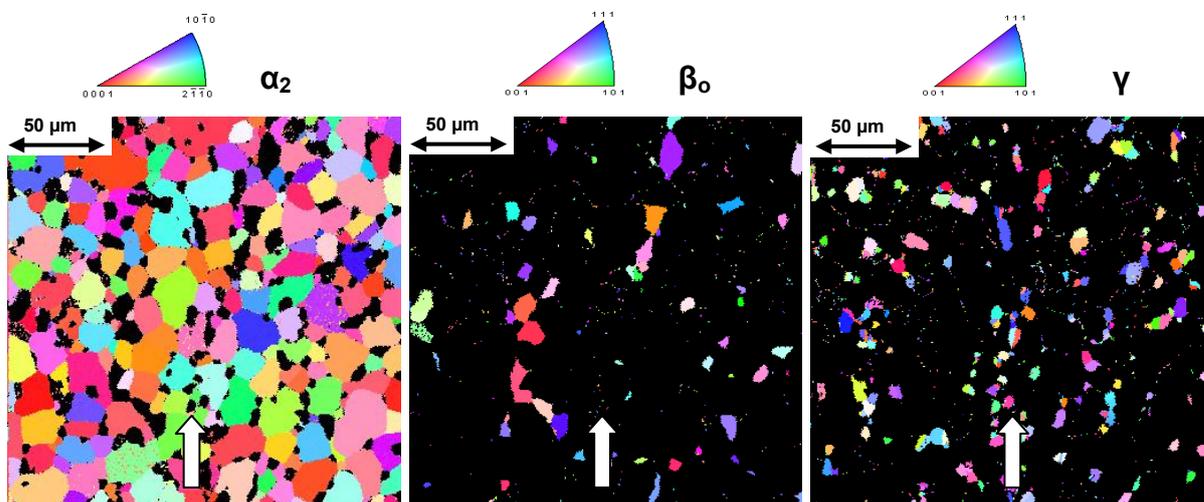


**Abb. 4.5:** a) Polfiguren zu den *Orientation Maps* aus **Abb. 4.3**. b) Die graphisch hinzugefügten Polfiguren darunter zeigen die Projektionsmuster einer Basal- und einer Gosstextur. Durch Verkippen der  $\beta_0$ -Zelle in Richtung (111)-Ausrichtung verschiebt sich das Projektionsmuster zur (111)-Textur.

Die Polfiguren der  $\beta_o$ -Phase zeigen ein ausgeprägtes Projektionsmuster einer Gosstextur [46], wonach sich die (110)-Ebenen bevorzugt zur Probenoberfläche ausrichten, wie bereits aus der *Orientation Map* in **Abb. 4.3** zu vermuten war. Die graphisch zugefügten Polfiguren zeigen unter der Gosstextur noch eine weitere Textur, nach welcher sich die (111)-Ebenen zur Probenoberfläche ausrichten. Die Ähnlichkeit der gemessenen Projektionen in  $\beta_o$  ist zu beiden Texturarten gegeben, da die krz-Zelle leicht in Richtung (111)-Ausrichtung gekippt ist. Dadurch verschieben sich die Projektionen in den Polfiguren laut **Abb. 4.5b** zur (111)-Textur. Der hohe MRD-Wert von 7 deutet auf eine starke Regelung der kristallographischen Ebenen im gescannten Bereich hin. Die  $\gamma$ -Phase besitzt auch hier keine bestimmte Vorzugsorientierung.

#### Probe af\_hom\_wb\_tex\_I: (600x600 $\mu\text{m}^2$ , step size 1 $\mu\text{m}$ )

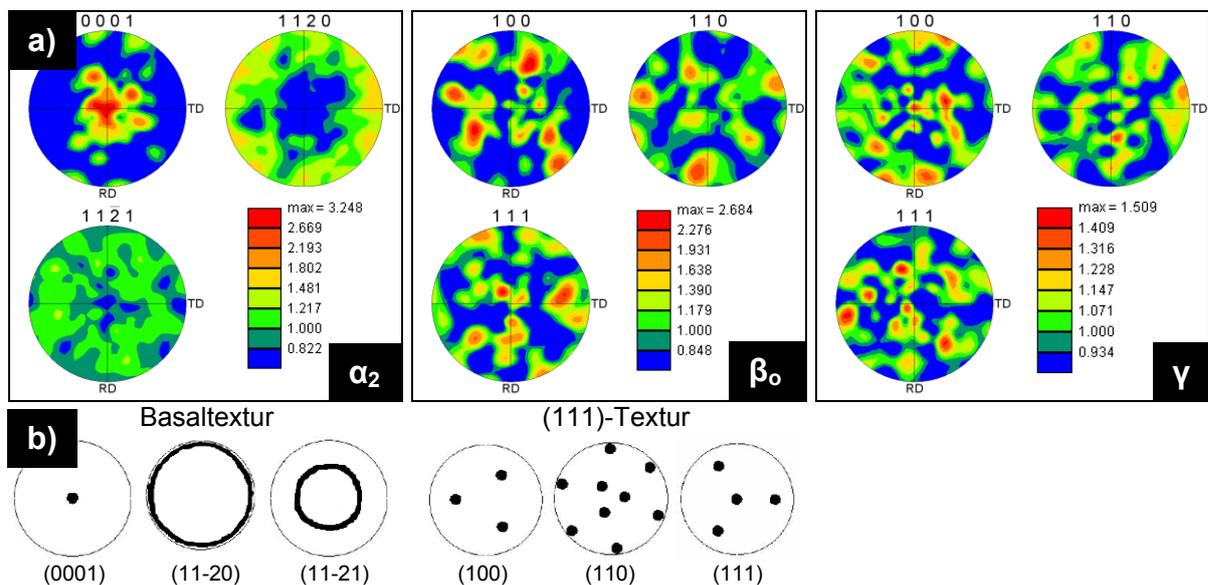
Hier wird untersucht, ob sich die nach einer Homogenisierungsglühung bestehende Textur nach einer Hochtemperaturglüfung verändert hat. Die *Orientation Map* in **Abb. 4.6** zeigt ein Gefüge mit einem hohen  $\alpha_2$ - und geringem  $\gamma$ - und  $\beta_o$ -Anteil. Durch den geringen Anteil an  $\gamma$ - und  $\beta_o$ -Phase muss ein größerer Messbereich untersucht werden, um eine bessere Statistik bei der Bestimmung von Vorzugsorientierungen zu erhalten. **Abb. 4.6** zeigt nur einen 200x200  $\mu\text{m}^2$  Ausschnitt aus dem gesamten Scanbereich, der im Anhang B zu finden ist.



**Abb. 4.6:** Ausschnitt aus der *Orientation Map* der Probe af\_hom\_wb\_tex\_I für  $\alpha_2$ ,  $\beta_o$  und  $\gamma$  mit IPF und angegebener Fließrichtung.

Die Polfiguren der  $\alpha_2$ -Phase in **Abb. 4.7** zeigen, dass die Basalttextur auch nach der Rekristallisation bestehen bleibt. Die  $\beta_o$ -Phase zeigt hier genau wie die  $\gamma$ -Phase aufgrund der verstreuten stereographischen Projektionen und dem geringen MRD-Wert keine eindeutige Vorzugsorientierung. Vergleicht man in den Polfiguren der  $\beta_o$ -Phase die Positionen der Punkte mit denen aus dem darunter abgebildeten

Projektionsmuster einer (111)-Textur, könnte es sich um eine schwach ausgeprägte Orientierung der (111)-Ebene zur Probenoberfläche handeln.

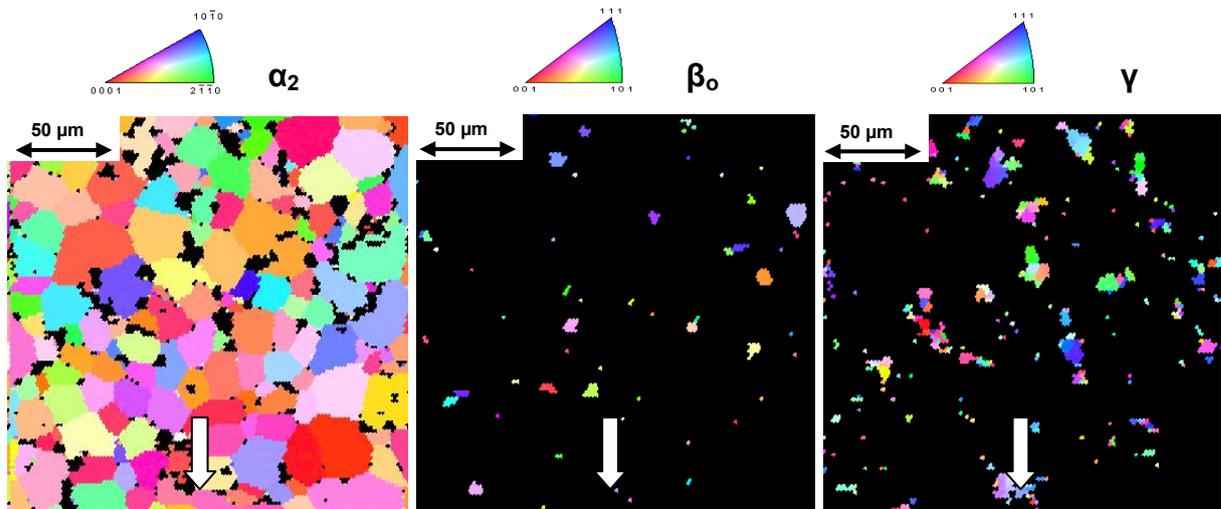


**Abb. 4.7:** a) Polfiguren zu den *Orientation Maps* aus **Abb. 4.6**. b) Die graphisch hinzugefügten Polfiguren darunter zeigen das typische Projektionsmuster einer Basal- und (111)-Textur.

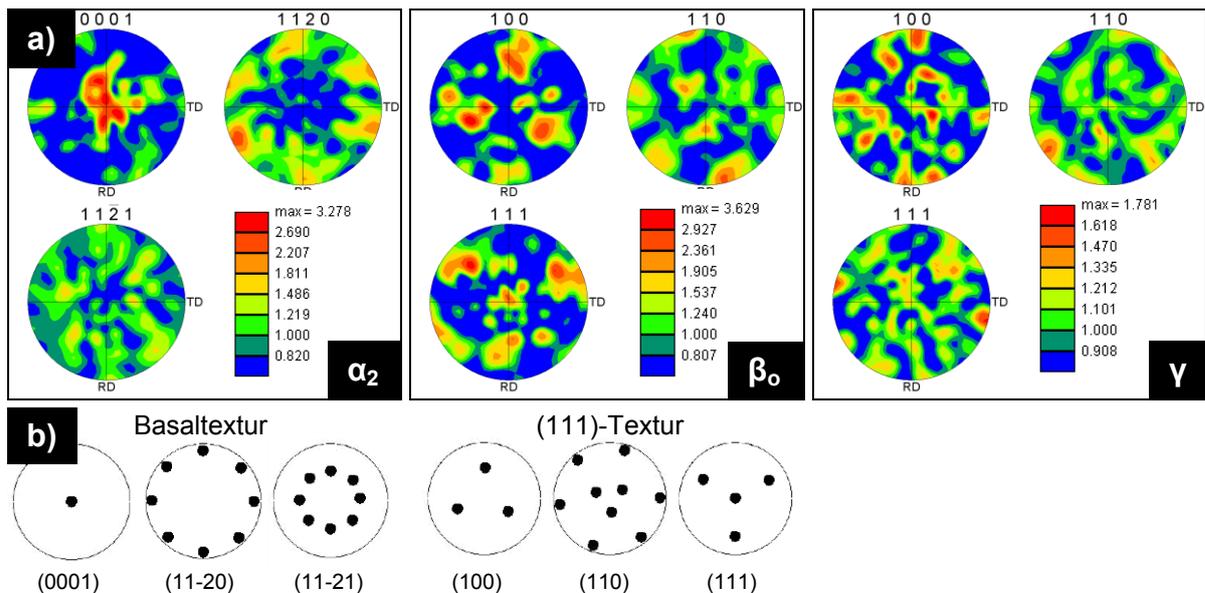
Die Auswertung der Texturproben, die seitlich zur Probenoberfläche untersucht wurden (siehe **Abb. 3.6** Schnitt II) sind im Anhang B aufgelistet. Jene Polfiguren der  $\alpha_2$ -Phase bestätigen die hier bestimmten Ausrichtungen der Basalebene zur Probenoberfläche. Die  $\beta_0$ -Phase zeigt eine nur zum Teil erkennbare Zellausrichtungen in (110)- bzw. in (111)-Richtung, während die  $\gamma$ -Phase weiterhin ohne Vorzugsorientierung bleibt.

#### [Probe af1 152 a \(Teil1\): \(800x400 \$\mu\text{m}^2\$ , Step size 2 \$\mu\text{m}\$ \)](#)

Hier wird am geschmiedeten und wärmebehandelten, rex.geglühten Schaufelgrat der Route I, ohne Homogenisierungsglühung, die Textur untersucht. Der 200x200  $\mu\text{m}^2$  Ausschnitt der *Orientation Maps* in **Abb. 4.8** zeigen aufgrund der höher gewählten Schrittweite von 2  $\mu\text{m}$  grobkantige Körner. Die Polfigur der  $\alpha_2$ -Phase in **Abb. 4.9** zeigt auch hier eine Basaltextur, demnach ändert sich die Zellausrichtung der  $\alpha_2$ -Phase zwischen dem Schmiedeprozess und der Rex.Glühung nicht. Durch die punktierten Projektionen in der (11-20)-PF (**Abb. 4.9**) haben die hdp-Zellen im Messbereich eine zur Probenoberfläche definierte Ausrichtung, ähnlich wie bereits für die homogenisierte Probe in **Abb. 4.5** beschrieben wurde. Die  $\beta_0$ -Phase zeigt eine Ausrichtung der (111)-Ebene zur Oberfläche. Die kristallographischen Ebenen der  $\gamma$ -Phase besitzen auch hier keine Vorzugsorientierung.



**Abb. 4.8:** Ausschnitt aus der *Orientation Map* der Probe af1\_152\_a (Teil 1) für  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$  mit inverser Polfigur und angegebener Fließrichtung.



**Abb. 4.9:** a) Polfiguren zu den *Orientation Maps* aus **Abb. 4.8**. b) Die graphisch hinzugefügten Polfiguren zeigen das typische Projektionsmuster einer Basal- und (111)-Textur.

Die *Orientation Maps* und Polfiguren der übrigen Bereiche – af1\_152\_a (Teil 2) und (Teil 3) – sind im Anhang B zu finden. Sie zeigen ebenfalls eine Ausrichtung der  $\alpha_2$ -Basalebene zur Oberfläche, während die  $\beta_0$ -Phase zum Teil eine Vorzugsorientierung in die (111)-Richtung darstellt und die  $\gamma$ -Phase ohne Vorzugsorientierung bleibt.

## Diskussion

Um eine größere statistische Aussagekraft zum Orientierungsverhalten zu erlangen, ist es sinnvoll große Bereiche zu untersuchen. So kann es bei zu kleinen Messbereichen passieren, dass ein großer Teil der  $\beta_0$ -Körner gleich oder ähnlich ausgerichtet ist und die Phase scheinbar eine Vorzugsorientierung besitzt, wie es bei der Probe af\_hom\_I mit  $200 \times 200 \mu\text{m}^2$  der Fall ist. Hier stammen die  $\beta_0$ -Körner vermutlich aus einem ehemaligen  $\beta$ -Korn, das, nachdem sich die  $\alpha/\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase ausgeschieden haben, als Korngrenzphase an den  $\alpha/\alpha_2$ -Körnern übrig blieb (siehe **Abb. 2.2**). Einige dieser  $\beta/\beta_0$ -Körner behalten aber ihre Orientierung zueinander auch nach dem HIPen und isothermen Schmieden bei oder sie ändern nur geringfügig ihre Kristallorientierung. Beim Messen eines solchen Bereiches entsteht beim Auswerten der Eindruck, es liegt eine Vorzugsorientierung vor (siehe  $\beta_0$ -Phase in **Abb. 4.3**). Aus diesem Grund wurden größere Messbereiche bis zu  $800 \times 800 \mu\text{m}^2$  für weitere Untersuchungen gewählt.

An allen Texturproben konnte eine Ausrichtung der  $\alpha_2$ -Basalebene parallel zur Probenoberfläche bestimmt werden. Die  $\beta_0$ -Phase weist im Gegensatz zur  $\alpha_2$ -Phase keine eindeutige Vorzugsrichtung auf, die Projektionsmuster deuten nur zum Teil auf eine bevorzugte Orientierung der (110)- und/oder (111)-Ebenen hin. Hinzu kommt, dass durch den geringen  $\beta_0$ -Anteil im hochtemperaturgeglühten Schmiedegrat eine geringere Statistik der Vorzugsorientierungen ermittelt wird. Die  $\gamma$ -Phase zeigt in keiner Polfigur eine erkennbare Vorzugsorientierung.

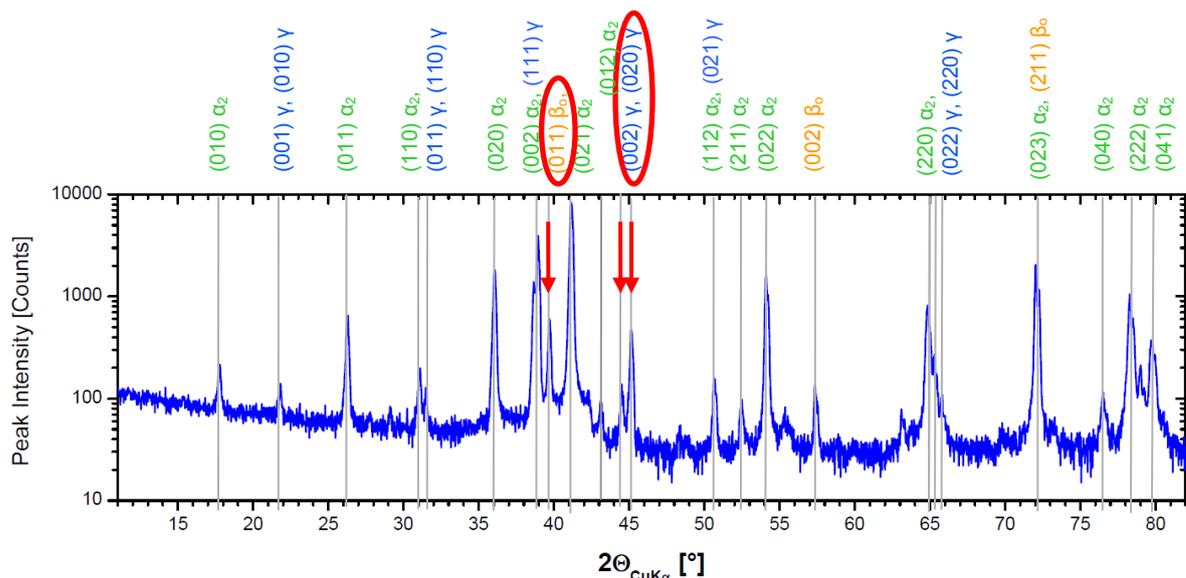
Die Auswertung lässt den Rückschluss zu, dass nur bei der  $\alpha_2$ -Phase mit einer eindeutigen Vorzugsorientierung zu rechnen ist. Die Umformrichtung liegt stets entlang der Probenoberfläche, daraus folgt, dass die geschmiedeten Proben entlang der Fließrichtung in [1000]-Richtung texturiert sind (=Basaltextur [12]). Durch Homogenisierung und Rex.Glühung der isotherm geschmiedeten Schaufelgrate verändert sich die Textur nicht. Es ist sogar möglich, dass die beim Verformen entstandene Verformungstextur durch eine Rekristallisation noch verstärkt wird [12]. Aufgrund dieser Ergebnisse wird für die Rietveld-Analyse die Basaltextur berücksichtigt und für die  $\alpha_2$ -Phase eine Vorzugsorientierung in [0001]-Richtung vorgegeben. Diese Vorzugsorientierung wird als Parameter im Programm Topas unter „Preferred Orientation“ für die Auswertung verwendet (siehe Kap. 4.2.1).

## 4.2 Bestimmung des globularen $\gamma$ -Phasenanteils in Schmiedegraten

Zum Bestimmen der Phasenanteile werden die mittels XRD erhaltenen Rohdaten nach der Rietveld-Methode ausgewertet. Der Mikrostrukturanteil wird mittels quantitativer Metallographie ermittelt. Dabei wird untersucht, wie weit der mittels XRD ermittelte  $\gamma$ -Phasenanteil mit dem in den LIM1-Aufnahmen quantitativ ermittelten globularen  $\gamma$ -Mikrostrukturanteil übereinstimmt.

### 4.2.1 Auswertung mittels XRD

Das Ergebnis einer Röntgenbeugung ist am Beispiel der Probe af1\_152\_a in **Abb. 4.10** dargestellt, in welchem die Intensität der Beugungsmaxima (Peak) gegen den Winkel  $2\theta$  aufgetragen ist. Die Peak-Positionen in **Abb. 4.10**, deren Lage von der Erfüllung der Bragg-Bedingung abhängig ist, sind charakteristisch für die TNM-Legierung. Da es sich bei  $\alpha_2$ ,  $\beta_0$  und  $\gamma$  um Ordnungsphasen mit Überstruktur handelt, können im XRD-Spektrum auch Reflexe bei Winkeln auftreten, welche in einem ungeordneten Mischkristall laut Bragg-Bedingung nicht erlaubt sind [33]. Ein jeder Peak ist einer oder zwei Phasen mit bestimmter Kristallorientierung zugeordnet, an dessen kristallographischer Ebene die Beugung stattgefunden hat. Aus der Fläche unter dem Peak wird der Phasenanteil der zugehörigen Phase bestimmt [43]. Die rot markierten Peaks in **Abb. 4.10** kennzeichnen die einzeln stehenden Reflexe der  $\beta_0$ - und  $\gamma$ -Phase, an denen man qualitativ erkennt, ob die besagte Phase im Gefüge vorkommt.



**Abb. 4.10:** Indiziertes XRD-Spektrum am Schmiedegrat af1\_152\_a aus der Route I. Die rot markierten Peaks stellen die stärksten Beugungsmaxima der  $\beta_0$ - und  $\gamma$ -Phase dar.

Die für die Auswertung der Rohdaten verwendeten Parameter sind im Strukturfile im Anhang A angegeben. Die Besetzungswahrscheinlichkeit wurde anhand der Phasenchemie berechnet, welche über eine EDX-Analyse bestimmt wurde [60]. Die Daten stammen von einer Legierung, die - ähnlich zu den hier verwendeten Proben - unter  $T_{\gamma\text{SolV}}$  gegläht und rasch abgekühlt wurde, wodurch man eine vergleichbare Phasenchemie erhält (alle Angaben in at%):

$$\alpha_2: 54,60 \text{ Ti} - 40,60 \text{ Al} - 3,90 \text{ Nb} - 0,90 \text{ Mo}$$

$$\beta_0: 57,20 \text{ Ti} - 36,30 \text{ Al} - 4,30 \text{ Nb} - 2,20 \text{ Mo}$$

$$\gamma_g: 49,70 \text{ Ti} - 46,15 \text{ Al} - 3,25 \text{ Nb} - 0,90 \text{ Mo}$$

In **Tab. 4.1** ist die Verteilung der Legierungsatome auf die Gitterplätze und die Besetzungswahrscheinlichkeit für die TNM-Phasen dargestellt. Die  $\alpha_2$ - und  $\beta_0$ -Zellen besitzen je zwei Gitterplätze (Ti, Al). Bei der Berechnung wurde angenommen, dass Mo zu 50% sowohl auf Al-, als auch auf Ti-Gitterplätzen sitzt, Nb hingegen nur auf den Ti-Plätzen. Bei der  $\gamma$ -Phase existieren drei Gitterplätze (Ti, Al1 und Al2), daher wurde Mo zu je 33% auf die Gitterplätze aufgeteilt. Die Verteilung der Al-Atome auf einen Ti-Platz oder umgekehrt wurde mit Erfahrungswerten besetzt (in **Tab. 4.1** rot markiert) [61]. Aus dieser Verteilung lässt sich die Besetzungswahrscheinlichkeit berechnen.

**Tab. 4.1:** Verteilung der Gitterplätze und Besetzungswahrscheinlichkeit

$\alpha_2$		at%								
	Al	40,60	Ti-Gitter		at%	Wahrsch. [%]	Al-Gitter		at%	Wahrsch. [%]
	Ti	54,60		Al	8,40	14,2		Al	32,20	78,4
	Mo	0,90		Ti	46,20	78,4		Ti	8,40	20,5
	Nb	3,90		Mo	0,45	0,8		Mo	0,45	1,1
		Nb		3,90	6,6	Nb		0	0	
$\beta_0$		at%								
	Al	36,30	Ti-Gitter		at%	Wahrsch. [%]	Al-Gitter		at%	Wahrsch. [%]
	Ti	57,20		Al	13,0	20,8		Al	23,3	62,3
	Mo	2,20		Ti	44,2	70,6		Ti	13,0	34,8
	Nb	4,30		Mo	1,1	1,8		Mo	1,1	2,9
		Nb		4,3	6,9	Nb		0	0,0	
$\gamma$		at%								
	Al	46,15	Ti-Gitter		at%	Wahrsch. [%]	Al1-Gitter und Al2-Gitter		at%	Wahrsch. [%]
	Ti	49,70		Al	0,35	0,7		Al	22,90	98,0
	Mo	0,90		Ti	49,35	92,7		Ti	0,18	0,7
	Nb	3,25		Mo	0,30	0,6		Mo	0,30	1,3
		Nb		3,25	6,1	Nb		0	0	

In **Abb. 4.11** ist die Besetzungstabelle für die Zellplätze und die Besetzungswahrscheinlichkeit der  $\beta_0$ -Phase aus dem Programm Topas dargestellt. Unter **Site** werden die Zellplätze an Ti und Al vergeben, in **x**, **y** und **z** sind die Positionen der

Atome in der Einheitszelle eingetragen und unter **Atom** und **Occ.** wird festgelegt, welches Atom mit welcher Wahrscheinlichkeit an welchem Gitterplatz sitzt. Dazu werden die Werte aus **Tab. 4.1** eingesetzt. Die Besetzungstabellen für die übrigen Phasen  $\alpha_2$  und  $\gamma$  sind im Anhang A zu finden.

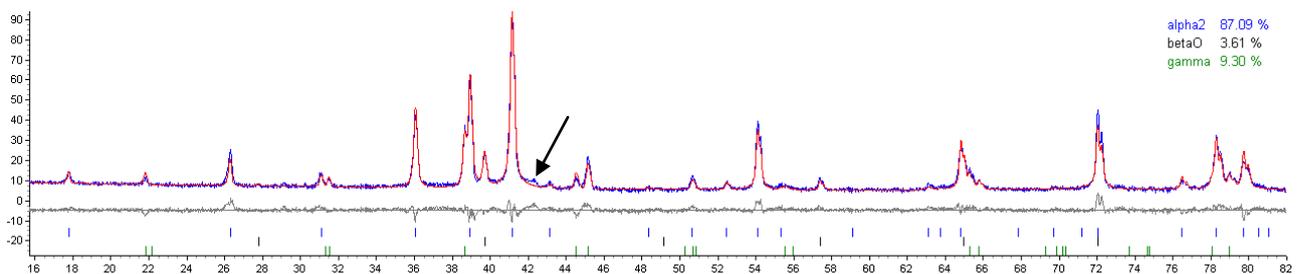
Site	Np	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
1	Ti	1	0.00000	0.00000	0.00000	Ti	0.706	1
2		1	0.00000	0.00000	0.00000	Al	0.208	1
3		1	0.00000	0.00000	0.00000	Nb	0.069	1
4		1	0.00000	0.00000	0.00000	Mo	0.018	1
5	Al	1	0.50000	0.50000	0.50000	Al	0.623	1
6		1	0.50000	0.50000	0.50000	Ti	0.348	1
7		1	0.50000	0.50000	0.50000	Nb	0.029	1
8		1	0.50000	0.50000	0.50000	Mo	0	1

**Abb. 4.11:** Tabelle zur Besetzung der Zellplätze (x,y,z) mit den Hauptlegierungselementen (*Atom*) und der Besetzungswahrscheinlichkeit (*Occ.*) für die  $\beta_0$ -Phase.

Da im af-Zustand die  $(0001)_{\alpha_2}$ -Ebenen parallel zur Umformebene liegen, wird bei der Auswertung im Topas die Basalebene  $(0001)_{\alpha_2}$  als bevorzugte Orientierung (*preferred orientation*) für die  $\alpha_2$ -Phase berücksichtigt (**Abb. 4.12**). In **Abb. 4.13** sieht man am Beispiel der Probe af1\_152\_a die Aufnahme aus dem Topas-Programm, nachdem die Rohdaten (blaue Kurve) mit den Parametern aus Anhang A angefitet wurden (rote Kurve).

hk	Use	Value	Code	Error
0 0 1	<input checked="" type="checkbox"/>	1	@	0

**Abb. 4.12:** Einsetzen der Vorzugsorientierung im Ordner „**Preferred Orientation**“ im Topas-Strukturfile „alpha2“.



**Abb. 4.13:** Ausgewertetes XRD-Spektrum mit berechneten Phasenanteilen an Probe af1\_152\_a.

Die graue Kurve unter dem Spektrum gibt die Abweichung der Fit-Kurve zum gemessenen XRD-Spektrum an. Die berechneten Phasenanteile werden vom Programm Topas in m% angegeben (**Abb. 4.13** rechts oben) [43]. Die Ergebnisse der Phasenanalyse an den Schmiedegraten af1\_a sind in **Tab. 4.2**

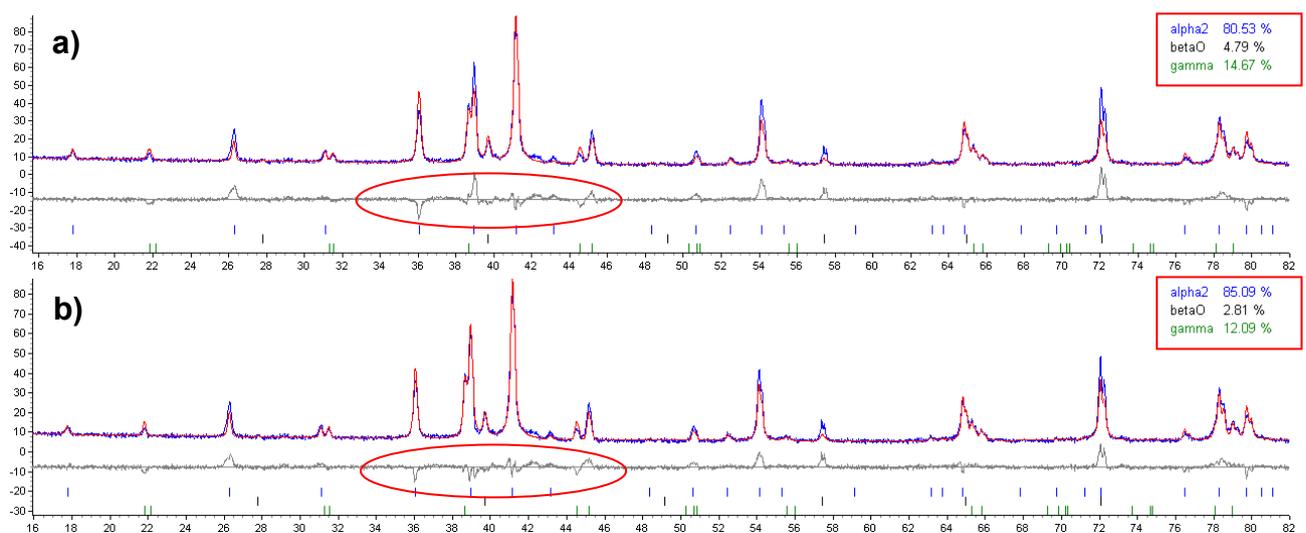
zusammengefasst. Es wurden bei allen Proben dieselben Einstellungen im Topas-Programm verwendet.

**Tab. 4.2:** Mittels Rietveld-Analyse bestimmte Phasenanteile der Proben aus Route I

Proben	$\alpha_2$ [m%]	$\beta_0$ [m%]	$\gamma$ [m%]
af1_134_a	88,8 ± 3	1,6 ± 3	9,6 ± 3
af1_145_a	84,8 ± 3	4,6 ± 3	10,6 ± 3
af1_152_a	87,1 ± 3	3,6 ± 3	9,3 ± 3
af1_154_a	85,9 ± 3	4,2 ± 3	9,9 ± 3
af1_249_a	85,1 ± 3	2,8 ± 3	12,1 ± 3

Betrachtet man die Fit-Kurve in **Abb. 4.13**, erkennt man bei ca. 42° an dem markierten Bereich einen niedrigen Peak. Dieser ist auf eine zusätzliche Phase zurückzuführen. Auswertungen am Programm EVA (*Evaluation*) der Firma Bruker AXS zeigen, dass es sich vermutlich um Titan-Monoborid (TiB) mit orthorhombischen Gitter ( $a=6,123\text{\AA}$ ;  $b=3,06\text{\AA}$ ;  $c=4,56\text{\AA}$ ; *Space Group*: Pnma (62)) handelt, da der stärkste Beugungsreflex der Phase TiB an dieser Position auftritt. Da Bor in der Legierung nur zu 0,1 at% vorkommt, sind die Borid-Anteile im Gefüge dementsprechend niedrig und es entstehen nur sehr niedrige Beugungsintensitäten. An anderen Winkelpositionen im XRD-Spektrum sind keine weiteren, von TiB verursachten Reflexe zu erkennen.

Der Unterschied bei der Phasenauswertung, der durch das Einsetzen der  $(0001)_{\alpha_2}$ -Ebene als Vorzugsorientierung entsteht, wird in **Abb. 4.14** deutlich.



**Abb. 4.14:** Probe af1\_249\_a: Rietveld-Auswertung a) ohne und b) mit Verwendung der  $(0001)_{\alpha_2}$ -Vorzugsorientierung. Rot markiert sind die Unterschiede in der Phasenauswertung und in der Fehlerkurve.

Die  $\alpha_2$ -Peaks werden durch die  $(0001)_{\alpha_2}$ -Vorzugsorientierung besser angefitet. Dadurch flacht die Differenzkurve ab (in **Abb. 4.14** rot markiert) und die Phasenverteilung verschiebt sich. Der  $\gamma$ - und  $\beta_0$ -Phasenanteil nimmt ab, während der  $\alpha_2$ -Phasenanteil zunimmt. Ohne die  $\alpha_2$ -Vorzugsorientierung würde der  $\alpha_2$ -Anteil am Beispiel von Probe af1\_249\_a in **Abb. 4.14** um 4,6 m% unterschätzt und der  $\gamma$ -Phasenanteil um etwa 2,6 m% überschätzt.

Die Phasenanteile können von m% auf vol% über die Formel **4.1** umgerechnet werden. Dazu muss die Zelldichte der einzelnen Phasen bekannt sein. Die Schwierigkeit allerdings ist, dass es sich bei TNM-Legierungen um ein Multikomponentensystem aus Ti, Al, Nb und Mo handelt. Die Besetzung der Atome in den Einheitszellen der  $\alpha_2$ -,  $\beta_0$ - und  $\gamma$ -Phase beeinflussen die Zelldichte maßgeblich. Die Zelldichte ist demnach von der chemischen Zusammensetzung der einzelnen Phasen, aber auch von der Wärmebehandlung (Glüh Temperatur, -zeit und Abkühlrate) abhängig, da diese die Besetzung der Gitterplätze über Diffusionsprozesse beeinflussen [11]. Die für die Umrechnungsformel **4.1** verwendete Zelldichte wurde aus dem Topas-Programm übernommen, welches die Zelldichte anhand der Gitterbesetzung und Besetzungswahrscheinlichkeit bei der Rietveld-Auswertung mitberechnet. Die über alle TNM-Proben gemittelte Zelldichte  $\rho$  beträgt für  $\alpha_2 = 4,44 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$ , für  $\beta_0 = 4,21 \pm 0,01 \text{ g/cm}^3$  und für  $\gamma = 4 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ .

$$v_i = \frac{\frac{w_i}{\rho_i}}{\sum_i^n \frac{w_i}{\rho_i}} \quad \begin{array}{ll} v_i & \dots \text{ Anteil der Phase } i \text{ in Volumsprozent [vol\%]} \\ w_i & \dots \text{ Anteil der Phase } i \text{ in Massenprozent [m\%]} \\ \rho_i & \dots \text{ Zelldichte der Phase } i \text{ [g/cm}^3\text{]} \\ n & \dots \text{ Anzahl der Phasen} \end{array} \quad (4.1)$$

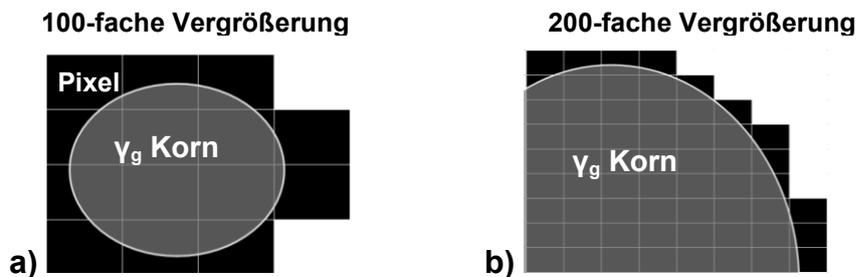
Durch die Umrechnung in vol% nimmt der  $\gamma$ - und  $\beta_0$ -Wert leicht zu und der  $\alpha_2$ -Wert leicht ab. Am Beispiel vom Grat af1\_152 erkennt man, dass der  $\gamma$ -Wert zunimmt. Je höher der  $\gamma$ -Gehalt in m% ist, desto größer wird der vol%-Wert.

$$\text{Rechenbeispiel af1_152 (Route I): } v_\gamma = \frac{9,3m\%}{\left( \frac{87m\%}{4,44} + \frac{3,6m\%}{4,21} + \frac{9,3m\%}{4} \right)} = 10,2vol\%$$

Da die genaue Zelldichte aber unbekannt ist wird auf eine Umrechnung von m% auf vol% verzichtet, um nicht das Ergebnis der XRD-Analyse mit einem Umrechnungsfehler zu verfälschen. Nur beim direkten Vergleich der LIM- mit den XRD-Ergebnissen wird eine Umrechnung durchgeführt.

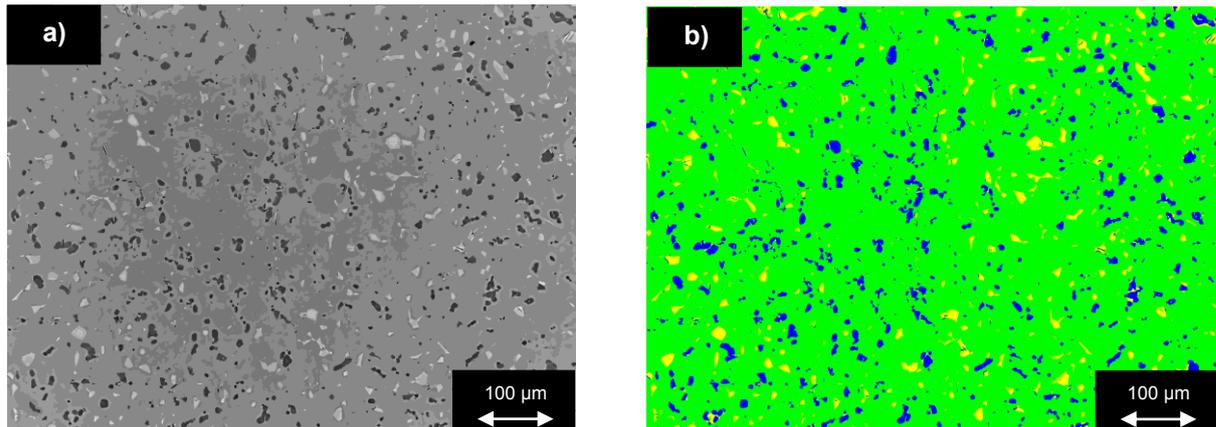
### 4.2.2 Auswertung mittels quantitativer Metallographie

Die Mikrostrukturanalyse wurde für jede Probe an 10 bis 15 repräsentativen Gefügeaufnahmen mit 200-facher Vergrößerung durchgeführt und daraus der Mittelwert gebildet. Der Grund für die Verwendung der 200-fachen Vergrößerung liegt in der Pixel-Auswertung. Bei Aufnahmen mit geringerer Vergrößerung (z.B. 100-fach) ist das Verhältnis Korngröße zu Pixel zu klein, sodass beim Erfassen der  $\gamma$ -Phase an den Korngrenzen im Analysis Pro ein großer Flächenanteil zur  $\gamma$ -Phase gerechnet wird, der schon jenseits der eigentlichen Korngrenze liegt (**Abb. 4.15a**). Der  $\gamma$ -Anteil wird somit überschätzt. Bei 200-facher Vergrößerung wird aufgrund des besseren Verhältnisses Korngröße / Pixel weniger  $\gamma$ -Phase über die eigentlichen Korngrenzen berechnet (**Abb. 4.15b**). Man erhält bei größerer Auflösung allerdings weniger Kornstatistik, daher sind mehr Bilder zur Auswertung nötig.



**Abb. 4.15:** Verhältnis  $\gamma$ -Korngröße zu Pixelgröße. In a) ist der Fehleranteil zwischen eigentlicher  $\gamma$ -Kornfläche (grau) und  $\gamma$ -Pixelfläche (schwarz) größer als in b).

Die im Adobe Photoshop 7.0 aufbereiteten Gefügeaufnahmen sind in **Abb. 4.16a** für die Probe af1\_152\_b dargestellt. Die schwarzen Anteile stellen die  $\gamma_g$ -Körner dar, die weißen die  $\beta_o$ -Körner und die grauen Anteile die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien. Die Zuordnung der Phasen auf die im Gefüge vorkommenden Mikrostrukturen wird im AnalysisPro festgelegt. Das Ergebnis ist in **Abb. 4.16b** am farbcodierten Gefügebild zu erkennen, wobei nun die  $\gamma_g$ -Körner blau, die  $\beta_o$ -Körner gelb und die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien grün gekennzeichnet sind. Die Auswertung der Flächenanteile für jede Farbe ergibt die Mikrostrukturanteile für  $\gamma_g$ ,  $\beta_o$  und  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien. Das Ergebnis kann in vol% angegeben werden, da Volumsprozent den Flächenprozent entsprechen [62].



**Abb. 4.16:** Probe af1\_152\_b: a) im Photoshop bearbeitete LIMM-Aufnahme und b) farbcodiertes Gefügebild mit zugeordneter Mikrostruktur: ■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma_g$ , ■... $\beta_o$ .

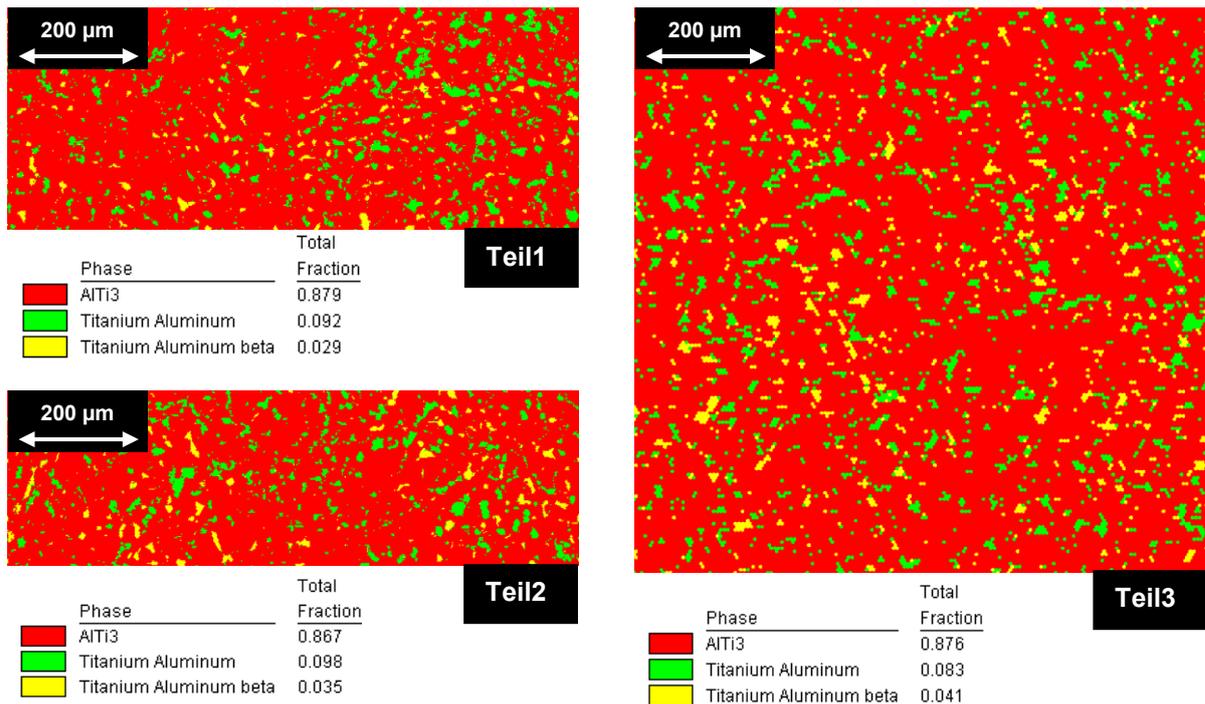
Die gemittelten Mikrostrukturanteile aller Proben aus Route I sind in **Tab. 4.3** zusammengefasst. Die zugehörigen Aufnahmen und Auswertetabellen sind im Anhang C zu finden.

**Tab. 4.3:** Mikrostrukturanteile der Gratproben af1\_b aus Route I

Probe	$\alpha_2/\gamma$ [vol%]	$\beta_o$ [vol%]	$\gamma_g$ [vol%]
af1_134_b	92,2 ± 0,7	3,5 ± 0,6	4,3 ± 0,6
af1_145_b	89,5 ± 0,6	3,3 ± 0,4	7,2 ± 0,6
af1_152_b	89,4 ± 0,9	4,1 ± 0,6	6,5 ± 1,1
af1_154_b	89,7 ± 1,0	4,4 ± 0,5	5,9 ± 0,8
af1_249_b	90,1 ± 1,0	2,3 ± 0,4	7,6 ± 1,3

### EBSD-Mikrostrukturanalyse

Da die Probe af1\_152\_a für die EBSD-Untersuchung verwendet wurde, konnte im OIM Analysis 5 eine *Phase Map* erstellt werden, die die Anteile der gescannten Phasen berechnet und als Bild ähnlich einer farbcodierten Gefügeaufnahme darstellt. Es wurden drei Bereiche untersucht, deren Phasenanteile in den *Phase Maps* in **Abb. 4.17** dargestellt sind.



**Abb. 4.17:** *Phase Map* der drei untersuchten Bereiche am Grat af1\_152\_a der Route I mit ausgewerteter Mikrostruktur (■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma$ , ■... $\beta_0$ ).

Jedem gescannten Messpunkt wird die detektierte Phase zugeordnet und als  $\alpha_2$ -,  $\beta_0$ - oder  $\gamma$ -Pixel in der *Phase Map* dargestellt. Die Summe aller Pixel gibt ein rekonstruiertes Bild der Mikrostruktur wieder [48]. Die aus den drei *Phase Maps* bestimmte Mikrostrukturverteilung ergibt für die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien =  $87,4 \pm 0,62$  vol%, für  $\beta_0 = 3,5 \pm 0,6$  vol% und für  $\gamma_g = 9,1 \pm 0,75$  vol%.

### 4.2.3 Gegenüberstellung der Ergebnisse

Zum Vergleich aller Ergebnisse sind die Phasen- und Mikrostrukturanteile in **Tab. 4.4** zusammengefasst. Zusätzlich wurden die von der MTU gemessenen Mikrostrukturanteile hinzugefügt. Beim Vergleich der Phasenanteile aus LIM- und XRD-Untersuchung muss berücksichtigt werden, dass die Mikrostrukturanteile in vol%, die Phasenanteile aus der XRD-Analyse jedoch in m% angegeben sind. Daher werden bei einem Vergleich der Gefügeanteile die XRD-Phasenanteile von m% in vol% nach der Formel 4.1 umgerechnet.

**Tab. 4.4:** Phasen- und Mikrostrukturanteile aller Gratproben aus Route I

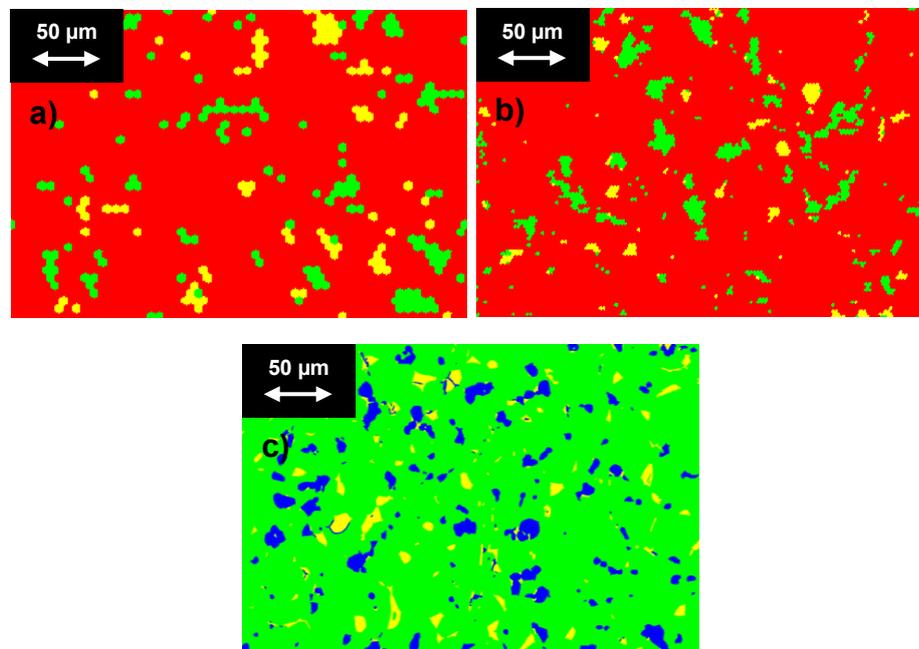
Probe	Grat Route I af1_134			Grat Route I af1_145			Grat Route I af1_152		
	$Y_{\gamma}$ glob.	$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien	$\beta_0$	$Y_{\gamma}$ glob.	$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien	$\beta_0$	$Y_{\gamma}$ glob.	$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien	$\beta_0$
LIMI MTU [vol%]	6,1	91,9	2	4,6	92,9	2,5	4,3	91,3	4,4
LIMI MUL [vol%]	4,3 $\pm 0,6$	92,2 $\pm 0,7$	3,5 $\pm 0,6$	7,2 $\pm 0,6$	89,5 $\pm 0,6$	3,3 $\pm 0,4$	6,5 $\pm 1,1$	89,4 $\pm 0,9$	4,1 $\pm 0,6$
EBSD [vol%]							9,1 $\pm 0,8$	87,4 $\pm 0,6$	3,5 $\pm 0,6$
	$\gamma$ -Phase	$\alpha_2$ -Phase	$\beta_0$ - Phase	$\gamma$ -Phase	$\alpha_2$ -Phase	$\beta_0$ - Phase	$\gamma$ -Phase	$\alpha_2$ -Phase	$\beta_0$ - Phase
XRD [m%] XRD [vol%] $\pm 3$	9,6 10,6	88,8 87,8	1,6 1,6	10,6 11,6	84,8 83,7	4,6 4,7	9,3 10,2	87,1 86	3,6 3,8
Probe	Grat Route I af1_154			Grat Route I af1_249					
	$Y_{\gamma}$ glob.	$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien	$\beta_0$	$Y_{\gamma}$ glob.	$\alpha_2/\gamma$ - Kolonien	$\beta_0$			
LIMI MTU [vol%]	4,3	91,3	4,4	9,3	88,6	2,1			
LIMI MUL [vol%]	5,9 $\pm 0,8$	89,7 $\pm 1$	4,4 $\pm 0,5$	7,6 $\pm 1,3$	90,1 $\pm 1$	2,3 $\pm 0,4$			
	$\gamma$ -Phase	$\alpha_2$ -Phase	$\beta_0$ - Phase	$\gamma$ -Phase	$\alpha_2$ -Phase	$\beta_0$ - Phase			
XRD [m%] XRD [vol%] $\pm 3$	9,9 10,8	85,9 84,8	4,2 4,4	12,1 13,2	85,1 83,9	2,8 2,9			

Die  $\beta_0$ -Körner kommen im Gefüge in einer Größenordnung vor, die vom LIMI optisch aufgelöst werden kann. Aus diesem Grund stimmen die gemessenen  $\beta_0$ -Anteile aus Mikrostruktur- und Phasenanalyse weitgehend überein. Eine statistische Berechnung der  $\beta_0$ -Phasenanteile ergibt beim Vergleich der LIMI<sub>MUL</sub>- und XRD-Werte eine mittlere Abweichung von weniger als 1 vol%. Beim Vergleich des  $\gamma$ -Gehalts der LIMI<sub>MUL</sub>- und der XRD-Analyse ist ersichtlich, dass mittels XRD durchschnittlich  $5 \pm 1$  vol% mehr an  $\gamma$ -Phase detektiert wird und der  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonieanteil bei der LIMI-Auswertung entsprechend um  $5 \pm 1$  vol% höher ist. Bei der FAC-Abkühlung nach der Rex.Glühung im Herstellungsprozess können die Schaufelgrate nur langsam auskühlen, da sie von den benachbarten Schaufeln durch Wärmestrahlung erwärmt werden und somit die Abkühlgeschwindigkeit sinkt [11]. Aufgrund dessen ist es möglich, dass sich in den  $\alpha_2$ -Körnern feine  $\gamma$ -Lamellen ausscheiden können, die aufgrund ihres geringen Lamellenabstandes ( $< 25$  nm) im LIMI und REM optisch nicht aufgelöst werden können [40]. Der tatsächliche  $\gamma$ -Phasenanteil ist somit höher,

als der aus den LIMI-Aufnahmen ermittelte globulare  $\gamma$ -Anteil. Der tatsächliche  $\alpha_2$ -Anteil wird in den LIMI-Bildern überschätzt, da nicht die  $\alpha_2$ -Phase allein, sondern die  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien mit den  $\gamma$ -Lamellen gemessen werden.

Es ist möglich, dass ein Teil der Abweichung auch von feinen  $\gamma$ -Lamellen hervorgerufen wurde, die bereits vor der Rex.Glühung vorlagen. Diese Lamellen, die aus dem Ursprungsgefüge erhalten geblieben sind, nennt man primäre Lamellen oder auch Restlamellen, die beim Schmieden nicht vollständig zu globularer Gestalt rekristallisiert sind und sich während der Rex.Glühung nur teilweise aufgelöst haben [20]. Im Unterschied zu diesen bezeichnet man die Lamellen, die sich nach der Rex.Glühung beim Abkühlen ausscheiden, als sekundäre Lamellen oder Ausscheidungslamellen [11].

Die Mikrostrukturanteile aus der EBSD-Analyse am Grat af1\_152\_a zeigt im Vergleich zu den LIMI-Ergebnissen einen höheren  $\gamma$ -Anteil. Der hohe  $\gamma$ -Wert kann u.a. auf die Größe der gewählten Schrittweite zurückzuführen sein, die das Messergebnis von der *Phase Map* beeinflusst. Je kleiner die Schrittweite der Messpunkte ist, desto kleiner sind die Bildelemente (Pixel) und desto genauer wird die Auswertung [48,50]. **Abb. 4.18** zeigt dazu das rekonstruierte Gefüge der EBSD-Analyse, das mit 5  $\mu\text{m}$  bzw. 2  $\mu\text{m}$  Schrittweite untersucht wurde, im Vergleich zu einer LIMI-Aufnahme.



**Abb. 4.18:** Ausschnitte aus der *Phase Map* (■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma$ , ■... $\beta_0$ ) am Grat af1\_152 mit einer Schrittweite von a) 5  $\mu\text{m}$  und b) 2  $\mu\text{m}$ . c) Ausschnitt aus LIMI-Bild am Grat af1\_152 im ausgewerteten, farbcodierten Zustand: ■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma$ , ■... $\beta_0$ .

Bei großen Schrittweiten werden kleine Mikrostrukturen, die sich in der Größenordnung der Schrittweite befinden, aufgrund des Messrasters nicht oder nur zum Teil erfasst. Der Phasenanteil von größeren Mikrostrukturen ( $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien und  $\gamma_g$ ) hingegen kann überschätzt werden, wenn der Messpunkt ungünstig in der Nähe der Korngrenze liegt (siehe **Abb. 4.15**). Das Messraster mit einer Schrittweite von 5  $\mu\text{m}$  in **Abb. 4.18a** war für die Texturanalyse ausreichend, bildet die Mikrostruktur allerdings zu grob ab. Die Mikrostruktur aus der *Phase Map* in **Abb. 4.18b** wird wegen der kleiner gewählten Schrittweite von 2  $\mu\text{m}$  besser rekonstruiert. Die Mikrostruktur wirkt aber im Vergleich zur LIMI-Aufnahme in **Abb. 4.18c** immer noch grobkantig.

Der  $\gamma$ -Anteil aus der EBSD-Analyse ergibt ca.  $9,1 \pm 0,75 \text{ vol}\%$ , jener aus der LIMI-Analyse  $6,5 \pm 1,1 \text{ vol}\%$ . Die Differenz wird auf die unzureichende Probenstatistik zurückzuführen sein, da bei der LIMI-Analyse 10 Bilder in der Größenordnung der EBSD-Aufnahmen gemittelt wurden.

### Schlussfolgerung

Der  $\beta_0$ -Anteil ergibt für alle vorgenommenen Untersuchungsmethoden vergleichbare Werte, während der  $\gamma$ -Anteil aus der LIMI-Analyse im Vergleich zur XRD-Analyse unterschätzt und der  $\alpha_2$ -Anteil überschätzt wird. Diese Differenz dürfte zum größten Teil durch feine  $\gamma$ -Lamellen verursacht worden sein, die sich nach der Rex.Glühung aufgrund eines zu langsamen Abkühlprozesses ausgeschieden haben. Ein Teil der Differenz kann u.a. auf Restlamellen, die aus dem Schmiedegefüge erhalten geblieben sind, zurückzuführen sein. Beim Vergleich der LIMI- mit der XRD-Analyse muss auch beachtet werden, dass die LIMI-Analyse auf der statistischen Auswertung der Mikrostrukturanteile von 10 LIMI-Bildern mit 200-facher Vergrößerung basiert. Diese LIMI-Bilder stellen repräsentative Mikrostrukturausschnitte einer Probe mit Bildgröße von je  $700 \times 530 \mu\text{m}^2$  dar. Damit wird in Summe eine Fläche von  $3,7 \text{ mm}^2$  untersucht. Bei der XRD-Analyse im Bruker AXS D8 Advanced wird nahezu die gesamte Probenoberfläche mit ihren  $15 \times 15 (=225) \text{ mm}^2$  untersucht. Durch die unterschiedlich großen Messbereiche bei der LIMI- und XRD-Untersuchung ( $3,7 \text{ mm}^2$  und  $225 \text{ mm}^2$ ) erhält die XRD-Analyse eine größere statistische Aussagekraft. Die Messunsicherheit der Rietveld-Analyse wurde durch Berücksichtigung der Zellchemie, der Gitterkonstanten, der Zelldichte, den Vorzugsorientierungen und der Besetzung der Gitterplätze weitgehend minimiert. Aus diesem Grund wird die XRD-Analyse als repräsentative Auswertemethode zur Bestimmung des  $\gamma$ -Phasengehalts in einer TNM-Legierung betrachtet.

### 4.3 Bestimmung der Abkühlraten

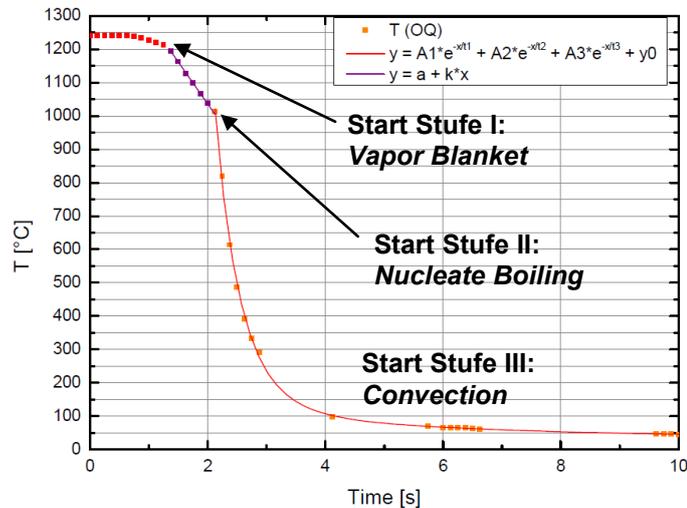
Die Abkühlrate nach der Hochtemperaturglühung bestimmt, ob sich  $\gamma$ -Lamellen über Diffusion aus den Kolonien ausscheiden können. Zur Abklärung werden an Schmiedegraten die Abkühlraten bei verschiedenen Abkühlverfahren von *Air Cooling* (AC) über *Fan Air Cooling* (FAC) bis zum *Oil Quenching* (OQ) ermittelt, um herauszufinden, bei welchen Abkühlraten die  $\gamma$ -Lamellenbildung unterdrückt werden kann und der  $\gamma$ -Phasengehalt eingefroren wird, sodass der im XRD detektierte  $\gamma$ -Phasengehalt dem globalen  $\gamma$ -Anteil aus der Mikrostrukturanalyse entspricht.

Für die Untersuchung der AC- und FAC-Abkühlverfahren wurden ganze Schmiedegrade verwendet. Für den Ölabschreckversuch wurde ein 15x15x4 mm<sup>3</sup> großes Stück aus dem Schmiedegrat af3 angefertigt. Die Probendicke beträgt bei allen Proben ca. 4 mm. Betrachtet man die Proben vereinfacht als ebene Platten, so ist jene Probengeometrie, die das Abkühlverhalten bestimmt, die Dicke der Platte (siehe dazu die Literatur über die Biot-Zahl in [63,64]). Da die Dicke bei allen Proben dieselbe ist, zeigen die Schmiedegrade und das Gratstück dasselbe Abkühlverhalten. Die Glühtemperatur wurde einheitlich auf  $T_{\gamma\text{Solv}}-15^\circ\text{C}$  festgelegt. Aufgrund der gleichen bzw. ähnlichen Chemie (siehe **Tab. 3.6**) wird für alle Proben dieselbe  $T_{\gamma\text{Solv}}$  angenommen. Im Kap. 4.4 „Bestimmung der  $T_{\gamma\text{Solv}}$ “ wird sie für die Probe af3 auf  $T_{\gamma\text{Solv}}=1267^\circ\text{C}$  bestimmt. Die Glühtemperatur wurde daher auf  $1252^\circ\text{C}$  festgelegt.

#### 4.3.1 Ölabschreckung

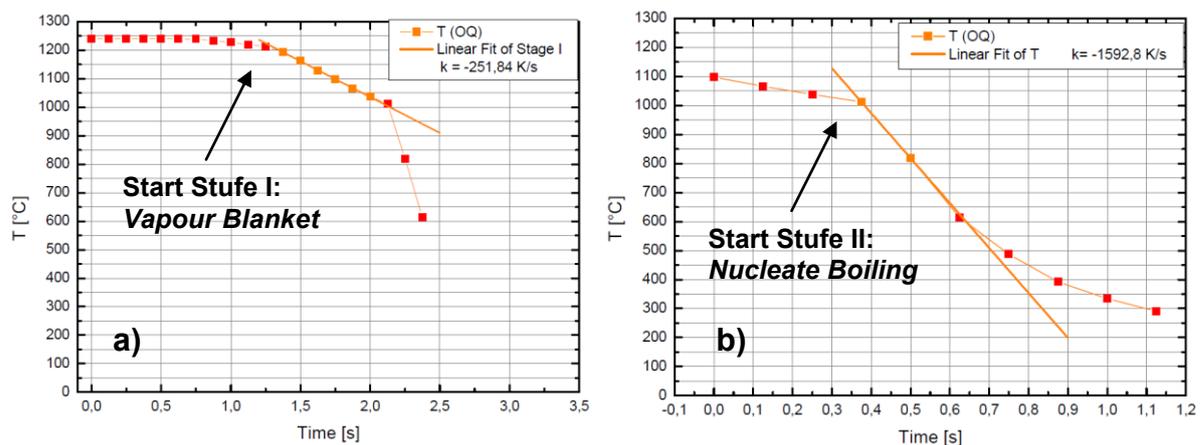
Die Ölabschreckung gilt als sehr rasches Abkühlverfahren, daher muss das Messgerät dementsprechend viele Messwerte in einem kurzen Zeitintervall aufnehmen können. Das für die Probe af\_OQ (siehe **Tab. 3.6**) verwendete Chessel 6100A von Eurotherm zeichnet die Temperatur alle 0,125 s auf. Die Datenauswertung ist in **Abb. 4.19** dargestellt. Sie zeigt zunächst einen linearen Abfall, der als Stufe I oder *Vapor Blanket* bezeichnet wird [65]. In diesem Stadium bildet sich eine Dampfschicht bzw. ein Film, der die Probe umgibt und isoliert, denn die Wärmemenge, die von der Oberfläche an das Öl abgegeben wird, ist größer, als die Wärmemenge, die vom Öl abtransportiert werden kann [65]. Bei tieferen Temperaturen oder durch Bewegen der Probe im Ölbad kollabiert dieser Film und die Abkühlkurve geht in die zweite Stufe *Nucleate Boiling* über, in welcher die höchsten Abkühlraten erreicht werden [65]. Hier wird die Wärme über Blasenbildung von der Probe abtransportiert, ehe unterhalb der Siedetemperatur des Öls die Wärme über Konvektion abgeführt wird (Stufe III: *Convection*) [65]. Ab Stufe II lässt sich die Kurve mit einer Exponentialkurve laut **Abb. 4.19** anfitten. Der Verlauf entspricht einer

Exponentialfunktion vom Typ  $y = A1 \cdot e^{-x/t1} + A2 \cdot e^{-x/t2} + A3 \cdot e^{-x/t3} + y0$  mit  $y$  als Temperatur,  $x$  als Zeit und  $A1-3$ ,  $t1-3$  und  $y0$  als Konstanten.



**Abb. 4.19:** Temperaturverlauf beim Ölabschrecken mit den drei Stadien der Wärmeübertragung im Ölbad: *Vapor Blanket*, *Nucleate Boiling* und *Convection* [65].

In **Abb. 4.20a** und **b** sind die Detailaufnahmen der Stufe I und II dargestellt. Über lineare Regression wurden die Abkühlraten bestimmt. Stufe I zeigt eine Steigung von etwa -239 bis -252 K/s, das einer Abkühlrate von ca. 14760  $\pm$  360 K/min entspricht. Für die lineare Regression in Stufe II wurden die ersten 2 bis 3 Datenwerte benutzt, die sich im linearen Bereich befinden, bevor die Kurve exponentiell abflacht. Die Auswertung der Steigungen ergibt im Mittel eine Abkühlrate von 94284  $\pm$  1356 K/min.



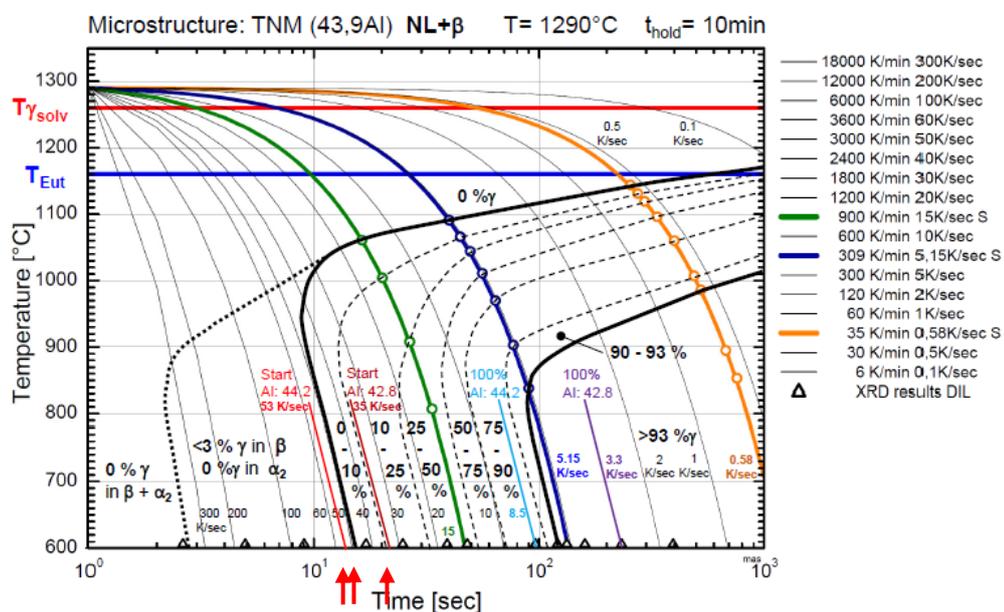
**Abb. 4.20:** Detaildarstellung der Abkühlkurve im Bereich a) Stufe I und b) Stufe II mit linearer Regression der Datenwerte.

Um zu prüfen, ob sich  $\gamma$ -Lamellen bei der Abkühlung gebildet haben, werden die Phasen- und Mikrostrukturanteile mittels XRD- und LIM-ANALYSE bestimmt. Die Differenz des  $\gamma$ -Anteils aus beiden Analyseverfahren soll Auskunft über den Anteil an  $\gamma$ -Lamellen im Gefüge geben. Die Ergebnisse sind in **Tab. 4.5** zusammengefasst.

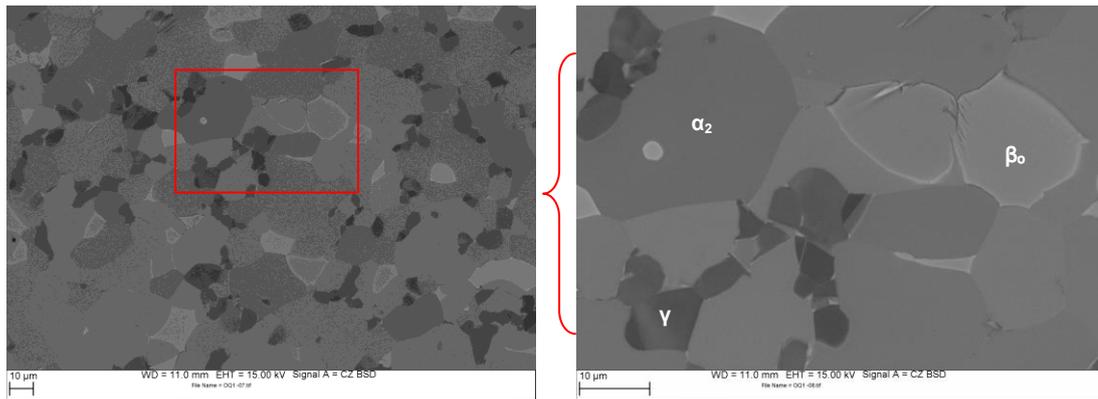
Tab. 4.5: Abkühlraten des OQ-Versuchs

	Abkühlrate [K/min]	$\gamma$ LIM1 [vol%]	$\gamma$ XRD $\pm 3$	Differenz [vol%]
OQ	Stufe I: 14760 $\pm$ 360	11,63 $\pm$ 1	14,23 m%	3,88
	Stufe II: 94284 $\pm$ 1356		15,51 vol%	

Die Auswertung zeigt eine Differenz des  $\gamma$ -Anteils von 3,88 vol%. Um abzuschätzen, ab welcher Abkühlrate die Bildung der  $\gamma$ -Lamellen unterdrückt wird (=kritische Abkühlrate), ist in **Abb. 4.21** das Zeit-Temperatur-Umwandlungs- (ZTU-) Diagramm einer TNM-Legierung dargestellt, die für 10 min über  $T_{\gamma\text{Solv}}$  geglüht und bei verschiedenen Abkühlraten abgekühlt wurde. Die Zonen, die von den Abkühlkurven geschnitten werden, geben an, wie viel  $\gamma$  sich in Form von Lamellen ausgeschieden hat. Die kritische Abkühlrate hängt vom Al-Gehalt ab, wie in **Abb. 4.21** mit roten Pfeilen abgebildet ist. Je höher dieser ist, desto mehr verschiebt sich die kritische Abkühlrate zu höheren Werten. Ausgehend von den hier verwendeten Proben mit einem Al-Gehalt von ca. 43,3 at% (**Tab. 3.6**) liegt die kritische Abkühlrate laut ZTU-Diagramm im Bereich von 2400 K/min. Demnach fand die Abkühlung bei der Ölabschreckung so rasch statt, dass keine diffusiven Prozesse stattfinden können, die zur Ausscheidung von  $\gamma$ -Lamellen führen. In den BSE-Aufnahmen in **Abb. 4.22** sind dementsprechend keine Lamellen in den  $\alpha_2$ -Körnern auszumachen.



**Abb. 4.21:** Darstellung des ZTU-Diagramms für NL+ $\beta$ -Gefüge bei verschiedenen Al-Gehalten von 42,8 bis 44,2 at%. Rot markiert sind die kritischen Abkühlraten der Legierungen mit den verschiedenen Al-Gehalten [10].



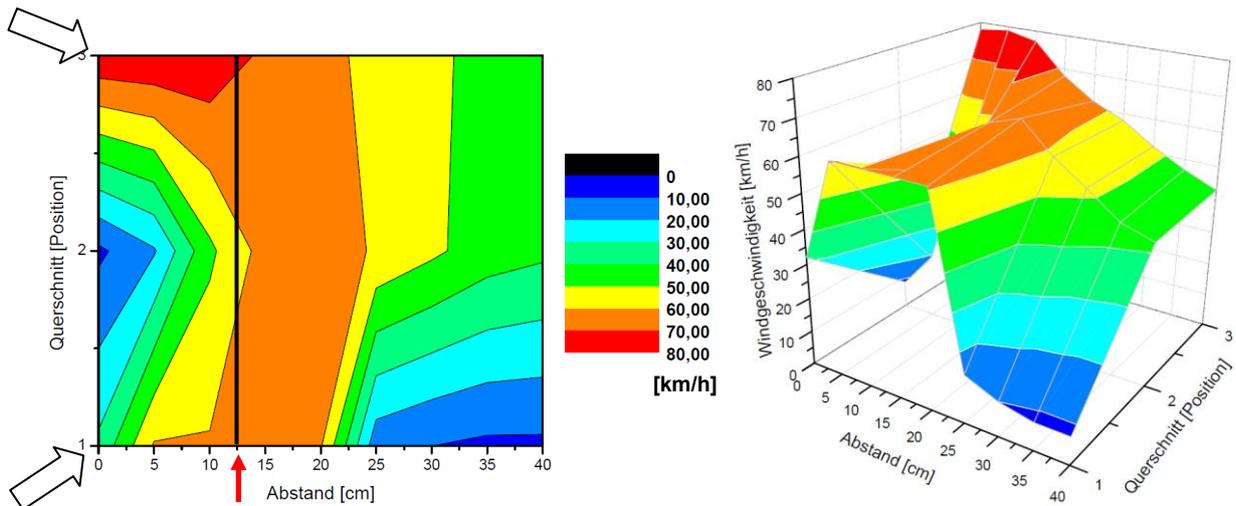
**Abb. 4.22:** BSE-Aufnahmen der Probe af\_OQ.

Da die Bildung von  $\gamma$ -Lamellen während der Abkühlung aufgrund der hohen Abkühlrate ausgeschlossen werden kann, wird die Differenz von 3,88 vol% zum größten Teil von feinen Restlamellen im Gefüge stammen, die bereits vor der Rex.Glühung vorhanden waren, wie schon in Kap. 4.2.3 beschrieben wurde. Unter Berücksichtigung der Streuung der LIMi-Messwerte und einer Messunsicherheit bei der Rietveld-Analyse werden vermutlich 2-3 vol% primäre  $\gamma$ -Lamellen im Gefüge vorhanden sein, die zur Differenz der LIMi- und XRD-Auswertung in **Tab. 4.5** führen.

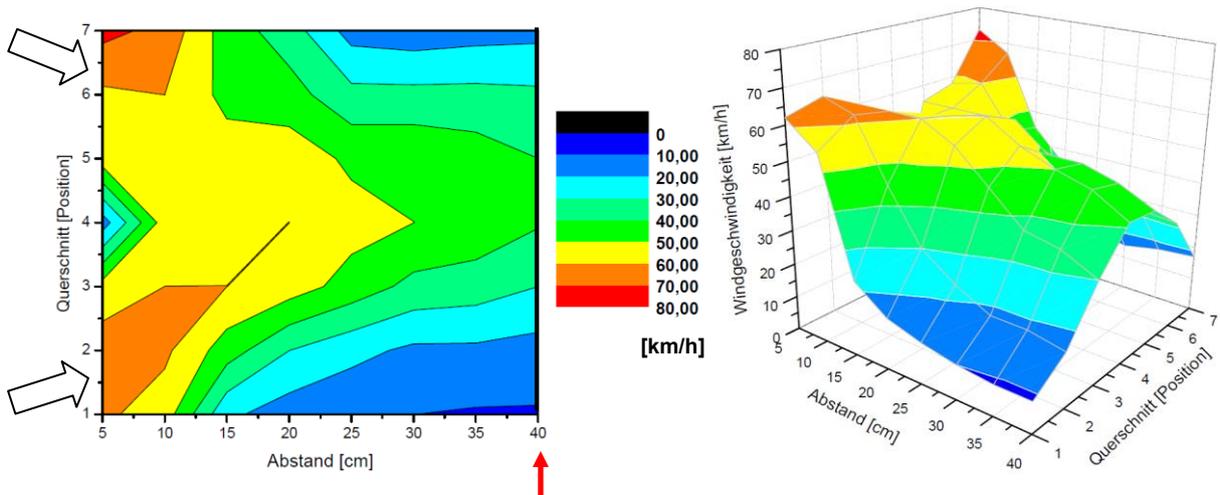
### 4.3.2 Luftabkühlung mit Kühlluftgebläse

Die Abkühlrate beim FAC hängt entscheidend von der Geschwindigkeit des kühlenden Mediums (hier Luft) und der Anströmrichtung ab. Eine höhere Kühlluftgeschwindigkeit führt zu höheren Abkühlraten solange die Strömung laminar anliegt [63]. Weitere Informationen können aus der Literatur [63] entnommen werden. Da die maximale Kühlluftgeschwindigkeit durch die Leistung des Kühlluftgebläses vorgegeben ist, muss der Abstand bestimmt werden, bei welchem die größtmögliche Abkühlrate erzielt wird. Durch die Anordnung der vier Haartrockner befindet sich in der Mitte vor dem Aufbau (siehe **Abb. 3.8**) ein Windschatten, der erst in einigem Abstand zum Gebläse durch Konvergieren der Strömungsfelder verschwindet und ein annähernd homogenes Strömungsfeld erzeugt. **Abb. 4.23** und **Abb. 4.24** zeigen die Ergebnisse der Strömungsmessung am Hitzedraht-Anemometer in einem *Contour*-Diagramm bzw. in einer dreidimensionalen (3D) Darstellung, in welchem die Strömungsgeschwindigkeit über die Abstände zum Gebläse und dem Strömungsquerschnitt dargestellt ist. Die Zonen gleicher Farbe zeigen Bereiche mit gleicher Strömungsgeschwindigkeit. Man erkennt auch den mittig positionierten Windschatten, der vor dem Kühlluftapparat durch die Positionierung der einzelnen Gebläse entsteht (**Abb. 4.23**). Um für das Abkühlverfahren FAC zwei unterschiedliche Abkühlraten zu erreichen, wurde die Geschwindigkeit der Strömungsfelder zum einen bei voller Leistung (af\_FAC\_schn), zum anderen bei

halber Leistung (af\_FAC\_langs) des Kühlluftgebläses gemessen. Anhand dieser Graphiken wurden die Abstände zum Gebläse für die FAC-Abkühlversuche bestimmt. Für die Probe der raschen FAC-Abkühlung (af\_FAC\_schn) wurde ein Abstand von 12,5 cm festgelegt, bei welchem über den ganzen Querschnitt eine Strömungsgeschwindigkeit von ca. 70 km/h herrscht (siehe roter Pfeil in **Abb. 4.24**). Für die Probe der langsameren FAC-Abkühlung (af\_FAC\_langs) wurde ein Abstand von 40 cm bestimmt. Hier nimmt zum Rand hin die Strömungsgeschwindigkeit stetig ab. Im Mittel erreicht man eine Luftströmung von ca. 35 km/h.



**Abb. 4.23:** Contour-Diagramm und 3D-Diagramm zur Darstellung der Strömungsgeschwindigkeit in verschiedenen Bereichen vor dem Gebläse bei **voller** Leistung. Die weiße Pfeilrichtung entspricht der Strömungsrichtung des Gebläses. Bei ca. 12,5 cm ist ein homogener Strömungsbereich mit größtmöglicher Geschwindigkeit.



**Abb. 4.24:** Contour-Diagramm und 3D-Diagramm zur Darstellung der Strömungsgeschwindigkeit in verschiedenen Bereichen vor dem Gebläse bei **halber** Leistung. Die weiße Pfeilrichtung entspricht der Strömungsrichtung des Gebläses.

Die Hauptmechanismen der Wärmeübertragung sind Konvektion und Wärmestrahlung [63]. Bei der Wärmestrahlung nimmt die abgestrahlte Leistung nach dem Stefan-Boltzmann-Gesetz mit der vierten Potenz zur Temperatur zu, bei der konvektiven Wärmeübertragung nimmt die abgegebene Leistung linear mit der Temperatur zu (Formel 4.2 und 4.3) [63].

$$q_{Str} = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T_G^4 \quad q_{Str} \dots \text{Wärmestromdichte – Strahlung [W/m}^2\text{]} \quad (4.2)$$

$q_{Konv} \dots \text{Wärmestromdichte – Konvektion [W/m}^2\text{]}$

$T_G \dots \text{Temperatur am Grat [K]}$

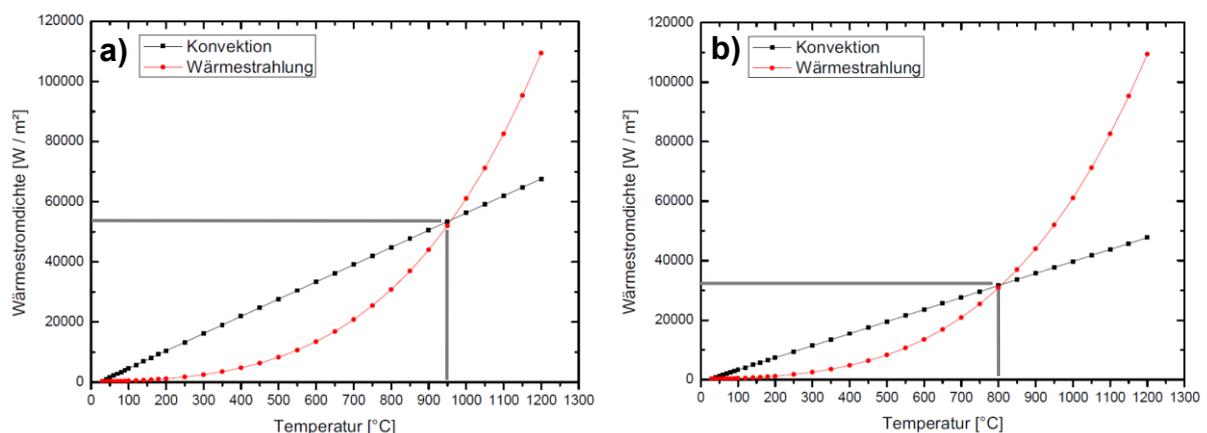
$T_L \dots \text{Lufttemperatur [K]}$

$\sigma \dots \text{Stefan-Boltzmann Konstante} = 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ [W/(m}^2 \text{K}^4\text{)] [63]}$

$$q_{Konv} = \alpha \cdot (T_G - T_L) \quad \alpha \dots \text{Wärmeübergangskoeffizient [W/(m}^2 \text{K)]} \quad (4.3)$$

$\varepsilon \dots \text{Emissionskoeffizient} = 0,41 \text{ [66]}$

Betrachtet man die Schaufelgrate als ebene Platte, so kann die abgegebene Leistung vereinfacht berechnet werden. Die für die Berechnung notwendigen Formeln stammen aus der Literatur [63], die Konstanten ebenfalls [63,66,67]. **Abb. 4.25** zeigt die berechnete Wärmestromdichtekurve für Konvektion und Wärmestrahlung bei 70 km/h bzw. 35 km/h Luftströmung. Im Hochtemperaturbereich überwiegt die Wärmestrahlung, bei niedrigeren Temperaturen die Konvektion. Die Konvektion ist stark von der Strömungsgeschwindigkeit abhängig, der durch den Wärmeübergangskoeffizient  $\alpha$  ausgedrückt wird [63]. Je höher dieser ist, desto mehr Anteil hat die Konvektion am Wärmeabtrag. Bei der Berechnung ist man von einer laminaren Strömung ausgegangen, da bei ebenen Platten mit einer Geometrie ähnlich zu den hier verwendeten Proben laut Literatur [63] erst ab ca. 250 km/h eine turbulente Strömung herrscht. Die Berechnung soll einen qualitativen Eindruck von den auftretenden Wärmeübertragungsmechanismen geben. Die Berechnung ist im Anhang D zusammengefasst.



**Abb. 4.25:** Abgeführte Wärmestromdichte von der Probenoberfläche als Funktion der Temperatur bei a) 70km/h und b) 35 km/h Strömungsgeschwindigkeit.

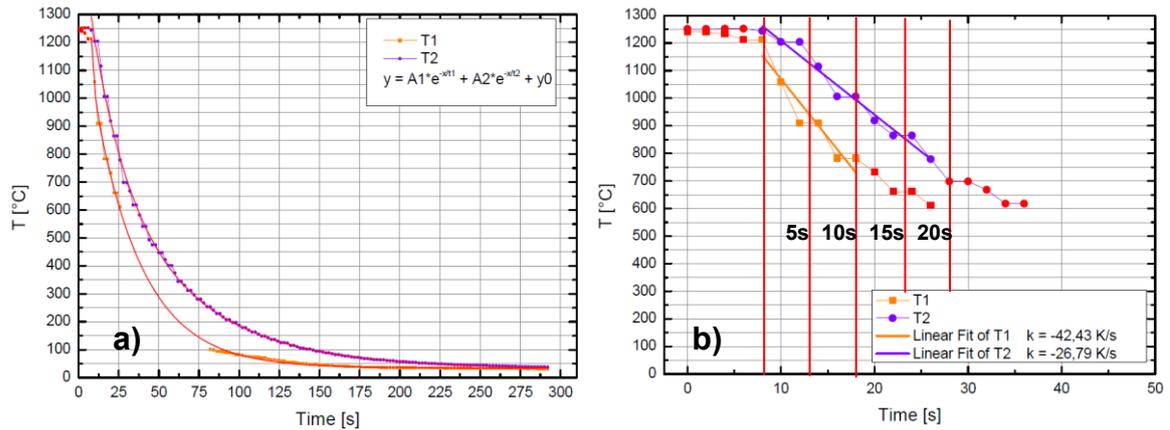
### Luftabkühlung mit Kühllüftgebläse - schnell

Die Probe wird unmittelbar nach der Rex.Glühung zum Abkühlen vor das Gebläse bei einem Abstand von 12,5 cm gelegt. Die Aufnahmen in **Abb. 4.26** zeigen das Glühverhalten des Schmiedegrats im Abstand von 5 Sekunden, ab dem Zeitpunkt, wo die Probe direkt aus dem Ofen vor das Gebläse gelegt wurde (0s) bis kein Glühen der Probe mehr beobachtet werden konnte (ca. 25s). Die Temperatur an der Messposition T1 wurde in der Mitte des Schmiedegrats gemessen, während an der Position T2 die Temperatur des Schmiedegrats aufgenommen wurde, die sich in der Nähe vom Sockel befindet.



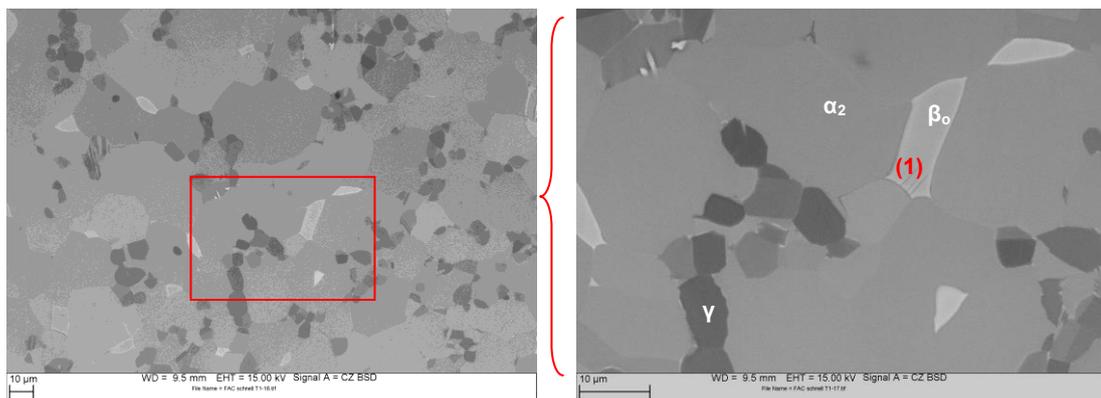
**Abb. 4.26:** Glühverhalten des Schaufelgrats bei 0s bis 25s nach der Ofenentnahme.

In **Abb. 4.26** erkennt man das längere Nachglühen des Schmiedegrats am Sockel. Durch die thermische Isolierung des Sockels wird dort die Temperatur langsamer abgeführt. Dadurch wird am Messpunkt T2 eine langsamere Abkühlrate gemessen als am Messpunkt T1, wie man anhand des Temperaturverlaufs in **Abb. 4.27** erkennen kann. Der Verlauf in **Abb. 4.27a** entspricht einer Exponentialfunktion  $y = A1 \cdot e^{-x/t1} + A2 \cdot e^{-x/t2} + y0$  ( $y$ ...Temperatur,  $x$ ...Zeit und  $A1-2$ ,  $t1-2$ ,  $y0$ ...Konstanten). Die Abkühlgeschwindigkeit wurde mittels linearer Regression aus dem Temperaturgefälle von der Glühtemperatur bis ca. 800°C bestimmt, jener Temperatur, ab welcher das vom Auge wahrgenommene Glühen der Probe aufhört [11]. In **Abb. 4.27b** ist dieser Temperaturbereich vergrößert dargestellt. Die eingezeichneten Markierungen stellen die Zeitpunkte der Aufnahme aus **Abb. 4.26** dar. Aus der Regressionsgeraden kann über die Steigung die Abkühlgeschwindigkeit bestimmt werden. Für den Verlauf der Kurve T1 ergibt sich eine Steigung  $k$  von ca. -42,4 K/s bis -50,3K/s, die im Mittel einer Abkühlrate von  $2782 \pm 236$  K/min entspricht. Für die Kurve T2 wurde entsprechend der längeren Nachglühzeit eine niedrigere Abkühlrate von  $1657 \pm 50$  K/min ermittelt.



**Abb. 4.27:** a) Gesamte Abkühlkurve und b) Detailansicht der Abkühlkurve mit eingezeichneten Zeitpunkten der Aufnahmen aus **Abb. 4.26**.

Die BSE-Gefügeaufnahmen für den Messbereich T1 zeigen keine lamellaren  $\gamma$ -Ausscheidungen. Vereinzelt erkennt man  $\gamma$ -Phase im  $\beta_0$ -Korn (siehe **Abb. 4.28 (1)**).



**Abb. 4.28:** BSE-Aufnahmen der Probe af\_FAC\_schn an der Messposition T1; (1) feine  $\gamma$ -Ausscheidungen im  $\beta_0$ -Korn.

Die  $\gamma$ -Anteile aus der Mikrostruktur- und der Phasenanalyse sind in **Tab. 4.6** zu sehen. Auch hier gibt es Abweichungen der bestimmten  $\gamma$ -Anteile, die im Bereich von ca. 2,75 vol% liegen.

**Tab. 4.6:** Auswertetabelle der Proben af\_FAC\_schn

	Abkühlrate [K/min]	$\gamma$ LIM1 [vol%]	$\gamma$ XRD $\pm 3$	Differenz [vol%]
FAC_schn T1	2782 $\pm$ 236	10,22 $\pm$ 1	11,88 m% 12,98 vol%	<b>2,76</b>
FAC_schn T2	1657 $\pm$ 50	8,61 $\pm$ 2	10,38 m% 11,36 vol%	<b>2,75</b>

Die unterschiedlichen  $\gamma$ -Gehalte in den Messbereichen T1 und T2 können durch leichte lokale Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung im Schaufelgrat erklärt werden, die zu einer lokalen Verschiebung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  führen. Ausgehend vom ZTU-Diagramm in **Abb. 4.21** wird die kritische Abkühlrate im Messbereich T2 unterschritten, womit sich  $\gamma$ -Lamellen aus der Abkühlung bilden können. Aufgrund der Tatsache, dass beim Ölabschrecken eine Differenz von ca. 3,9 vol% gemessen wurde, die nicht auf das Ausscheiden von sekundären  $\gamma$ -Lamellen zurückzuführen ist, und die hier bestimmte Differenz mit 2,76 vol% geringer ist, wird es sich bei der Abweichung um primäre  $\gamma$ -Lamellen im Gefüge handeln, die wegen ihrer geringen Größe im LIMI optisch nicht aufgelöst werden können. Demnach liegt die Abkühlrate bei  $1665 \pm 45$  K/min noch über der kritischen Abkühlrate, jedoch laut ZTU-Diagramm schon darunter. Dieses ZTU-Diagramm wurde allerdings für TNM-Legierungen mit einer NL+ $\beta$ -Mikrostruktur angefertigt, die für 10 min über der  $T_{\gamma\text{Solv}}$  geglüht wurden. NL+ $\beta$ -Gefüge werden durch Glühen im ( $\alpha$ + $\beta$ )-Phasenfeld hergestellt, wodurch sich die  $\gamma$ -Phase auflöst [15]. Beim Abkühlen herrscht aufgrund thermodynamischer Prozesse eine höhere Triebkraft die  $\gamma$ -Phase in Form von  $\gamma$ -Lamellen auszuscheiden, um ein Phasengleichgewicht laut dem Phasendiagramm in **Abb. 2.1** herzustellen [11]. In einer NL+ $\gamma$ -Mikrostruktur liegt die  $\gamma$ -Phase bereits ausgeschieden in Form von globularen  $\gamma$ -Körnern vor. Dadurch wird dem System ein Teil der Triebkraft genommen  $\gamma_{\text{lamellar}}$  beim Abkühlen nach der Rex.Glühung zu bilden. Dies verursacht, dass sich die kritische Abkühlrate zu niedrigeren Werten verschiebt.

#### Luftabkühlung mit Kühlluftgebläse - langsam

Ähnlich zum Versuch *Fan Air Cooling* schnell wurde die Probe nach der Ofenentnahme vor das Kühlluftgebläse im Abstand von 40 cm positioniert. Die Aufnahmen im 5-Sekunden-Abstand vom Beginn der Abkühlung bis zum Abklingen der Glühung (ca. 800°C) ist in **Abb. 4.29** dargestellt. Auch hier wurde die Temperatur an zwei Positionen T1 und T2 gemessen. Am Sockel ist das länger andauernde Nachglühen zu erkennen, womit eine geringe Abkühlrate an der Messposition T2 erwartet wird. Die Abkühlkurve mit exponentiell abfallendem Verlauf ( $y = A1 \cdot e^{-x/t1} + A2 \cdot e^{-x/t2} + y0$ ) ist in **Abb. 4.30** dargestellt. Die Detailaufnahme der Kurve und die Auswertung der Abkühlgeschwindigkeit ist in **Abb. 4.30b** zu sehen. Die ermittelten Abkühlraten betragen an der Position T1  $1948 \pm 183$  K/min, an der Position T2  $1588 \pm 100$  K/min.

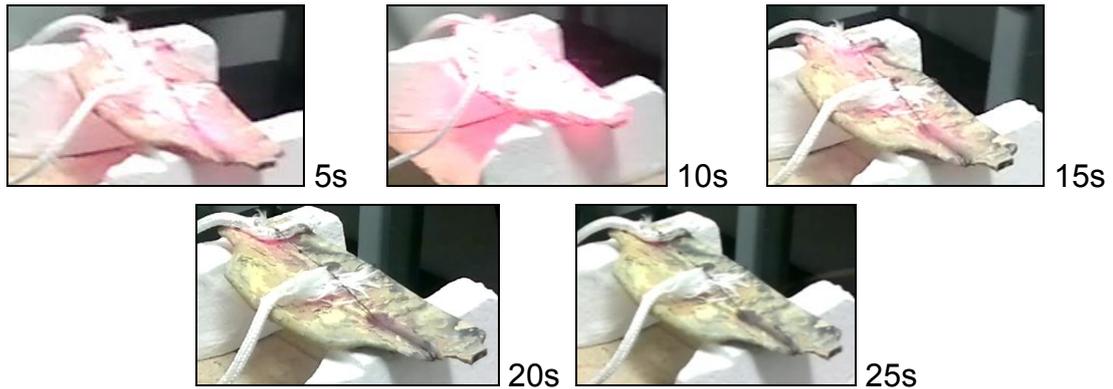


Abb. 4.29: Glühverhalten des Schaufelgrats bei 0s bis 25s nach der Ofenentnahme.

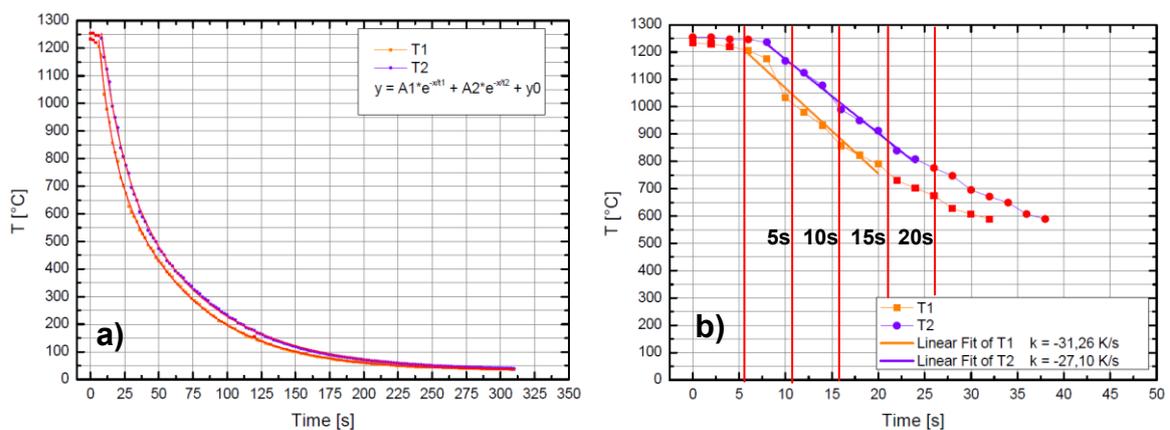


Abb. 4.30: a) Gesamte Abkühlkurve und b) Detailansicht der Abkühlkurve mit eingezeichneten Zeitpunkten der Aufnahmen aus Abb. 4.29.

Die BSE-Gefügaufnahmen zeigen im Vergleich zur schnelleren FAC-Abkühlung deutlichere  $\gamma$ -Ausscheidungen an den  $\beta_0$ -Korngrenzen.  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha_2$ -Körnern sind jedoch keine zu finden.

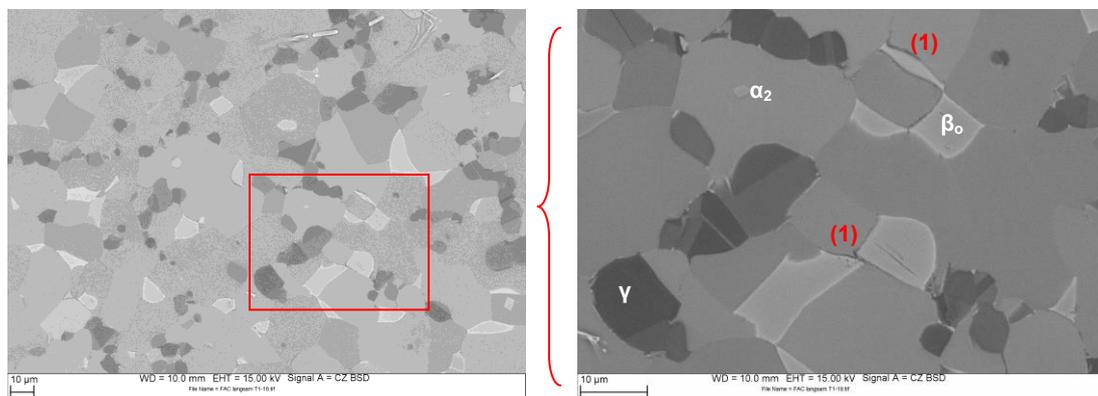


Abb. 4.31: BSE-Aufnahmen der Probe af\_FAC\_langs an der Messposition T1; (1) deutliche  $\gamma$ -Ausscheidungen an den  $\beta_0$ -Korngrenzen.

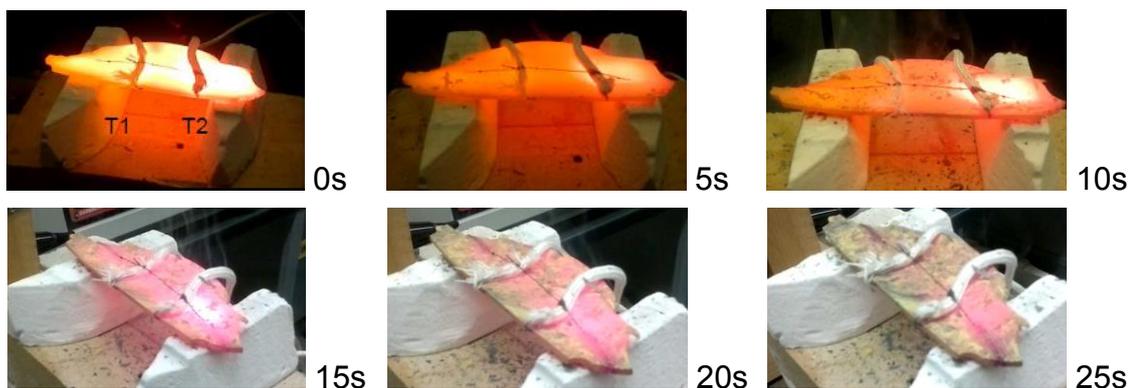
Beim Vergleich der Ergebnisse aus Messposition T1 und T2 in **Tab. 4.7** erkennt man einen ähnlichen  $\gamma$ -Gehalt für die LIMi- und XRD-Analyse. Die Mikrostruktur- und Phasenanalyse zeigt eine Abweichung des  $\gamma$ -Gehalts von 3,46 vol% bzw. 4,24 vol%. Bei der Auswertung für den Ölabschreckversuch wurde gezeigt, dass bei Glühungen im Bereich  $T_{\gamma\text{Solv}}-15^\circ\text{C}$  eine Differenz des  $\gamma$ -Gehalts von 3,88 vol% möglich ist, ohne dass dies auf Ausscheidungen von  $\gamma$ -Lamellen zurückzuführen ist. Die hier bestimmten Differenzen liegen in einem ähnlichen Bereich. Folglich haben sich (noch) keine Ausscheidungslamellen gebildet. Die Differenz stammt hauptsächlich von primären  $\gamma$ -Lamellen, die sich während der Rex.Glühung nicht vollständig aufgelöst haben.

**Tab. 4.7:** Auswertetabelle der Proben af\_FAC\_langs

	Abkühlrate [K/min]	$\gamma$ LIMi [vol%]	$\gamma$ XRD $\pm 3$	Differenz [vol%]
<b>FAC_langs T1</b>	1948 $\pm$ 183	10,20 $\pm$ 1	12,51 m% 13,66 vol%	<b>3,46</b>
<b>FAC_langs T2</b>	1588 $\pm$ 100	9,48 $\pm$ 1	12,56 m% 13,72 vol%	<b>4,24</b>

### 4.3.3 Luftabkühlung

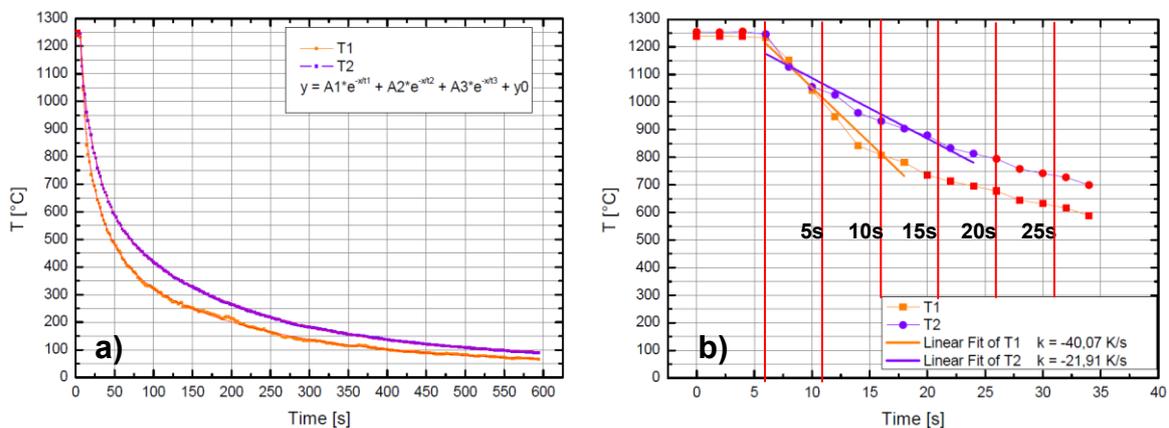
Der Schmiedegrat wurde nach der einstündigen Wärmebehandlung aus dem Ofen genommen und zum Abkühlen an Luft auf einen Sockel gelegt, wobei die Temperatur wieder an zwei Positionen T1 und T2 aufgezeichnet wurde. Die Aufnahmen aus **Abb. 4.32** zeigen das Glühverhalten am Schmiedegrat im 5-Sekunden-Intervall.



**Abb. 4.32:** Glühverhalten des Schaufelgrats bei 0s bis 25s nach der Ofenentnahme.

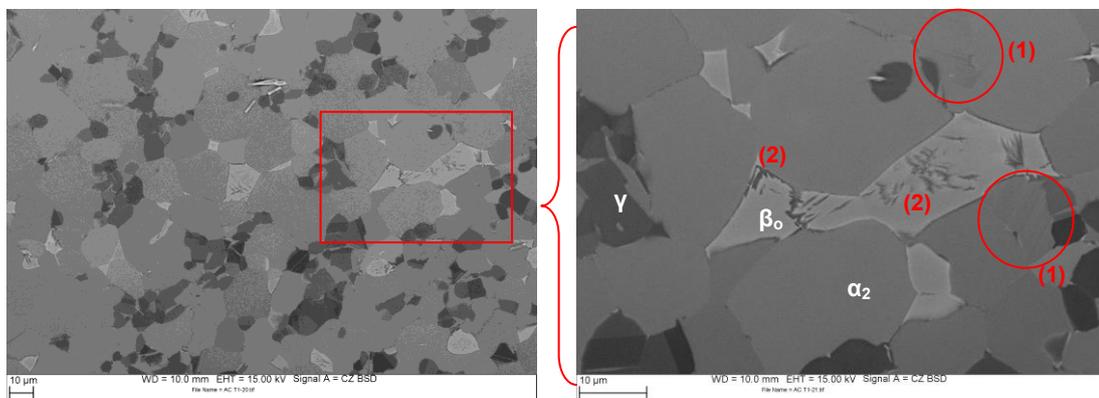
Das längere Nachglühen des Schmiedegrats an der Messposition T2 führt laut der Abkühlkurve in **Abb. 4.33** zu einer langsameren Abkühlgeschwindigkeit. Der Temperaturverlauf entspricht wieder einer Exponentialfunktion. Die Detailaufnahme

in **Abb. 4.33b** mit den Regressionsgeraden zeigt eine Abkühlgeschwindigkeit von  $2552 \pm 147$  K/min für die Messposition T1. Für die Kurve T2 wurde eine Abkühlrate von  $1356 \pm 41$  K/min ermittelt.



**Abb. 4.33:** a) Gesamte Abkühlkurve und b) Detailansicht der Abkühlkurve mit eingezeichneten Zeitpunkten der Aufnahmen aus **Abb. 4.32**.

Die BSE-Aufnahme in **Abb. 4.34** zeigt das Gefüge an der Stelle T1. In den rot eingekreisten Bereichen erkennt man in den  $\alpha_2$ -Körnern feine Streifen, die die sekundären  $\gamma$ -Lamellen darstellen. Des Weiteren sind wesentlich mehr  $\gamma$ -Ausscheidungen an den Korngrenzen und im  $\beta_0$ -Korn zu erkennen.



**Abb. 4.34:** BSE-Aufnahmen der Probe af\_AC an der Messposition T1; (1) feine  $\gamma$ -Lamellen in den  $\alpha_2$ -Körnern; (2) deutliche  $\gamma$ -Ausscheidungen an den  $\beta_0$ -Korngrenzen bzw. im  $\beta_0$ -Korn.

Der Vergleich der Mikrostruktur- mit der Phasenanalyse ist in **Tab. 4.8** zusammengefasst. Die unterschiedlichen  $\gamma$ -Gehalte in den Messbereichen T1 und T2 sind durch lokale Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung im Schaufelgrat zu erklären, die zur Verschiebung von  $T_{\gamma\text{Soliv}}$  führen. Die Differenz in der Auswertung liegt bei beiden Messpositionen im Bereich von  $> 6$  vol%. Die große Differenz zwischen LIM- und XRD-Analyse stammt zum einen von primären  $\gamma$ -

Lamellen, zum anderen aus der Ausscheidung sekundärer  $\gamma$ -Lamellen, die bereits in den BSE-Aufnahmen sichtbar sind, zur quantitativen metallographischen Analyse aber nicht miteinbezogen werden. Die hohe Abkühlgeschwindigkeit an der Messposition T1 stimmt nicht mit der Tendenz der übrigen Proben überein. Es wird sich wahrscheinlich um einen Messfehler während der Temperaturlaufzeichnung handeln. Die Schweißperle des Thermoelements könnte beschädigt worden sein oder ein Kontaktfehler ist aufgetreten.

**Tab. 4.8:** Auswertetabelle der Proben auf AC

	Abkühlrate [K/min]	$\gamma$ LIM1 [vol%]	$\gamma$ XRD $\pm 3$	Differenz [vol%]
AC T1	2552 $\pm$ 147	14,39 $\pm$ 1	19,24 m% 20,86 vol%	6,47
AC T2	1356 $\pm$ 41	11,37 $\pm$ 1,4	16,17 m% 17,59 vol%	6,22

#### 4.3.4 Gegenüberstellung der Ergebnisse

Zum Überblick sind die Ergebnisse in **Tab. 4.9** zusammengefasst. Die Proben an der Position T2 kühlen aufgrund der thermischen Isolierung durch den keramischen Sockel langsamer ab als an Position T1. Die  $\gamma$ -Mikrostrukturanteile variieren zwischen 8,6 bis 14,4 vol%, was zum Teil auf eine Streuung der Messergebnisse in der LIM1-Analyse zurückzuführen ist bzw. auf leichte lokale Unterschiede der chemischen Zusammensetzung im Schmiedegrat. Es soll auch darauf hingewiesen werden, dass die hier bestimmten Abkühlraten und deren Phasenauswertung lokal für die Messpositionen T1 und T2 gelten. Weiter von der Gratkante entfernt können geringere Abkühlraten stattgefunden haben. Um einen Vergleich zu schaffen wurde die Temperatur daher an zwei Positionen gemessen.

Beim Vergleich der Differenzen in **Tab. 4.9** weisen bei der Bestimmung des  $\gamma$ -Gehalts alle Proben mit Ausnahme derer, die über AC abgekühlt wurden, eine Differenz im Bereich  $\leq 4$  vol% zwischen LIM1- und XRD-Analyse auf. Aus dem Ölabschreckversuch ist bekannt, dass eine Differenz bis zu 3,88 vol% vorkommen kann, ohne dass dies auf die Bildung von sekundären  $\gamma$ -Lamellen zurückzuführen ist. Die Differenz resultiert größtenteils aus primären  $\gamma$ -Lamellen, die beim Schmieden nicht vollständig zu globularen  $\gamma$ -Körnern rekristallisiert sind und auch nach der Rex.Glühung als feine Lamellen in den  $\alpha_2$ -Körnern erhalten geblieben sind.

**Tab. 4.9:** Übersichtstabelle der Abkühlversuchsproben

	Abkühlrate [K/min]	$\gamma$ LIM1 [vol%]	$\gamma$ XRD [vol%]	Differenz [vol%]
AC T1	2552 ± 147	14,39 ± 1	20,86 ± 3	6,47
AC T2	1356 ± 41	11,37 ± 1,3	17,59 ± 3	6,22
FAC_langs T1	1948 ± 183	10,20 ± 1	13,66 ± 3	3,46
FAC_langs T2	1588 ± 100	9,48 ± 1	13,72 ± 3	4,24
FAC_schnell T1	2782 ± 236	10,22 ± 1	12,98 ± 3	2,76
FAC_schnell T2	1657 ± 50	8,61 ± 2	11,36 ± 3	2,75
OQ	I: 14760 ± 360 II: 94284 ± 1356	11,63 ± 1	15,51 ± 3	3,88

Die Proben, die über *Air Cooling* abgekühlt wurden, zeigen bereits in den BSE-Aufnahmen in **Abb. 4.34** sekundäre  $\gamma$ -Lamellen. Dies erklärt auch die im Vergleich zu den übrigen Proben hohe Abweichung des  $\gamma$ -Gehalts aus der Mikrostruktur- und Phasenanalyse. Die Abkühlrate an der Probe AC T1 ist vermutlich auf einen Messfehler während der Temperaturmessung zurückzuführen, da es nicht möglich ist, dass die Luftabkühlung zu schnelleren Abkühlraten führt als mit einem Kühlluftgebläse. Wäre die gemessene Abkühlrate von 2552 ± 147 K/min korrekt, hätten sich bei einer Probe mit niedrigerer Abkühlgeschwindigkeit (z.B. Probe FAC\_langs T1) keine  $\gamma$ -Lamellen gebildet, was aber keinen Sinn ergibt.

### Schlussfolgerung

Es ist möglich über *Fan Air Cooling* die Ausscheidung von  $\gamma$ -Lamellen in einer TNM-Legierung mit NL+ $\gamma$ -Gefüge zu verhindern, sofern die Abkühlgeschwindigkeit groß genug ist. In dieser Versuchsreihe erwiesen sich Abkühlraten  $\geq 1600$  K/min als ausreichend. Um für die Versuchsreihe zur Bestimmung der  $T_{\gamma\text{Solv}}$  in Kap. 4.4 sicher zu gehen, dass keine Lamellenausscheidung stattfinden kann, wurden alle Proben mittels Ölabschreckung abgekühlt.

## 4.4 $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Bestimmung

Zur Bestimmung der  $T_{\gamma\text{Solv}}$  werden Rekristallisationsglühungen bei sieben verschiedenen Temperaturen unter  $T_{\gamma\text{Solv}}$  für eine Stunde durchgeführt und anschließend in Öl abgeschreckt. Der mittels LIMI- und XRD-Analyse bestimmte  $\gamma$ -Anteil wird im Phasenanteilsdiagramm eingetragen. Die Daten werden über eine Regressionsgeraden gefittet. Der Schnittpunkt der Geraden mit der Ordinatenachse ergibt  $T_{\gamma\text{Solv}}$ . Wie in Kap. 3.2 beschrieben, wurde zunächst ein Vorversuch zu jeder Charge durchgeführt, um das Glühfenster zu ermitteln, in welchem die Proben geblüht werden müssen.

### 4.4.1 GeHIPtes Billet

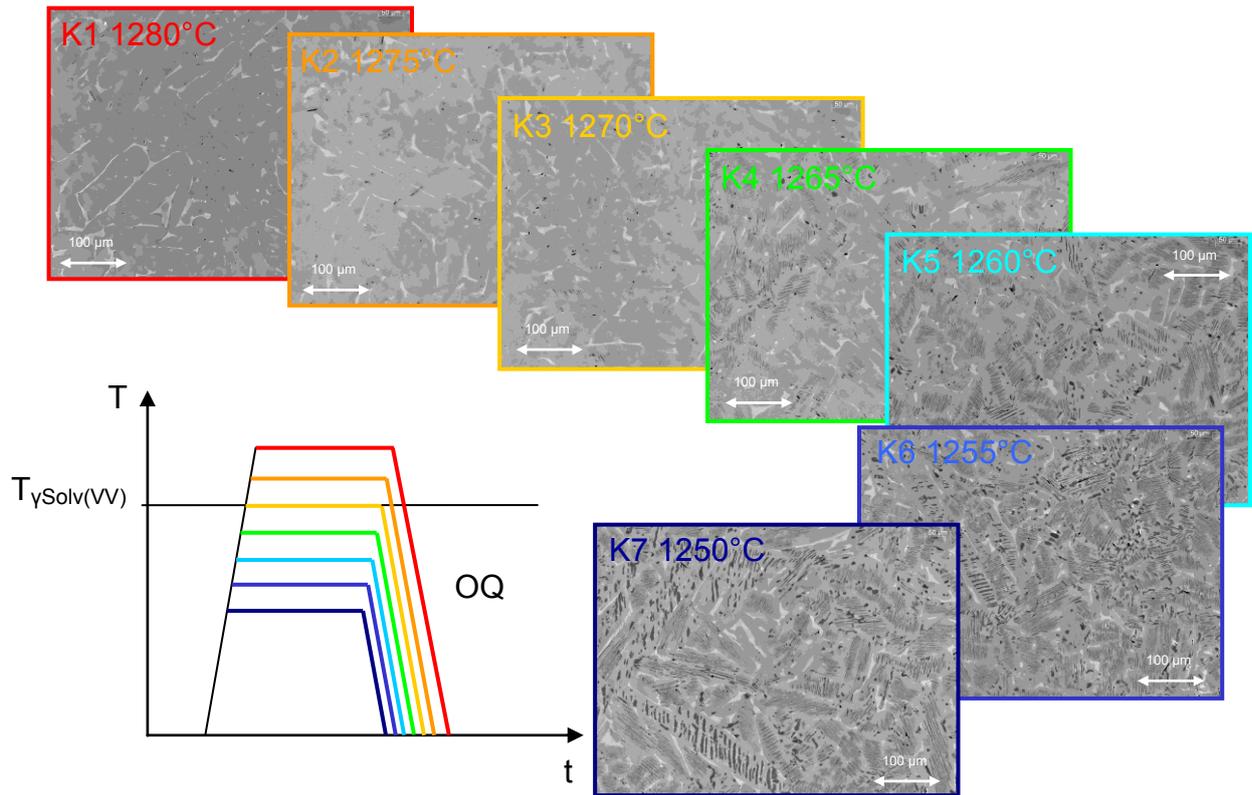
Aus der Chemie in **Tab. 3.2** wurde  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})}$  mit  $1286^\circ\text{C}$  berechnet, um im Anschluss die Vorversuchsprobe bei  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{berechnet})}-10^\circ\text{C} = 1276^\circ\text{C}$  zu glühen. Eine LIMI-Analyse zeigte keine globulare  $\gamma_g$ -Phase im Gefüge, daher wurde  $T_{\gamma\text{Solv}(\text{VV})}$  mit  $1275^\circ\text{C}$  angenommen. Mit dieser Information wurden die 7 weiteren Glühtemperaturen K1 bis K7 bestimmt, die in **Tab. 4.10** aufgelistet sind.

**Tab. 4.10:** Glühtemperaturen K1 bis K7 zur Bestimmung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  am Billet

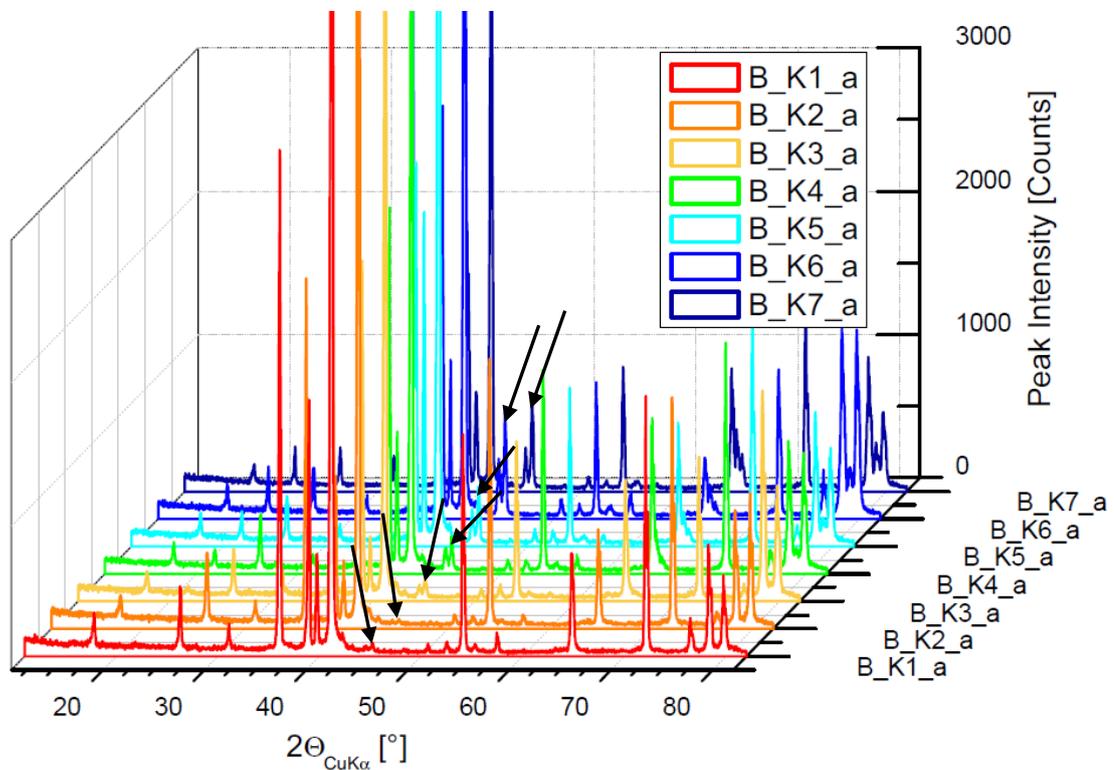
K1	1280°C	OQ
K2	1275°C	OQ
K3	1270°C	OQ
K4	1265°C	OQ
K5	1260°C	OQ
K6	1255°C	OQ
K7	1250°C	OQ

In **Abb. 4.35** sind zum Überblick die im Adobe Photoshop bearbeiteten LIMI-Bilder von jeder Wärmebehandlung K1 bis K7 abgebildet. Man erkennt aus den Bildern, dass mit zunehmender Glüh Temperatur der  $\gamma_g$ -Mikrostrukturanteil im Gefüge abnimmt. Im geHIPten Gefüge kommt die  $\gamma$ -Phase zum Teil als rekristallisierte globulare  $\gamma$ -Körner vor, aber auch vermehrt als vergrößerte  $\gamma$ -Lamellen von unterschiedlicher Größe innerhalb der groben  $\alpha_2$ -Körner.

Die XRD-Rohdaten aller Billet-Proben nach der Wärmebehandlung sind in **Abb. 4.36** dargestellt. Anhand des  $\gamma$ -Peaks bei ca.  $45^\circ$  im XRD-Spektrum (mit Pfeilen markiert) erkennt man qualitativ, dass mit zunehmender Glüh Temperatur (von K7 nach K1) der  $\gamma$ -Peak an Intensität verliert, womit der  $\gamma$ -Gehalt im Gefüge abnimmt.



**Abb. 4.35:** LIMM-Bilder der Billet-Probe nach den Wärmebehandlungen K1 bis K7.



**Abb. 4.36:** Gegenüberstellung der XRD-Spektren der Billet-Proben B\_K1 bis K7. Die Pfeile deuten bei ca. 45° auf den stetig kleiner werdenden Peak der  $\gamma$ -Phase hin.

Die Mikrostruktur- und Phasenanalyse wurde wie in Kap. 3.4 beschrieben durchgeführt. Für die Rietveld-Analyse im Programm Topas wurden die Parameter aus Anhang A verwendet. Für die  $\alpha_2$ -Phase wurden allerdings keine  $(0001)_{\alpha_2}$ -Vorzugsorientierungen verwendet, da das Billet nicht geschmiedet wurde und damit keine Schmiedetextur besitzt. Um aber den Einfluss der Erstarrungstextur bei der Auswertung mit einzubeziehen, wurden die „*PO Spherical Harmonics*“ als Parameter freigegeben (**Abb. 4.37**).

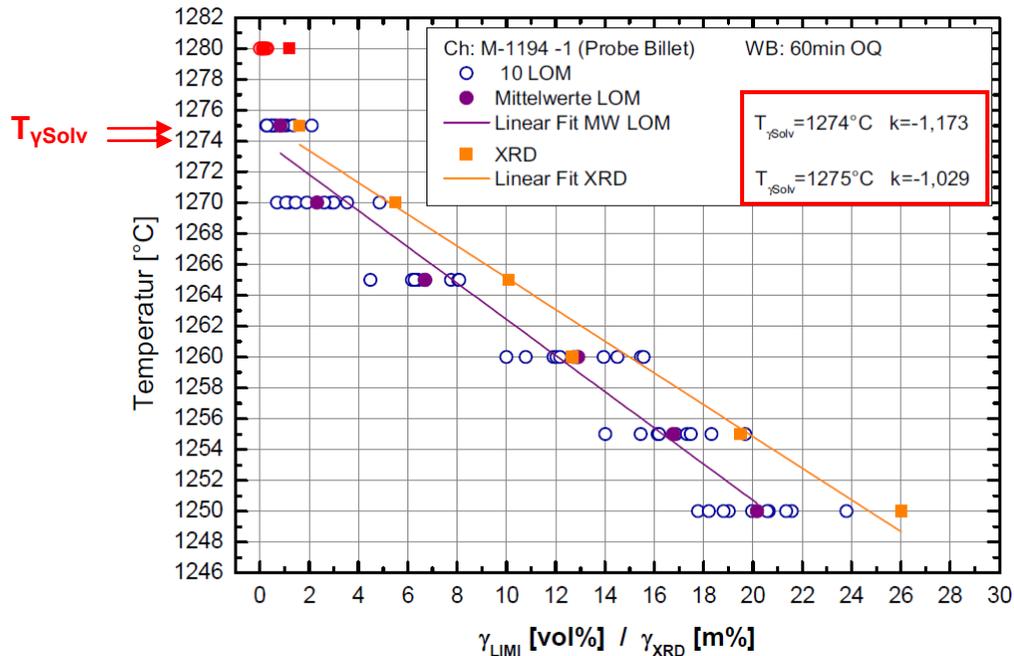


**Abb. 4.37:** *PO Spherical Harmonics* mit der Einstellung: *Order 4*.

Diese Einstellung wird verwendet, um Vorzugsorientierungen einer Phase bei der Auswertung der Peaks zu erfassen [59]. Sind viele Vorzugsorientierungen zu erwarten, kann der Grad („*Order*“) dementsprechend eingestellt werden. Bei der XRD-Auswertung wurden die *Spherical Harmonics (SH)* vom Grad 2 und 4 benützt. Jene Einstellung, die zu einem besseren Fit der Peaks führte, wurde für die Auswertung verwendet:

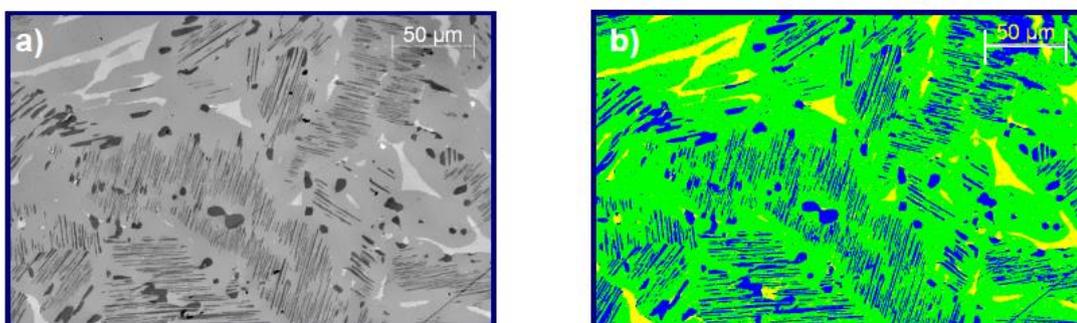
Probe	B_K1	B_K2	B_K3	B_K4	B_K5	B_K6	B_K7
(SH) Grad	2	4	2	2	4	2	4

In **Abb. 4.38** sind die  $\gamma$ -Werte aus XRD- und LIM-Analyse in vol% und m% eingetragen. Es sind sowohl die einzelnen  $\gamma_{\text{LIM}}$ -Werte eingetragen, als auch deren Mittelwerte, um einen Überblick zu bekommen, wie weit die Ergebnisse streuen. Die lineare Regression wurde an den LIM-Mittelwerten durchgeführt. In den LIM-Aufnahmen der Probe B\_K1 ist kaum eine  $\gamma$ -Phase zu erkennen, d.h.  $T_{\gamma\text{Solv}}$  wurde hier bereits überschritten. Um die Gerade nicht nach oben hin zu einer höheren Steigung und höheren  $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Werten zu verzerren werden diese Daten für die Regression nicht verwendet (siehe rot markierte Daten bei 1275°C in **Abb. 4.38**). Die im LIM und XRD noch gemessenen  $\gamma$ -Anteile stammen von Bereichen, in denen durch Seigerungen eine höhere  $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Temperatur vorliegt und vereinzelt noch geringe Anteile an  $\gamma$ -Phase vorkommen.



**Abb. 4.38:** Phasenanteilsdiagramm zur Bestimmung von  $T_{\gamma\text{SolV}}$  mittels LIMI- und XRD-Daten am geHIPten Billet.

Über die LIMI-Daten wird eine  $T_{\gamma\text{SolV}}$ -Temperatur von  $1274^{\circ}\text{C}$  bei einer Steigung  $k$  von  $-1,17^{\circ}\text{C}/\text{vol}\%$  bestimmt. Aus den XRD-Daten erhält man eine Steigung von  $-1,03^{\circ}\text{C}/\text{m}\%$  mit  $T_{\gamma\text{SolV}}$  von  $1275^{\circ}\text{C}$ . Die Abweichung des  $\gamma$ -Anteils aus XRD- und LIMI-Analyse nimmt mit geringer werdendem  $\gamma$ -Gehalt ab. Da alle Proben im Öl abgeschreckt wurden stammt die Differenz nicht von ausgeschiedenen sekundären  $\gamma$ -Lamellen, sondern von primären  $\gamma$ -Lamellen, die bereits im geHIPten Zustand vorlagen. Die Mikrostruktur des HIP-Gefüges besteht zum großen Teil aus lamellarer  $\gamma$ -Phase, wie in **Abb. 4.39** zu erkennen ist. Während die groben Lamellen im LIMI ausgewertet werden, können die feinen Lamellen in den Kolonien optisch nicht gänzlich erfasst werden. Der  $\gamma_{\text{LIMI}}$ -Anteil im Gefüge wird daher unterschätzt.



**Abb. 4.39:** Probe B\_K7: a) LIMI-Aufnahme und b) farbcodiertes Gefügebild mit zugeordneter Mikrostruktur: ■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma_g$ , ■... $\beta_0$ . Bereiche mit feinen  $\gamma$ -Lamellen sind maschinell nicht zur Gänze aufschlüsselbar. Folglich wird der  $\gamma$ -Anteil im Gefüge unterschätzt.

Je geringer der  $\gamma$ -Phasengehalt im Gefüge ist, desto weniger  $\gamma$ -Lamellen befinden sich in den  $\alpha_2$ -Körnern und desto geringer wird die Abweichung bei der Auswertung zwischen LIMI- und XRD-Analyse. Dieser Effekt führt dazu, dass im Phasenanteilsdiagramm in **Abb. 4.38** annähernd dieselbe  $T_{\gamma\text{Solv}}$  bestimmt wird, die Steigung der LIMI-Geraden aber steiler ist.

#### 4.4.2 Schmiedegrat af2 (Route II)

Da die Probe af2 dieselbe Chemie wie das Billet besitzt, werden dieselben Glühtemperaturen verwendet. Die Auswertung der XRD-Daten im Programm Topas wurde mit der Vorzugsorientierung  $(0001)_{\alpha_2}$  in der  $\alpha_2$ -Phase durchgeführt, weil die Proben im geschmiedeten Zustand vorliegen und demnach eine Schmiedetextur besitzen. Während der Auswertung im LIMI stellte sich heraus, dass im Schmiedegrat starke Seigerungen vorliegen. Die Auswertung im Phasenanteilsdiagramm (**Abb. 4.40** und **Abb. 4.41**) zeigt am Beispiel der Probe af2\_K7 und af2\_K5 wie stark die  $\gamma$ -Anteile dadurch im Gefüge streuen. Es wird zwar eine ähnliche Umwandlungstemperatur  $T_{\gamma\text{Solv}}$  wie für die Billet-Proben bestimmt (da  $T_{\gamma\text{Solv}}$  von der chemischen Zusammensetzung abhängt), aber durch eine inhomogene Verteilung der  $\gamma$ -Phase im Gefüge werden die Regressionsgeraden der LIMI- und XRD-Daten stark verzerrt, sodass Steigungen von  $-2,23^\circ\text{C}/\text{vol}\%$  bis  $-1,91^\circ\text{C}/\text{m}\%$  entstehen. Auch durch Entfernen der größten Ausreißer im Datensatz der LIMI-Untersuchung bleibt die Steigung mit  $-1,77^\circ\text{C}/\text{vol}\%$  zu steil. Aufgrund der starken Streuung ist es schwer möglich repräsentative Bereiche der Mikrostruktur für die LIMI-Analyse zu finden.

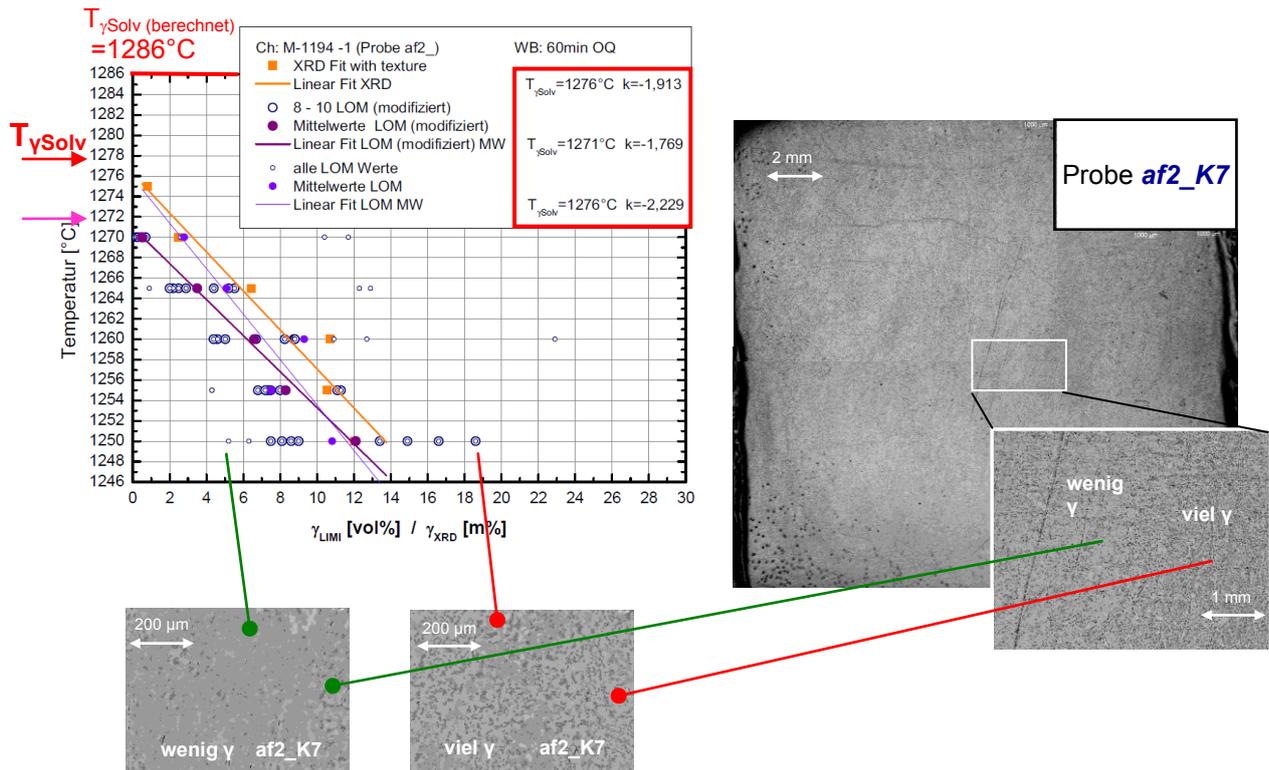


Abb. 4.40: Phasenanteilsdiagramm mit LIMI-Aufnahmen der Probe af2\_K7, die eine starke Streuung bei der Phasenauswertung zeigt.

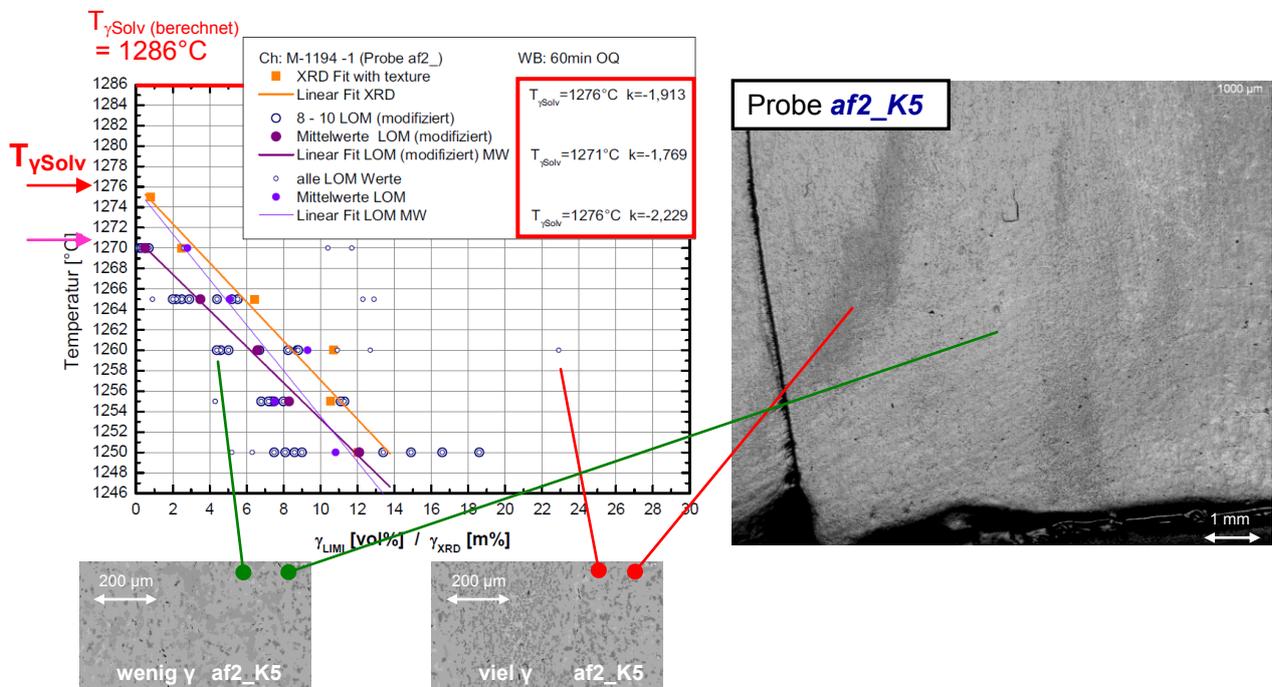


Abb. 4.41: Phasenanteilsdiagramm mit LIMI-Aufnahmen der Probe af2\_K5, die eine starke Streuung bei der Phasenauswertung zeigt.

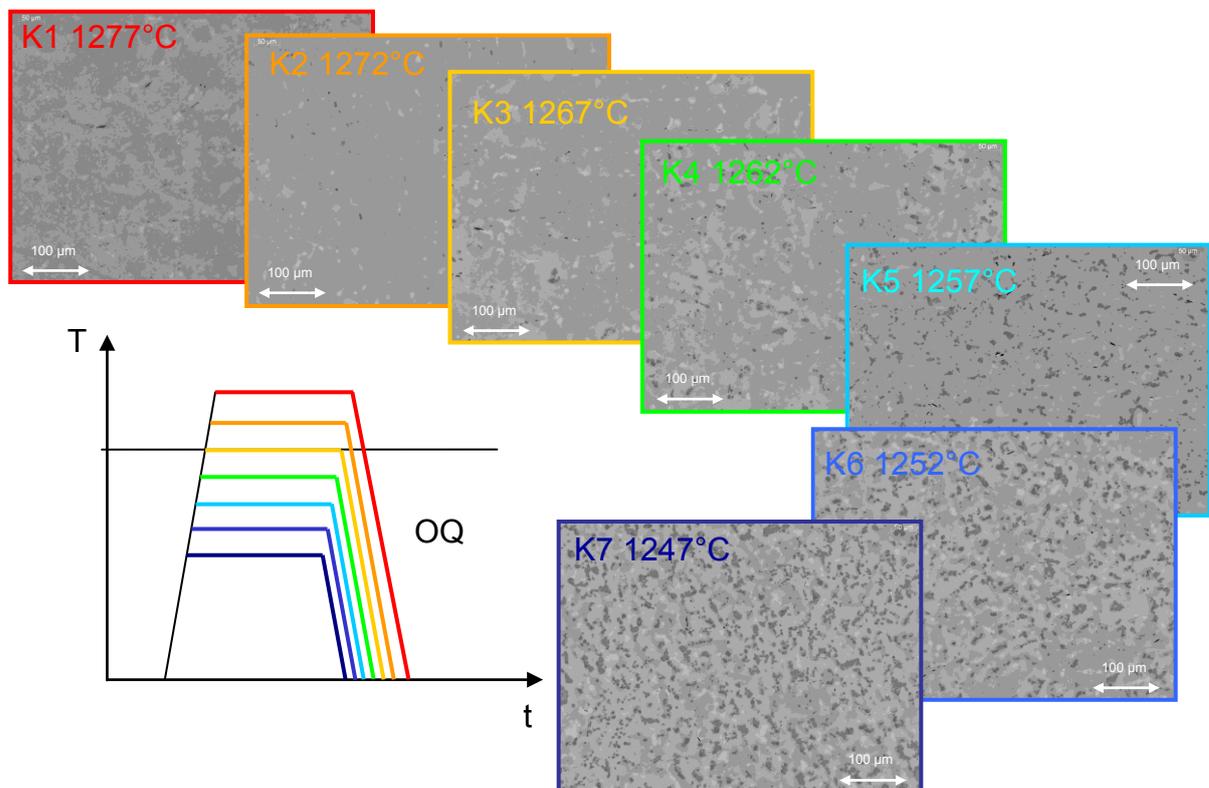
#### 4.4.3 Schmiedegrat af3 (Route III)

Aus der Chemie in **Tab. 3.2** wurde  $T_{\gamma\text{Solv(berechnet)}}$  mit  $1252^\circ\text{C}$  für die Gratprobe af3 der Route III bestimmt, um im Anschluss die Vorversuchsprobe  $10^\circ\text{C}$  unter  $T_{\gamma\text{Solv(berechnet)}}$  bei  $1242^\circ\text{C}$  zu glühen. Eine LIMI-Analyse zeigte rund 22 vol% globulare  $\gamma$ -Phase im Gefüge. Mit dem Wissen, dass der tatsächliche  $\gamma$ -Anteil aufgrund möglicher nicht erfasster  $\gamma$ -Anteile etwas höher liegen kann, wurden ca. 25 vol%  $\gamma$ -Gehalt bei  $1242^\circ\text{C}$  Glüh Temperatur angenommen. Die  $T_{\gamma\text{Solv(VV)}}$  wurde demnach auf  $1242^\circ\text{C} + 25^\circ\text{C} = 1267^\circ\text{C}$  geschätzt. Um diese Temperatur wurden die sieben Glüh Temperaturen K1 bis K7 bestimmt, die in **Tab. 4.11** aufgelistet sind.

**Tab. 4.11:** Glüh Temperaturen K1 bis K7 zur Bestimmung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  an af3

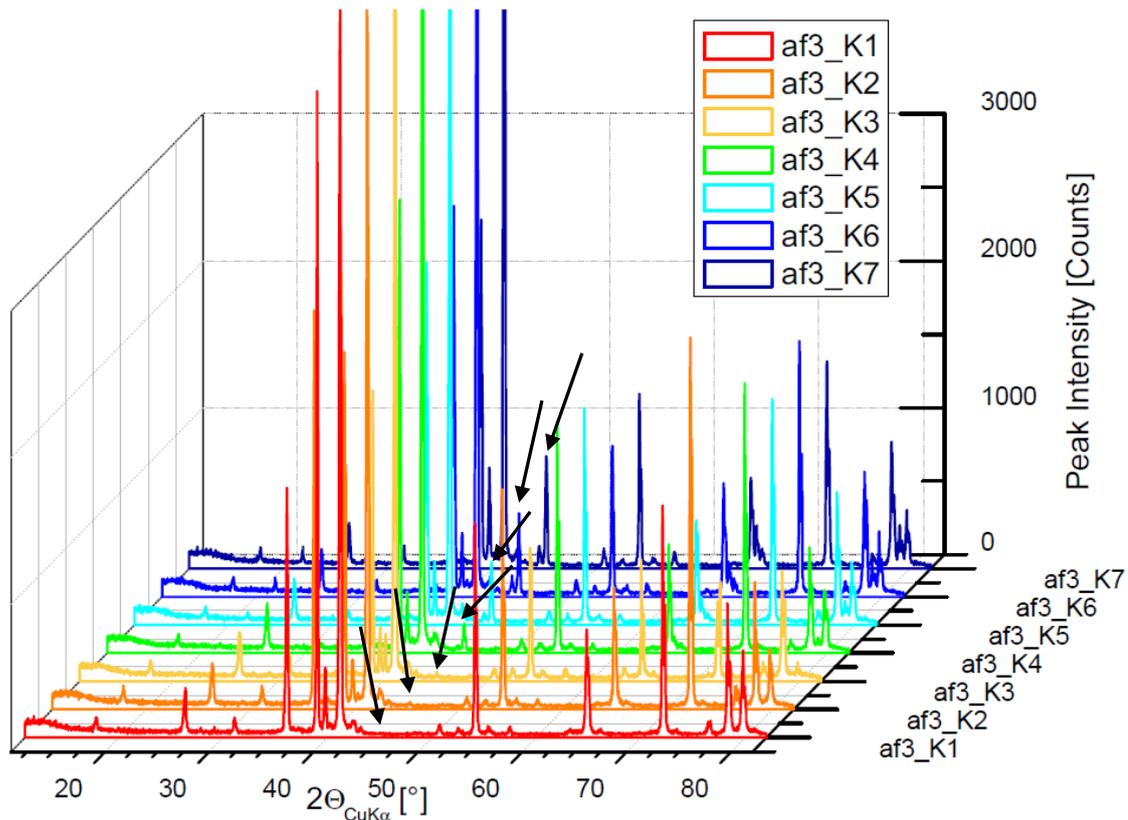
K1	$1277^\circ\text{C}$	OQ
K2	$1272^\circ\text{C}$	OQ
K3	$1267^\circ\text{C}$	OQ
K4	$1262^\circ\text{C}$	OQ
K5	$1257^\circ\text{C}$	OQ
K6	$1252^\circ\text{C}$	OQ
K7	$1247^\circ\text{C}$	OQ

Die repräsentativen LIMI-Bilder aus **Abb. 4.42** zeigen, dass mit zunehmender Glüh Temperatur der  $\gamma_g$ -Mikrostrukturanteil im Gefüge abnimmt.



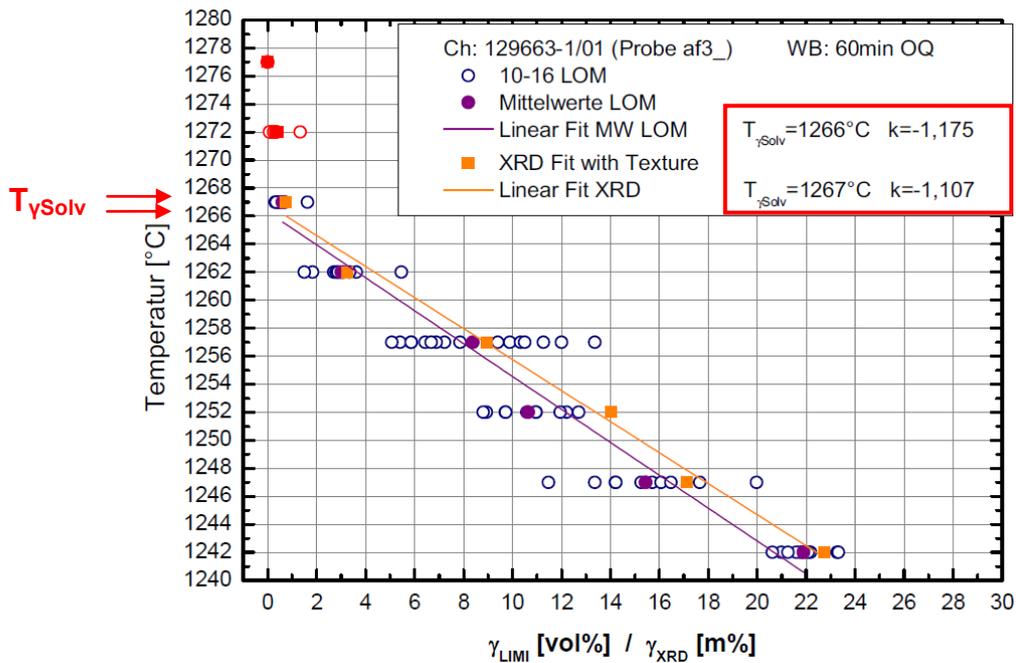
**Abb. 4.42:** LIMI-Bilder der Schmiedegrat-Probe af3 nach den Wärmebehandlungen bei den Glüh Temperaturen K1 bis K7.

Im geschmiedeten Gefüge der Route III kommt die  $\gamma$ -Phase ausschließlich in Form von globularen  $\gamma$ -Körnern vor. Vereinzelt können aber auch noch vergrößerte  $\gamma$ -Lamellen auftreten, die sich während dem Schmieden nicht vollständig zu globularer Gestalt eingeformt haben [20]. Die XRD-Rohdaten aller af3 Proben sind in **Abb. 4.43** dargestellt. Anhand des  $\gamma$ -Peaks bei etwa  $45^\circ$  (mit Pfeilen markiert) ist zu erkennen, dass mit zunehmender Glüh­temperatur der  $\gamma$ -Peak an Intensität verliert. Bei der Glüh­temperatur K1 ist kein Peak mehr auszumachen, wodurch in der Phasenanalyse der Probe af3\_K1 kein  $\gamma$ -Anteil erwartet wird.



**Abb. 4.43:** Gegenüberstellung der XRD-Spektren der af3 Proben von K1 bis K7. Die Pfeile deuten bei ca.  $45^\circ$  auf den stetig kleiner werdenden Peak der  $\gamma$ -Phase hin.

Die Rietveld-Analyse wurde wie für alle geschmiedeten Proben mit der  $(0001)_{\alpha_2}$ -Vorzugsorientierung der  $\alpha_2$ -Phase im Programm Topas ausgewertet. Die Ergebnisse der LIM- und XRD-Analyse ist in **Abb. 4.44** im Phasenanteilsdiagramm dargestellt. Die beiden obersten Datensätze im Diagramm (af3\_K1 und K2) wurden für die lineare Regression weggelassen (siehe rot markierte Datensätze bei  $1277^\circ\text{C}$  und  $1272^\circ\text{C}$ ), da die gemessenen  $\gamma$ -Werte sich im Bereich von 0 vol% befanden und demnach  $T_{\text{Soliv}}$  bereits überschritten wurde.



**Abb. 4.44:** Phasenteilsdiagramm zur Bestimmung von  $T_{\gamma_{Solv}}$  über LIMI- und XRD-Daten am Schmiedegrat af3.

Über die LIMI-Daten wird eine  $T_{\gamma_{Solv}}$ -Temperatur von  $1266^{\circ}\text{C}$  bei einer Steigung von  $k=-1,18^{\circ}\text{C}/\text{vol}\%$  bestimmt, aus den XRD-Daten erhält man eine Steigung von  $k=-1,11^{\circ}\text{C}/\text{m}\%$  mit  $T_{\gamma_{Solv}}=1267^{\circ}\text{C}$ . Ähnlich zur Billet-Probe konvergieren die Geraden zu einem gemeinsamen Schnittpunkt mit der Ordinatenachse, der  $T_{\gamma_{Solv}}$ -Temperatur. Auch hier besitzt die LIMI-Gerade einen steileren Abfall als die XRD-Gerade, da es zu Abweichungen der  $\gamma$ -Anteile aus XRD- und LIMI-Analyse kommt. Die Abweichung fällt im Vergleich zur Billet-Probe deutlich geringer aus, sodass hier die  $\gamma_{XRD}$ -Werte im Streubereich der  $\gamma_{LIMI}$ -Werte liegen. Grund dafür ist, dass die  $\gamma$ -Phase im Schmiedegrat als globulare  $\gamma$ -Phase vorkommt. Die Differenz wird auch hier durch die im LIMI optisch nicht auflösbaren, primären  $\gamma$ -Lamellen verursacht. Die Bildung von sekundären  $\gamma$ -Lamellen kann aufgrund der Ölabschreckung ausgeschlossen werden. Je geringer der  $\gamma$ -Phasenanteil im Gefüge wird, desto geringer wird der Unterschied aus XRD- und LIMI-Analyse, da auch weniger primäre  $\gamma$ -Lamellen im Gefüge auftreten.

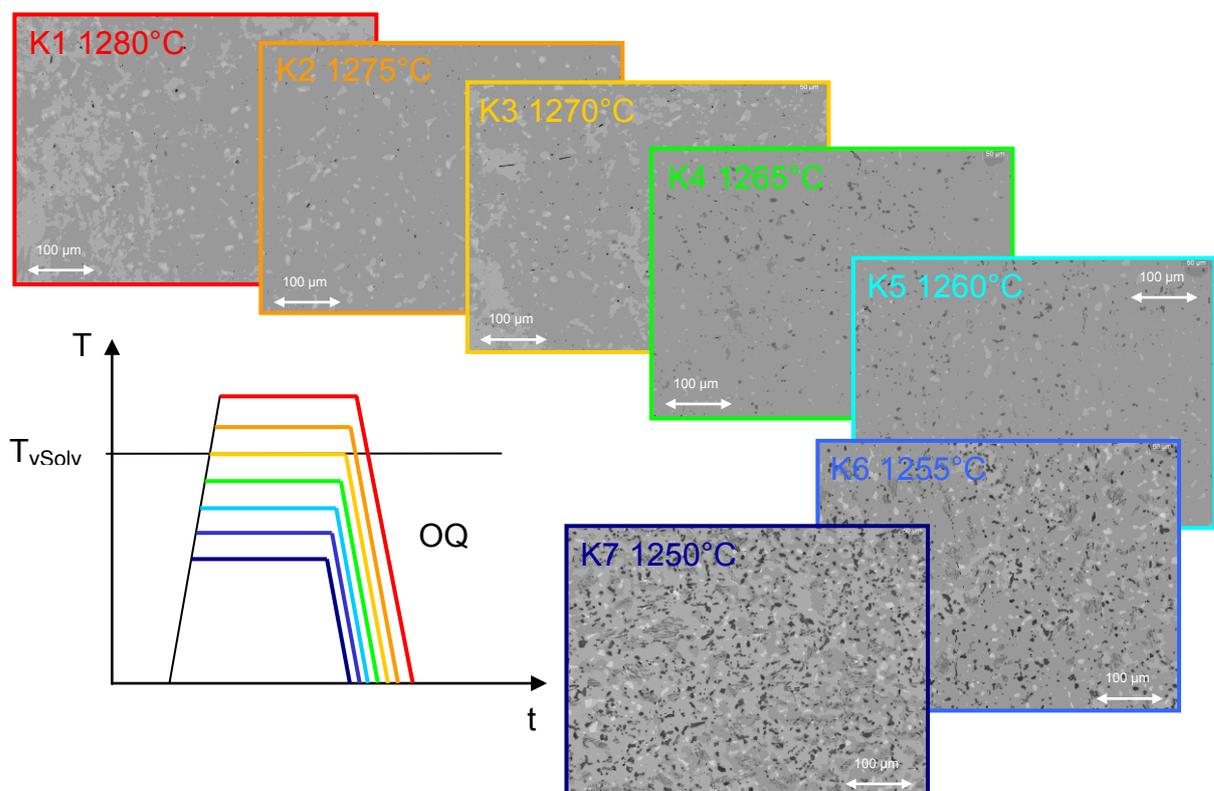
#### 4.4.4 Isotherm geschmiedeter *Pancake* af4 (Route IV)

Da es sich hier um eine Probe vom Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der MUL handelt, deren Mikrostruktur bereits untersucht wurde, konnte auf den Vorversuch verzichtet und die Glühtemperaturen K1 bis K7 laut **Tab. 4.12** direkt festgelegt werden.

**Tab. 4.12:** Glühtemperaturen K1 bis K7 zur Bestimmung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  an af4

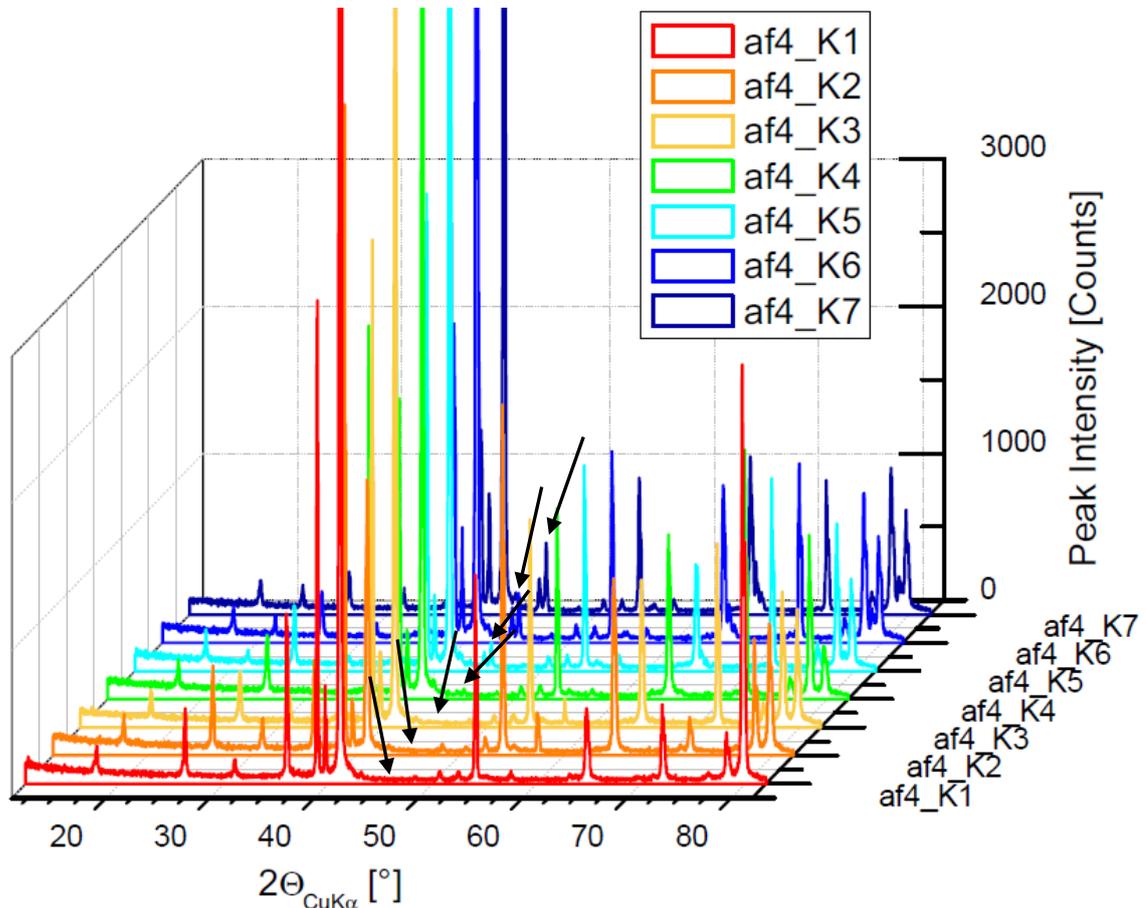
K1	1280°C	OQ
K2	1275°C	OQ
K3	1270°C	OQ
K4	1265°C	OQ
K5	1260°C	OQ
K6	1255°C	OQ
K7	1250°C	OQ

Die repräsentativen LIMI-Bilder aus **Abb. 4.45** zeigen den abnehmenden  $\gamma_{\text{g}}$ -Mikrostrukturanteil im Gefüge mit zunehmender Glühtemperaturen. Im *Pancake* kommt die  $\gamma$ -Phase zu einem Großteil als globulare  $\gamma$ -Körner vor. Es treten aber auch viele Bereiche mit primären  $\gamma$ -Lamellen auf, die während des Schmiedens nicht vollständig zu globularen Körnern rekristallisiert sind.



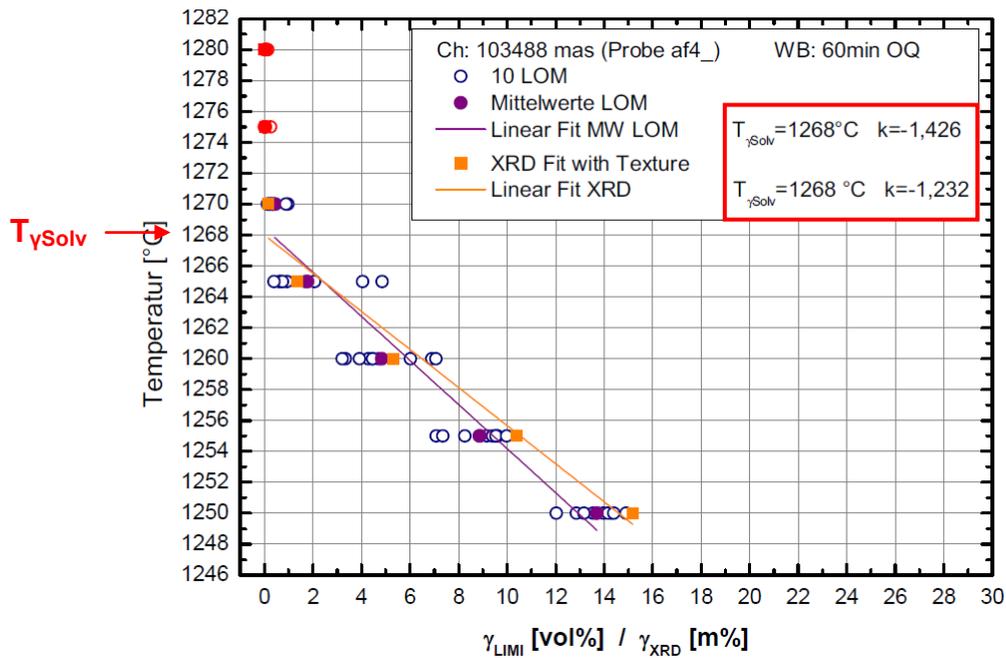
**Abb. 4.45:** LIMI-Bilder der Schmiedegrat-Probe af4 nach den Wärmebehandlungen bei den Glühtemperaturen K1 bis K7.

Die XRD-Rohdaten aller af4 Proben sind in **Abb. 4.46** dargestellt. Die  $\gamma$ -Peaks bei ca.  $45^\circ$  im XRD-Spektrum (mit Pfeilen markiert) zeigen, wie auch bei den Proben af3 und Billet, dass die Intensität mit steigender Glühtemperatur abnimmt. Bei den Glühtemperaturen K1 bis K3 ist kein Peak mehr zu erkennen. Daher wird in der Phasenanalyse ein  $\gamma$ -Anteil von 0 vol% erwartet.



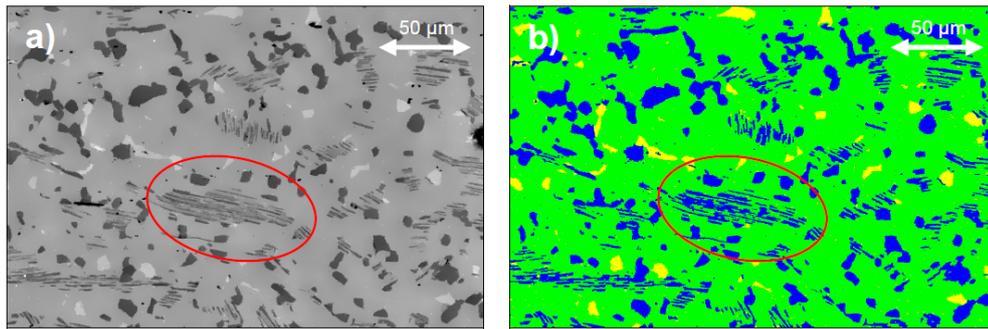
**Abb. 4.46:** Gegenüberstellung der XRD-Spektren der af4 Proben von K1 bis K7. Die Pfeile deuten bei ca.  $45^\circ$  auf den stetig kleiner werdenden Peak der  $\gamma$ -Phase hin.

Die Ergebnisse der LIM- und XRD-Analyse ist in **Abb. 4.47** im Phasenanteilsdiagramm dargestellt. Es werden wieder die obersten Datensätze af4\_K1 und K2 für die lineare Regression entfernt, da sich die  $\gamma$ -Anteile entsprechend den XRD-Daten in **Abb. 4.46** bereits im Bereich von 0 vol% befinden.



**Abb. 4.47:** Phasenanteilsdiagramm zur Bestimmung von  $T_{\gamma Solv}$  über LIMi- und XRD-Daten am *Pancake* af4.

Über die Auswertung der LIMi- und XRD-Daten wird in beiden Fällen eine  $T_{\gamma Solv}$  von  $1268^{\circ}\text{C}$  bei einer Steigung von  $-1,43^{\circ}\text{C}/\text{vol}\%$  ( $k_{LIMi}$ ) bzw.  $-1,23^{\circ}\text{C}/\text{m}\%$  ( $k_{XRD}$ ) bestimmt. Wie bei den vorherigen Proben konvergieren die Geraden zu einer gemeinsamen  $T_{\gamma Solv}$ -Temperatur. Die Abweichungen der  $\gamma$ -Mikrostrukturanteile zu den  $\gamma$ -Phasenanteilen sind im Vergleich zur Billetprobe ebenfalls geringer, da sich durch den Schmiedeprozess die  $\gamma$ -Lamellen über Rekristallisation globular einformen konnten. Vergleicht man aber das Gefüge mit der Gratprobe af3, fällt auf, dass es wesentlich mehr nicht-rekristallisierte Bereiche mit groben Restlamellen gibt (**Abb. 4.48**). Ursache dafür ist, dass der *Pancake* einen geringeren Umformgrad als ein Schmiedegrat besitzt, dadurch erhält die Legierung weniger Triebkraft zum globularen Einformen der  $\gamma$ -Lamellen, welche nach der Hochtemperaturglühung als Restlamellen zurückbleiben [20]. Die feinen  $\gamma$ -Restlamellen, die vom LIMi nicht erfasst oder bei der Bearbeitung im Adobe Photoshop maschinell nicht aufgeschlüsselt wurden, sorgen für eine Abweichung des  $\gamma$ -Gehalts in der LIMi-Analyse zur XRD-Analyse. Auch hier setzt sich die Tendenz fort: Je geringer der  $\gamma$ -Phasenanteil im Gefüge ist, desto geringer fällt die Abweichung zwischen XRD- und metallographischem Analyseverfahren aus, da weniger primäre  $\gamma$ -Lamellen im Gefüge auftreten.



**Abb. 4.48:** Probe af4\_K7: a) LIMM-Aufnahme und b) farbcodiertes Gefügebild mit zugeordneter Mikrostruktur: ■... $\alpha_2/\gamma$ , ■... $\gamma_g$ , ■... $\beta_o$ . Bereiche mit feinen  $\gamma$ -Lamellen sind maschinell nicht aufschlüsselbar, wodurch der  $\gamma$ -Anteil im Gefüge unterschätzt wird.

### Schlussfolgerung

Am Beispiel des Schmiedegrats af2, der starke Inhomogenitäten im Gefüge aufweist, konnte gezeigt werden, dass zur Bestimmung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  ein homogenes Gefüge notwendig ist, das bei den übrigen Proben vorhanden ist.

Bei der Bestimmung von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  über Regressionsgeraden im Phasenanteilsdiagramm stellt sich heraus, dass durch die konvergierenden Geraden aus LIMM- und XRD-Analyse nahezu dieselbe  $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Temperatur bestimmt wird. Durch nicht rekristallisierte Bereiche im Gefüge bleiben primäre  $\gamma$ -Lamellen aus dem Schmiedeprozess übrig, die im LIMM optisch, bzw. bei der Mikrostrukturauswertung im Analysis-Programm maschinell nicht aufgelöst werden können. Aus diesem Grund kommt es zu Abweichungen in der LIMM- und XRD-Analyse bei der Bestimmung der  $\gamma$ -Anteile. Die Auswertung in den Phasenanteilsdiagrammen zeigen aber, dass die  $\gamma_{\text{XRD}}$ -Werte größtenteils im Streubereich der  $\gamma_{\text{LIMM}}$ -Werte liegen. Mit geringerem  $\gamma$ -Phasengehalt in der Legierung wird der Anteil an primären  $\gamma$ -Lamellen im Gefüge geringer, womit auch der Messunterschied zwischen LIMM- und XRD-Analyse kleiner wird. Dies führt zu Regressionsgeraden mit unterschiedlichen Steigungen, aber einem gemeinsamen Schnittpunkt mit der Ordinatenachse bei  $T_{\gamma\text{Solv}}$ . Die geschmiedeten Proben (af3 und af4) weisen den geringsten Messunterschied zwischen Mikrostruktur- und Phasenanalyse auf, da die  $\gamma$ -Phase vorwiegend in Form von globularen  $\gamma$ -Körnern im Gefüge vorkommt, die sich während dem isothermen Schmiedeprozess gebildet haben.

## 4.5 Fehlerrechnung

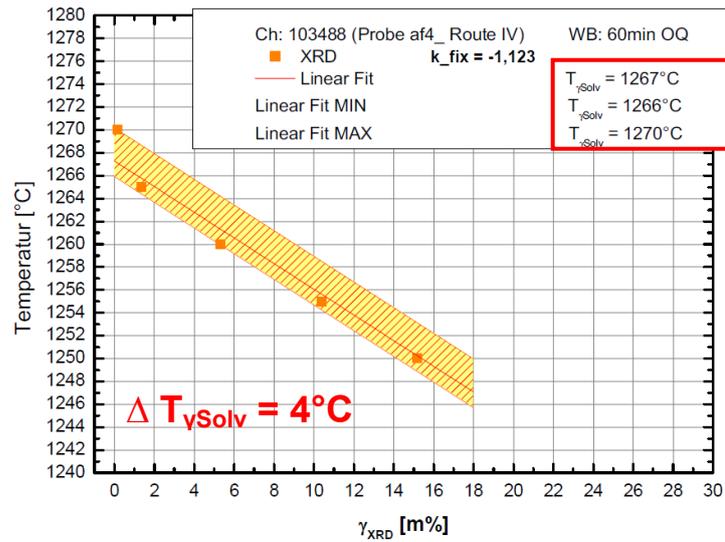
Aus den Steigungen der XRD-Regressionsgeraden wird die mittlere Steigung  $k_{\text{mittel}}$  bestimmt. Es werden die Steigungen der XRD-Regressionsgeraden verwendet, da die XRD-Analyse die repräsentativere Auswertemethode für den  $\gamma$ -Gehalt im Gefüge darstellt (siehe Kap. 4.3.4). Bei Kenntnis von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  einer Charge und der Steigung  $k$  kann über eine lineare Gleichung die Temperatur zur Hochtemperaturglühung bestimmt werden, mit welcher der  $\gamma$ -Phasengehalt in einer TNM-Legierung eingestellt wird [20]. Um z.B. 10 m%  $\gamma$ -Phase im Gefüge einzustellen, muss bei einer Temperatur  $T$  geblüht werden, die sich aus der linearen Gleichung  $T = k_{\text{mittel}} \cdot \gamma[\text{m}\%] + T_{\gamma\text{Solv}}$  ergibt, in welcher für  $\gamma$  der Phasenanteil in m% eingesetzt wird. Für die Berechnung der mittleren Steigung  $k_{\text{mittel}}$  werden die Steigungen der XRD-Regressionsgeraden von den Proben HIP Billet, dem Schmiedegrat af3 und dem *Pancake* af4 verwendet. Der Schmiedegrat af2 wird aufgrund seiner Inhomogenität nicht verwendet. Die einzelnen Steigungen und der berechnete Mittelwert  $k_{\text{mittel}}$  lauten:

$k_{\text{HIP Billet}}$	$k_{\text{af3 Grat}}$	$k_{\text{af4 Pancake}}$
-1,029	-1,107	-1,232

$$k_{\text{mittel}} = \frac{k_{\text{HIPBillet}} + k_{\text{af3_Grat}} + k_{\text{af4_Pancake}}}{3} = -1,123 \pm 0,1$$

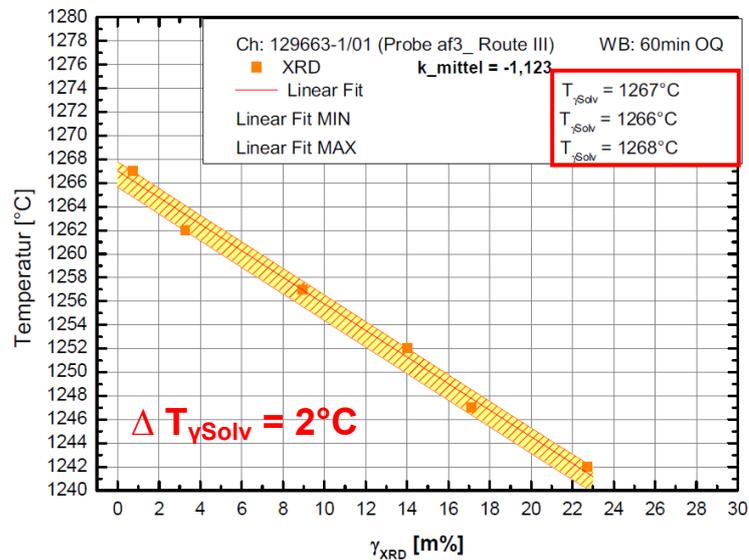
Die XRD-Daten werden mit dieser mittleren Steigung neu gefittet. Aufgrund der geringen Abweichung von  $\pm 0,1$ , werden mit der mittleren Steigung für jede Probe annähernd dieselben Umwandlungstemperaturen  $T_{\gamma\text{Solv}}$  bestimmt.

In **Abb. 4.49** bis **Abb. 4.51** sind die Auswertungen der XRD-Daten mit der mittleren Steigung  $k_{\text{mittel}} = -1,123$  dargestellt. Da diese Steigung für alle Proben bei der Auswertung fixiert wurde, wird sie als  $k_{\text{fix}}$  bezeichnet. Man erkennt, dass durch den Normalabstand der XRD-Daten zur Regressionsgeraden ein Streubereich entsteht. In **Abb. 4.49** beträgt die Streuung der *Pancake*-Probe ca. 4°C. D.h. würde nur einer dieser fünf angegebenen XRD-Datensätze mit der Steigung  $k_{\text{fix}}$  linear gefittet werden, würde man auf einen  $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Wert kommen, der zwischen 1266°C und 1270°C liegt.



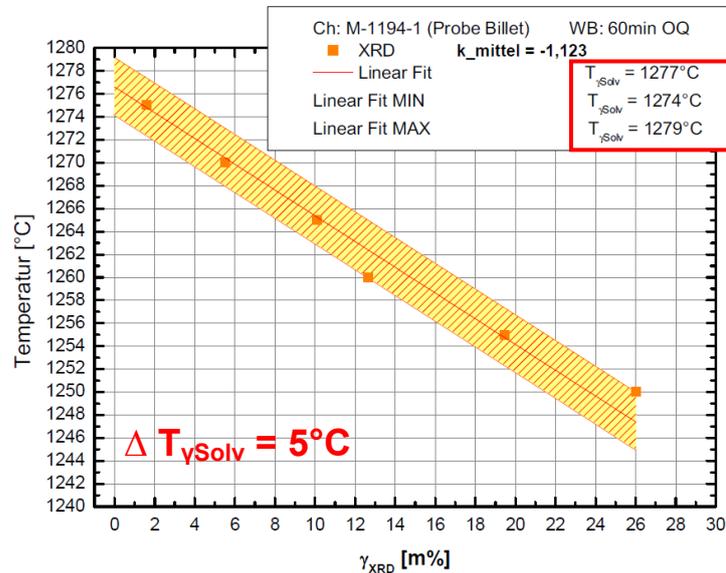
**Abb. 4.49:** Streubereich der  $T_{ySolv}$ -Ergebnisse für die *Pancake*-Probe af4 (Route IV).

Die Fehlerrechnung für die Schmiedegratprobe af3 in **Abb. 4.50** ergibt einen Streubereich von  $2^{\circ}\text{C}$ . Da die XRD-Daten hier sehr nahe beieinander liegen, werden Umwandlungstemperaturen ( $T_{ySolv}$ ) im Bereich von  $1266^{\circ}\text{C}$  bis  $1268^{\circ}\text{C}$  ermittelt.



**Abb. 4.50:** Streubereich der  $T_{ySolv}$ -Ergebnisse für den Schmiedegrat af3 (Route III).

Die Fehlerrechnung für die Billetprobe (**Abb. 4.51**) ergibt einen Streubereich von 5°C, da die XRD-Daten von der Regressionsgeraden weiter abweichen. Die minimale  $T_{\text{ySolv}}$ -Temperatur beträgt 1274°C, die maximale 1279°C.



**Abb. 4.51:** Streubereich der  $T_{\text{ySolv}}$ -Ergebnisse für die Billetprobe.

Die Fehlerrechnung dient dazu, einen Eindruck zu bekommen, wie weit man von der  $T_{\text{ySolv}}$ -Temperatur, die in Kap. 4.4 für die einzelnen Proben bestimmt wurde, abweichen kann, wenn eine geringere Anzahl an Datensätze ausgewertet wird. Da die Steigung mit  $k_{\text{mittel}}$  fixiert wurde, hängt die Genauigkeit der Auswertung von der Anzahl der verwendeten Daten ab. Je mehr XRD-Daten im Diagramm für die lineare Regression zur Verfügung stehen, desto genauer wird  $T_{\text{ySolv}}$  ermittelt.

## 5 Zusammenfassung

In der vorliegenden Diplomarbeit konnte gezeigt werden, dass durch Ölabschreckung und Luftabkühlung mit Kühlluftgebläse die Bildung von  $\gamma$ -Lamellen nach der Rex.glühung verhindert werden kann; vorausgesetzt, die Abkühlung findet rasch genug statt, dass lamellare  $\gamma$ -Ausscheidungen in den  $\alpha_2/\gamma$ -Kolonien unterdrückt werden. Dadurch erreicht man, dass die  $\gamma$ -Phase im Gefüge nach der Rex.glühung nahezu ausschließlich in globularer Form vorkommt, wodurch bei der Auswertung des  $\gamma$ -Gehalts die Mikrostruktur- und Phasenanalyse vergleichbare Werte liefern. Die Mikrostrukturanalyse wurde mittels LIMi, die Phasenanalyse mittels XRD durchgeführt. Die Auswertung der XRD-Rohdaten über die Rietveld-Analyse verlangt genaue Kenntnisse über die Struktur und Chemie der einzelnen Phasen, aber auch über deren Vorzugsorientierungen. Aus diesem Grund wurde zur Abklärung eine Texturanalyse an den Schmiedegraten durchgeführt. Aus den Ergebnissen wurde eine Vorzugsorientierung der (0001)-Ebene in der  $\alpha_2$ -Phase entlang der Fließrichtung des Schmiedegrats ermittelt.

Bei einer Gegenüberstellung der LIMi- mit den XRD-Ergebnissen einer Versuchsreihe mit Schmiedegraten, die im wärmebehandelten Zustand (Rex.Glühung mit anschließender *Fan Air Cooling*) von der MTU geliefert wurden, konnte eine Abweichung der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase festgestellt werden, die zum größten Teil von sekundären  $\gamma$ -Lamellen stammt. Da die Schmiedegrate im Herstellungsprozess nahe beieinander liegen und sich durch Wärmestrahlung gegenseitig erwärmen, kann dies die FAC-Abkühlung soweit verlangsamen, dass sich  $\gamma$ -Lamellen ausscheiden [11]. Die Abkühlversuche in dieser Arbeit haben allerdings gezeigt, dass FAC-Abkühlung bei ausreichender Geschwindigkeit in der Lage ist die  $\gamma$ -Lamellenausscheidung in den Schmiedegraten zu verhindern. Die hier auftretenden Abweichungen des  $\gamma$ -Gehalts aus der LIMi- und XRD-Analyse sind allerdings nicht auf sekundäre, sondern auf primäre  $\gamma$ -Lamellen zurückzuführen, die aus dem Ursprungsgefüge erhalten geblieben sind.

Zur Bestimmung der Umwandlungstemperatur  $T_{\gamma\text{Solv}}$  wurde ein Phasenanteilsdiagramm für die  $\gamma$ -Phase erstellt, in welchem die  $\gamma$ -Gehalte aus den LIMi- und XRD-Untersuchungen eingetragen wurden. Über eine lineare Regression der Daten konnte die  $T_{\gamma\text{Solv}}$  bestimmt werden. Es stellt sich heraus, dass die Abweichung zwischen  $\gamma_{\text{XRD}}$ - und  $\gamma_{\text{LIMi}}$ -Anteil mit zunehmendem  $\gamma$ -Gehalt im Gefüge größer wird. Dies ist hier auch auf primäre  $\gamma$ -Lamellen zurückzuführen, die im LIMi optisch nicht erfasst werden. Der Anteil dieser Lamellen am gesamten  $\gamma$ -Phasenanteil wird mit zunehmendem  $\gamma$ -Gehalt ebenfalls größer. Aus diesem Grund erhält man bei einem  $\gamma$ -

Gehalt von 5 vol% eine geringere Abweichung der LIM- und XRD-Analyse als bei 20 vol%. Die Steigungen der Regressionsgeraden, die mittels LIM-Daten ausgewertet wurden, werden damit auch größer als jene Geraden, die mittels XRD-Daten ausgewertet wurden. Beide Geraden verlaufen aber zu einem gemeinsamen Schnittpunkt, der  $T_{\gamma\text{Solv}}$ -Temperatur. Die Steigungen der XRD-Regressionsgeraden wurden verwendet, um eine mittlere Steigung  $k_{\text{mittel}}$  für die in dieser Arbeit verwendeten Legierungen zu berechnen. Bei Kenntnis von  $T_{\gamma\text{Solv}}$  und  $k_{\text{mittel}}$  ist es möglich über eine Lineargleichung  $T = k_{\text{mittel}} \cdot \gamma[\text{m}\%] + T_{\gamma\text{Solv}}$  die Glühtemperatur  $T$  zu bestimmen, um das Gefüge auf einen geforderten  $\gamma$ -Gehalt einzustellen.

Die XRD-Analyse stellt eine repräsentative Auswertemethode zur Bestimmung des  $\gamma$ -Mikrostrukturanteils dar, wenn Abkühlraten nach der Rex.Glühung realisiert werden, die eine Unterdrückung der  $\gamma$ -Lamellenbildung ermöglichen. Der Vorteil dieser Auswertemethode liegt in der schnelleren Auswertzeit, der größeren Messfläche und der Automatisierbarkeit des Auswerteprozesses. Für eine genaue quantitative Phasenanalyse ist aber die Wahl der Parameter bei der Rietveld-Auswertung von entscheidender Bedeutung, um ein möglichst exaktes Ergebnis zu erhalten.

## 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, H. Kestler, Processing and applications of intermetallic  $\gamma$ -TiAl based alloys, *Advanced Engineering Materials*, 2 (2000) 551–570.
- [3] Y.W. Kim, H. Clemens, A.H. Rosenberger, *Gamma Titanium Aluminides 2003*, TMS, Warrendale, (2003).
- [4] Y.W. Kim, D. Morris, R. Yang, C. Leyens, *Structural Aluminides for elevated temperature applications*, TMS, Warrendale, (2008).
- [5] H. Clemens, W. Wallgram, S. Kremmer, V. Güther, A. Otto, A. Bartels, Design of novel  $\beta$ -solidifying TiAl alloys with adjustable  $\beta/\beta_2$ -phase fraction and excellent hot-workability, *Advanced Engineering Materials*, 10 (2008) 707–713.
- [6] H. Clemens, *Intermetallische Werkstoffe für Anwendungen in Automobil- und Flugzeugtriebwerken*, Berg- und Hüttenmännische Monatshefte (BHM), 153 (2008) 337–341.
- [7] 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.
- [8] H. Clemens, S. Mayer, *Intermetallische  $\gamma$ -Titanaluminid-Basislegierungen aus metallographischer Sicht - eine Fortsetzung*, *Praktische Metallographie*, 48 (2011) 64–100.
- [9] M. Schloffer, F. Iqbal, H. Gabrisch, E. Schwaighofer, F.P. Schimansky, S. Mayer, et al., Microstructure development and hardness of a powder metallurgical multi phase  $\gamma$ -TiAl based alloy, *Intermetallics*, 22 (2012) 231–240.
- [10] M. Schloffer, *Gefüge und Eigenschaften der intermetallischen TNM-Legierung*, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2013.
- [11] M. Schloffer, S. Mayer, H. Clemens, Private Communication, Montanuniversität Leoben, 2013.
- [12] M. Peters, J. Hemptenmacher, J. Kumpfert, C. Leyens, Titan und Titanlegierungen - Struktur, Gefüge, Eigenschaften, in M. Peters und C. Leyens (eds.), „Titan und Titanlegierungen“, WILEY-VCH, Weinheim, 2002, p. 1–37.

- [13] V. Küstner, Untersuchungen zur Gefügebildung bei der Erstarrung von  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen unterschiedlicher Konstitution, Dissertation, Technische Fakultät der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 2003.
- [14] W. Wallgram, Charakterisierung einer  $\beta$ -erstarrenden  $\gamma$ -Titanaluminid Basislegierung für Strahltriebwerksanwendungen, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2012.
- [15] E. Schwaighofer, Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften gegossener und heißisostatisch gepresster TNM-Legierungen, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2010.
- [16] H.F. Chladil, H. Clemens, A. Otto, V. Güther, S. Kremmer, A. Bartels, et al., Charakterisierung einer  $\beta$ -erstarrenden  $\gamma$ -TiAl-Basislegierung, Berg- und Hüttenmännische Monatshefte (BHM), 151 (2006) 356–361.
- [17] R. Schnitzer, H.F. Chladil, C. Scheu, H. Clemens, S. Bystrzanowski, A. Bartels, et al., The production of lamellar microstructures in intermetallic TiAl alloys and their characterisation, Praktische Metallographie, 44 (2007) 430–442.
- [18] 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, International Journal of Materials Research, 102 (2011) 703–708.
- [19] M. Blackburn, in R.I. Jaffee, N.E. Promisel (eds) „The Science, Technology and Application of Titanium“, Pergamon Press Ltd., Oxford, 1970, p. 633–643.
- [20] M. Schloffer, Charakterisierung der Mikrostrukturentwicklung von „hot-die“ geschmiedetem TNM-Titanaluminid, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2010.
- [21] B. Böck, Untersuchung und Verifizierung des quasibinären Zustandsdiagramms für  $\beta$ -erstarrende TNM-Legierungen auf Basis von Ti-(41-45)Al-4Nb-1Mo-0.1B, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2008.
- [22] T. Schmoelzer, S. Mayer, C. Sailer, F. Haupt, V. Güther, P. Staron, K.-D. Liss, H. Clemens, In situ diffraction experiments for the investigation of phase fractions and ordering temperatures in Ti-44 at% Al-(3-7) at% Mo alloys, Advanced Engineering Materials, 13 (2011) 306–311.
- [23] R. Kainuma, Y. Fujita, H. Mitsui, I. Ohnuma, K. Ishida, Phase equilibria among  $\alpha$  (hcp),  $\beta$  (bcc) and  $\gamma$  (L10) phases in Ti-Al base ternary alloys, Intermetallics, 8 (2000) 855–867.

- [24] H. Kestler, H. Clemens, Production, processing and applications of  $\gamma$ -TiAl based alloys, in Ch. Leyens, M. Peters (eds.), „Titanium and Titanium Alloys”, WILEY-VCH, Weinheim, 2003, p. 351–392.
- [25] H. Chladil, Entwicklung und Charakterisierung von hoch Niob-haltigen  $\gamma$ -Titanaluminid Legierungen, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [26] 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.
- [27] V. Küstner, M. Oehring, A. Chatterjee, V. Güther, H.G. Brokmeier, H. Clemens, et al., An investigation of microstructure formation during solidification of gamma titanium aluminide alloys, in Y.W. Kim, H. Clemens, A.H. Rosenberger (eds.), *Gamma Titanium Aluminides 2003*, TMS, Warrendale, (2003) 89–96.
- [28] N. Saunders, Phase equilibria in multi-component  $\gamma$ -TiAl based alloys, in Y.W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto (eds.), *Gamma Titanium Aluminides 1999*, TMS, Warrendale, (1999) 183–188.
- [29] R. Werner, M. Schloffer, E. Schwaighofer, H. Clemens, S. Mayer, Thermodynamic calculations of phase equilibria and phase fractions of a  $\beta$ -solidifying TiAl alloy using the CALPHAD approach, *Materials Research Society Symposia Proceedings*, 1516 (2013) 59–64.
- [30] H. Clemens, B. Böck, W. Wallgram, T. Schmoelzer, L.M. Droessler, G.A. Zickler, et al., Advanced intermetallic-based alloys for extreme environment and energy applications, in M. Palm, B.P. Bewlay, M. Takeyama, J.M.K. Wiezorek, Y.H. He (eds.), *Materials Research Society Symposia Proceedings*, 1128, Warrendale, (2009).
- [31] I. Watson, K.D. Liss, et al., In-situ characterization of a Nb and Mo containing  $\gamma$ -TiAl based alloy using neutron diffraction and high-temperature microscopy, *Advanced Engineering Materials*, 11 (2009) 932–945.
- [32] E. Schwaighofer, M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, J. Lindemann, V. Guether, et al., Influence of heat treatments on the microstructure of a multi-phase titanium aluminide alloy, *Praktische Metallographie*, 49 (2012) 124–137.
- [33] G. Gottstein, „Physikalische Grundlagen der Materialkunde“, Springer, Berlin Heidelberg, 3, 2007.
- [34] A. Bartels, C. Koeppe, H. Mecking, Microstructure and properties of Ti-48Al-2Cr after thermomechanical treatment, *Material Science and Engineering A*, 192(1) (1995) 226–232.

- [35] C. Koepe, A. Bartels, H. Clemens, P. Schretter, W. Glatz, Optimizing the properties of TiAl sheet material for application in heat protection shields or propulsion systems, *Material Science and Engineering A*, 201 (1995) 182–193.
- [36] Y.W. Kim, Effects of microstructure on the deformation and fracture of  $\gamma$ -TiAl alloys, *Material Science and Engineering A*, 192 (1995) 519–533.
- [37] F. Appel, M. Oehring,  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen: Legierungsentwicklung und Eigenschaften, in Ch. Leyens, M. Peters (eds.), „Titan und Titanlegierungen“, WILEY-VCH, Weinheim, 2002, p. 39–104.
- [38] L.M. Droessler, T. Schmoelzer, W. Wallgram, L. Cha, G. Das, H. Clemens, Microstructure and tensile ductility of a Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B alloy, *Materials Research Society Symposia Proceedings*, Warrendale, (2008) 121–126.
- [39] S. Mayer, E. Schwaighofer, M. Schloffer, H. Clemens, The use of in situ characterization techniques for the development of intermetallic titanium aluminides, *Materials Science Forum*, 783-786 (2014) 2097–2102.
- [40] M. Schloffer, T. Schmoelzer, S. Mayer, E. Schwaighofer, G. Hawranek, F.P. Schimansky, et al., The characterisation of a powder metallurgically manufactured TNM<sup>TM</sup> titanium aluminide alloy using complimentary quantitative methods, *Praktische Metallographie*, 48 (2011) 594–604.
- [41] Y.Q. Sun, Surface relief and the displacive transformation to the lamellar microstructure in TiAl, *Philosophical Magazine Letters*, 78 (1998) 297–305.
- [42] B.D. Cullity, S.R. Stock, Diffraction II: Intensities of Diffracted Beams, in „Elements of X-Ray Diffraction“, Prentice Hall, New Jersey, 2001, p. 123–166.
- [43] T. Westphal, Quantitative Rietveld-Analyse von amorphen Materialien, Dissertation, Martin-Luther-Universität, 2007.
- [44] B. Sartory, „Topas (Rietveld) Schulung am Department für Metallkunde“, Videovortrag, Montanuniversität Leoben, 2012.
- [45] B.D. Cullity, S.R. Stock, Structure of Polycrystalline Aggregates, in „Elements of X-Ray Diffraction“, Prentice Hall, New Jersey, 2001, p. 385–435.
- [46] J. Keckes, „Feinstruktur und Beugungsverfahren: Texture and Anisotropy“, Lehrveranstaltung, Montanuniversität Leoben, 2010.
- [47] T. Maitland, S. Sitzman, Electron Back Scatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples, in W. Zhou und Z.L. Wang (eds.), „Scanning Microscopy for Nanotechnology - Techniques and Applications“, Springer, 2007, p. 41–75.

- [48] P. Trimby, „Imaging and Analysis Techniques in Materials Science II“, LINK Nordiska.
- [49] S. Weiß, „Grundlagen der Elektronenmikroskopie – Rasterelektronenmikroskopie 4 EBSD“, Universität Duisburg-Essen, Institute of Product Engineering, 2010.
- [50] D. Katrakova, Anwendungen der orientierungsabbildenden Mikroskopie zur Gefügecharakterisierung kristalliner Werkstoffe, Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken, 2002.
- [51] V. Randle, „Electron Backscatter Diffraction“, Guide Book Series, Oxford Instruments, 1996.
- [52] D. Schwerdtfeger, „Darstellung von Orientierungen und Texturen“, Oberseminarvortrag, Freiberg, 1999, p. 1–12.
- [53] C. Randau, Entwicklungen am Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC für schnelle und lokale Polfigurmessungen zur Bestimmung orts aufgelöster Texturen, Dissertation, Universität Clausthal, 2012.
- [54] A. Monroe Snider, in W.C. Golton (ed.), „Analysis of Paints and Related Materials“, ASTM, Philadelphia, 1992, p.82–104.
- [55] K. Hagemann, Titanbasis-Gusswerkstoffe, in A. Bührig-Polaczek, W. Michaeli, G. Spur (eds.), „Handbuch Urformen“, Hanser, München, 2014, p. 89–92.
- [56] S.Y. Sung, B.S. Han, Y.J. Kim, Formation of alpha case mechanism on titanium investment cast parts, in A.K.M. Nurul Amin (ed.), „Titanium Alloys“, InTech, 2012.
- [57] J. Chretien, M. King, W. Proia, S. Rudolf, Titanium alpha case prevention, project report, Worcester Polytechnic Institute, (2010).
- [58] J. Seeger, J. Klein, H. Mecking, Farbmetallographie an den intermetallischen Phasen  $\gamma$ -TiAl und  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al, Praktische Metallographie, 27 (1990) 236–241.
- [59] A. Kern, „Structure Determination and Refinement using TOPAS“, Vortrag, Bruker, 2014.
- [60] B. Rashkova, Montanuniversität Leoben, nicht veröffentlichte Daten 2013.
- [61] TiAl-Arbeitsgruppe am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben, 2013.
- [62] A. Kneissl, „Metallkundliche Arbeitsverfahren“, Lehrveranstaltung, Montanuniversität Leoben, 2011.

- [63] H. Raupenstrauch, „Grundfragen der Wärmetechnik“, Lehrveranstaltung, Montanuniversität Leoben, 2012.
- [64] H. Salmang, H. Scholze, Eigenschaften keramischer Werkstoffe: Thermische Eigenschaften, in „Keramik“, Springer, Berlin Heidelberg, 2007, p. 381–386.
- [65] D.H. Herring, Oil Quenching, The Herring Group, Inc. (2010) 1-24.
- [66] B. Wilthan, Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Messgrößen, Dissertation, Technische Universität Graz, 2005.
- [67] VDI-Gesellschaft Verfahrenstechnik und Chemieingenieurwesen (ed)., „VDI-Wärmeatlas“, Springer, Berlin Heidelberg, 2006.

## Anhang A: Parameter TOPAS

Emission Profile	Values			
	Area	WL (Å)	Lortz.HW	
	0,0159	1,534753	3,6854	
	0,5691	1,540596	0,437	
	0,0762	1,541058	0,6	
	0,2517	1,54441	0,52	
	0,0871	1,544721	0,62	
	Codes			
	Area	WL (Å)	Use	Lortz.HW
	Fix	Fix	Ja	Fix
Fix	Fix	Ja	Fix	
Fix	Fix	Ja	Fix	
Fix	Fix	Ja	Fix	
Fix	Fix	Ja	Fix	

Background	Background			
		Use	Value	Code
	<b>Chebychev</b>	Ja		@
	<b>Order</b>		5	
	<b>1/X Bkg</b>	Ja	210,183	@
	<b>Chebychev Coefficients</b>			
	<b>Coefficient</b>			
	20,0716			
	0,01178037			
	5,445785			
2,139629				
0,8017674				
0,1487479				

Instrument	Divergent beam			
		Use	Value	Code
	<b>Goniometer radii</b>			
	Primary radius (mm)		217,5	
	Secondary radius (mm)		217,5	
	<b>Equatorial Convolutions</b>			
	Point detector	Ja		
	Receiving Slit Width (mm)	Ja	0,3780716	Fix
	FDS Shape, angle (°)	Ja	1,156716	Fix
	<b>Axial Convolutions</b>			
Full Axial Model	Ja		Fix	
Source length (mm)		7,283884	Fix	
Sample length (mm)		12,23678	Fix	
RS length (mm)		24,61946	Fix	
Prim. Soller (°)	Ja	6,876196	Fix	
Sec. Soller (°)	Ja	5,216269	Fix	
N Beta		30		

	<b>Corrections</b>			
		<b>Use</b>	<b>Value</b>	<b>Code</b>
<b>Corrections</b>	<b>Peak Shift</b>			
	Sample displacement (mm)	Ja	0,03000046	@
	<b>Intensity Corrections</b>			
	LP factor	Ja	0	Fix

	<b>Miscellaneous</b>	
	<b>Use</b>	<b>Value</b>
<b>Miscellaneous</b>	Conv. Steps	1
	Calc. Step	0,02
	Start X	Ja 15
	Finish X	Ja 82

Parameter für die Phase  $\alpha_2$ :

	Structure						
	Use	Value	Code	Min	Max		
alpha2	Use Phase	Ja					
	Spacegroup		194				
	a (Å)		5,761604	@	5,71	5,9	
	c (Å)		4,6386429	@	4,6	4,68	
	Scale	Ja	0,00022863	@			
	Cell Mass		353,662				
	Cell Volume (Å <sup>3</sup> )		133,35472				
	Cry Density (g/cm <sup>3</sup> )		4,404				
	<b>Peak</b>						
	<b>Peak Type</b>		<b>PVII</b>				
		Ha	0,00010121	@			
		Hb / Cos(Th)	0,0001858	@			
		Hc Tan(Th)	0,1157039	@			
	ma+0,6	0,00079902	@				
	mb / Cos(Th)	0,2625939	@				
	mc / Tan(Th)	0,00010386	@				

	Value							
	Site	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
Sites	Al	0,33333	0,66667	0,75000	Al	0,784	1	
		0,33333	0,66667	0,75000	Ti	0,205	1	
		0,33333	0,66667	0,75000	Nb	0	1	
		0,33333	0,66667	0,75000	Mo	0,011	1	
	Ti	0,16667	0,33333	0,25000	Ti	0,784	1	
		0,16667	0,33333	0,25000	Al	0,142	1	
		0,16667	0,33333	0,25000	Nb	0,066	1	
		0,16667	0,33333	0,25000	Mo	0,008	1	
	<b>Codes</b>							
		<b>Site</b>	<b>x</b>	<b>y</b>	<b>z</b>	<b>Atom</b>	<b>Occ.</b>	<b>Beq.</b>
		Al	= 1/3	= 2/3	= 3/4	Al	Fix	Fix
			= 1/3	= 2/3	= 3/4	Ti	Fix	Fix
			= 1/3	= 2/3	= 3/4	Nb	Fix	Fix
			= 1/3	= 2/3	= 3/4	Mo	Fix	Fix
Ti		= 1/6	= 1/3	= 1/4	Ti	Fix	Fix	
		= 1/6	= 1/3	= 1/4	Al	Fix	Fix	
		= 1/6	= 1/3	= 1/4	Nb	Fix	Fix	
		= 1/6	= 1/3	= 1/4	Mo	Fix	Fix	

Preferred Orientation	h k l		Use	Value	Code
	Direction1	0 0 1	Ja	1	@

Parameter für die Phase  $\beta_0$ :

	Structure						
	Use	Value	Code	Min	Max		
betaO	Use Phase	Ja					
	Spacegroup		221				
	a (Å)		3,2117105	@	3,14	3,29	
	Scale	Ja	0,00453123	@			
	Cell Mass		83,719				
	Cell Volume (Å <sup>3</sup> )		33,12906				
	Cry Density (g/cm <sup>3</sup> )		4,196				
	<b>Peak</b>						
	<b>Peak Type</b>		<b>PVII</b>				
	Ha		0,02346993	@			
	Hb / Cos(Th)		0,00913775	@			
	Hc Tan(Th)		0,03831244	@			
	ma+0,6		0,1057031	@			
mb / Cos(Th)		0,5546753	@				
mc / Tan(Th)		0,00064237	@				

	Value							
	Site	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
Sites	Ti	0	0	0	Ti	0,706	1	
		0	0	0	Al	0,208	1	
		0	0	0	Nb	0,069	1	
		0	0	0	Mo	0,018	1	
	Al	0,5	0,5	0,5	Al	0,623	1	
		0,5	0,5	0,5	Ti	0,348	1	
		0,5	0,5	0,5	Nb	0,029	1	
		0,5	0,5	0,5	Mo	0	1	
	<b>Codes</b>							
		Ti	Fix	Fix	Fix	Ti	Fix	Fix
			Fix	Fix	Fix	Al	Fix	Fix
			Fix	Fix	Fix	Nb	Fix	Fix
			Fix	Fix	Fix	Mo	Fix	Fix
Al		=1/2	=1/2	=1/2	Al	Fix	Fix	
		=1/2	=1/2	=1/2	Ti	Fix	Fix	
		=1/2	=1/2	=1/2	Nb	Fix	Fix	
		=1/2	=1/2	=1/2	Mo	Fix	Fix	

Preferred Orientation	h k l	Use	Value	Code
	Direction1		Nein	1

Parameter für die Phase  $\gamma$ :

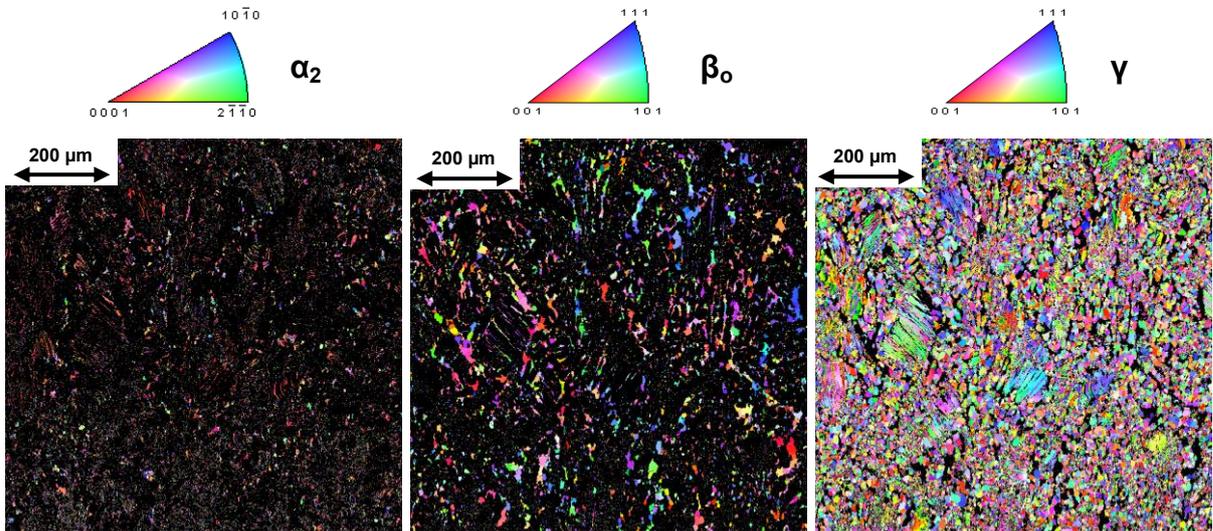
	Structure						
	Use	Value	Code	Min	Max		
<b>gamma</b>	Use Phase	Ja					
	Spacegroup		123				
	a (Å)		4,0173876	@	4	4,05	
	c (Å)		4,0612647	@	4,055	4,075	
	Scale	Ja	0,00518454	@			
	Cell Mass		157,682				
	Cell Volume (Å <sup>3</sup> )		65,54639				
	Cry Density (g/cm <sup>3</sup> )		3,995				
	<b>Peak</b>						
	<b>Peak Type</b>		<b>PVII</b>				
		Ha	0,02149549	@			
		Hb / Cos(Th)	0,00276795	@			
		Hc Tan(Th)	0,01716617	@			
	ma+0,6	0,00761357	@				
	mb / Cos(Th)	0,5475305	@				
	mc / Tan(Th)	0,00010759	@				

	Value							
	Site	x	y	z	Atom	Occ.	Beq.	
<b>Sites</b>	Al1	0	0	0	Al	0,98	1	
		0	0	0	Ti	0,007	1	
		0	0	0	Nb	0	1	
		0	0	0	Mo	0,013	1	
	Al2	0,5	0,5	0	Al	0,98	1	
		0,5	0,5	0	Ti	0,007	1	
		0,5	0,5	0	Nb	0	1	
		0,5	0,5	0	Mo	0,013	1	
	Ti1	0	0,5	0,5	Ti	0,927	1	
		0	0,5	0,5	Al	0,007	1	
		0	0,5	0,5	Nb	0,061	1	
		0	0,5	0,5	Mo	0,006	1	
	<b>Codes</b>							
		<b>Site</b>	<b>x</b>	<b>y</b>	<b>z</b>	<b>Atom</b>	<b>Occ.</b>	<b>Beq.</b>
	Al1	Fix	Fix	Fix	Al	Fix	Fix	
		Fix	Fix	Fix	Ti	Fix	Fix	
		Fix	Fix	Fix	Nb	Fix	Fix	
		Fix	Fix	Fix	Mo	Fix	Fix	
	Al2	=1/2	=1/2	Fix	Al	Fix	Fix	
		=1/2	=1/2	Fix	Ti	Fix	Fix	
=1/2		=1/2	Fix	Nb	Fix	Fix		
=1/2		=1/2	Fix	Mo	Fix	Fix		
Ti1	Fix	=1/2	=1/2	Ti	Fix	Fix		
	Fix	=1/2	=1/2	Al	Fix	Fix		
	Fix	=1/2	=1/2	Nb	Fix	Fix		
	Fix	=1/2	=1/2	Mo	Fix	Fix		

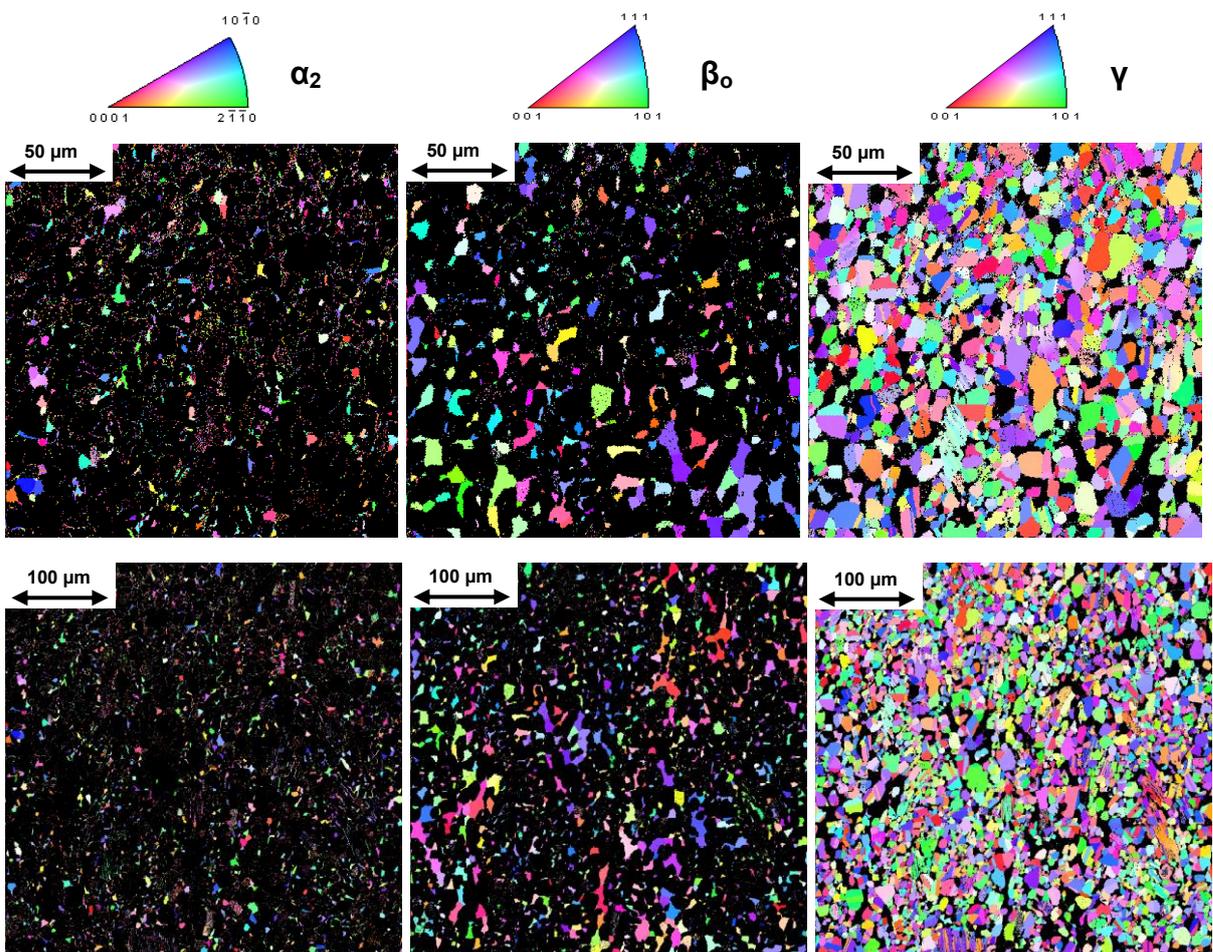
Preferred Orientation	h k l	Use	Value	Code
	Direction1		Nein	1

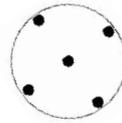
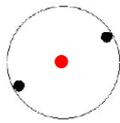
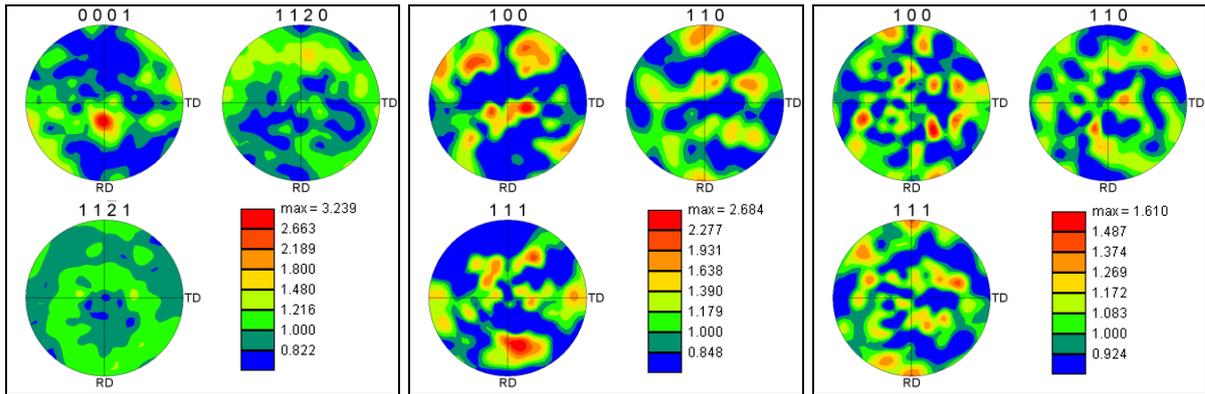
## Anhang B: Texturanalyse

Probe af tex I: scan size: 800x800  $\mu\text{m}^2$ , step size: 1  $\mu\text{m}$

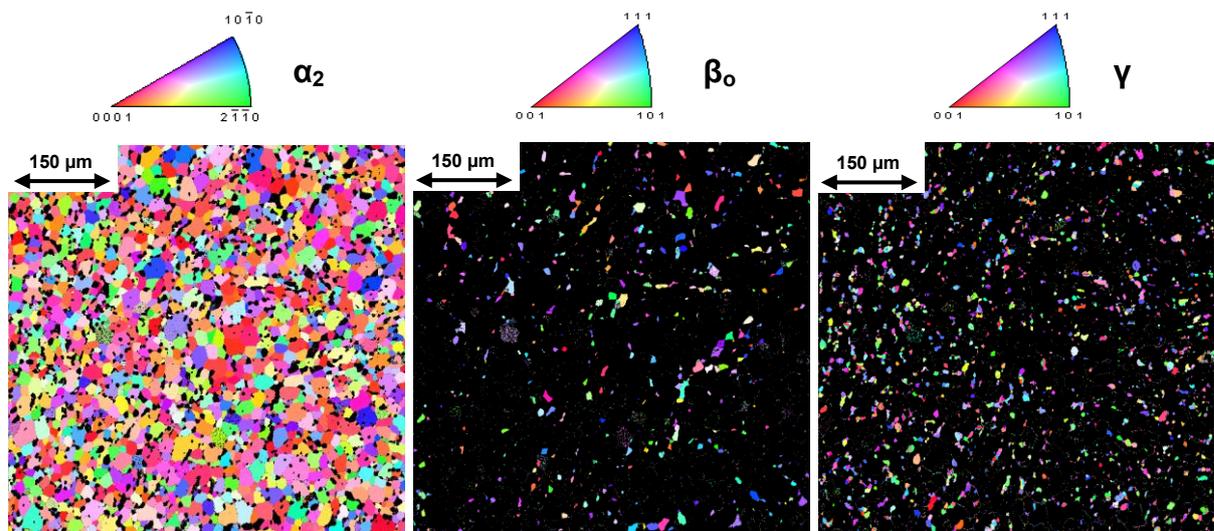


Probe af hom tex II: scan size: 400x300  $\mu\text{m}^2$ , step size: 0,5  $\mu\text{m}$

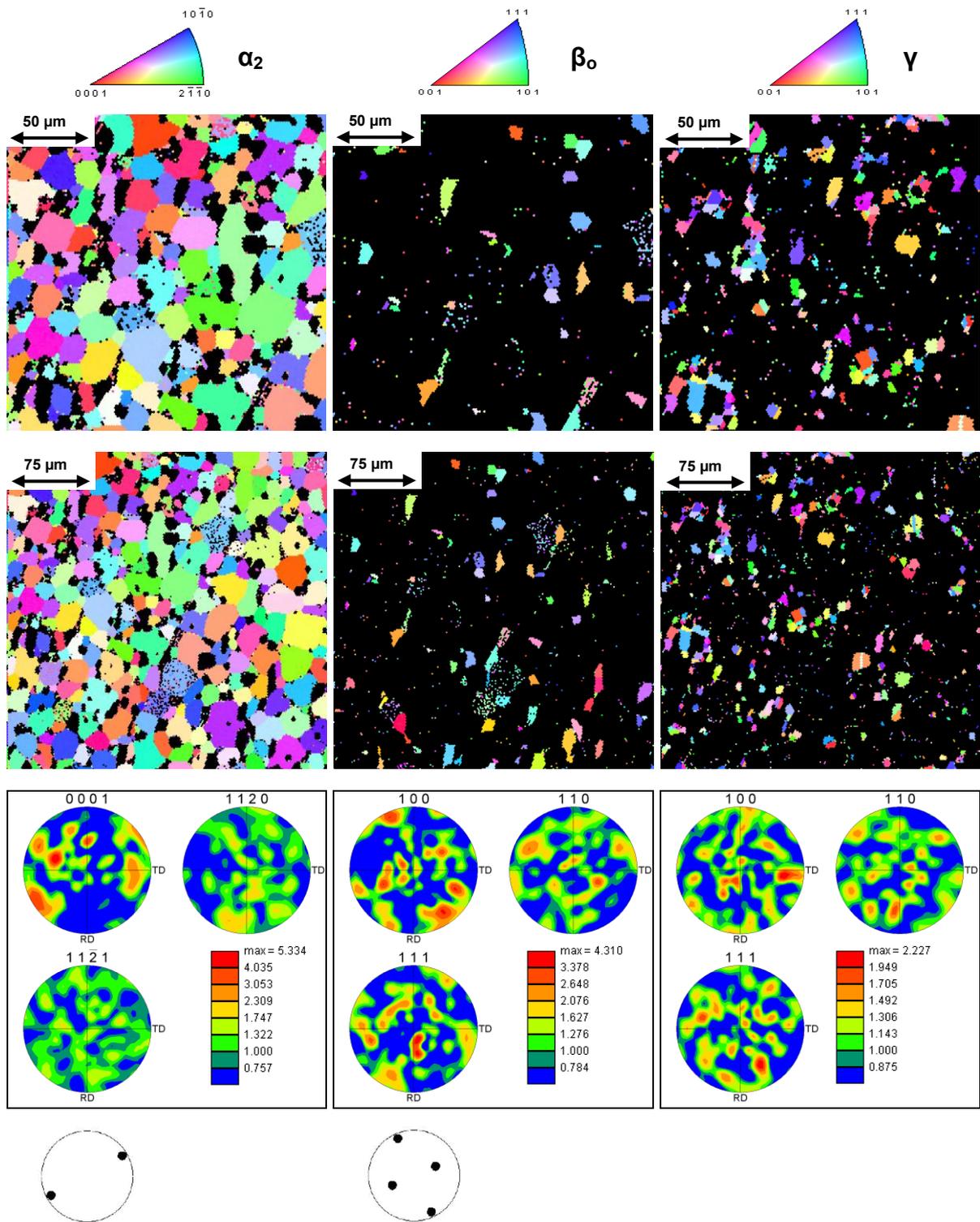




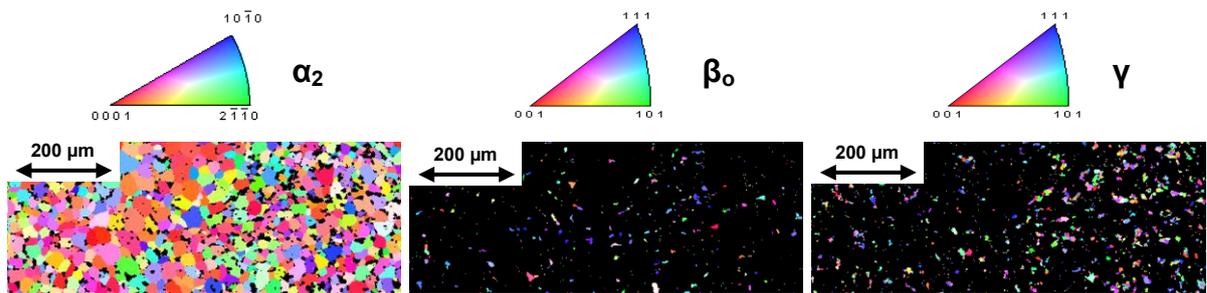
Probe af hom wb tex I: scan size: 600x600  $\mu\text{m}^2$ , step size: 1  $\mu\text{m}$



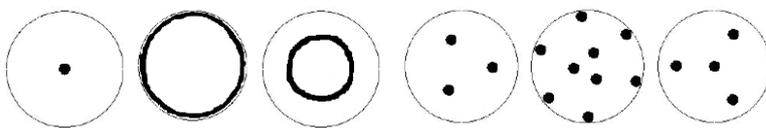
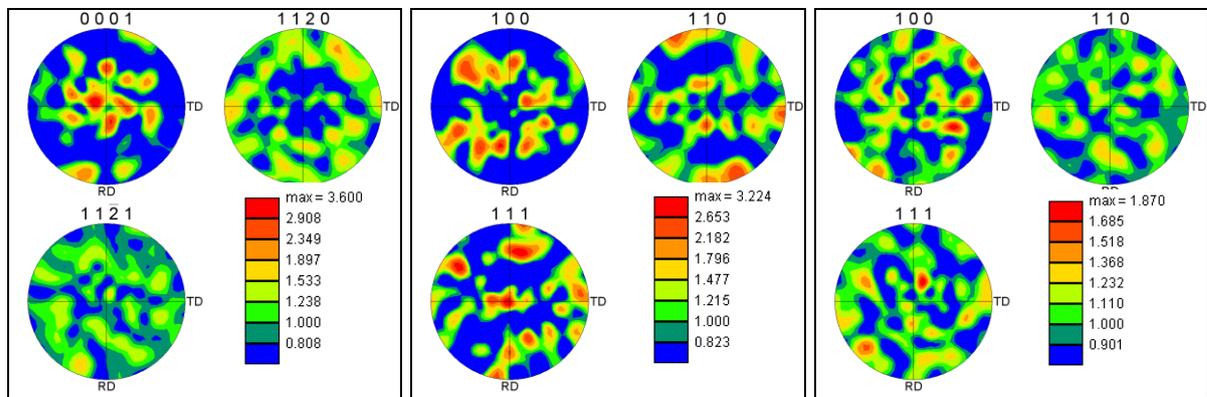
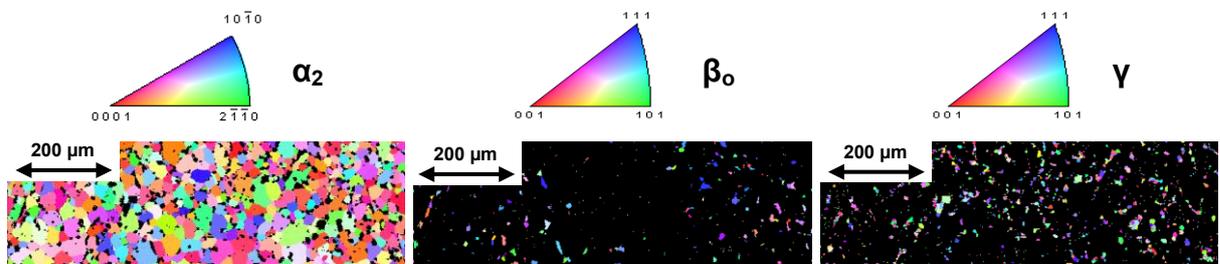
Probe af hom wb tex II: scan size: 300x300  $\mu\text{m}^2$ , step size: 1,5  $\mu\text{m}$



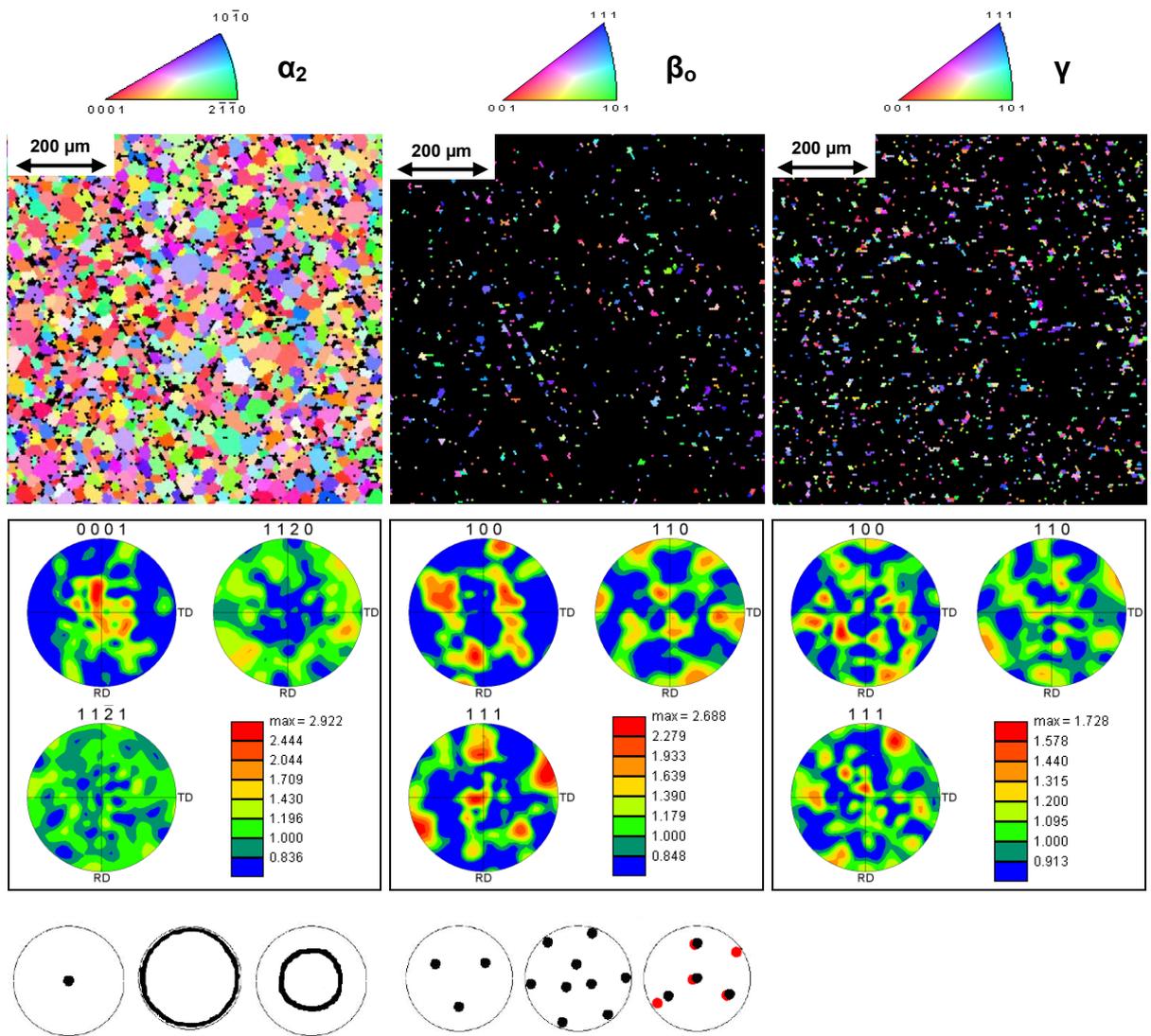
Probe af1\_152\_a (Teil 1): scan size: 800x400  $\mu\text{m}^2$ , step size: 2  $\mu\text{m}$



Probe af1\_152\_a (Teil 2): scan size: 800x250  $\mu\text{m}^2$ , step size: 2  $\mu\text{m}$



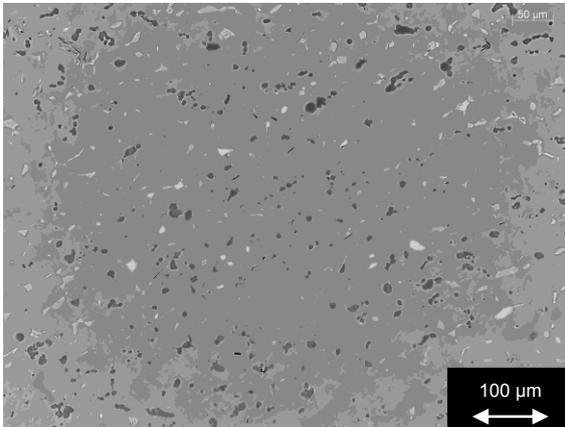
**Probe af1\_152\_a (Teil 3): scan size: 800x800  $\mu\text{m}^2$ , step size: 5  $\mu\text{m}$**



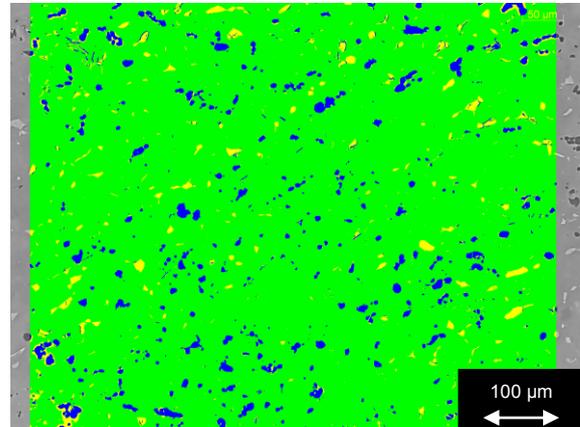
## Anhang C: Mikrostrukturanalyse

Probe af1\_134\_b:

Gefügebildaufnahme 200x06:



farbcodierte Gefügebildaufnahme:

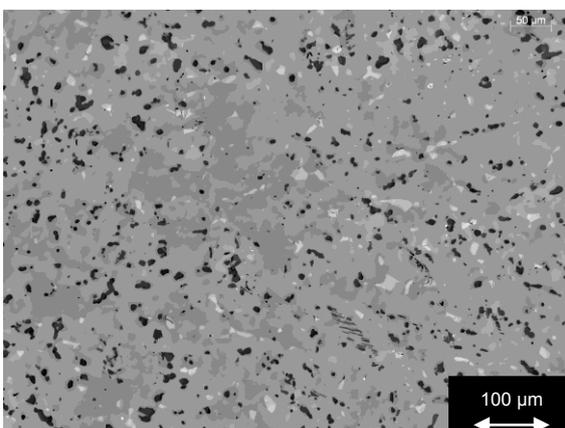


Auswertetabelle:

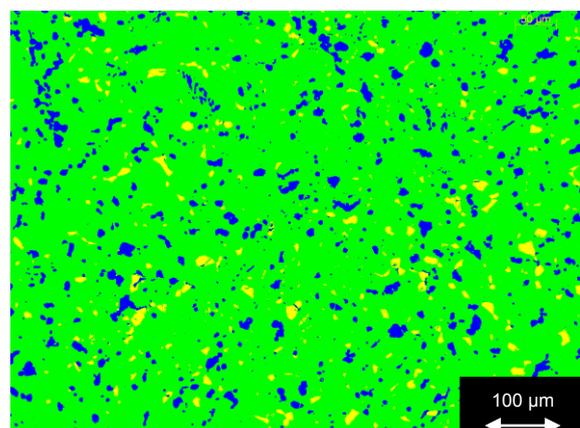
Probe af1_134_b	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %
200x01	92,0	3,6	4,4
200x02	92,5	3,5	4,0
200x03	93,3	3,1	3,7
200x04	91,4	4,7	4,0
200x05	92,7	3,7	3,6
200x06	92,7	3,0	4,3
200x07	91,7	3,8	4,5
200x08	92,7	2,6	4,7
200x09	91,5	3,0	5,4
200x10	91,3	4,0	4,8
Mittelwert	92,2	3,5	4,3
Standardabweichung	0,7	0,6	0,6

Probe af1\_145\_b:

Gefügebildaufnahme 200x10:

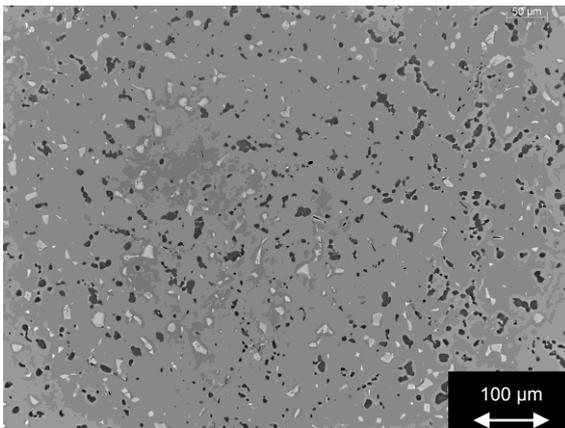
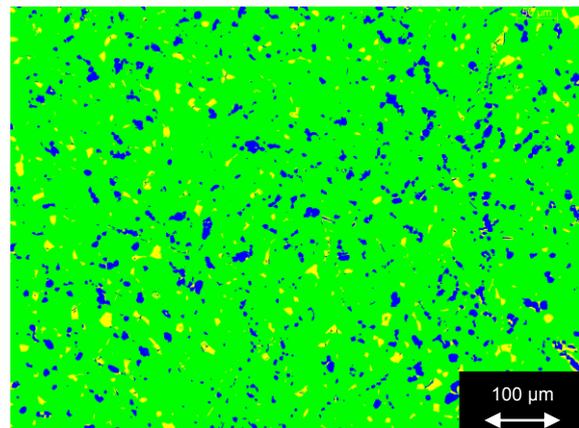


farbcodierte Gefügebildaufnahme:

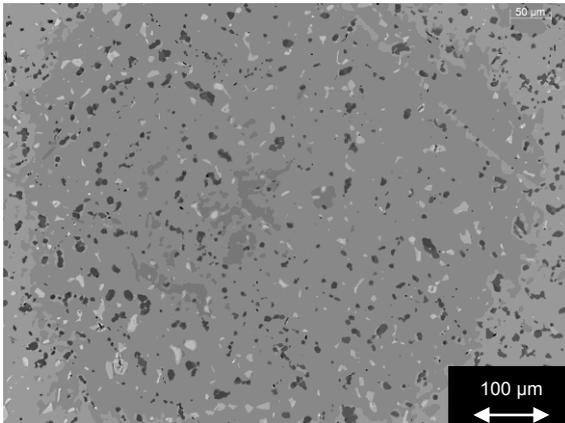
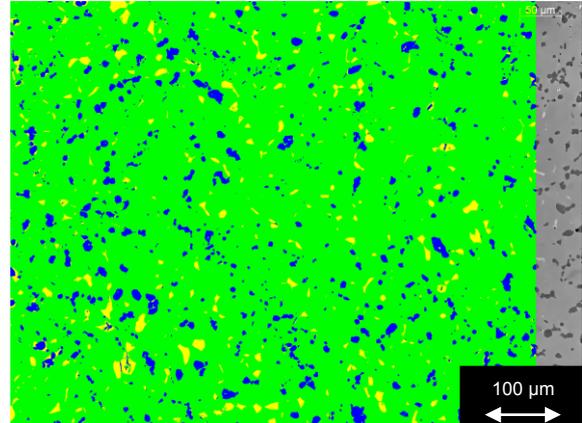


**Auswertetabelle:**

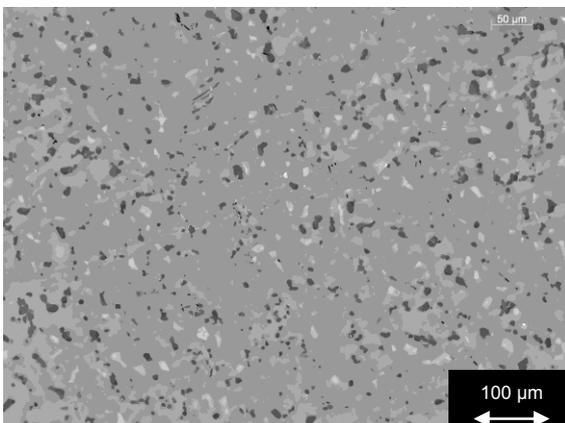
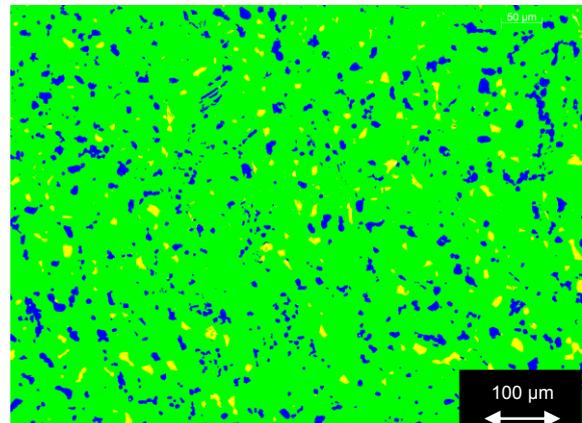
Probe	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %
af1_145_b			
200x01	88,7	3,8	7,5
200x02	89,9	3,7	6,3
200x03	89,6	3,0	7,4
200x04	90,0	3,8	6,2
200x05	89,3	3,2	7,5
200x06	89,2	3,5	7,3
200x07	89,4	3,2	7,4
200x08	88,9	3,1	7,9
200x09	88,8	3,6	7,6
200x10	90,3	2,4	7,2
Mittelwert	89,4	3,3	7,2
Standardabweichung	0,6	0,4	0,6

**Probe af1\_152\_b:****Gefügaufnahme 200x07:****farbcodierte Gefügaufnahme:****Auswertetabelle:**

Probe	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %
af1_152_b			
200x01	90,0	4,4	5,6
200x02	90,0	3,2	6,8
200x03	90,0	5,1	4,9
200x04	89,6	4,5	5,9
200x05	88,2	4,0	7,8
200x06	89,4	4,8	5,8
200x07	90,1	3,5	6,3
200x08	90,7	3,7	5,6
200x09	88,4	3,4	8,1
200x10	88,0	4,0	8,0
Mittelwert	89,4	4,1	6,5
Standardabweichung	0,9	0,6	1,1

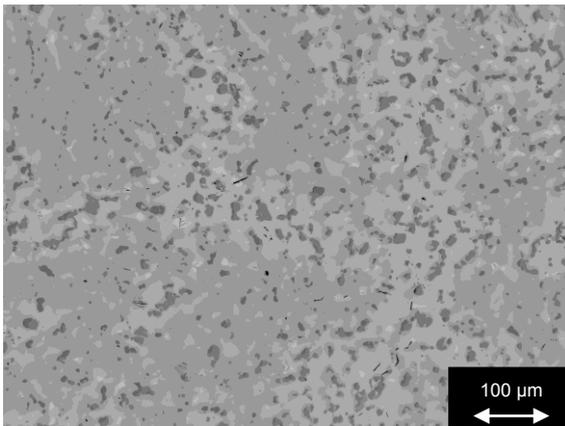
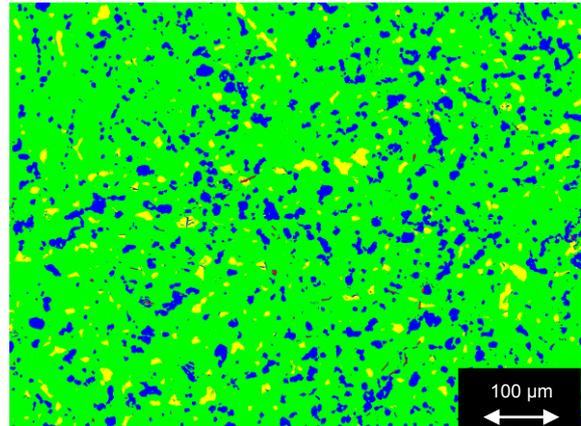
**Probe af1\_154\_b:****Gefügebildaufnahme 200x01:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:****Auswertetabelle:**

Probe	af1_154_b	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %
200x01		90,5	3,5	6,0
200x02		90,9	4,3	4,8
200x03		88,5	4,3	7,1
200x04		89,4	4,1	6,4
200x05		90,9	4,0	5,0
200x06		89,8	4,5	5,7
200x07		89,4	4,2	6,3
200x08		88,6	4,8	6,5
200x09		88,4	5,2	6,4
200x10		90,3	4,4	5,1
Mittelwert		89,7	4,3	5,9
Standardabweichung		1,0	0,5	0,8

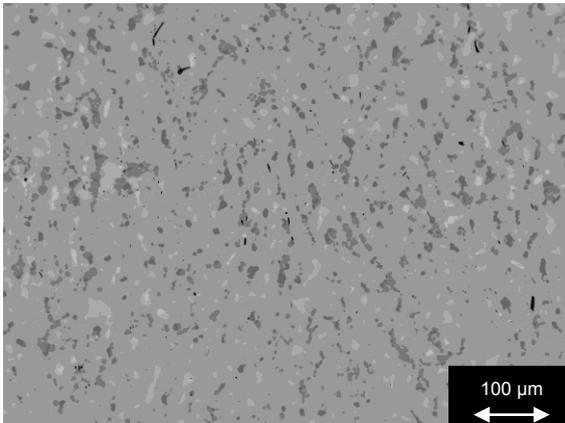
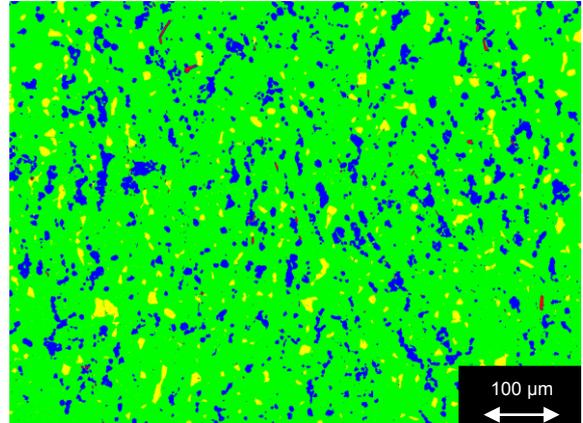
**Probe af1\_249\_b:****Gefügebildaufnahme 200x08:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:**

**Auswertetabelle:**

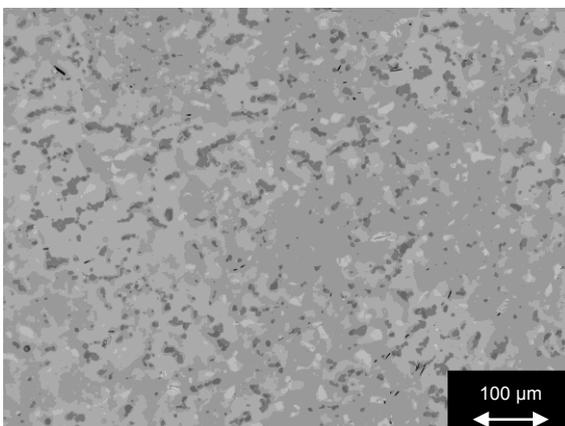
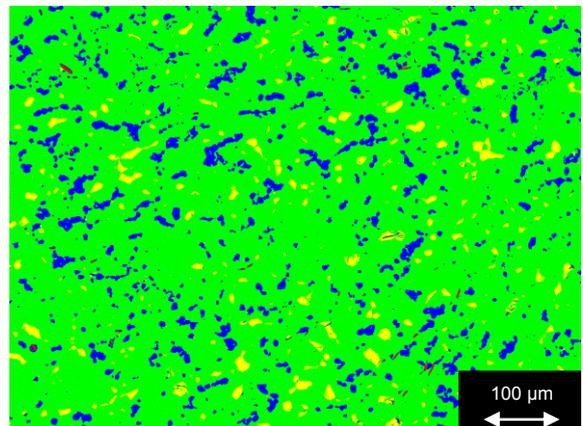
Probe	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %
af1_249_b			
200x01	90,9	2,3	6,8
200x02	91,2	2,1	6,8
200x03	89,4	2,4	8,1
200x04	90,9	2,3	6,8
200x05	89,5	2,5	8,1
200x06	91,4	3,1	5,5
200x07	89,5	2,5	8,0
200x08	90,2	2,5	7,3
200x09	88,1	1,8	10,0
200x10	89,4	1,8	8,8
Mittelwert	90,1	2,3	7,6
Standardabweichung	1,0	0,4	1,3

**Probe af\_OQ:****Gefügaufnahme 200x01:****farbcodierte Gefügaufnahme:****Auswertetabelle:**

Probe	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
af_OQ				
200x01	84,6	3,6	11,6	0,1
200x02	84,7	3,3	11,9	0,1
200x03	83,9	3,6	12,4	0,1
200x04	84,0	3,2	12,6	0,2
200x05	85,4	3,8	10,5	0,1
200x06	85,2	3,3	11,3	0,1
200x07	83,2	5,4	11,2	0,1
200x08	87,2	3,2	9,4	0,1
200x09	82,5	4,0	13,4	0,1
200x10	84,0	3,9	11,9	0,1
Mittelwert	84,5	3,7	11,6	0,1
Standardabweichung	1,3	0,6	1,1	0,02

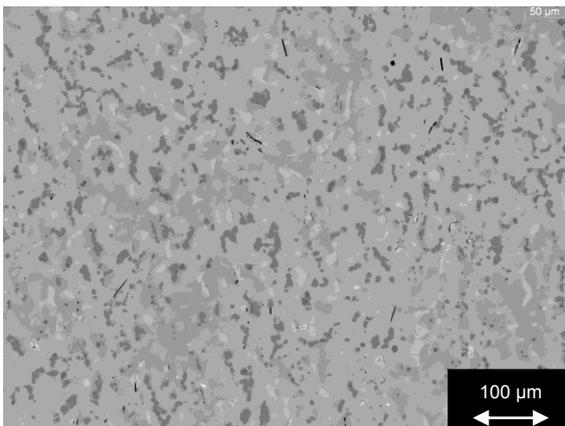
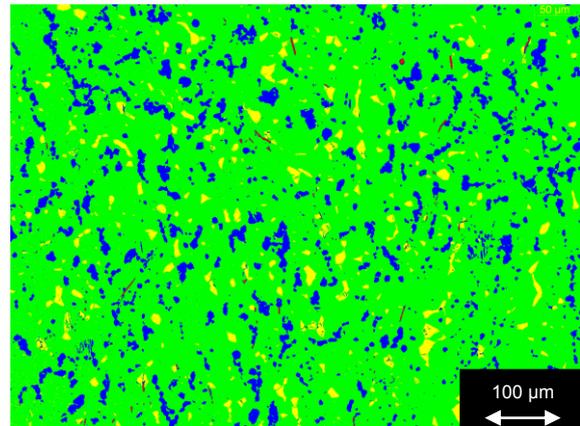
**Probe af\_FAC\_schn T1:****Gefügebildaufnahme 200x02:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:****Auswertetabelle:**

Probe af_FAC_schn T1	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
200x01	84,6	3,5	11,7	0,1
200x02	85,8	3,8	10,2	0,2
200x03	85,7	3,1	11,1	0,1
200x04	87,0	3,9	8,9	0,2
200x05	86,9	3,1	9,9	0,1
200x06	87,8	2,4	9,6	0,2
200x07	86,8	2,7	10,4	0,1
200x08	85,8	3,5	10,5	0,1
200x09	87,1	3,6	9,2	0,2
200x10	85,9	4,0	10,0	0,1
200x11	84,2	4,0	11,7	0,1
200x12	86,6	3,7	9,5	0,1
Mittelwert	86,2	3,4	10,2	0,1
Standardabweichung	1,1	0,5	0,9	0,03

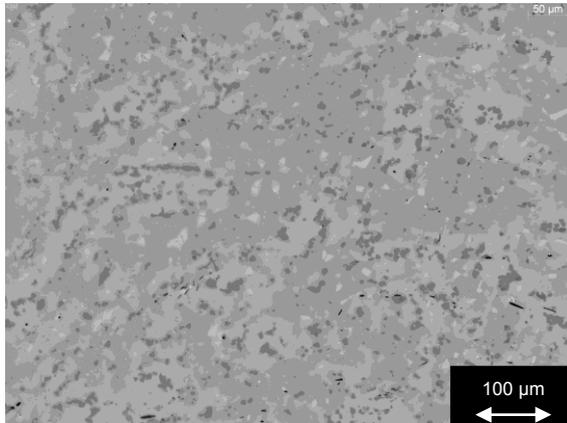
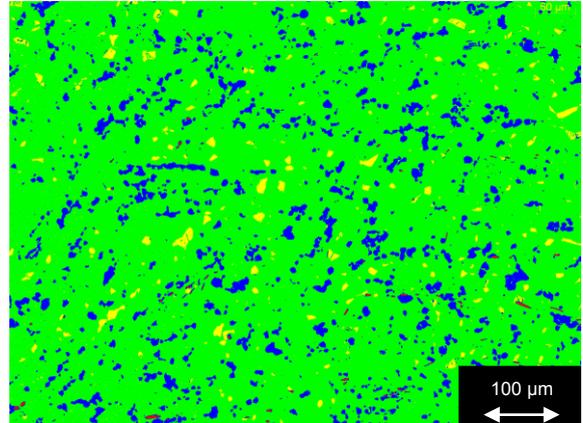
**Probe af\_FAC\_schn T2:****Gefügebildaufnahme 200x10:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:**

**Auswertetabelle:**

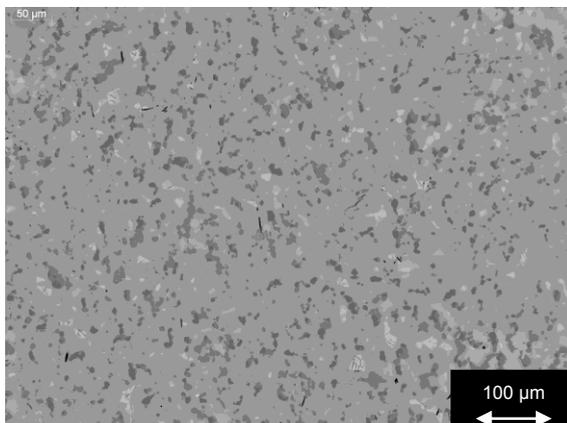
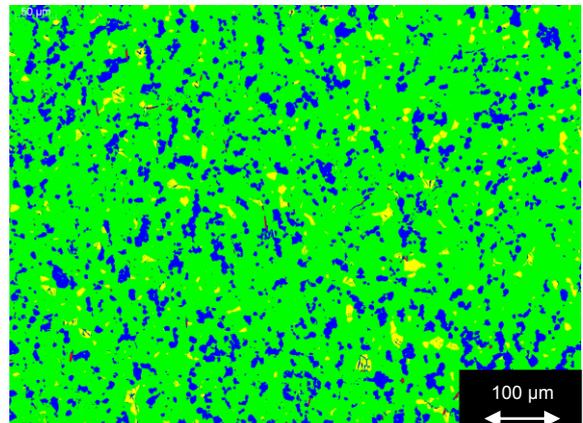
Probe af_FAC_schn_T2	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
200x01	86,9	1,8	11,1	0,2
200x02	87,8	3,4	8,7	0,1
200x03	89,2	3,1	7,6	0,1
200x04	86,3	3,1	10,5	0,2
200x05	86,6	2,6	10,6	0,1
200x06	89,1	2,8	8,0	0,1
200x07	90,8	2,9	6,1	0,2
200x08	89,6	3,9	6,3	0,1
200x09	90,0	2,6	7,3	0,1
200x10	87,4	3,8	8,6	0,1
200x11	85,3	2,2	12,3	0,2
200x12	88,9	4,6	6,4	0,1
Mittelwert	88,2	3,1	8,6	0,1
Standardabweichung	1,7	0,8	2,1	0,02

**Probe af\_FAC\_langs T1:****Gefügebildaufnahme 200x01:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:****Auswertetabelle:**

Probe af_FAC_langs_T1	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
200x01	85,1	4,4	10,3	0,2
200x02	83,8	4,1	11,9	0,1
200x03	86,3	3,6	9,9	0,2
200x04	84,8	3,7	11,3	0,2
200x05	87,3	3,3	9,3	0,1
200x06	87,0	3,9	9,0	0,1
200x07	86,8	2,9	10,1	0,1
200x08	86,3	3,5	10,1	0,1
200x09	86,3	3,5	10,0	0,1
200x10	86,8	3,1	10,0	0,1
Mittelwert	86,1	3,6	10,2	0,1
Standardabweichung	1,1	0,5	0,9	0,02

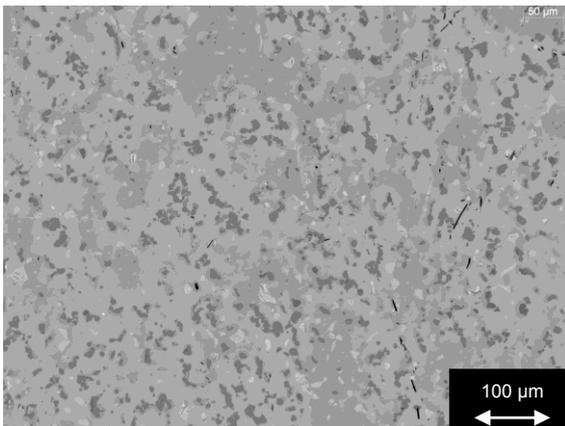
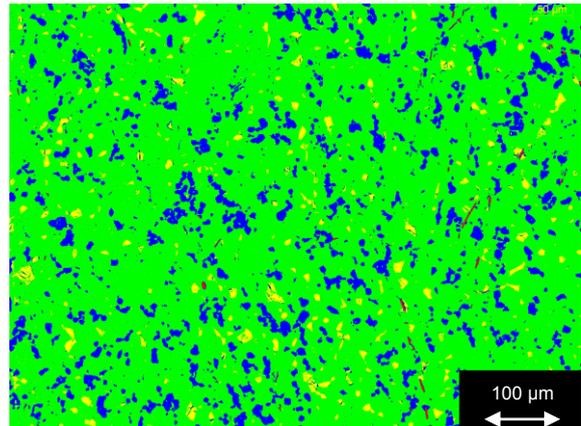
**Probe af\_FAC\_langs T2:****Gefügebildaufnahme 200x04:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:****Auswertetabelle:**

Probe af_FAC_langs_T2	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
200x01	88,54	2,44	8,88	0,14
200x02	86,32	3,29	10,24	0,15
200x03	89,24	2,32	8,35	0,10
200x04	88,03	2,37	9,45	0,15
200x05	88,32	3,03	8,52	0,13
200x06	87,47	2,80	9,58	0,15
200x07	86,41	2,47	10,97	0,15
200x08	87,78	2,86	9,23	0,13
200x09	87,10	2,55	10,20	0,15
200x10	87,69	2,77	9,39	0,15
Mittelwert	87,69	2,69	9,48	0,14
Standardabweichung	0,92	0,31	0,82	0,02

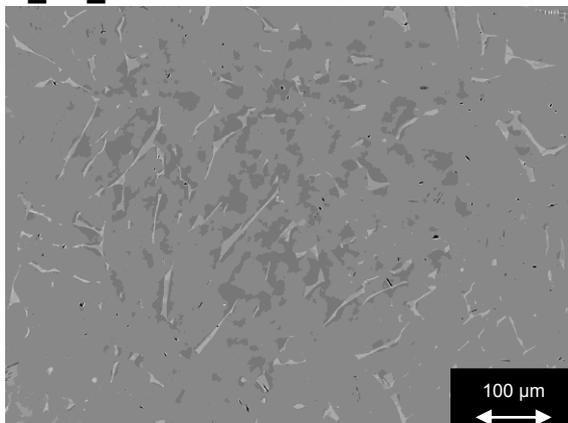
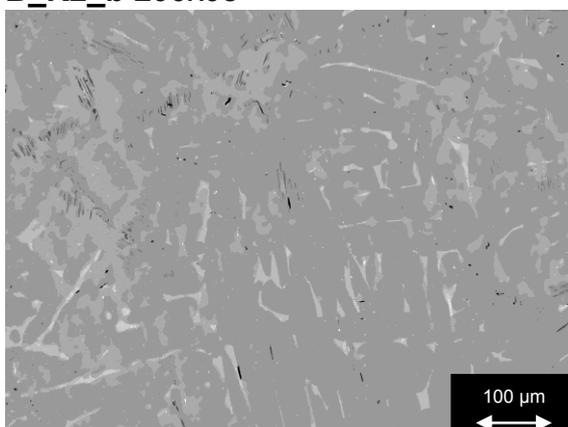
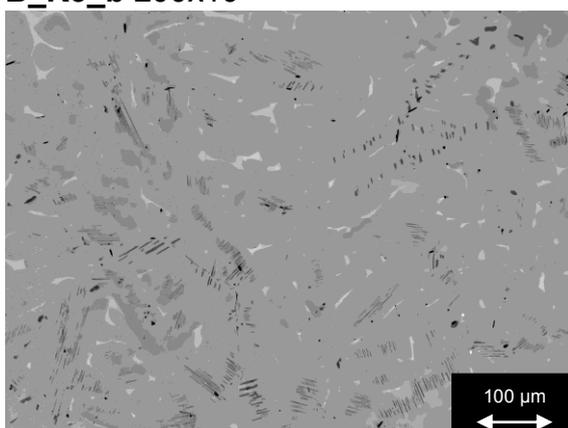
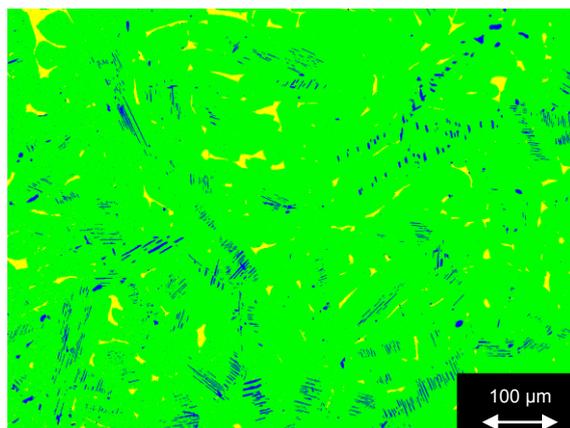
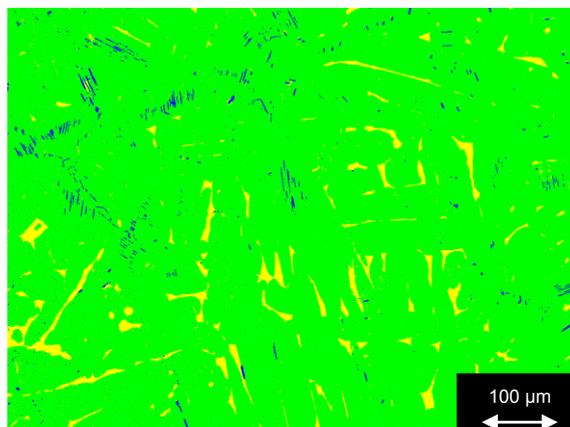
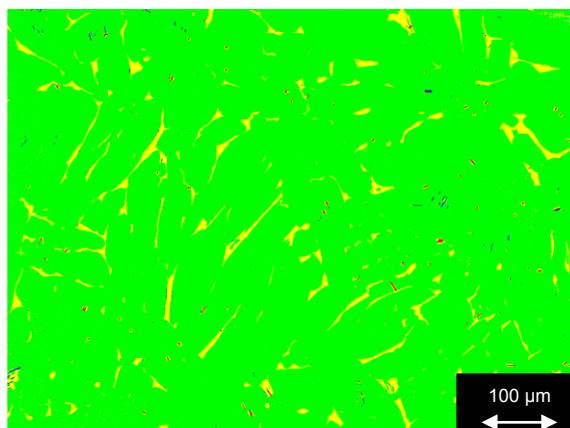
**Probe af\_AC T1:****Gefügebildaufnahme 200x02:****farbcodierte Gefügebildaufnahme:**

**Auswertetabelle:**

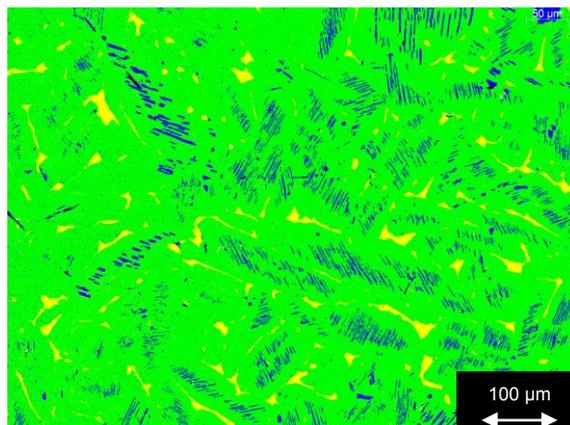
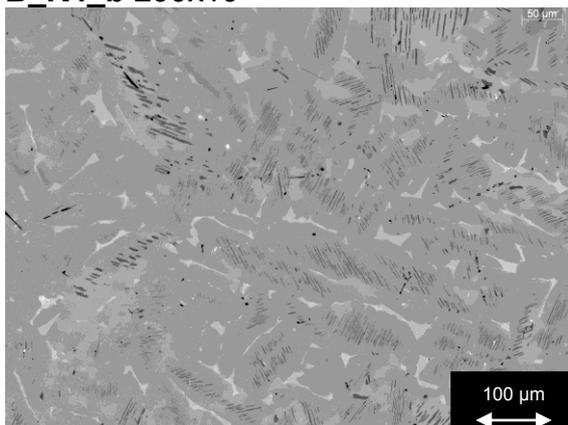
Probe	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
af_AC_T1				
200x01	81,1	2,3	16,5	0,1
200x02	82,4	2,9	14,5	0,1
200x03	82,9	3,0	14,0	0,1
200x04	82,5	3,6	13,7	0,1
200x05	82,7	3,8	13,3	0,2
200x06	81,6	3,3	15,0	0,1
200x07	82,8	2,0	14,9	0,2
200x08	82,9	3,7	13,2	0,2
200x09	82,9	3,4	13,5	0,1
200x10	82,0	2,7	15,1	0,1
Mittelwert	82,4	3,1	14,4	0,1
Standardabweichung	0,6	0,6	1,0	0,03

**Probe af\_AC T2:****Gefügaufnahme 200x10:****farbcodierte Gefügaufnahme:****Auswertetabelle:**

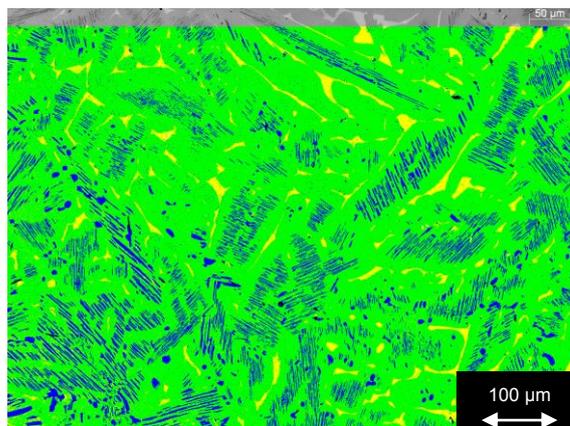
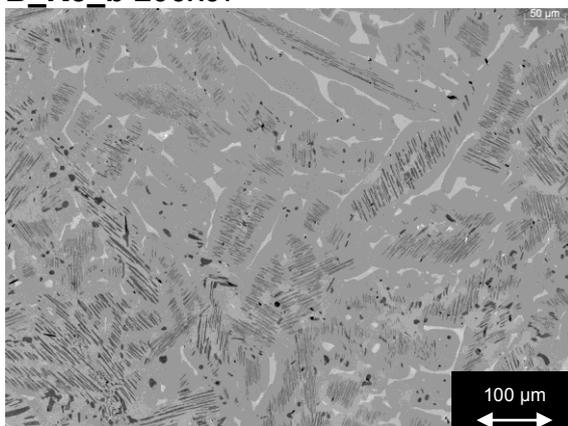
Probe	alpha2 vol%	betaO vol %	gamma vol %	Borid vol %
af_AC_T2				
200x01	85,6	3,9	10,4	0,1
200x02	85,7	2,3	11,8	0,2
200x03	84,5	3,6	11,8	0,2
200x04	87,9	3,2	8,7	0,1
200x05	84,1	3,9	11,9	0,1
200x06	84,6	2,6	12,6	0,2
200x07	86,7	3,1	10,1	0,1
200x08	85,8	2,5	11,6	0,2
200x09	83,9	2,3	13,6	0,2
200x10	85,2	3,3	11,3	0,2
Mittelwert	85,4	3,1	11,4	0,2
Standardabweichung	1,2	0,6	1,4	0,03

**Probe Billet:****Gefügebildungen:****B\_K1\_b 200x07****B\_K2\_b 200x08****B\_K3\_b 200x10****farbcodierte Gefügebildungen:**

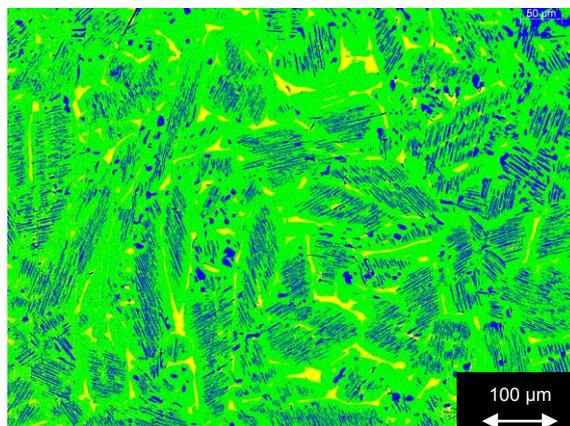
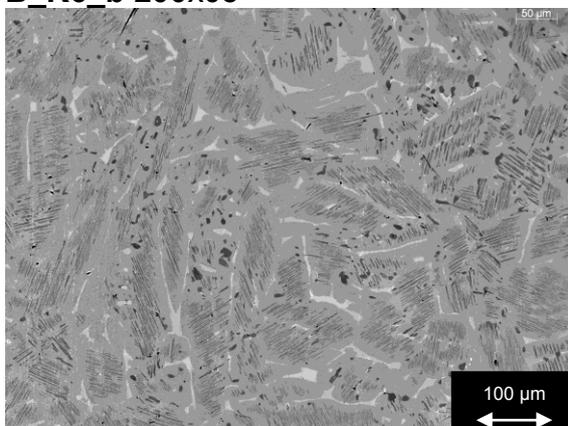
**B\_K4\_b** 200x10



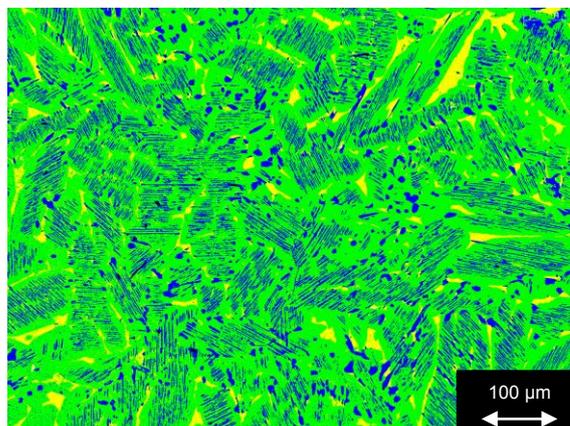
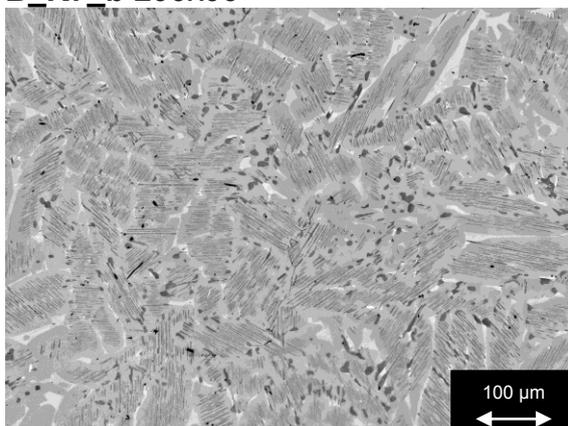
**B\_K5\_b** 200x07



**B\_K6\_b** 200x05



**B\_K7\_b** 200x06



**Auswertetabellen:**

Probe	B_K1_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		94,4	5,2	0,2	0,1
200x02		94,1	5,4	0,3	0,1
200x03		94,0	5,6	0,2	0,2
200x04		92,7	7,1	0,1	0,1
200x05		95,2	4,6	0,0	0,2
200x06		94,1	5,8	0,1	0,1
200x07		95,2	4,6	0,1	0,1
200x08		95,2	4,5	0,2	0,1
200x09		94,0	5,8	0,0	0,2
200x10		91,6	8,3	0,0	0,1
Mittelwert		94,1	5,7	0,1	0,1
Standardabweichung		1,1	1,2	0,1	0,04

Probe	B_K2_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		94,7	3,2	2,1
200x02		94,6	4,3	1,1
200x03		94,0	5,3	0,7
200x04		95,0	3,7	1,4
200x05		94,5	4,9	0,6
200x06		93,7	5,8	0,5
200x07		94,3	5,2	0,5
200x08		94,9	4,2	0,9
200x09		93,0	6,7	0,3
200x10		94,4	5,3	0,3
Mittelwert		94,3	4,9	0,8
Standardabweichung		0,6	1,1	0,6

Probe	B_K3_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		94,44	2,51	2,90
200x02		94,41	4,77	0,70
200x03		94,68	4,15	1,17
200x04		93,14	3,32	3,54
200x05		95,12	3,80	1,07
200x06		95,23	3,31	1,46
200x07		94,43	3,67	1,91
200x08		94,26	2,74	3,01
200x09		92,84	2,31	4,85
200x10		94,53	2,86	2,61
Mittelwert		94,31	3,34	2,32
Standardabweichung		0,8	0,8	1,3

Probe	B_K4_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		88,1	5,7	6,2
200x02		88,5	6,9	4,5
200x03		88,9	4,7	6,4
200x04		88,0	4,1	7,8
200x05		85,9	5,9	8,1
200x06		87,0	4,7	8,1
200x07		89,2	4,2	6,4
200x08		89,5	3,7	6,7
200x09		89,0	4,6	6,3
200x10		88,6	4,5	6,7
Mittelwert		88,3	4,9	6,7
Standardabweichung		1,1	1,0	1,1

Probe	B_K5_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		80,8	4,7	14,5
200x02		78,8	5,6	15,5
200x03		81,4	6,6	11,9
200x04		83,8	5,2	10,8
200x05		82,7	5,1	12,0
200x06		80,5	5,4	13,9
200x07		81,6	5,5	12,7
200x08		79,1	5,2	15,6
200x09		84,8	5,0	10,0
200x10		83,0	4,7	12,2
Mittelwert		81,6	5,3	12,9
Standardabweichung		2,0	0,5	1,9

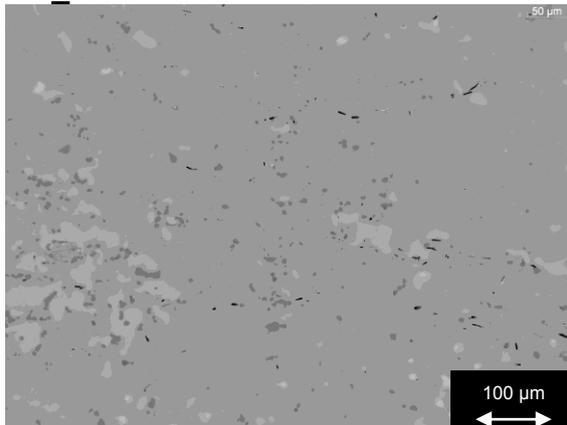
Probe	B_K6_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		77,1	6,6	16,1
200x02		78,0	5,8	16,2
200x03		79,1	5,2	15,4
200x04		76,4	5,0	18,3
200x05		76,6	6,4	16,9
200x06		76,8	5,8	17,3
200x07		76,9	5,6	17,5
200x08		73,2	6,8	19,7
200x09		77,0	6,6	16,2
200x10		79,6	6,2	14,0
Mittelwert		77,1	6,0	16,8
Standardabweichung		1,7	0,6	1,6

Probe	B_K7_b	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		72,2	6,2	21,6
200x02		72,2	8,7	19,0
200x03		71,1	7,5	21,4
200x04		72,4	6,7	20,6
200x05		71,0	4,9	23,8
200x06		73,0	6,9	20,0
200x07		75,1	6,9	17,8
200x08		75,1	6,5	18,2
200x09		73,5	7,7	18,8
200x10		72,9	6,4	20,6
Mittelwert		72,8	6,8	20,2
Standardabweichung		1,4	1,0	1,8

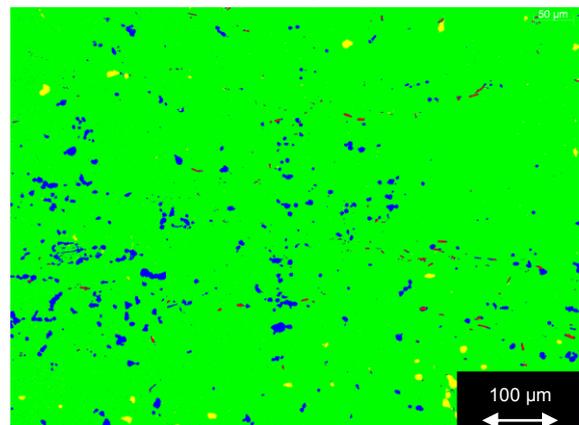
### Probe af2\_ (Route II):

#### Gefügaufnahmen:

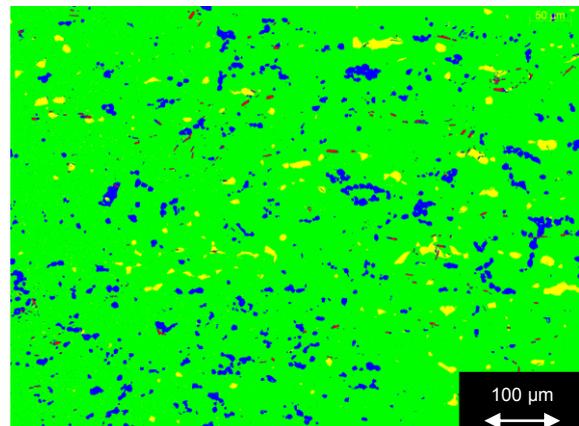
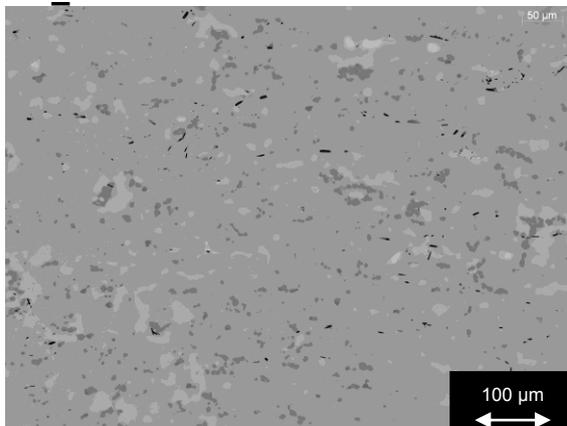
##### af2\_K3 200x10



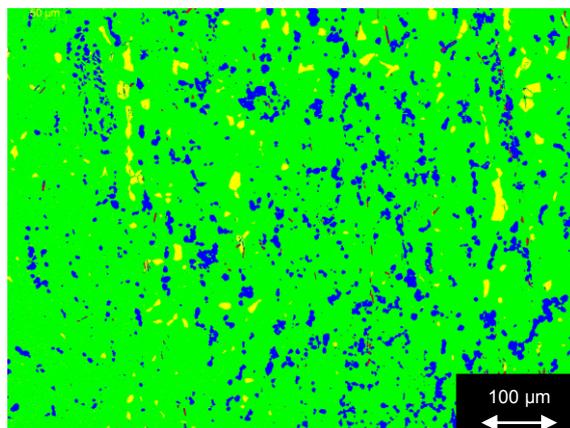
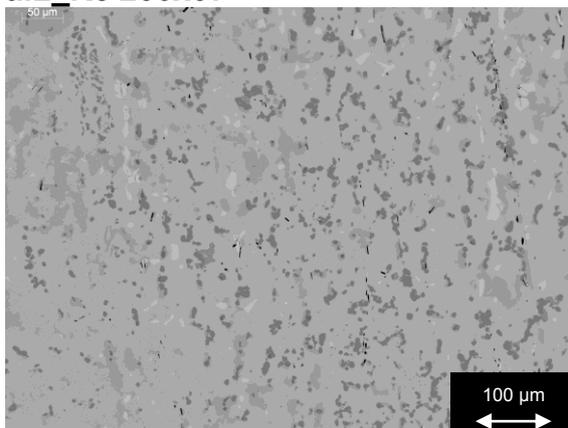
#### farbcodierte Gefügaufnahmen:



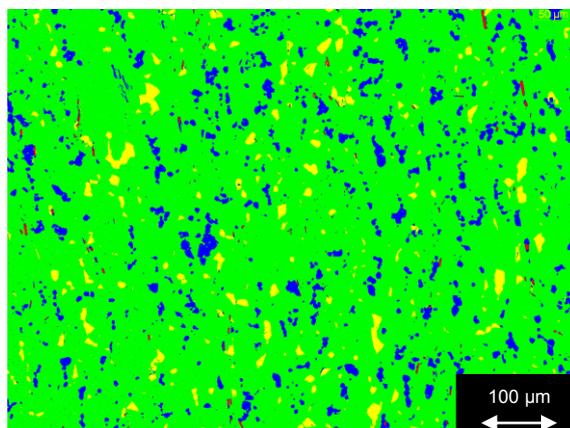
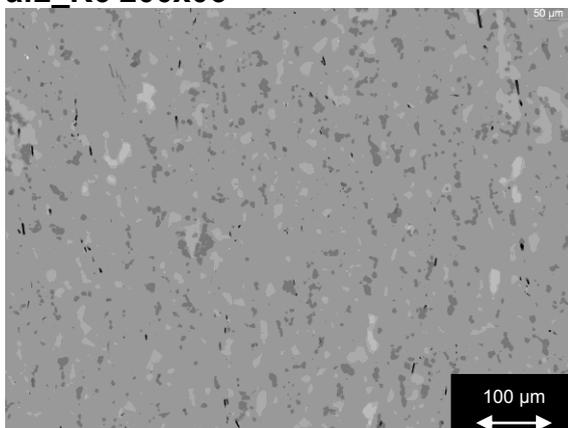
##### af2\_K4 200x03



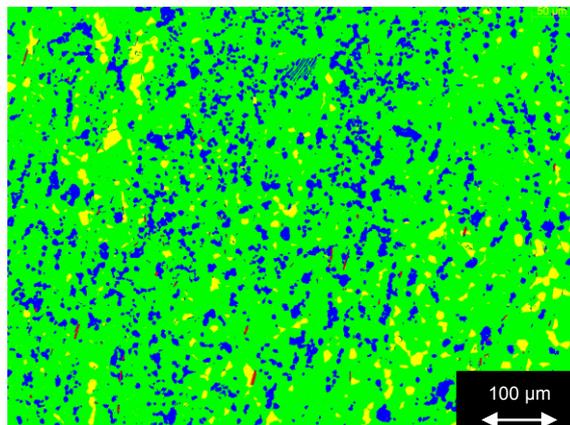
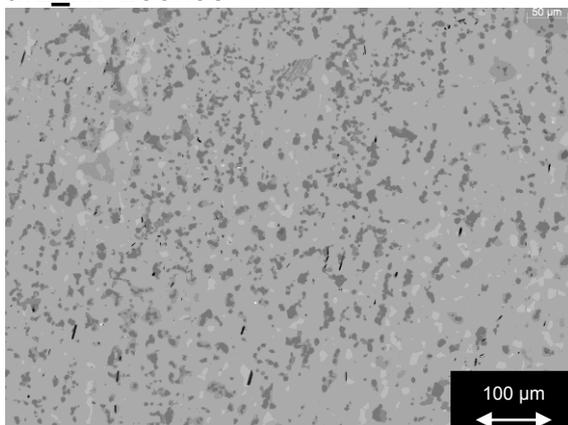
af2\_K5 200x07



af2\_K6 200x06



af2\_K7 200x08



**Auswertetabellen:**

af2\_K1 und K2 wurden wegen der Inhomogenität der af2\_ Probe nicht ausgewertet.

Probe af2_K3	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01	95,9	3,5	0,2	0,3
200x02	95,5	3,7	0,6	0,3
200x03	96,0	3,2	0,5	0,2
200x04	87,3	0,7	11,7	0,3
200x05	95,9	3,4	0,5	0,2
200x06	95,3	4,2	0,3	0,2
200x07	95,8	3,2	0,7	0,3
200x08	95,2	3,9	0,5	0,4
200x09	89,0	0,4	10,4	0,3
200x10	96,5	0,7	2,6	0,2
Mittelwert	94,3	2,7	2,8	0,3
Standardabweichung	3,3	1,5	4,4	0,05

Probe af2_K4	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01	92,5	1,7	5,5	0,2
200x02	93,3	4,0	2,5	0,3
200x03	92,1	2,4	5,2	0,3
200x04	86,1	0,7	12,9	0,2
200x05	94,0	4,8	0,9	0,3
200x06	93,1	2,4	4,4	0,2
200x07	86,5	0,9	12,3	0,2
200x08	94,9	2,6	2,2	0,3
200x09	93,5	4,3	2,0	0,2
200x10	94,7	2,2	2,9	0,2
Mittelwert	92,1	2,6	5,1	0,2
Standardabweichung	3,2	1,4	4,2	0,04

Probe af2_K5	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01	86,1	0,9	12,7	0,3
200x02	92,9	2,1	4,6	0,4
200x03	89,7	3,2	6,7	0,3
200x04	74,8	1,9	22,9	0,4
200x05	91,9	2,9	5,0	0,2
200x06	88,4	3,0	8,3	0,3
200x07	88,2	2,8	8,7	0,2
200x08	91,6	3,6	4,4	0,4
200x09	87,5	3,4	8,8	0,2
200x10	87,1	1,7	10,9	0,3
Mittelwert	87,8	2,5	9,3	0,3
Standardabweichung	5,1	0,9	5,5	0,07

Probe	af2_K6	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		88,7	3,9	7,3	0,2
200x02		87,7	5,2	6,8	0,2
200x03		89,2	2,5	8,0	0,2
200x04		84,6	3,8	11,3	0,4
200x05		89,9	5,6	4,3	0,2
200x06		88,5	3,8	7,5	0,3
200x07		85,0	3,7	11,1	0,3
200x08		89,7	5,7	4,3	0,3
200x09		88,9	3,5	7,4	0,2
200x10		88,4	4,2	7,2	0,3
Mittelwert		88,0	4,2	7,5	0,3
Standardabweichung		1,8	1,0	2,3	0,05

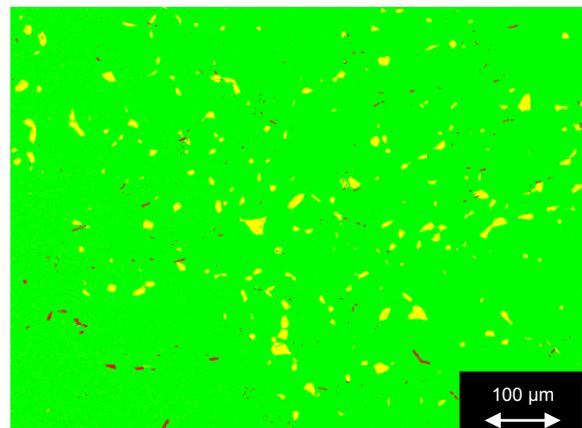
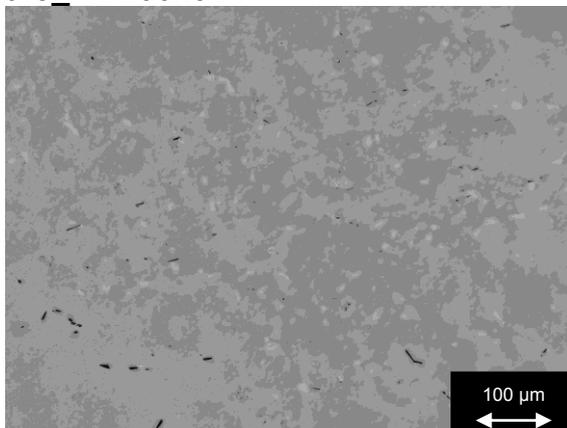
Probe	af2_K7	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		86,4	6,9	6,3	0,3
200x02		81,2	3,6	14,9	0,3
200x03		85,4	6,3	8,1	0,2
200x04		86,9	4,4	8,5	0,2
200x05		87,8	6,7	5,2	0,3
200x06		79,5	3,7	16,6	0,2
200x07		81,8	4,6	13,4	0,2
200x08		83,3	7,3	9,0	0,3
200x09		87,0	5,3	7,5	0,3
200x10		78,3	2,9	18,6	0,2
Mittelwert		83,8	5,2	10,8	0,3
Standardabweichung		3,4	1,6	4,7	0,06

### Probe af3\_ (Route III):

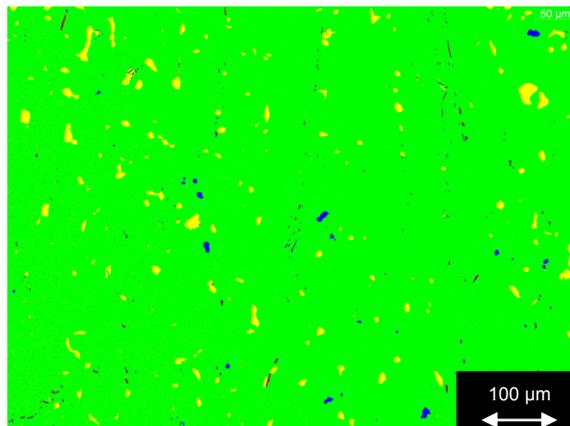
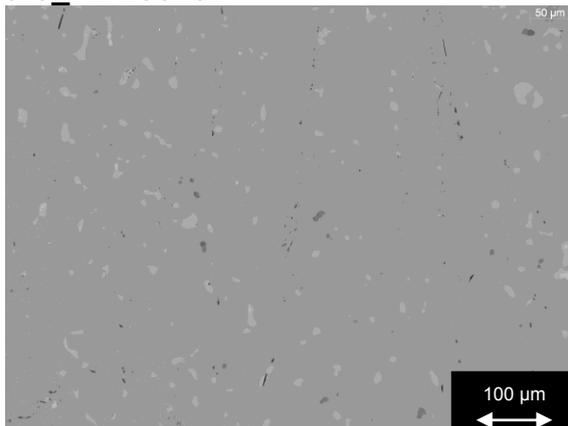
Gefügebildungen:

farbcodierte Gefügebildungen:

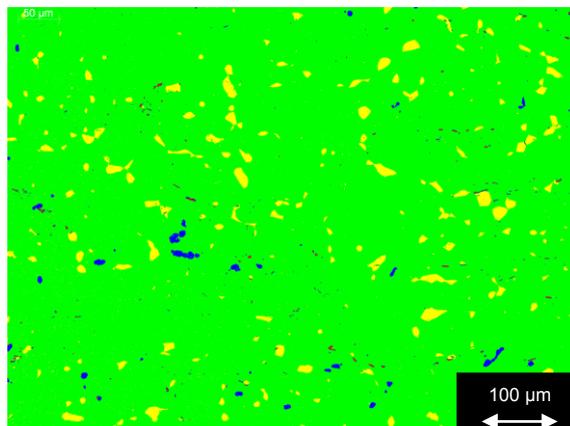
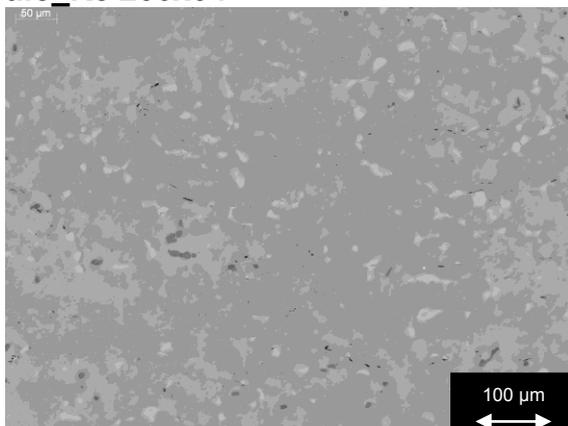
af3\_K1 200x01



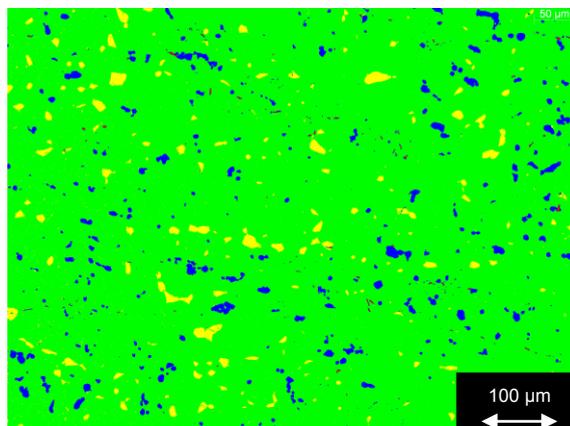
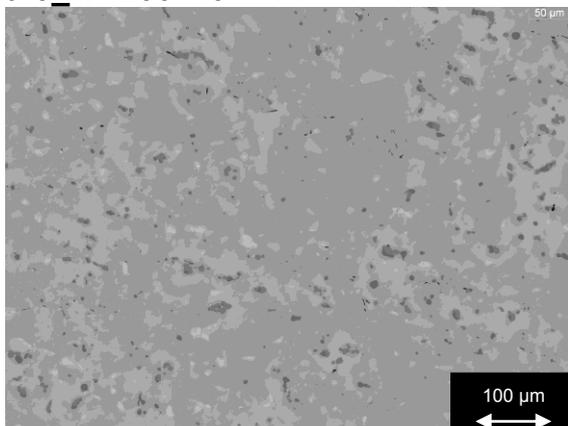
af3\_K2 200x02



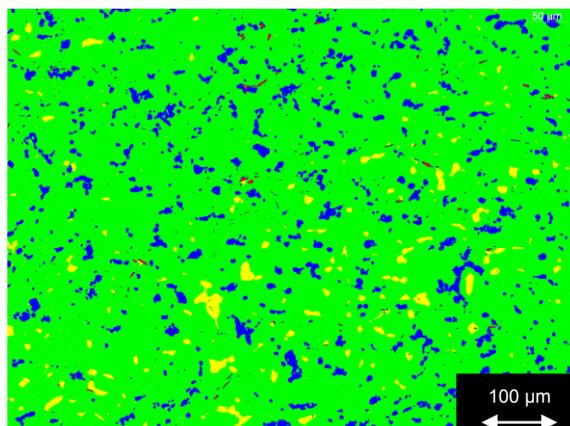
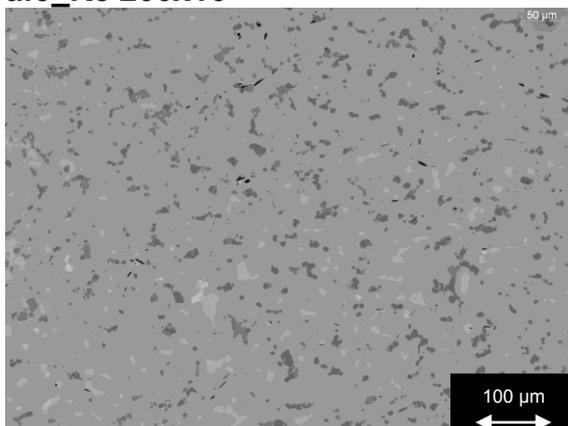
af3\_K3 200x04



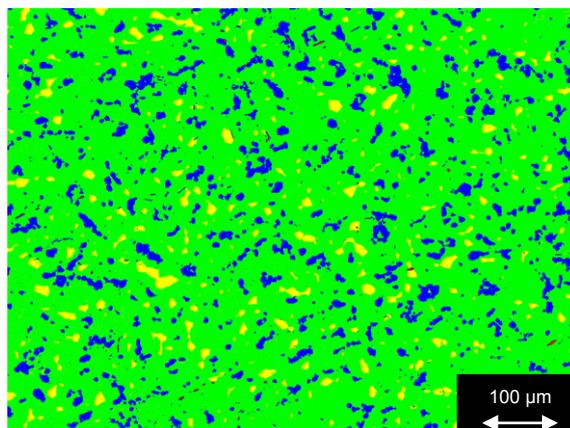
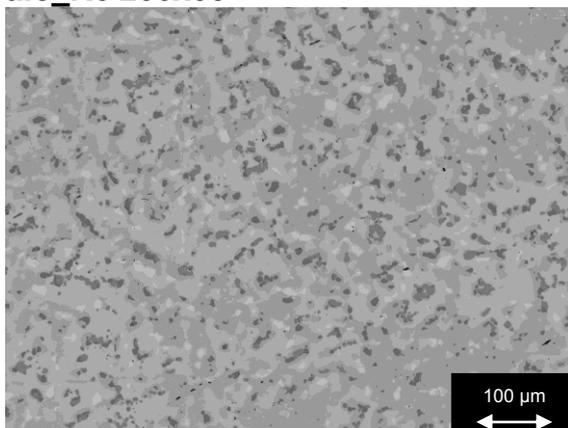
af3\_K4 200x10



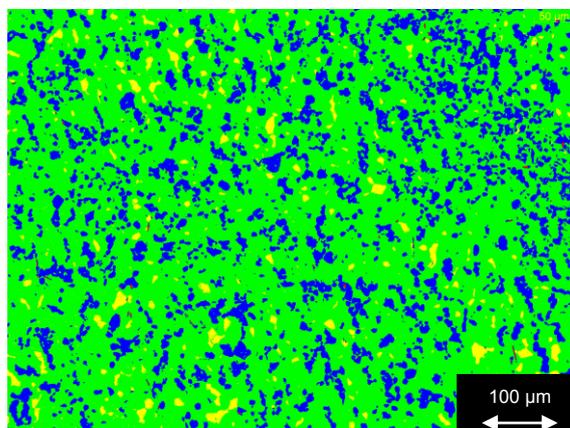
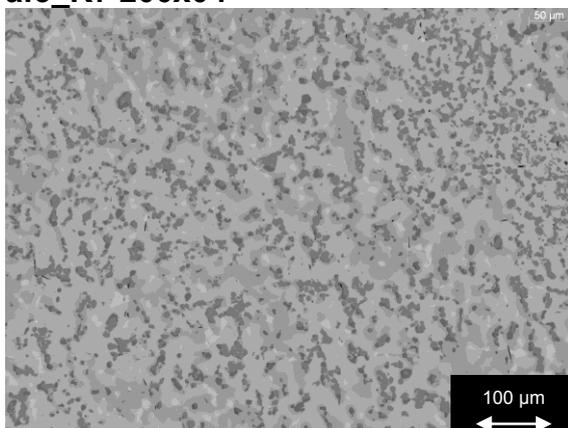
af3\_K5 200x16



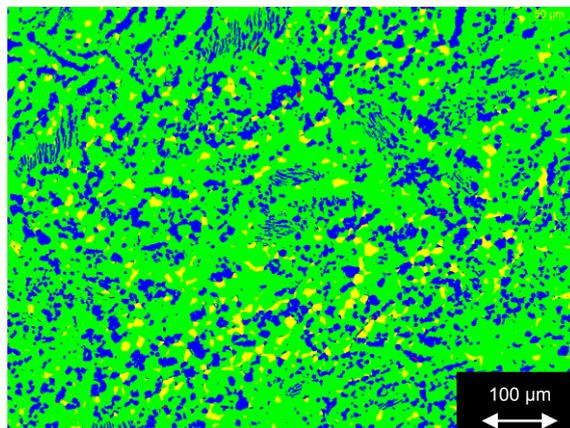
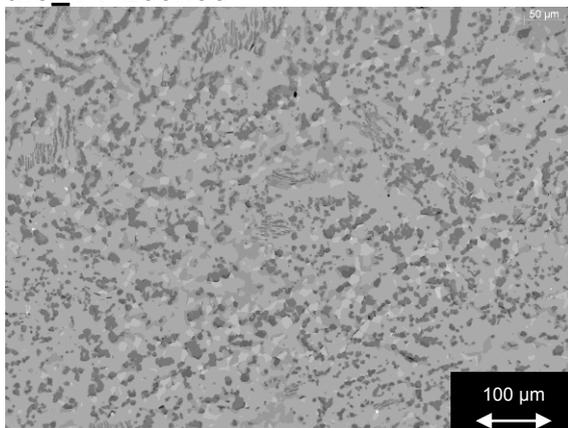
af3\_K6 200x03



af3\_K7 200x04



af3\_VV 200x03



**Auswertetabellen:**

Probe	af3_K1	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		96,4	3,3	0,0	0,3
200x02		97,2	2,5	0,0	0,2
200x03		95,9	3,9	0,0	0,2
200x04		95,5	4,3	0,0	0,2
200x05		96,3	3,5	0,0	0,2
200x06		96,8	2,9	0,0	0,3
200x07		95,2	4,5	0,0	0,3
200x08		95,9	3,8	0,0	0,3
200x09		96,6	2,9	0,0	0,5
200x10		95,9	3,8	0,0	0,3
Mittelwert		96,2	3,5	0,0	0,3
Standardabweichung		0,6	0,6	0,0	0,09

Probe	af3_K2	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		96,5	2,1	1,3	0,1
200x02		96,7	2,8	0,3	0,1
200x03		96,0	3,7	0,2	0,1
200x04		96,3	3,4	0,1	0,1
200x05		96,9	2,6	0,3	0,1
200x06		96,8	2,8	0,3	0,1
200x07		96,1	3,5	0,1	0,2
200x08		96,5	3,3	0,1	0,1
200x09		96,7	2,9	0,4	0,0
200x10		96,1	3,5	0,2	0,2
Mittelwert		96,5	3,1	0,3	0,1
Standardabweichung		0,3	0,5	0,4	0,04

Probe	af3_K3	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		96,1	3,2	0,5	0,1
200x02		96,3	2,9	0,7	0,2
200x03		96,9	2,7	0,3	0,1
200x04		95,3	4,0	0,6	0,1
200x05		95,6	3,8	0,5	0,1
200x06		96,2	3,2	0,5	0,1
200x07		96,6	2,5	0,7	0,1
200x08		95,2	4,2	0,4	0,1
200x09		96,7	2,9	0,3	0,1
200x10		96,2	2,0	1,6	0,1
Mittelwert		96,1	3,1	0,6	0,1
Standardabweichung		0,6	0,7	0,4	0,03

Probe	af3_K4	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		93,9	2,4	3,6	0,1
200x02		93,4	3,6	2,9	0,1
200x03		94,0	2,5	3,3	0,1
200x04		94,6	2,6	2,7	0,1
200x05		94,9	3,2	1,8	0,1
200x06		94,2	2,9	2,8	0,1
200x07		93,0	1,4	5,5	0,1
200x08		95,9	2,5	1,5	0,1
200x09		93,5	3,5	2,9	0,1
200x10		93,9	2,9	3,1	0,1
Mittelwert		94,1	2,7	3,0	0,1
Standardabweichung		0,8	0,6	1,1	0,02

Probe	af3_K5	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		89,2	3,4	7,2	0,1
200x02		87,6	2,4	9,9	0,1
200x03		86,4	1,5	12,0	0,1
200x04		88,0	2,5	9,4	0,1
200x05		87,8	1,7	10,3	0,1
200x06		86,7	2,7	10,5	0,1
200x07		86,8	1,8	11,3	0,1
200x08		85,2	1,3	13,4	0,1
200x09		90,4	3,6	5,9	0,1
200x10		90,5	2,4	6,9	0,1
200x11		90,7	2,7	6,4	0,1
200x12		91,4	3,2	5,4	0,1
200x13		91,2	2,8	5,9	0,1
200x14		92,0	2,8	5,1	0,1
200x15		90,0	3,2	6,7	0,1
200x16		89,0	3,0	7,9	0,2
Mittelwert		88,9	2,6	8,4	0,1
Standardabweichung		2,0	0,7	2,6	0,03

Probe	af3_K6	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		84,7	4,1	11,0	0,1
200x02		83,9	3,7	12,2	0,2
200x03		84,6	4,7	10,6	0,1
200x04		84,2	4,8	11,0	0,1
200x05		86,5	3,7	9,7	0,1
200x06		84,1	3,1	12,7	0,1
200x07		82,0	5,9	12,0	0,1
200x08		87,5	3,4	8,9	0,1
200x09		87,0	3,1	9,7	0,1
200x10		86,5	4,5	8,8	0,1
Mittelwert		85,1	4,1	10,7	0,1
Standardabweichung		1,7	0,9	1,4	0,03

Probe	af3_K7	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		80,6	5,1	14,2	0,1
200x02		79,2	5,5	15,3	0,1
200x03		77,4	6,8	15,7	0,1
200x04		76,5	3,4	20,0	0,1
200x05		79,7	6,0	14,2	0,1
200x06		77,4	6,4	16,1	0,1
200x07		78,7	4,7	16,5	0,1
200x08		77,6	4,6	17,6	0,1
200x09		83,0	5,4	11,5	0,1
200x10		79,7	6,8	13,4	0,1
Mittelwert		79,0	5,5	15,4	0,1
Standardabweichung		1,9	1,1	2,4	0,02

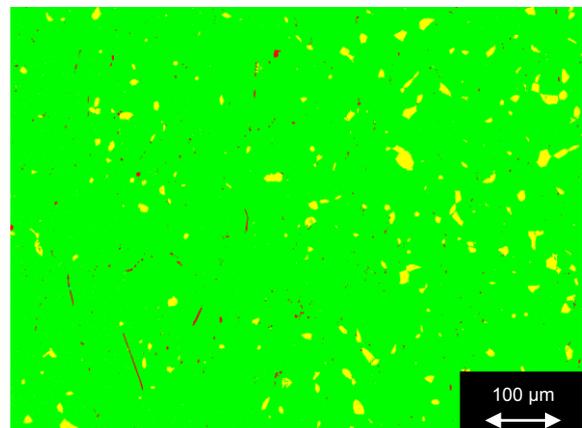
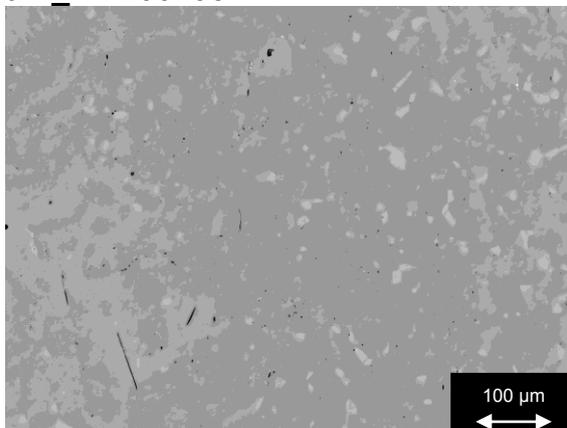
Probe	af3_VV	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		71,8	6,3	21,8	0,1
200x02		71,9	5,8	22,2	0,1
200x03		72,7	5,4	21,9	0,1
200x04		72,1	5,7	22,1	0,1
200x05		72,1	6,1	21,6	0,1
200x06		72,9	5,9	21,0	0,2
200x07		70,4	6,0	23,3	0,2
200x08		72,2	6,4	21,3	0,2
200x09		70,6	5,8	23,3	0,3
200x10		72,9	6,3	20,6	0,1
Mittelwert		72,0	6,0	21,9	0,2
Standardabweichung		0,9	0,3	0,9	0,06

### Probe af4\_ (Route IV):

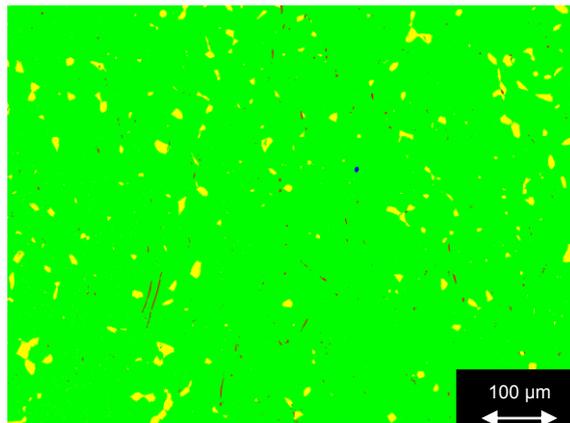
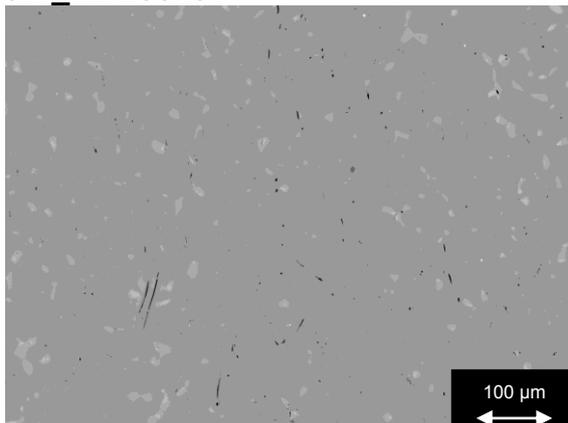
Gefügebildungen:

farbcodierte Gefügebildungen:

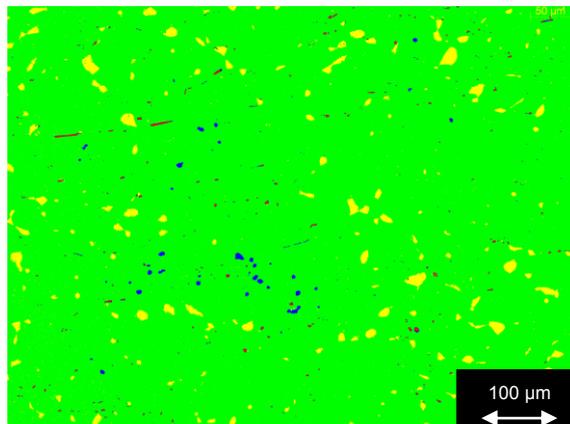
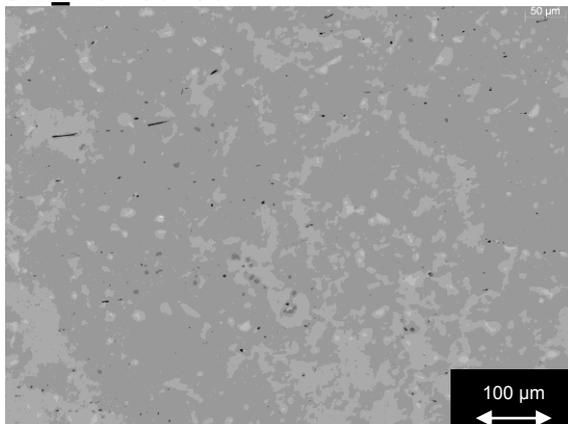
af4\_K1 200x05



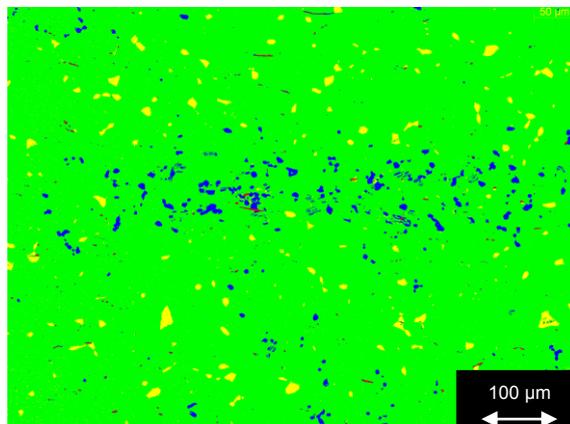
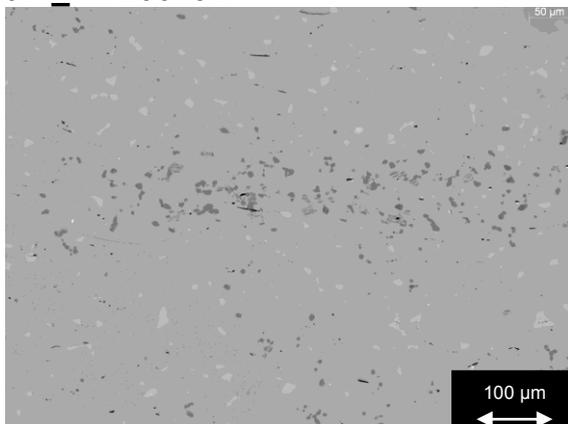
af4\_K2 200x01



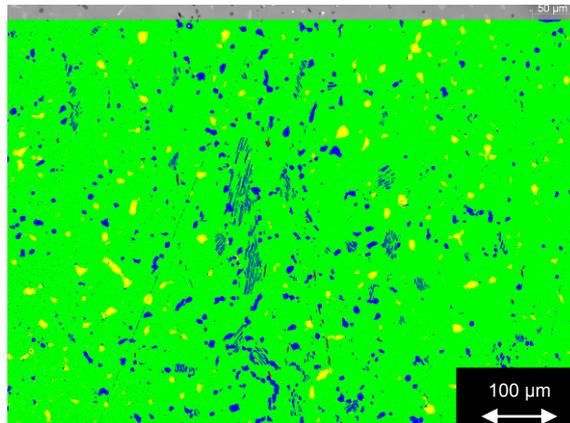
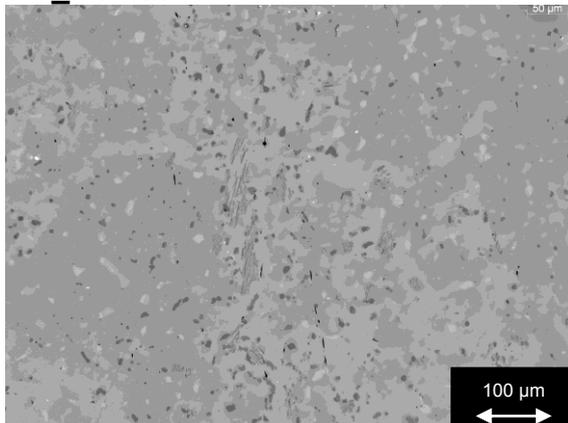
af4\_K3 200x06



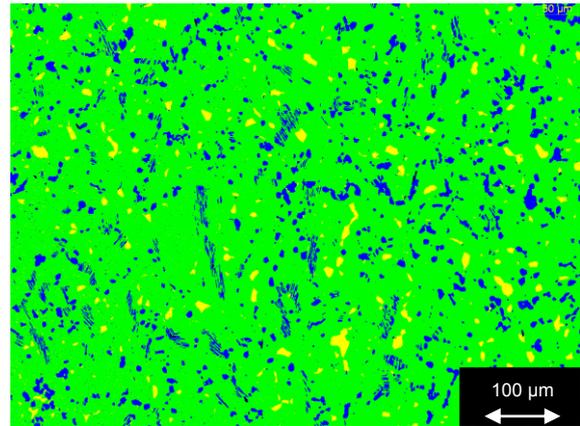
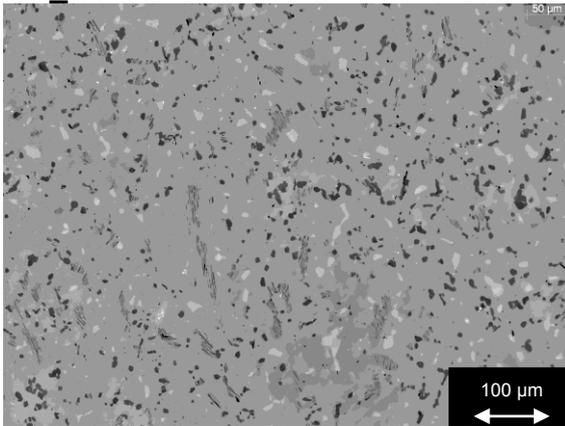
af4\_K4 200x02



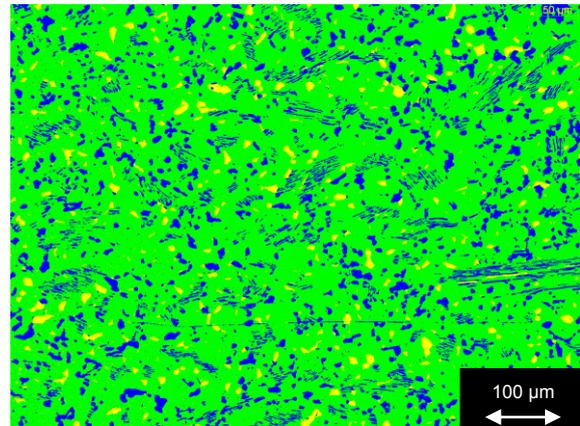
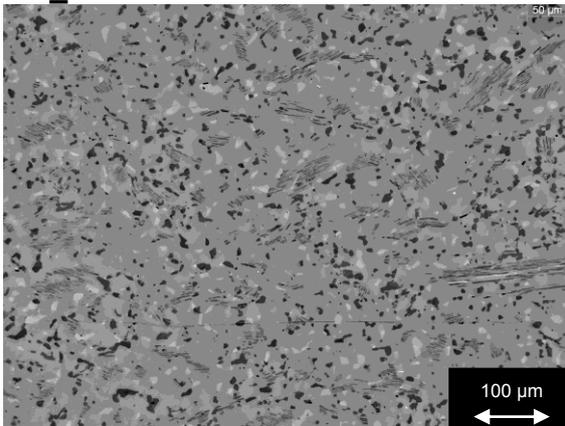
af4\_K5 200x01



af4\_K6 200x05



af4\_K7 200x03



## Auswertetabellen:

Probe	af4_K1	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		95,8	3,8	0,1	0,3
200x02		96,6	3,0	0,1	0,3
200x03		95,1	4,5	0,1	0,3
200x04		95,9	3,8	0,0	0,3
200x05		96,6	3,1	0,0	0,3
200x06		97,1	2,5	0,0	0,4
200x07		96,4	3,3	0,0	0,3
200x08		96,2	3,4	0,0	0,4
200x09		95,3	4,3	0,0	0,3
200x10		97,1	2,4	0,0	0,4
Mittelwert		96,2	3,4	0,0	0,3
Standardabweichung		0,7	0,7	0,0	0,05

Probe	af4_K2	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		96,7	3,1	0,0	0,2
200x02		96,7	3,0	0,0	0,3
200x03		96,5	3,3	0,0	0,2
200x04		96,8	2,9	0,0	0,2
200x05		96,0	3,8	0,0	0,2
200x06		97,0	2,6	0,3	0,2
200x07		97,0	2,8	0,0	0,2
200x08		96,7	3,0	0,0	0,2
200x09		96,7	3,1	0,0	0,2
200x10		96,8	3,0	0,0	0,1
Mittelwert		96,7	3,1	0,0	0,2
Standardabweichung		0,3	0,3	0,1	0,04

Probe	af4_K3	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		97,0	2,7	0,2	0,2
200x02		96,4	3,2	0,2	0,1
200x03		96,8	2,8	0,3	0,2
200x04		96,9	2,6	0,3	0,2
200x05		96,5	2,8	0,5	0,2
200x06		96,1	3,3	0,4	0,2
200x07		96,5	2,3	1,0	0,2
200x08		96,2	3,5	0,1	0,2
200x09		96,4	2,6	0,9	0,1
200x10		96,7	2,9	0,2	0,2
Mittelwert		96,6	2,9	0,4	0,2
Standardabweichung		0,3	0,4	0,3	0,03

Probe	af4_K4	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		96,2	3,1	0,7	0,1
200x02		95,2	2,5	2,1	0,2
200x03		94,0	1,7	4,1	0,2
200x04		96,0	2,9	0,9	0,2
200x05		88,2	1,2	10,4	0,2
200x06		96,8	2,5	0,6	0,1
200x07		95,9	2,3	1,7	0,1
200x08		93,3	1,7	4,9	0,2
200x09		96,3	2,8	0,7	0,1
200x10		96,7	2,8	0,4	0,1
Mittelwert		94,9	2,4	2,6	0,1
Standardabweichung		2,6	0,6	3,1	0,05

Probe	af4_K5	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%	Borid vol%
200x01		92,6	2,6	4,7	0,1
200x02		93,9	2,7	3,3	0,1
200x03		93,6	3,2	3,2	0,1
200x04		93,1	2,4	4,4	0,1
200x05		93,1	2,5	4,3	0,2
200x06		92,7	2,7	4,5	0,1
200x07		90,6	2,4	6,9	0,1
200x08		93,4	2,5	3,9	0,1
200x09		91,4	2,4	6,0	0,2
200x10		90,8	2,0	7,1	0,1
Mittelwert		92,5	2,5	4,8	0,1
Standardabweichung		1,2	0,3	1,4	0,04

Probe	af4_K6	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		88,3	3,4	8,3
200x02		87,3	3,2	9,6
200x03		86,7	3,7	9,6
200x04		86,9	3,9	9,2
200x05		87,6	3,4	8,9
200x06		87,4	3,1	9,4
200x07		87,0	3,3	9,6
200x08		86,7	3,2	10,0
200x09		88,9	3,9	7,1
200x10		88,9	3,7	7,4
Mittelwert		87,6	3,5	8,9
Standardabweichung		0,8	0,3	1,0

Probe	af4_K7	alpha2 vol%	betaO vol%	gamma vol%
200x01		83,8	4,2	12,0
200x02		82,5	4,6	12,9
200x03		81,4	4,3	14,3
200x04		82,1	4,4	13,5
200x05		82,2	4,7	13,2
200x06		81,6	4,4	14,0
200x07		81,7	4,1	14,2
200x08		81,9	3,7	14,4
200x09		81,6	4,7	13,7
200x10		81,3	3,8	14,9
Mittelwert		82,0	4,3	13,7
Standardabweichung		0,7	0,3	0,8

## Anhang D: Wärmetechnische Berechnungen

geg.: Temperatur am Schaufelgrat  $T_G$ , Lufttemperatur  $T_L$ , Bezugstemperatur für die Stoffwerte  $T_B$ , Wärmeleitfähigkeit der Luft  $\lambda$ , kinematische Viskosität der Luft  $\nu$ , Prandtl-Zahl  $Pr$ , charakteristische Länge des Schaufelgrats  $L_C$ , Strömungsgeschwindigkeit  $w$ , kritische Reynoldszahl für ebene Platten  $Re_{krit}$ , Stefan-Boltzmann Konstante  $\sigma$ , Emissionskoeffizient für Ti-Legierungen  $\varepsilon$ .

$$\begin{aligned} T_L &= 25^\circ\text{C} = 298 \text{ K} & T_B &= (T_G + T_L)/2 \quad [63] \\ Re_{krit} &= 350\,000 \quad [63] & L_C &= 8 \text{ cm} = 0,08 \text{ m} \\ w_{FAC\_schn} &= 70 \text{ km/h} = 19,5 \text{ m/s} & \varepsilon &= 0,41 \quad [66] \\ w_{FAC\_langs} &= 35 \text{ km/h} = 9,7 \text{ m/s} & \sigma &= 5,67 \cdot 10^{-8} \text{ W}/(\text{m}^2 \text{ K}^4) \quad [63] \end{aligned}$$

$\lambda(T_B)$ ,  $\nu(T_B)$  und  $Pr(T_B)$  wurden mittels der Stoffdaten für Luft aus [67] bestimmt. Stoffdaten bei nicht angegebenen Temperaturen wurden aus Regressionsfunktionen (Polynomfunktionen 2. bis 4. Grades) berechnet, die man durch eine Ausgleichsrechnung der vorhandenen Stoffdaten bei gegebener Temperatur erhält.

### Berechnung der Wärmestromdichte über Konvektion:

$$Re = \frac{w \cdot L_C}{\nu} \quad [63] \rightarrow w_{krit} = \frac{Re_{krit} \cdot \nu(30^\circ\text{C})}{L_C} = 71,13 \text{ m/s} = \underline{256 \text{ km/h}}$$

Da  $w_{krit} \gg w_{FAC}$ , handelt es sich um eine laminare Strömung über den Grat, d.h. zur Berechnung der mittleren Nußelt-Zahl ( $Nu_M$ ) wird folgende Formel verwendet:

$$Nu_M = 0,664 \cdot Pr^{1/3} \cdot Re^{1/2} \quad [63],$$

... für den Wärmeübergangskoeffizient  $\alpha$ :

$$\alpha(T_G) = \frac{Nu_M \cdot \lambda(T_G)}{L_C} \quad [63].$$

Die Wärmestromdichte  $q_{Konv}$  ergibt sich aus:

$$q_{Konv} = \alpha \cdot (T_G - T_L) \quad [63]$$

### Berechnung der Wärmestromdichte über Strahlung $q_{Str}$ :

$$q_{Str} = \varepsilon \cdot \sigma \cdot T_G^4 \quad [63]$$

Berechnungstabelle für  $w_{\text{FAC\_schn}} = 70 \text{ km/h}$  [67]:

$T_G$ [K]	$T_B$ [K]	$\nu \cdot 10^{-7}$ [m <sup>2</sup> /s]	$\lambda \cdot 10^{-3}$ [W/(m K)]	Pr [-]	Re [-]	$Nu_M$ [-]	$\alpha$ [W/(m <sup>2</sup> K)]	$q_{\text{Konv}}$ [W/m <sup>2</sup> ]	$q_{\text{Str}}$
1473	885,5	1003,5	62,0	0,7230	15546	74,3	57,5	67615	109440
1423	860,5	957,5	60,6	0,7213	16293	76,0	57,6	64792	95321
1373	835,5	912,4	59,3	0,7196	17098	77,8	57,6	61959	82613
1323	810,5	868,1	57,9	0,7178	17969	79,7	57,7	59117	71221
1273	785,5	824,8	56,5	0,7160	18914	81,7	57,7	56266	61049
1223	760,5	782,3	55,1	0,7141	19941	83,8	57,7	53409	52008
1173	735,5	740,7	53,7	0,7122	21062	86,1	57,8	50547	44011
1123	710,5	699,9	52,3	0,7104	22287	88,4	57,8	47681	36973
1073	685,5	660,1	50,8	0,7086	23633	91,0	57,8	44812	30815
1023	660,5	621,1	49,4	0,7068	25117	93,7	57,9	41942	25461
973	635,5	583,0	47,9	0,7051	26759	96,7	57,9	39073	20836
923	610,5	545,7	46,4	0,7035	28585	99,8	57,9	36204	16872
873	585,5	509,4	44,9	0,7021	30625	103,3	58,0	33338	13503
823	560,5	473,9	43,4	0,7008	32919	107,0	58,0	30473	10665
773	535,5	439,3	41,9	0,6997	35512	111,1	58,1	27612	8300
723	510,5	405,5	40,3	0,6989	38467	115,6	58,2	24752	6352
673	485,5	372,7	38,8	0,6983	41859	120,5	58,4	21895	4769
623	460,5	340,7	37,2	0,6981	45789	126,0	58,6	19037	3502
573	435,5	309,6	35,6	0,6982	50390	132,2	58,8	16176	2506
523	410,5	279,3	34,0	0,6987	55845	139,2	59,1	13307	1739
473	385,5	250,0	32,4	0,6997	62404	147,3	59,6	10424	1164
453	375,5	238,5	31,7	0,7002	65413	150,8	59,8	9264	979
433	365,5	227,1	31,1	0,7008	68685	154,6	60,0	8100	817
413	355,5	215,9	30,4	0,7015	72255	158,6	60,3	6929	676
393	345,5	204,8	29,7	0,7023	76163	162,9	60,5	5752	555
373	335,5	193,9	29,1	0,7032	80461	167,5	60,9	4565	450
363	330,5	188,5	28,7	0,7037	82774	169,9	61,0	3968	404
353	325,5	183,1	28,4	0,7042	85207	172,4	61,2	3368	361
343	320,5	177,7	28,1	0,7047	87771	175,1	61,4	2765	322
333	315,5	172,4	27,7	0,7053	90475	177,8	61,6	2158	286
323	310,5	167,1	27,4	0,7059	93332	180,6	61,9	1547	253
313	305,5	161,9	27,1	0,7065	96354	183,6	62,1	932	223
303	300,5	156,7	26,7	0,7071	99556	186,7	62,4	312	196

Polynomfunktionen der Ausgleichsrechnung:

$$\nu(T) = 0,0007 T^2 + 0,9995 T + 128,68 \quad [10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}], \quad T \text{ in } ^\circ\text{C}$$

$$\lambda(T) = -0,0000119 T^2 + 0,06782 T + 24,88 \quad [10^{-3} \text{ W}/(\text{mK})], \quad T \text{ in } ^\circ\text{C}$$

$$\text{Pr}(T) = 2,25\text{E-}13 T^4 - 6,35\text{E-}10 T^3 + 5,99\text{E-}7 T^2 - 1,61\text{E-}4 T + 0,7111 \quad [-], \quad T \text{ in } ^\circ\text{C}$$

Berechnungstabelle für  $w_{FAC\_lang} = 35 \text{ km/h}$  [67]:

$T_G$ [K]	$T_B$ [K]	$v \cdot 10^{-7}$ [m <sup>2</sup> /s]	$\lambda \cdot 10^{-3}$ [W/(m K)]	Pr [-]	Re [-]	$Nu_M$ [-]	$\alpha$ [W/(m <sup>2</sup> K)]	$q_{Konv}$ [W/m <sup>2</sup> ]	$q_{Str}$
1473	885,5	1003,5	62,0	0,7230	7749	52,5	40,6	47737	109440
1423	860,5	957,5	60,6	0,7213	8121	53,7	40,7	45745	95321
1373	835,5	912,4	59,3	0,7196	8523	54,9	40,7	43744	82613
1323	810,5	868,1	57,9	0,7178	8957	56,3	40,7	41737	71221
1273	785,5	824,8	56,5	0,7160	9428	57,7	40,7	39725	61049
1223	760,5	782,3	55,1	0,7141	9940	59,2	40,8	37708	52008
1173	735,5	740,7	53,7	0,7122	10498	60,8	40,8	35687	44011
1123	710,5	699,9	52,3	0,7104	11109	62,4	40,8	33663	36973
1073	685,5	660,1	50,8	0,7086	11780	64,2	40,8	31638	30815
1023	660,5	621,1	49,4	0,7068	12520	66,2	40,8	29612	25461
973	635,5	583,0	47,9	0,7051	13338	68,3	40,9	27586	20836
923	610,5	545,7	46,4	0,7035	14248	70,5	40,9	25561	16872
873	585,5	509,4	44,9	0,7021	15266	72,9	40,9	23537	13503
823	560,5	473,9	43,4	0,7008	16409	75,5	41,0	21515	10665
773	535,5	439,3	41,9	0,6997	17702	78,4	41,0	19494	8300
723	510,5	405,5	40,3	0,6989	19174	81,6	41,1	17476	6352
673	485,5	372,7	38,8	0,6983	20865	85,1	41,2	15458	4769
623	460,5	340,7	37,2	0,6981	22824	89,0	41,4	13440	3502
573	435,5	309,6	35,6	0,6982	25118	93,4	41,5	11420	2506
523	410,5	279,3	34,0	0,6987	27836	98,3	41,8	9395	1739
473	385,5	250,0	32,4	0,6997	31106	104,0	42,1	7359	1164
453	375,5	238,5	31,7	0,7002	32606	106,5	42,2	6541	979
433	365,5	227,1	31,1	0,7008	34237	109,1	42,4	5719	817
413	355,5	215,9	30,4	0,7015	36016	112,0	42,5	4892	676
393	345,5	204,8	29,7	0,7023	37964	115,0	42,7	4061	555
373	335,5	193,9	29,1	0,7032	40107	118,3	43,0	3223	450
363	330,5	188,5	28,7	0,7037	41260	120,0	43,1	2801	404
353	325,5	183,1	28,4	0,7042	42473	121,7	43,2	2378	361
343	320,5	177,7	28,1	0,7047	43750	123,6	43,4	1952	322
333	315,5	172,4	27,7	0,7053	45098	125,5	43,5	1523	286
323	310,5	167,1	27,4	0,7059	46522	127,5	43,7	1092	253
313	305,5	161,9	27,1	0,7065	48029	129,6	43,9	658	223
303	300,5	156,7	26,7	0,7071	49625	131,8	44,0	220	196

Polynomfunktionen der Ausgleichsrechnung:

$$v(T) = 0,0007 T^2 + 0,9995 T + 128,68 \quad [10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}], \quad T \text{ in } ^\circ\text{C}$$

$$\lambda(T) = -0,0000119 T^2 + 0,06782 T + 24,88 \quad [10^{-3} \text{ W}/(\text{mK})], \quad T \text{ in } ^\circ\text{C}$$

$$Pr(T) = 2,25E-13 T^4 - 6,35E-10 T^3 + 5,99E-7 T^2 - 1,61E-4 T + 0,7111 \quad [-], \quad T \text{ in } ^\circ\text{C}$$