



DIPLOMARBEIT

Entwicklung und Charakterisierung einer Ti- Legierung mit hoher spezifischer Steifigkeit und geringer Gefüge-Anisotropie

ausgeführt am

Institut für chemische Technologien und Analytik - TU Wien

Getreidemarkt 9/164-CT

1060 Wien

unter der Leitung von

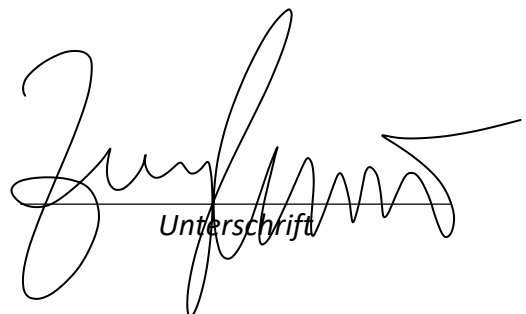
Ao. Univ.Prof. DI Dr. Christian Edtmaier

durch

Andreas Zunghammer, BSc

Matrikelnummer: 11778279

Wien, 13.08.2022
Ort, Datum


Unterschrift

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen von mir selbstständig erstellt wurde. Alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, sind in dieser Arbeit genannt und aufgelistet. Die aus den Quellen wörtlich entnommenen Stellen, sind als solche kenntlich gemacht.

Das Thema dieser Arbeit wurde von mir bisher weder im In- noch Ausland einer Beurteiler*in zur Begutachtung in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt. Diese Arbeit stimmt mit der von den Begutachter*innen beurteilten Arbeit überein.

Wien, 13.09.2022

Ort, Datum



Unterschrift

Danksagung

Zu Beginn möchte ich Ao.Univ.Prof. DI Dr. Christian Edtmaier für die Möglichkeit danken, diese spannende Diplomarbeit in seiner Forschungsgruppe durchführen zu dürfen. Seine Tür stand immer offen, wenn ich einmal Fragen hatte und nicht weiterwusste.

Danke auch an die österreichische Forschungsförderungsgesellschaft (FFG) für die Finanzierung des Projekts „Ti4Space“, im Zuge dessen diese Diplomarbeit durchgeführt wurde. Ebenso danken möchte ich allen Projektpartner*innen für die gute Zusammenarbeit, allen voran RHP Technology GmbH, die die Durchführung der E-Modulmessungen mittels Ultraschall übernommen hat.

Weiterer Dank gilt auch den Kollegen aus der Werkstatt für die Anfertigung der Kapseln für das Strangpressen und das Abdrehen der hergestellten Stränge.

Danken möchte ich auch allen Kolleg*innen aus dem Universitätsalltag sowohl für die fachliche Unterstützung als auch für die vielen gemütlichen Aktivitäten außerhalb der Arbeit. Ganz besonderer Dank gilt hier DI Ella Stauer, die immer ein offenes Ohr für meine Fragen hatte.

Zuletzt möchte ich noch meiner Familie und meinen Freunden danken, die mich auf meinem Weg durch das Studium und durch die Diplomarbeit begleitet haben. Ganz besonderer Dank gilt meiner Mama und meinem Papa, die mich immer unterstützt und mein Studium ermöglicht haben. Danke auch an meinen Bruder Michael für die Unterstützung besonders in der Anfangsphase meines Studiums und an meine Freundin Magdalena für ihre grenzenlose Geduld und ihren guten Zuspruch.

Abstract

Titanium and its alloys have been established materials for structural applications in the aerospace industry for some time because of their good specific mechanical properties and their low density. In recent years, additive manufacturing has become an increasingly attractive manufacturing route due to manifold advantages. However, there are still problems in 3D-printing of titanium alloys that need to be addressed. For example, in additive manufacturing of commercially available alloys, such as Ti and Ti-6Al-4V, columnar crystals grow in the build-up direction of the part.

The aim of this work is therefore, on the one hand, to find alloys that do not exhibit this tendency to columnar crystal growth. On the other hand, an increase in specific stiffness by particle strengthening should also be achieved. Various titanium alloys were melted via induction heating under an Ar-atmosphere and the microstructure was investigated with regard to columnar crystal growth. The particle reinforced samples were prepared via hot extrusion of powder mixtures. Analysis was performed by optical microscopy, SEM and EDX. In addition, Vickers hardness measurements, Young's modulus measurements by ultrasound, and Archimedes density measurements were performed. Since many particles react with titanium, heat treatments under Ar-atmosphere were also performed and the samples were characterized by SEM and XRD.

This showed that for alloys such as Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y or Ti-7Al-1.5B, the columnar crystal growth could be completely or at least partially suppressed. In addition, an increase in Young's modulus was observed in many particle reinforced samples. Furthermore, it could be proven that hot extrusion can suppress reactive systems of particles and the titanium matrix to a certain extent.

Further experimental investigations need to clarify whether these materials can also be processed to produce a filament for wire-based additive manufacturing and are thus suitable for wire-based 3D printing. In addition, other mechanical parameters such as tensile strength or elongation at break of the manufactured materials also need to be investigated.

Kurzfassung

Titan und seine Legierungen sind dank der guten spezifischen mechanischen Eigenschaften und der geringen Dichte bereits einige Zeit etablierte und wichtige Werkstoffe für Strukturanwendungen in der Luftfahrt- und Raumfahrtindustrie. In den letzten Jahren wurde die additive Fertigung aufgrund mannigfaltiger Vorteile eine immer attraktivere Herstellroute. Beim 3D-Druck von Titanlegierungen treten jedoch noch Probleme auf, die einer Lösung bedürfen. So wachsen in der additiven Fertigung handelsüblicher Legierungen, wie Ti und Ti-6Al-4V, Stängelkristalle in Aufbaurichtung des Bauteils.

Ziel dieser Arbeit ist es daher, einerseits Legierungen zu finden, die diese Neigung zum Stängelkristallwachstum nicht zeigen. Andererseits sollte auch eine Erhöhung der spezifischen Steifigkeit durch Partikelverstärkungen angestrebt werden. Dazu wurden verschiedene Titanlegierungen im Rinnenofen unter Ar-Atmosphäre geschmolzen und das Gefüge hinsichtlich Stängelkristallwachstum untersucht. Die partikelverstärkten Proben wurden über Strangpressen von Pulvermischungen hergestellt. Die Analyse erfolgte durch Lichtmikroskopie, REM und EDX. Zusätzlich wurden auch Härtemessungen nach Vickers, E-Modulmessungen mittels Ultraschall und Dichtemessungen nach Archimedes durchgeführt. Da viele Partikel mit Titan reagieren, wurden auch Wärmebehandlungen unter Ar-Atmosphäre durchgeführt und die Proben mittels REM und XRD charakterisiert.

Dabei zeigte sich, dass bei Legierungen wie Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y oder Ti-7Al-1,5B das Stängelkristallwachstum vollständig oder zumindest teilweise unterdrückt werden konnte. Zusätzlich konnte bei vielen partikelverstärkten Proben eine Steigerung des E-Moduls beobachtet werden. Außerdem konnte bewiesen werden, dass durch das Strangpressen Reaktivsysteme aus Partikeln und der Titanmatrix bis zu einem gewissen Grad unterdrückt werden können.

In weiterführenden experimentellen Untersuchungen muss geklärt werden, ob sich diese Werkstoffe auch zur Fertigung eines Filaments für die drahtbasierte additive Fertigung verarbeiten lassen und somit für den drahtbasierten 3D-Druck geeignet sind. Außerdem müssen auch noch andere mechanische Kennwerte wie die Zugfestigkeit, oder die Bruchdehnung der hergestellten Werkstoffe untersucht werden.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
2	Grundlagen.....	2
2.1	Titan und Titanlegierungen	2
2.2	Additive Fertigung von Ti-Legierungen	2
2.3	Kommerzielle Ti-Legierungen	4
2.4	Strategien zur Kornfeinung in Ti-Legierungen.....	5
2.5	Strategien zur Steigerung der Steifigkeit.....	5
2.5.1	Metal Matrix Composites	5
2.5.2	Reaktivität zwischen Titan und potentiellen Verstärkungsphasen.....	7
2.5.3	Strangpressen.....	7
2.5.4	Blown Powder Plasma Metal Deposition	9
3	Problemstellung und Zielsetzung.....	10
4	Praktische Durchführung.....	11
4.1	Schmelzversuche am Rinnenofen.....	11
4.2	Strangpressen	13
4.3	Probenpräparation	14
4.4	Lichtmikroskopie.....	16
4.5	Rasterelektronenmikroskopie.....	16
4.6	Härtemessungen nach Vickers	16
4.7	Dichtemessungen nach Archimedes	17
4.8	E-Modulmessungen mittels Ultraschall.....	17
4.9	DTA-Messungen.....	18
4.10	Wärmebehandlungen und XRD-Messungen	19
5	Ergebnisse und Diskussion	20
5.1	Schmelzversuche am Rinnenofen.....	20
5.1.1	Ti-6Al-4V	21

5.1.2	Ti-6Al-2Fe-0,1Si (TIMETAL 62S)	23
5.1.3	Ti-8Al-1Mo-1V (TIMETAL 8-1-1)	25
5.1.4	Ti-8Al-2Mo-1V	27
5.1.5	Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu	29
5.1.6	Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe	32
5.1.7	Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y	34
5.1.8	Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y	37
5.1.9	Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si (TIMETAL 685).....	40
5.1.10	Ti-5,7Al-3,8V-5Co	42
5.1.11	Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo	45
5.1.12	Ti-13V-11Cr-3Al	47
5.1.13	Ti-10V-2Fe-3Al (TIMETAL 10-2-3).....	49
5.1.14	Ti-4Al-2Fe-3Cu	51
5.1.15	Ti-1Al-8V-5Fe	53
5.1.16	Ti-7Al-1,5B	55
5.1.17	Vergleichende Diskussion der Gefüge der Proben aus dem Rinnenofen	58
5.1.18	Härtemessungen nach Vickers	60
5.2	Strangpressen	62
5.2.1	Theoretische Überlegungen	62
5.2.2	Praktische Versuche	64
5.2.3	Härtemessungen nach Vickers	108
5.2.4	Dichtemessungen nach Archimedes	109
5.2.5	E-Modulmessungen mittels Ultraschall	110
5.2.6	DTA-Messungen	112
5.2.7	Wärmebehandlungen zur Abschätzung der Reaktivität der Partikel	118
6	Fazit und Ausblick.....	127
7	Literaturverzeichnis.....	129

Die approbierte gedruckte Originalversion dieser Diplomarbeit ist an der TU Wien Bibliothek verfügbar
 The approved original version of this thesis is available in print at TU Wien Bibliothek.

1 Einleitung

Die Erdkruste besteht zu ungefähr 0,6 % aus Titan. Somit ist es hinter Aluminium, Eisen und Magnesium das vierthäufigste Strukturmetall auf der Erde. Titan zeichnet sich durch einige herausragende Eigenschaften aus. Hier sind vor allem die hohe spezifische Festigkeit, die geringe Dichte und ausgezeichnete Korrosionseigenschaften zu nennen. Trotzdem werden Titan und seine Legierungen nur in limitierten Anwendungsbereichen (Luftfahrt- und Raumfahrtindustrie, Medizintechnik, ...) verwendet, was vor allem auf den hohen herstellungsbedingten Preis zurückzuführen ist.^{1,2} Aber nicht nur die Herstellung des Titans ist sehr kostenintensiv, sondern auch die Produktion und die Bearbeitung von Titanbauteilen. Aus diesem Grund rückt die additive Fertigung immer mehr in den Fokus aktueller Forschungsarbeiten. Die additive Fertigung hat viele Vorteile, unter anderem ist es bei Titan aufgrund des hohen Preises generell interessant ein Bauteil additiv aufzubauen anstatt es aus einem Block herauszuarbeiten.³ Die Zerspanung von Titan ist aufgrund von intensivem Werkzeugverschleiß einerseits schwierig und andererseits sehr kostenintensiv.⁴ Dementsprechend soll die sogenannte „buy to fly ratio“ und dadurch auch die notwendige Bearbeitung und Zerspanung durch additive Fertigung vergleichsweise niedrig gehalten werden.⁵

Die Prozessierung von Titan birgt außerdem aufgrund der hohen Reaktivität des Metalls diverse Probleme. Besonders die Duktilität wird durch Verunreinigungen von Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff und Kohlenstoff verschlechtert. Aber auch eine zu große Eisenverunreinigung kann schlechte Auswirkungen auf die Korrosionseigenschaften von Titan haben.¹ Neben der Überwindung der prozessbedingten Herausforderungen gibt es ebenso Bestrebungen noch bessere Titanwerkstoffe zu entwickeln und zu charakterisieren. Insbesondere die Herstellung von hochqualitativen Titanwerkstücken mittels additiver Fertigung stellt in der aktuellen Forschung noch Herausforderungen dar. Auf diese soll in der folgenden Diplomarbeit eingegangen und mögliche Problemlösungen präsentiert werden.

2 Grundlagen

2.1 Titan und Titanlegierungen

Das Leichtmetall Titan ist aufgrund seiner geringen Dichte von $4,51 \text{ g/cm}^3$ und seiner attraktiven spezifischen mechanischen Eigenschaften (besonders in Kombination mit Legierungselementen) ein interessantes Element für Strukturanwendungen in der Luftfahrtbranche. Ebenso finden sich, aufgrund der guten Biokompatibilität und der ausgezeichneten Korrosionseigenschaften, Anwendungsgebiete im medizinischen Bereich. Titan liegt bei Raumtemperatur in der hexagonal dichtesten Packung (α -Titan) vor und wechselt bei der sogenannten β -transus Temperatur (882 °C) ins kubisch raumzentrierte Kristallsystem (β -Titan).² Der Schmelzpunkt liegt bei 1670 °C .⁶ Die Herstellung und die Verarbeitung von Titan stellt sich aufgrund der hohen Reaktivität als vergleichsweise schwierig dar, was das Metall einerseits teuer macht und andererseits Schwierigkeiten bei diversen Verarbeitungsrouten, wie zum Beispiel Gießen, mit sich bringt.²

Die mechanischen Eigenschaften von Titan können durch das Legieren mit verschiedenen Elementen noch verbessert werden. Dabei wird unterschieden in α -stabilisierende (z.B.: Al und O), β -stabilisierende und neutrale (z.B.: Sn) Legierungselemente. Bei den β -stabilisierenden Legierungselementen wird noch einmal unterschieden in β -isomorphe (z.B.: Mo, V) und β -eutektoide (z.B.: Fe, Cu, Cr, Co) Elemente.²

2.2 Additive Fertigung von Ti-Legierungen

Aus mannigfaltigen Beweggründen ist die additive Fertigung von Metallen ein wichtiger Bestandteil der aktuellen Forschungen im Bereich der Herstellung von Bauteilen für die Luft und Raumfahrt und auch in der Medizintechnik. Insbesondere für Titan und Titanlegierungen stellt das additive Fertigen eine attraktive Alternative zu den herkömmlichen Herstellungsmethoden wie Gießen oder Schmieden dar. Mittels 3D-Druck sind komplexe Bauteile in endkonturnaher Form herstellbar. Das bietet speziell bei Titan und Titanlegierungen einen großen Vorteil, da sie relativ schwierig und daher teuer zu bearbeiten sind.³ Zusätzlich kann die Materialeffizienz eines Prozesses durch die additive Fertigung erheblich verbessert werden, weil durch den geringeren Nachbearbeitungsbedarf der anfallende Abfall reduziert werden kann.⁷

Bei der additiven Fertigung wird grundsätzlich in Directed Energy Deposition (DED) und Powder Bed Fusion (PBF) unterschieden.⁵ Eines von vielen DED-Verfahren zu additiven Herstellung von Titanbauteilen ist die drahtbasierte additive Fertigung (wire & arc additive manufacturing – WAAM). Ein schematisches Bild eines WAAM Prozesses ist in Abbildung 1 gezeigt. Dieses Verfahren wird an dieser Stelle etwas näher beschrieben, da im Verlauf des weiteren „Ti4Space“-Forschungsprojekts aus den hergestellten Titanlegierungen ein Draht gezogen und dann mittels WAAM ein Bauteil hergestellt werden soll. Dabei wird ein Legierungsdraht durch einen erzeugten Lichtbogen unter Argonatmosphäre aufgeschmolzen und dadurch das Bauteil Schicht für Schicht aufgebaut.⁸

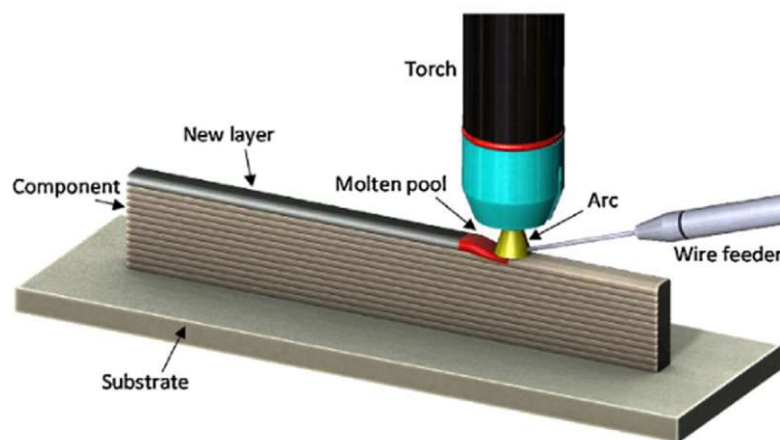


Abbildung 1: Schema des wire & arc additive manufacturing (WAAM) Verfahrens⁹

Im Gegensatz zum WAAM bieten pulverbasierte Methoden den Vorteil, dass nahezu beliebige Pulver mischbar und additiv fertigbar sind. Bei drahtbasierten Verfahren schränkt bis jetzt die sehr limitierte Verfügbarkeit von Drähten (nur Ti und Ti-6Al-4V) die Anwendung der Technologie stark ein.¹⁰ Drahtbasierte additive Fertigung und generell DED-Methoden haben den Vorteil großer Depositionsgeschwindigkeit, was aber zugunsten einer höheren Ungenauigkeit im Gegensatz zu Pulverbettmethoden und daher einem höheren Nachbearbeitungsbedarf ausfällt.⁵ Ein weiterer nennenswerter Vorteil von WAAM ist, dass im Gegensatz zu pulverbasierten Methoden keine Abfallpulver anfallen, die in weiterer Folge nicht wiederverwendet werden können.

Neben den vielfältigen Vorteilen aller Methoden der additiven Fertigung zeigt sich aber auch das Problem der Gefügeanisotropie bei hergestellten Bauteilen. Viele Titanlegierungen, wie beispielsweise Ti-6Al-4V oder auch Ti-6,5Al-3,5Mo-1,5Zr-0,3Si, neigen beim additiven Fertigen dazu große Stängelkristalle zu bilden.¹¹ Das ist auf sehr hohe Abkühlraten und hohe

thermische Gradienten während des Herstellprozesses zurückzuführen.¹² Eine exemplarische Darstellung dieser Stängelkristalle ist in Abbildung 2 zu sehen. Diese teils Millimeter bis Zentimeter großen Körner resultieren in ausgeprägten anisotropen mechanischen Eigenschaften.

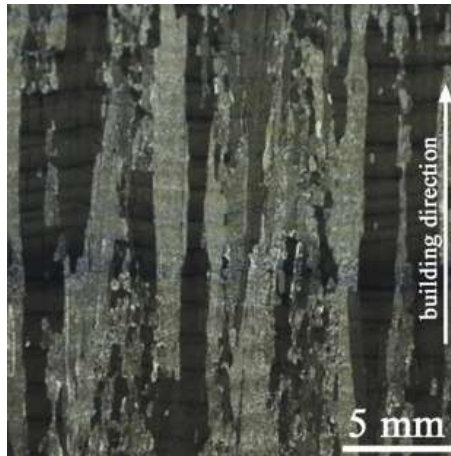


Abbildung 2: exemplarisches Bild von Stängelkristallen beim additiven Fertigen von Ti-6,5Al-3,5Mo-1,5Zr-0,3Si¹³

2.3 Kommerzielle Ti-Legierungen

Es sind diverse verschiedene Titanlegierungen als Barren, Bleche usw. kommerziell verfügbar. Die Verfügbarkeit von Drähten ist aber noch sehr eingeschränkt. Dementsprechend ist das Verhalten von vielen Legierungen bei der additiven Fertigung mittels WAAM nicht bekannt oder noch nicht publiziert. In Tabelle 1 ist eine Übersicht über einige kommerzielle Titanlegierungen der Fa. TIMET mit deren E-Moduli dargestellt. Diese Übersicht ist keinesfalls vollständig, aber soll eine Idee über die Vielfalt, der schon bekannten Titanlegierungen geben.

Tabelle 1: Übersicht über kommerziell verfügbare Legierungen¹⁴

Legierungszusammensetzung	Handelsname	Hersteller	E-Modul in GPa
Ti-6Al-4V	TIMETAL 6-4	TIMETAL	105-120
Ti-6Al-2Fe-0,1Si	TIMETAL 62S	TIMETAL	128
Ti-8Al-1Mo-1V	TIMETAL 8-1-1	TIMETAL	125
Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si	TIMETAL 685	TIMETAL	ca. 125
Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	TIMETAL 6-2-4-6	TIMETAL	115
Ti-10V-2Fe-3Al	TIMETAL 10-2-3	TIMETAL	103-108
Ti-6Al-2,7Sn-4Zr-0,4Mo-0,45Si	TIMETAL 1100	TIMETAL	120

2.4 Strategien zur Kornfeinung in Ti-Legierungen

In der Literatur gibt es bereits einige Arbeiten, die sich damit beschäftigen, das Stängelkristallwachstum bei der additiven Fertigung von Titanlegierungen zu vermindern oder gänzlich zu verhindern. Zhang et al.¹² publizierten in ihrer Arbeit, dass eine Titanlegierung mit Cu-Zusatz (im Paper 8,5 wt%) ein Eutektoid bildet, was bei der additiven Fertigung das Stängelkristallwachstum verhindert und zu einem sehr feinen isotropen Gefüge führt. Ebenso beobachteten Choi et al.¹⁵ eine Verhinderung des Stängelkristallwachstums bei Ti-6Al-4V durch Co-Zugabe. Die Zugabe von Y zu Titan hemmt ebenso das Stängelkristallwachstum, wie Zhang et al.¹⁶ in ihrem Paper berichteten. Bei Y_2O_3 konnte dieser Kornfeinungseffekt in deren Arbeit nicht beobachtet werden. Außerdem wurde auch eine Kornfeinung durch die Ausscheidung von Titanborid Whiskern von Bermingham et al.¹⁷ publiziert.

2.5 Strategien zur Steigerung der Steifigkeit

Zur Erhöhung der Steifigkeit einer Legierung gibt es im Allgemeinen verschiedene Strategien. Zum einen kann der E-Modul gesteigert werden, wenn in einer Legierung intermetallische Phasen ausgeschieden werden, die eine hohe intrinsische Steifigkeit aufweisen. Andererseits kann die Steifigkeit durch die Zugabe von keramischen Partikeln mit einem hohen intrinsischen E-Modul gesteigert werden. In weiterer Folge wird in dieser Arbeit auf Metal Matrix Composites und verschiedene Herstellmethoden von MMC's eingegangen.

2.5.1 Metal Matrix Composites

Unter einem Metal Matrix Composite (MMC) versteht man einen Werkstoff, der aus einer kontinuierlichen, metallischen Phase (in diesem Fall Titan oder eine Titanlegierung) und einer Verstärkungsphase besteht. Die Verstärkungsphase dient vorrangig dazu, bestimmte Eigenschaften (z.B.: E-Modul, Härte, Festigkeit, Wärmeleitfähigkeit, ...) zu verbessern. Sie kann entweder als Fasern oder als Partikeln vorliegen. In dieser Arbeit sind besonders partikelverstärkte Systeme von Interesse, da es unter anderem auch darum geht, einen isotropen Werkstoff herzustellen und Fasern bereits durch deren Geometrie anisotrop sind.¹⁸

Um die Eigenschaften eines Verbundwerkstoffes vorhersagen und abschätzen zu können, gibt es die sogenannte Mischungsregel (rule of mixture (ROM)). Dabei werden sowohl eine obere Grenze als auch eine untere Grenze für die zu verstärkende Eigenschaft, im Fall dieser Arbeit

für den E-Modul, berechnet.¹⁹ Formel 1 zeigt die Berechnung der oberen Grenze für den E-Modul eines Composites und Formel 2 zeigt die Berechnung der unteren Grenze für den E-Modul eines Composites basierend auf idealisierten, theoretischen Annahmen.

Formel 1: Abschätzung der oberen Grenze des E-Moduls mithilfe der rule of mixture (ROM)¹⁹

$$E_C = f_A \cdot E_A + (1 - f_A) \cdot E_B$$

- E_A... E-Modul der Matrix in GPa
- E_B... E-Modul der Verstärkungsphase in GPa
- E_C... E-Modul des Composites in GPa
- f_A... Volumenanteil der Matrix im Composite

Formel 2: Abschätzung der unteren Grenze des E-Moduls mithilfe der inverse rule of mixture (inverse ROM)¹⁹

$$\frac{1}{E_C} = \frac{f_A}{E_A} + \frac{(1 - f_A)}{E_B}$$

- E_A... E-Modul der Matrix in GPa
- E_B... E-Modul der Verstärkungsphase in GPa
- E_C... E-Modul des Composites in GPa
- f_A... Volumenanteil der Matrix im Composite

Formel 1 und Formel 2 werden in Abbildung 3 mit einem fiktiven E-Modul der Matrix von 100 GPa und einem fiktiven E-Modul der Verstärkungsphase von 300 GPa veranschaulicht. In diesem idealisierten Modell liegt der E-Modul eines beliebigen Composites der beiden verwendeten Materialien im von den beiden Kurven eingeschlossenen Bereich.

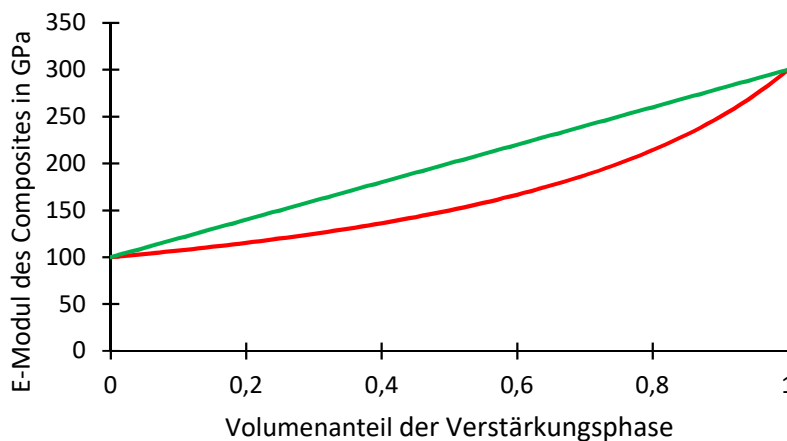
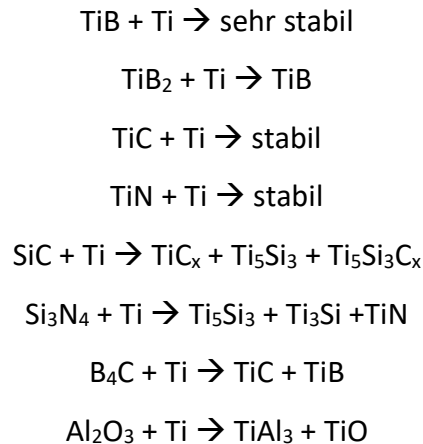


Abbildung 3: Veranschaulichung der oberen und der unteren Grenze der Mischungsregel bei einem E-Modul der Matrix von 100 GPa und bei einem E-Modul der Verstärkungsphase von 300 GPa

2.5.2 Reaktivität zwischen Titan und potentiellen Verstärkungsphasen

Titan reagiert mit vielen potentiellen Verstärkungsphasen, was für die Herstellung eines gewünschten Composites kontraproduktiv sein könnte. In Tabelle 2 ist eine Übersicht von möglichen Verstärkungsphasen und deren Reaktionen mit Titan dargestellt.²⁰

Tabelle 2: mögliche Partikelverstärkungen für Titanmatrixcomposite und deren Reaktionen mit Titan nach Poletti et al.²⁰



2.5.3 Strangpressen

Aufgrund der hohen Reaktivität von Titan ist die Herstellung von partikelverstärkten Werkstoffen über eine schmelzmetallurgische Route aber auch über die konventionelle pulvermetallurgische Route schwierig bis unmöglich. Das begründet sich darin, dass viele Verstärkungsmaterialien wie beispielsweise B_4C oder SiC mit dem Titan reagieren und dann folglich nicht mehr als ursprüngliche Phase in der Matrix vorliegen. Um die Prozesszeiten möglichst gering zu halten und damit mögliche Reaktionen kinetisch zu hemmen, bietet sich das Strangpressen von Pulvern für die Herstellung von Titan MMC's an.^{21,22}

Beim Strangpressen wird grundsätzlich in direkte und indirekte Extrusion unterschieden. Bei der direkten Extrusion drückt ein Stempel den Metallbolzen durch einen stationären Rezipienten und eine geeignete Matrize mit der gewünschten Form. Beim indirekten Strangpressen wird die Matrize gegen den Metallbolzen gedrückt, der fix im Rezipienten ist. Es gibt also keine relative Bewegung zwischen dem Rezipienten und dem Metallbolzen.²³ Eine schematische Darstellung der beiden Prozesse ist in Abbildung 4 zu sehen.

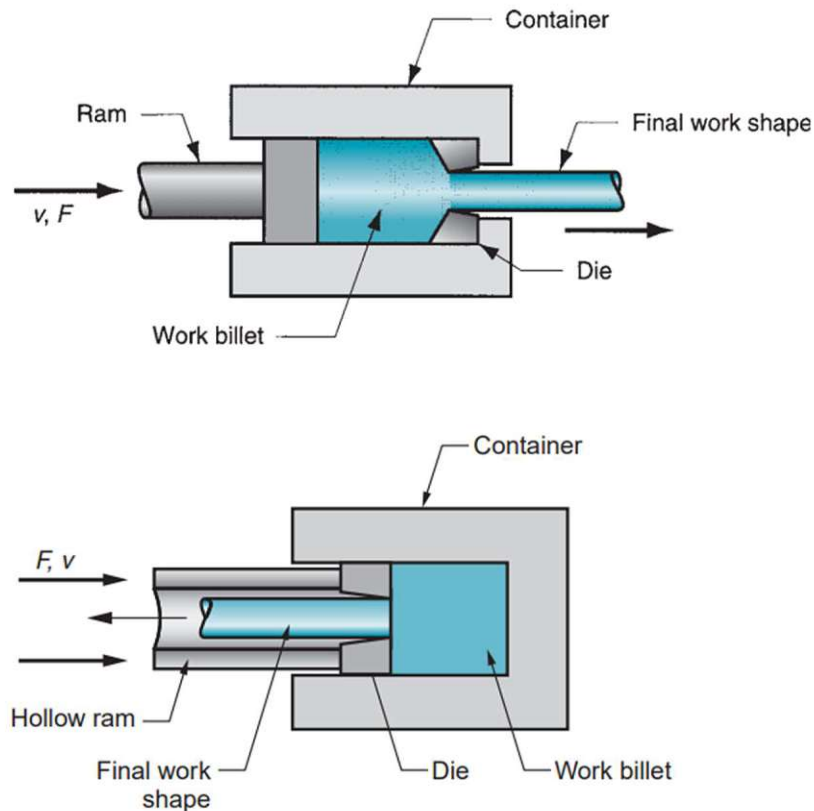


Abbildung 4: schematische Darstellung des direkten und des indirekten Strangpressprozesses²⁴

Die Vorteile des Strangpressens sind vor allem, dass viele Querschnitte der hergestellten Bauteile möglich und über die Matrize steuerbar sind. Auch hohle Geometrien wie Rohre sind realisierbar. Dabei wird im Vergleich zu anderen Herstellmethoden relativ wenig Abfall und Schrott produziert. Grundsätzlich ist aber zu beachten, dass der Querschnitt eines Werkstücks, das durch Strangpressen hergestellt werden soll, über die gesamte Länge gleichbleiben muss.²⁴ In dieser Arbeit soll aber vorrangig die kurze Prozesszeit beim Strangpressen ausgenutzt werden, um Reaktionen der Partikel mit der Titanmatrix weitestgehend zu verhindern.

2.5.4 Blown Powder Plasma Metal Deposition

Eine weitere Möglichkeit partikelverstärkte Titancomposite herzustellen, die hier nur kurz erwähnt werden soll, ist der Blown Powder Plasma Metal Deposition Prozess. Dabei wird eine Pulvermischung durch einen Argonstrom in ein erzeugtes Plasma eingblasen. Das Plasma wird zwischen einer Elektrode und dem Substrat durch das Anlegen einer Spannung (ca. 20 V) mit Argon erzeugt. Im Plasma wird dann das eingblasene Material aufgeschmolzen und das Bauteil Schicht für Schicht aufgeschweißt.²⁵ Ein Schema dieses Prozesses ist in Abbildung 5 gezeigt.

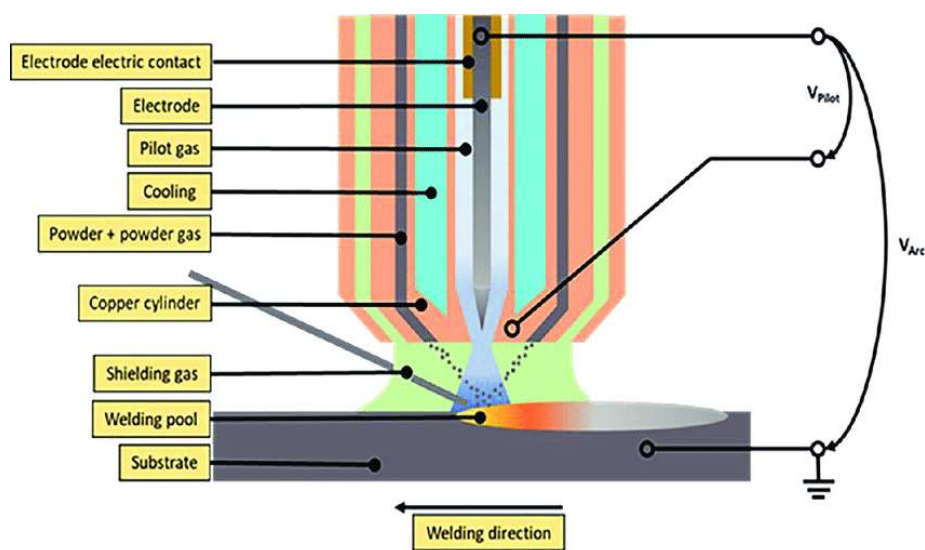


Abbildung 5: Schema des Blown Powder Plasma Metal Deposition Prozesses²⁵

3 Problemstellung und Zielsetzung

Viele Titanlegierungen neigen bei der additiven Fertigung dazu Stängelkristalle in Aufbaurichtung zu bilden. Im Zuge dieser Arbeit soll daher nach Legierungen gesucht werden, die kein oder nur ein geringes Stängelkristallwachstum zeigen und daher das Anisotropieproblem lösen könnten. Dazu sollten einerseits etliche kommerzielle Legierungen hinsichtlich des Stängelkristallwachstums beim Schmelzen und sehr raschen Abkühlen untersucht und andererseits eigene Zusammensetzungen basierend auf Literaturstellen ausprobiert werden. Zusätzlich sollen zur Steigerung des spezifischen E-Moduls auch partikelverstärkte Ti-Legierungen über die Pulverroute durch Strangpressen hergestellt und charakterisiert werden. Diese stranggepressten Metal Matrix Composites sollen dann auch mit Blown Powder Plasma Metal Deposition Proben der Firma RHP Technology GmbH verglichen werden. Außerdem sollen im FFG-Projekt „Ti4Space“ gewisse Zielparameter der Legierung/des Composites erreicht werden (spez. Steifigkeit $> 30 \text{ GPa}/(\text{g}/\text{cm}^3)$, Bruchdehnung $> 5 \%$, spez. Festigkeit \geq spez. Festigkeit von Ti-6Al-4V, Anisotropieindex 1,0). Diese Zielparameter sollen auch mit den erzielten Ergebnissen dieser Arbeit soweit als möglich verglichen werden.

4 Praktische Durchführung

4.1 Schmelzversuche am Rinnenofen

Zum Screening nach passenden Ti-Legierungen ohne Stängelkristalle wurden kleine Schmelzversuche (2 g Ansätze) an einem Rinnenofen unter Argonatmosphäre durchgeführt. Der Rinnenofen bestand aus einer mit Wasser gekühlten Kupferrinne mit drei Einbuchtungen für die Schmelzproben, einem Quarzrohr, das evakuiert und mit Argon gespült werden konnte und einer Induktionsspule zum Aufschmelzen der Proben. Ein Bild des Rinnenofens am Institut für Festkörperphysik der TU Wien ist in Abbildung 6 zu sehen.



Abbildung 6: Rinnenofen zum Schmelzen von kleinen Metallmengen (ca. 2 g) (E138, TU Wien)

Für die Schmelzversuche wurden die benötigten Legierungskomponenten (Tabelle 3) als Kompaktmaterialien an der Analysenwaage eingewogen und daraufhin in die Schmelzrinnen gefüllt. Die Zusammensetzungen der hergestellten Legierungen sind in Tabelle 5 zusammengefasst. Der Ofen wurde durch wiederholtes Evakuieren und Spülen mit Argon unter Schutzgas gesetzt, bevor die Proben mit einer Induktionsspule aufgeschmolzen wurden. Um eine homogene Verteilung der Legierungskomponenten zu erreichen, wurden die Proben dreimal umgeschmolzen. In Abbildung 7 ist das induktive Aufschmelzen einer Titanlegierung im Rinnenofen dargestellt.

Tabelle 3: verwendete Materialien zur Herstellung der Legierungen im Rinnenofen

Material	Hersteller
Ti (Schwamm)	unbekannt
Ti (Grade 1)	unbekannt
Ti-6Al-4V	SELFAN Fine + Metal GmbH
Mo	Plansee SE
V	Thermo scientific
Fe	unbekannt
Al	AMAG Austria Metall AG
Si (99,999%)	HMW Hauner GmbH & Co. KG
Zr	Treibacher AG
Cu	Buntmetall Amstetten GmbH
Cr (elektrolyt.)	unbekannt
Y	Treibacher AG
Co (Kathodencobalt)	Cronimet GmbH
B	H.C. Stark GmbH

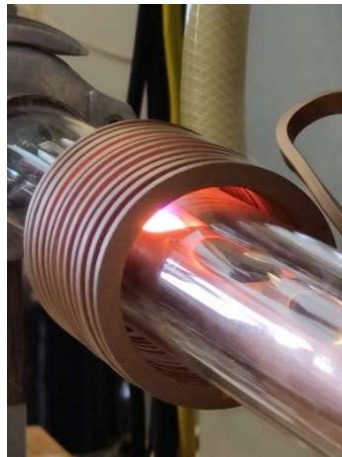


Abbildung 7: durch Induktion geschmolzene Titanlegierung im Rinnenofen

Jeweils ein Teil der hergestellten Legierungen wurde anschließend wärmebehandelt. Dazu wurden die Proben unter Argonatmosphäre mit 10 K/min auf 850 °C erhitzt und nach 1,5 h Haltezeit langsam im Ofen abgekühlt. Die im Rinnenofen hergestellten Proben wurden dann sowohl im Herstellzustand als auch im wärmebehandelten Zustand charakterisiert.

4.2 Strangpressen

Für die Strangpressversuche wurden die benötigten Pulver an der Analysenwaage eingewogen und anschließend in einem Polyethylengefäß mit ca. 50 Hartmetallmahlkugeln für eine Stunde am Turbula Taumelmischer gemischt. Alternativ zum Mischen im Taumelmischer wurde bei einer Probe (Ti + 3 vol% YSZ (3. Versuch)) auch das Nassmahlen der Pulver in Cyclohexan für drei Stunden am Walzenstuhl ausprobiert. In weiterer Folge wurde das Pulver von den Kugeln durch ein grobes Sieb (Maschenweite 710 μm) abgetrennt und dann in die angefertigten Baustahlkapseln (40 mm Außendurchmesser, 2 mm Wandstärke, 60 mm Länge) gefüllt. Daraufhin wurden die Kapseln mit passenden Deckeln luftdicht zugeschweißt. Exemplarische Bilder der verwendeten Stahlkapseln sind in Abbildung 8 zu sehen.



Abbildung 8: exemplarische Abbildung der verwendeten Baustahlkapseln beim Strangpressen

Die befüllten Kapseln und die Pressmatrizen wurden vor dem Strangpressen zum Schmieren mit einem hexagonalen Bornitrid-Spray eingesprüht. Anschließend wurden die Kapseln bei 950 °C beziehungsweise 1000 °C für 20 Minuten im Kammerofen ohne Schutzgas vorgeheizt und dann umgehend stranggepresst. Die Stahlkapseln wurden zu Strängen mit 10 mm bzw. 12 mm Durchmesser gepresst, was einem Verdichtungsverhältnis von 1 : 16 bzw. 1 : 11,1 entspricht. Die Rezipiententemperatur betrug dabei 350 °C. In Abbildung 9 ist die verwendete Strangpresse V. Jessernigg u. Urban dargestellt. Die erhaltenen Stränge wurden in weiterer Folge sowohl in Pressrichtung als auch quer zur Pressrichtung metallographisch analysiert.

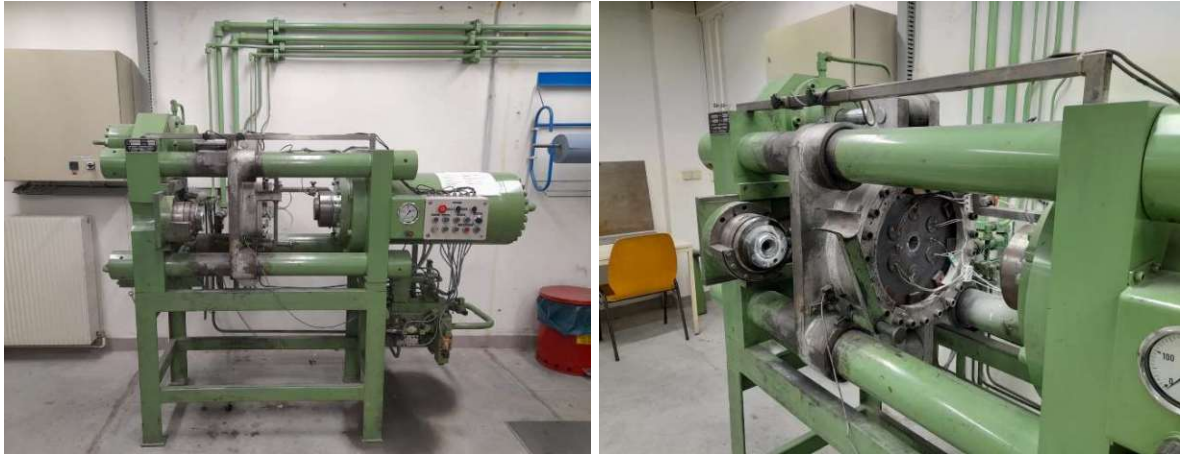


Abbildung 9: Bilder der verwendeten Strangpresse von V. Jessernigg u. Urban

In Tabelle 4 sind die verwendeten Pulver, die für das Strangpressen verwendet wurden, zusammengefasst.

Tabelle 4: verwendete Pulver für die Strangpressversuche

Substanz	Teilchengröße	Hersteller
Ti	< 45 μm	TLS Technik GmbH & Co / Eckart TLS GmbH
SiC	F320 ($\hat{=}$ 29,2 \pm 1,5 μm)	ESK SiC GmbH
SiC	F500 ($\hat{=}$ 12,8 \pm 1 μm)	ESK SiC GmbH
B ₄ C	F500 ($\hat{=}$ 12,8 \pm 1 μm)	3M™
B ₄ C	F2000 ($\hat{=}$ 1,2 \pm 0,3 μm)	Washington Mills
YSZ	< 2 μm	United Ceramics
TiB ₂	1-10 μm	Treibacher AG
Ti-6Al-4V	< 45 μm	TLS Technik GmbH & Co
Cu	2,5-3 μm	ECKA Granules Germany GmbH

4.3 Probenpräparation

Um die hergestellten Proben metallographisch analysieren zu können, wurden sie mittels Diamantscheibe auf der Accutom-10 getrennt und dann entweder heiß (im Einbettmittel MultiFast mit der CitoPress-1) oder kalt (in einem Epoxidharz (EpoFix)) eingebettet. Anschließend wurden sie mit der automatischen Schleifmaschine TegraPol-31 mit einem SiC-Schleifpapier der Körnung P320 plangeschliffen. Daraufhin folgten Schleifschritte mit den Körnungen P500, P800 und P1200 für jeweils 5 Minuten und ein Schleifschritt mit der Körnung P4000 für 10 Minuten. Abschließend wurden die Proben mit einer Mischung aus ca. 20 ml 33 %igem H₂O₂ und 60 ml 1:1 Wasser:OPS NonDry (0,25 μm SiO₂ Suspension) poliert.

Für die Betrachtung unter dem Lichtmikroskop wurden die Proben mit verdünnter HF (ca. 1 %) für einige Sekunden geätzt.

In Abbildung 10 ist eine schematische Veranschaulichung der Schnittebene bei den Proben aus dem Rinnenofen dargestellt. Der Schmelzregulus wurde mittig getrennt. In den folgenden Bildern der verschiedenen eingebetteten Proben ist die Unterseite der Probe immer diejenige, die mit der Rinne in Kontakt war und folglich die höchste Abkühlgeschwindigkeit erfahren hat.

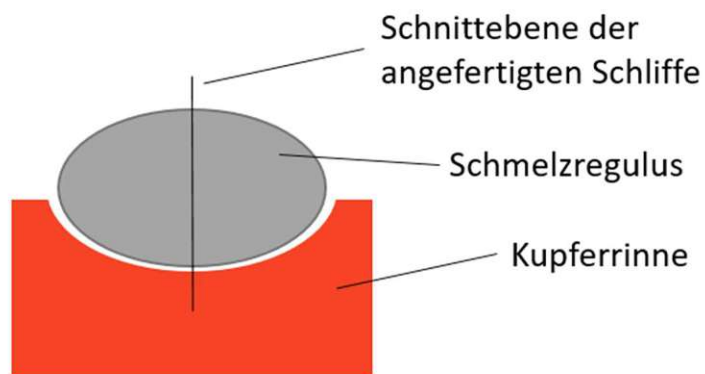


Abbildung 10: schematische Veranschaulichung der Schnittebene bei den Proben aus dem Rinnenofen

Abbildung 11 zeigt eine schematische Veranschaulichung der Schnittebenen bei den stranggepressten Proben. Der Querschliff wurde im 90° Winkel zur Strangpressrichtung und der Längsschliff parallel zur Strangpressrichtung angefertigt.

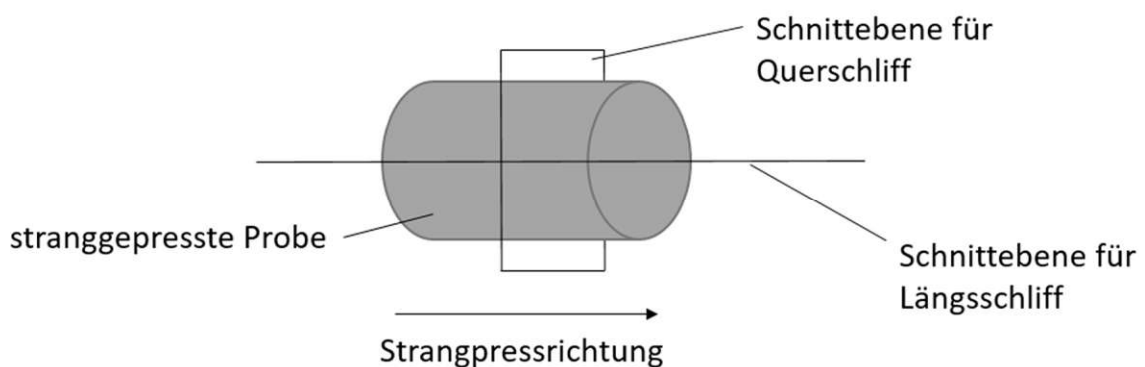


Abbildung 11: schematische Veranschaulichung der Schnittebenen bei den stranggepressten Proben (Längs- und Querschliff)

4.4 Lichtmikroskopie

Die angefertigten Schliffe der verschiedenen Proben wurden unter dem Lichtmikroskop (Olympus GX51) betrachtet und fotografiert. Außerdem wurden Übersichtsbilder der Schliffe mit dem Keyence VHX-5000 aufgenommen.

4.5 Rasterelektronenmikroskopie

Für alle Elektronenmikroskopiebilder in dieser Arbeit wurde das Gerät QUANTA 200 von FEI verwendet. Es wurden Rückstreuелеktronenbilder der hergestellten Legierungen und der Composite aufgenommen. Außerdem wurden die verschiedenen Phasen qualitativ mittels EDX (energie-dispersive Röntgenspektroskopie) auf deren Zusammensetzung untersucht.

4.6 Härtemessungen nach Vickers

Bei den, im Rinnenofen hergestellten, Legierungen wurde die Härte nach Vickers mit 1 kg Gewicht (HV1) mit dem Gerät AHOTEC ecoHARD XM 1270A gemessen. Die stranggepressten Proben wurden mit HV10 (EMCO-Test M4U-025) analysiert. In beiden Fällen wurde Formel 3 zur Berechnung der Härtewerte verwendet.

Formel 3: Härteberechnung nach Vickers

$$HV = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

HV ... Härte nach Vickers

F ... Eindrückkraft in N

d ... Durchschnitt der Längen der Diagonalen des Eindrucks in mm

d₁ ... Länge der 1. Diagonale des Eindrucks in mm

d₂ ... Länge der 2. Diagonale des Eindrucks in mm

4.7 Dichtemessungen nach Archimedes

Bei den Strangpressproben wurde zur weiteren Charakterisierung die Dichte nach Archimedes gemessen. Dazu wurden die Proben gedreht, um den Rest der Stahlkapsel und der Oxidschicht zu entfernen. Anschließend konnten diese sowohl in Luft als auch in Wasser gewogen werden und mit Formel 4 die Dichten berechnet werden.

Formel 4: Dichteberechnung nach Archimedes

$$\rho_{Probe} = \frac{m_{in\ Luft} \cdot \rho_{Wasser}}{m_{in\ Luft} - m_{in\ Wasser}}$$

ρ_{Probe} ... Dichte der Probe in g/cm^3
 ρ_{Wasser} ... Dichte von Wasser bei der Messtemperatur in g/cm^3
 $m_{in\ Luft}$... Masse der Probe in Luft in g
 $m_{in\ Wasser}$... Masse der Probe in Wasser in g

4.8 E-Modulmessungen mittels Ultraschall

Die E-Modul-Messungen wurden von RHP Technology GmbH mit dem OLYMPUS 38DL PLUS Ultraschall Dickenmesser durchgeführt. Dazu wurden die stranggepressten Proben auf einen Durchmesser von 10 mm abgedreht und dann in 10 mm hohe Zylinder getrennt. Pro Probe wurden 3 Prüflinge für die E-Modulmessungen angefertigt.

Die Messmethode des E-Moduls mittels Ultraschall basiert darauf, dass ein Zusammenhang des E-Moduls und der Schallgeschwindigkeit eines Körpers besteht wie in Formel 5, Formel 6 und Formel 7 veranschaulicht wird. Anzumerken ist bei dieser Art von E-Modulmessung, dass grundsätzlich ein isotroper, nicht dispersiver Werkstoff angenommen wird. Das heißt die Schallgeschwindigkeit ist weder von der Raumrichtung, noch von der Frequenz abhängig. Wie in den folgenden Formeln dargestellt wird, kann der E-Modul also bei bekannten Maßen und bekannter Dichte eines Werkstoffs durch die Messung der longitudinalen und der transversalen Schallgeschwindigkeit bestimmt werden.²⁶

Formel 5: Berechnung der Schallgeschwindigkeit mit dem OLYMPUS 38DL PLUS Ultraschall Dickenmesser²⁶

$$V = \frac{d}{\frac{t}{2}}$$

V ... Schallgeschwindigkeit im Prüfkörper in m/s
 d ... Dicke des Prüfkörpers in m
 t ... Zeit bis das Echo des Pulses detektiert wird in s

Formel 6: Berechnung der Poissonzahl mit dem OLYMPUS 38DL PLUS Ultraschall Dickenmesser²⁶

$$\nu = \frac{1 - 2 \cdot \left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}{2 - 2 \cdot \left(\frac{V_T}{V_L}\right)^2}$$

ν ... Poissonzahl
 V_T ... transversale Schallgeschwindigkeit in m/s
 V_L ... longitudinale Schallgeschwindigkeit in m/s

Formel 7: Berechnung des E-Modul mit dem OLYMPUS 38DL PLUS Ultraschall Dickenmesser²⁶

$$E = \frac{V_L^2 \cdot \rho \cdot (1 + \nu) \cdot (1 - 2 \cdot \nu)}{1 - \nu}$$

E ... E-Modul in GPa
 V_L ... longitudinale Schallgeschwindigkeit in m/s
 ρ ... Dichte des Prüfkörpers in kg/m³
 ν ... Poissonzahl

4.9 DTA-Messungen

Im Verlauf der Arbeit wurden auch DTA-Messungen (Differenzthermoanalyse) der hergestellten Strangpressproben durchgeführt, um einerseits Reaktionen der Partikel mit der Titanmatrix verfolgen zu können und andererseits auch um Änderungen im Gefüge nach einer derartigen Wärmebehandlung beobachten zu können. Dazu wurde das Gerät STA 449 F3 Jupiter von Netzsch verwendet. Bei den Messungen wurde mit 20 K/min unter Argonatmosphäre auf 1050 °C aufgeheizt und dann mit der gleichen Rate wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. In Abbildung 12 ist das Temperaturprofil der DTA-Messungen in dieser Arbeit veranschaulicht.

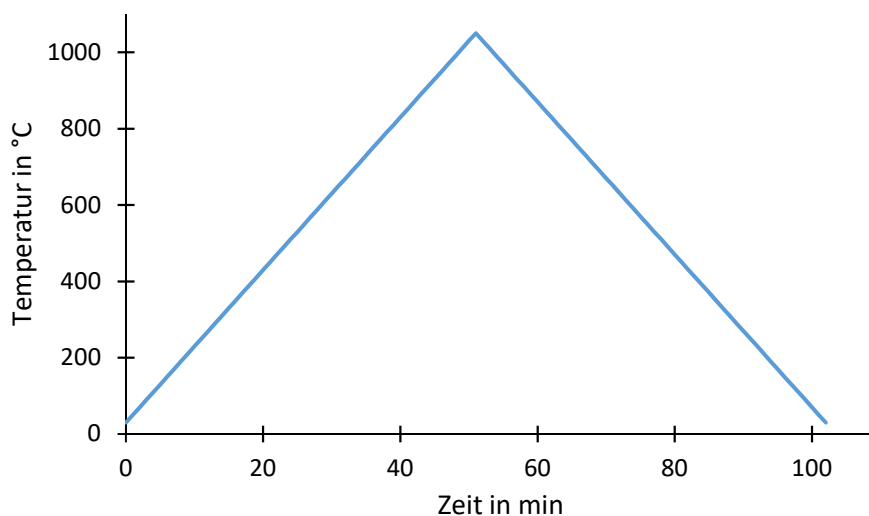


Abbildung 12: Temperaturprofil der DTA-Messungen

4.10 Wärmebehandlungen und XRD-Messungen

Damit die Reaktionsfreudigkeit von Partikeln mit der Titanmatrix besser abgeschätzt werden konnte, wurden Wärmebehandlungen ausgewählter Strangpressproben bei verschiedenen Temperaturen unter Argonatmosphäre durchgeführt. Die Aufheizrate betrug jeweils 10 K/min und die Haltezeit auf der jeweiligen Temperatur eine Stunde. Die gewählten Temperaturen waren 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C und 1100 °C. Abgekühlt wurden die Proben jeweils im Ofen unter Argonatmosphäre. Zur Analyse der Proben wurden dann einerseits wieder metallographische Schlitte angefertigt und diese mittels Licht- und Elektronenmikroskopie charakterisiert. Andererseits wurden Röntgenbeugungsexperimente (XRD) durchgeführt, um Reaktionsprodukte identifizieren zu können. Dazu wurde das Gerät PANalytical X'Pert Pro MPD mit Cu K α -Strahlung verwendet. Gemessen wurde bei 2θ zwischen 10 und 100 ° für 54 Minuten, bei rotierender Probe.

5 Ergebnisse und Diskussion

5.1 Schmelzversuche am Rinnenofen

Um einen Überblick über verschiedene Legierungen und deren Eigenschaften und Gefügearten zu bekommen, wurden zunächst die kommerziellen Zusammensetzungen bekannter Ti-Legierungen am Rinnenofen realisiert, welche einen hohen E-Modul aufweisen. Diese umfassen unter anderem Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Fe-0,1Si und Ti-8Al-1Mo-1V. Weiters wurden eigene Zusammensetzungen basierend auf verschiedenen Literaturquellen ausgewählt. Zusätzlich wurden die hergestellten Schmelzproben auch noch wärmebehandelt, um die Auswirkungen auf das Gefüge zu beobachten. Im Folgenden sind die Ergebnisse der Proben aus dem Rinnenofen und der bei 850 °C wärmebehandelten Proben dargestellt.

Tabelle 5 zeigt eine Probenübersicht über alle gewählten Zusammensetzungen, die am Rinnenofen hergestellt wurden. Alle Angaben bei den Rinnenofen-Proben sind in Gewichtsprozent.

Tabelle 5: Zusammenstellung der hergestellten Legierungen im Rinnenofen (in wt%)

Ti-6Al-4V	Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si
Ti-6Al-2Fe-0,1Si	Ti-5,7Al-3,8V-5Co
Ti-8Al-1Mo-1V	Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo
Ti-8Al-2Mo-1V	Ti-13V-11Cr-3Al
Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu	Ti-10V-2Fe-3Al
Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe	Ti-4Al-2Fe-3Cu
Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y	Ti-1Al-8V-5Fe
Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y	Ti-7Al-1,5B

Wiederholend zu 4.3 sei hier noch einmal angemerkt, dass in den folgenden Bildern in diesem Kapitel die Schmelzreguli im Querschnitt zu sehen sind und die Unterseite jeweils die Seite des Schmelzregulus ist, die mit der Kupferrinne in Kontakt war (Abbildung 10). Dementsprechend erfuhr diese die höchste Abkühlgeschwindigkeit.

5.1.1 Ti-6Al-4V

5.1.1.1 As cast

Abbildung 13 zeigt ein mit verdünnter HF geätztes Übersichtsbild der state of the art Legierung Ti-6Al-4V. Es sind sehr große, in Erstarrungsrichtung längliche, Körner zu erkennen. Damit werden auch die Beschreibungen in der Literatur bestätigt, dass Ti-6Al-4V zum Stängelkristallwachstum neigt.¹¹

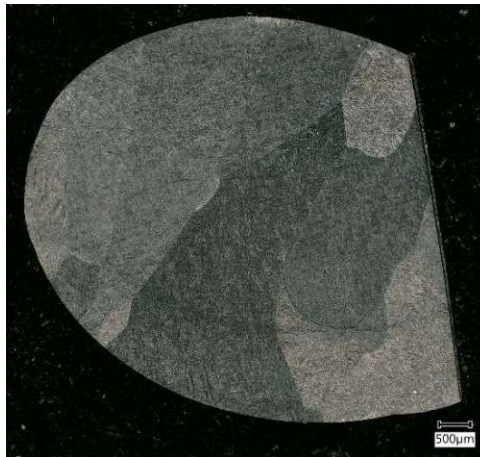


Abbildung 13: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-6Al-4V Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 14 sind lichtmikroskopische Aufnahmen des geätzten Schliffes von Ti-6Al-4V dargestellt. Es sind die stängeligen Körner in Erstarrungsrichtung zu sehen und außerdem zeigt sich ein nadeliges Gefüge.

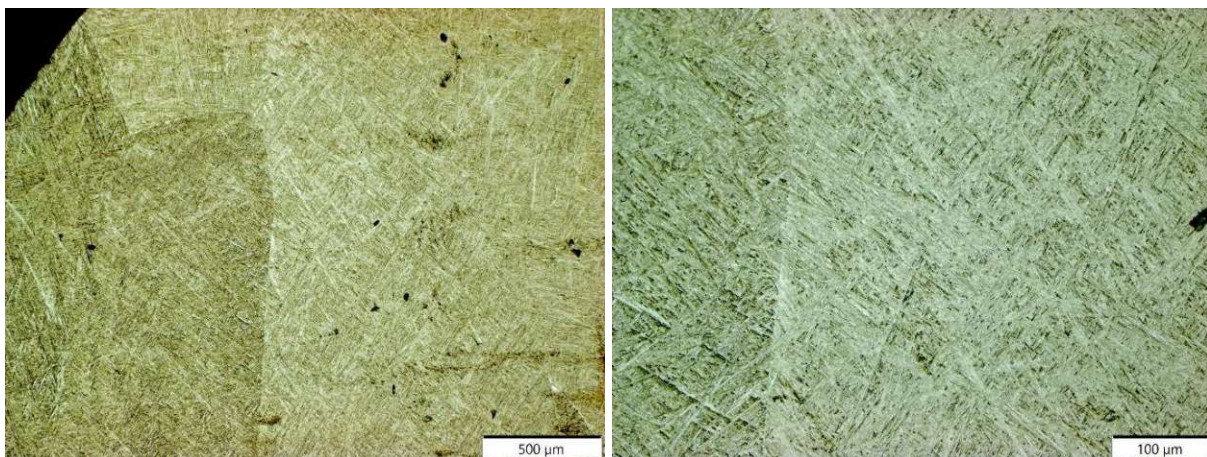


Abbildung 14: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-6Al-4V Probe aus dem Rinnenofen

5.1.1.2 Wärmebehandelter Zustand

Die Wärmebehandlung bei 850 °C für 1,5 h ändert nichts an der stängeligen Gefügestruktur von Ti-6Al-4V. Ebenso bleibt das nadelige Gefüge erhalten. Ein Übersichtsbild der, mit verdünnter HF geätzten, wärmebehandelten Ti-6Al-4V Probe ist in Abbildung 15 zu sehen.



Abbildung 15: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-6Al-4V Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 16 zeigt geätzte Schliffbilder der wärmebehandelten Ti-6Al-4V Probe aus dem Rinnenofen mit den ausgeprägten Stängelkristallen.

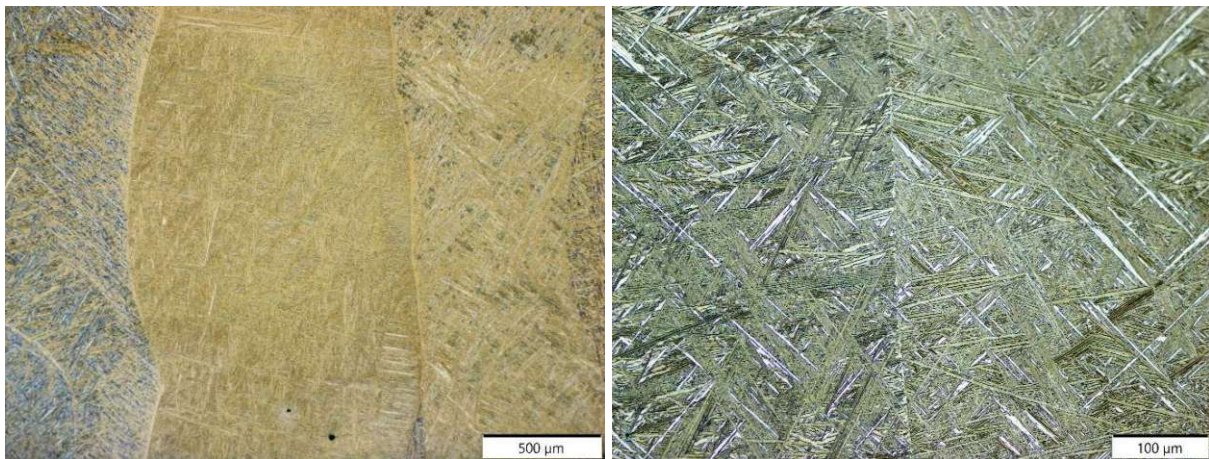


Abbildung 16: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-6Al-4V Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.2 Ti-6Al-2Fe-0,1Si (TIMETAL 62S)

5.1.2.1 As cast

In Abbildung 17 ist ein lichtmikroskopisches Übersichtsbild der Legierung Ti-6Al-2Fe-0,1Si zu sehen. Diese Legierung wurde gewählt, da diese Zusammensetzung einerseits kommerziell erhältlich ist und andererseits einen hohen E-Modul (128 GPa) besitzt.¹⁴



Abbildung 17: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-6Al-2Fe-0,1Si Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 18 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen vom geätzten Ti-6Al-2Fe-0,1Si aus dem Rinnenofen. Deutlich sind sehr große Stängelkristalle in Erstarrungsrichtung zu sehen.

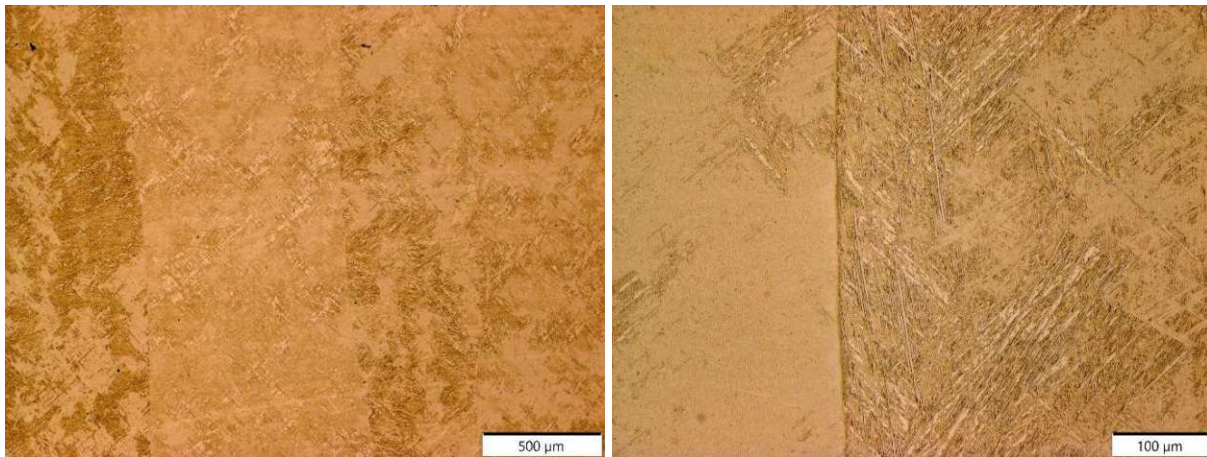


Abbildung 18: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-6Al-2Fe-0,1Si Probe aus dem Rinnenofen

5.1.2.2 Wärmebehandelter Zustand

Die Wärmebehandlung (850 °C für 1,5 h) von Ti-6Al-2Fe-0,1Si zeigte keine Auswirkung auf die großen Stängelkristalle, die durch die Herstellung im Rinnenofen entstanden sind. Abbildung 19 und Abbildung 20 zeigen mit verdünnter HF geätzte Schlifffbilder der Legierung, in der die länglichen Stängelkristalle deutlich zu erkennen sind.



Abbildung 19: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-6Al-2Fe-0,1Si Probe aus dem Rinnenofen



Abbildung 20: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-6Al-2Fe-0,1Si Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.3 Ti-8Al-1Mo-1V (TIMETAL 8-1-1)

5.1.3.1 As cast

Eine weitere kommerziell erhältliche Titanlegierung mit einem hohen E-Modul (125 GPa) ist Ti-8Al-1Mo-1V.¹⁴ Ein Übersichtsbild dieser Legierung im geätzten Zustand ist in Abbildung 21 zu sehen. Abbildung 22 zeigt lichtmikroskopische Aufnahmen der geätzten Ti-8Al-1Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen. In allen Abbildungen sind ausgeprägte Stängelkristalle in Erstarrungsrichtung zu sehen, die sich über die gesamte Probe erstrecken.



Abbildung 21: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-8Al-1Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen

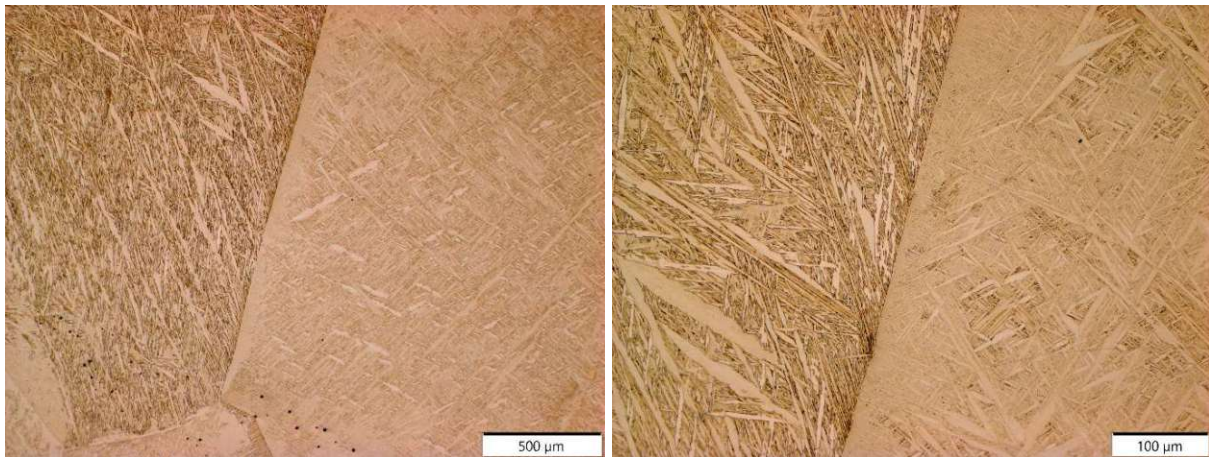


Abbildung 22: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-8Al-1Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen

5.1.3.2 Wärmebehandelter Zustand

Bei der wärmebehandelten Ti-8Al-1Mo-1Al Probe wurde beim Schleifen zu viel Metall abgetragen, sodass kein gesamtes Schlibbild erhalten werden konnte. Nichtsdestotrotz sind in Abbildung 23 und Abbildung 24 große, nadelige Körner zu erkennen, die sich länglich in Erstarrungsrichtung über die Probe erstrecken.



Abbildung 23: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-8Al-1Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen

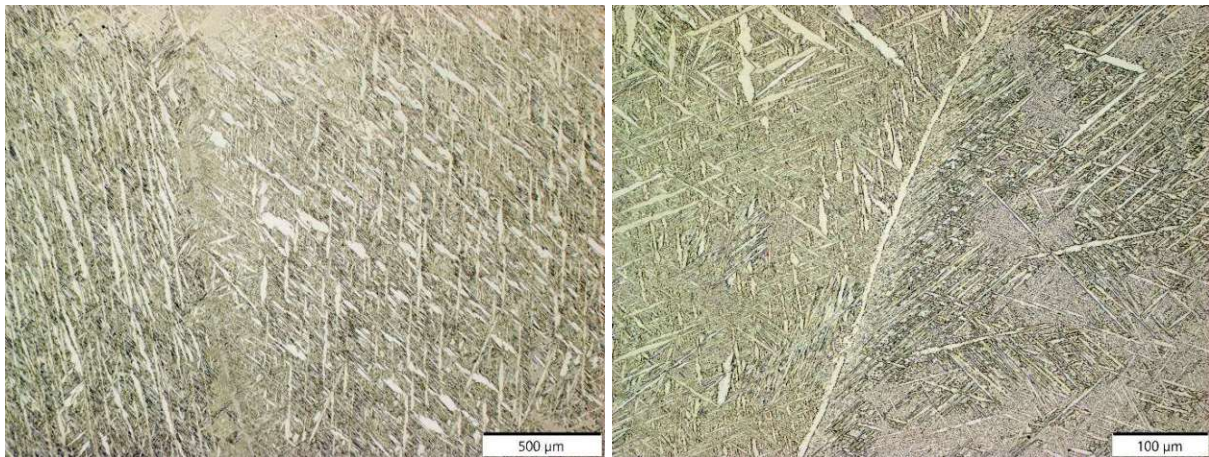


Abbildung 24: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-8Al-1Mo-1V Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.4 Ti-8Al-2Mo-1V

5.1.4.1 As cast

Ausgehend von Ti-8Al-1Mo-1V wurde anschließend ein Versuch angestellt, in dem geklärt werden sollte, welchen Einfluss ein etwas erhöhter Molybdängehalt auf das Gefüge der Titanlegierung hat. Daher wurde Ti-8Al-2Mo-1V im Rinnenofen hergestellt und analysiert. Aus dem Übersichtsbild in Abbildung 25 und den lichtmikroskopischen Aufnahmen (Abbildung 26) der geätzten Ti-8Al-2Mo-1V Proben ist ersichtlich, dass das Stängelkristallwachstum durch die Erhöhung des Molybdängehaltes nicht unterbunden werden konnte.



Abbildung 25: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-8Al-2Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen

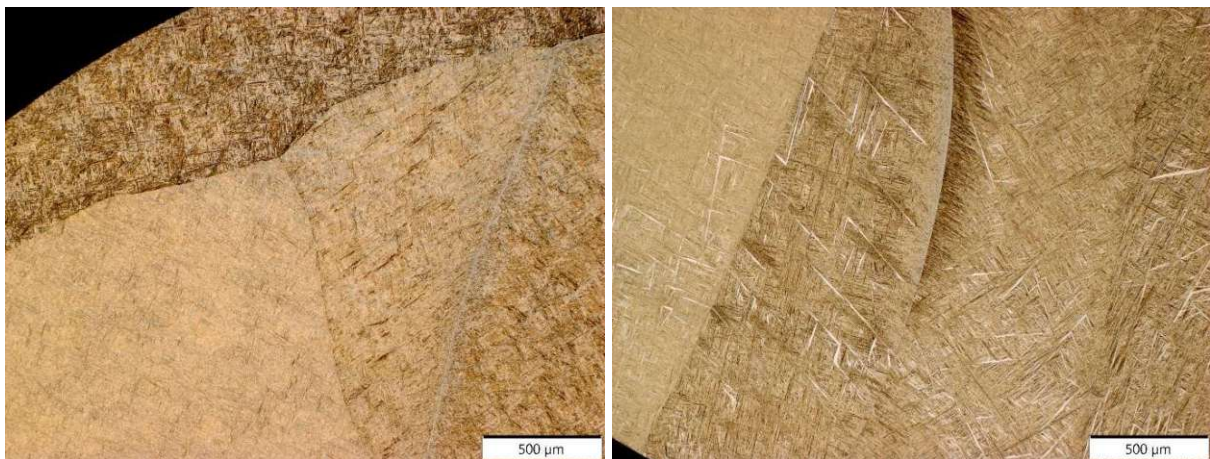


Abbildung 26: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-8Al-2Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen

5.1.4.2 Wärmebehandelter Zustand

Auch die Wärmebehandlung (850 °C für 1,5 h) von Ti-8Al-2Mo-1V zeigte keine Auswirkung auf die Stängelkristalle in der Probe. Die in Abbildung 27 und Abbildung 28 gezeigten, mit verdünnter HF geätzten Schlibfbilder der Legierung zeigen große, längliche Körner, die sich über die gesamte Probe in Erstarrungsrichtung erstrecken.



Abbildung 27: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-8Al-2Mo-1V Probe aus dem Rinnenofen

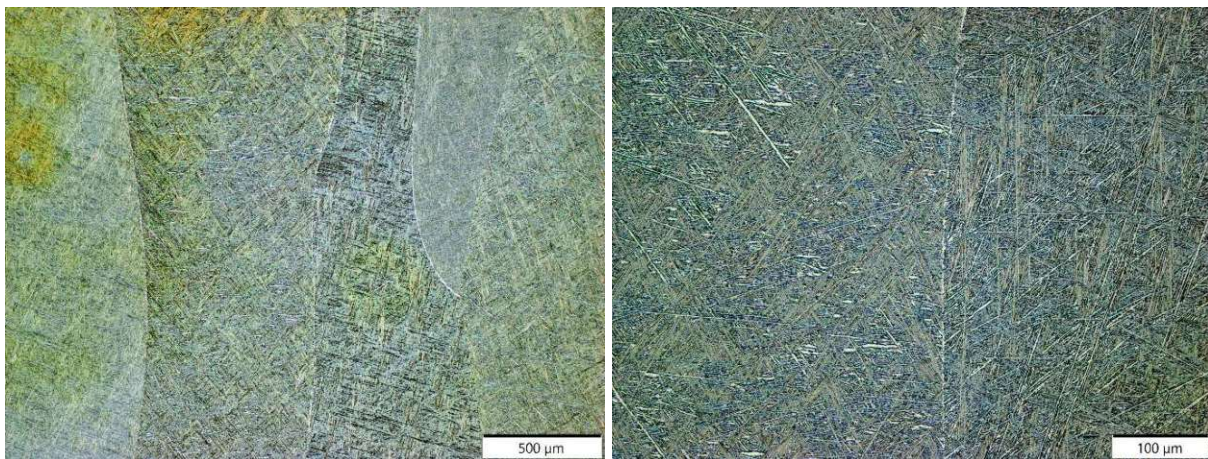


Abbildung 28: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-8Al-2Mo-1V Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.5 Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu

5.1.5.1 As cast

Ausgehend von der Arbeit von Zhang et al.¹² wurde ausprobiert, ob die Gefügefeinung mit Cu auch bei Ti-6Al-4V funktioniert. In Abbildung 29 ist ein geätztes Übersichtsbild und in Abbildung 30 geätzte Schlifffbilder der Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe dargestellt. Es zeigt sich ein Gefüge mit ausgeprägten Lunkern. Die Körner erstrecken sich zwar nicht als Stängelkristalle über die gesamte Probe, aber sie haben doch eine größere Ausdehnung in Erstarrungsrichtung, als in die anderen Raumrichtungen. Interessant ist, dass die hohe Abkühlgeschwindigkeit im Rinnenofen das erwartete Eutektoid im Ti-Cu-System (aus Titanmischkristall und Ti_2Cu)¹² offenbar unterdrückt.



Abbildung 29: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe aus dem Rinnenofen

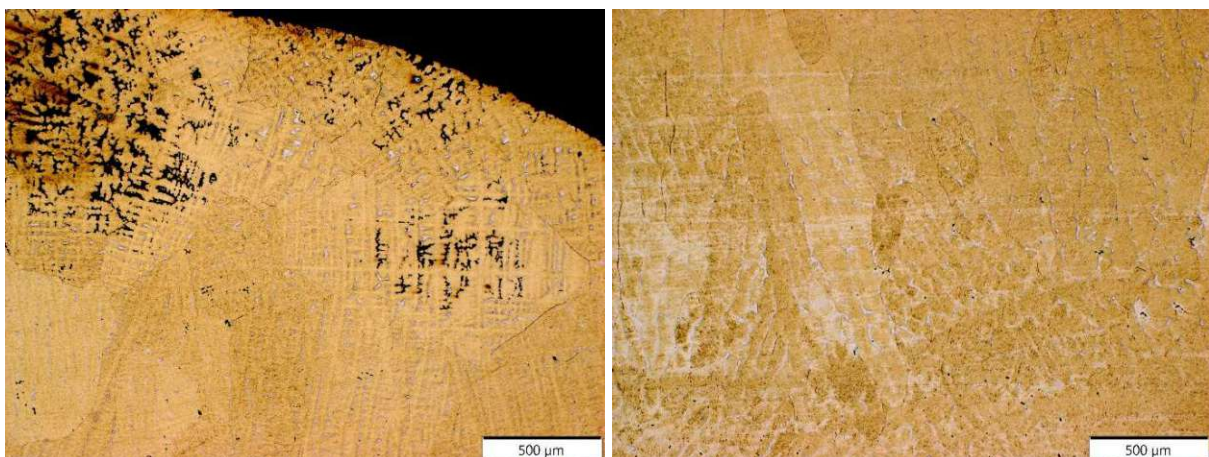


Abbildung 30: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe aus dem Rinnenofen

5.1.5.2 Wärmebehandelter Zustand

Bei der wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe zeigt sich eine fundamentale Änderung des Gefüges. In Abbildung 31 ist das Übersichtsbild der geätzten, wärmebehandelten Probe zu sehen. In Abbildung 32 sind die geätzten Schlibfbilder der wärmebehandelten Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu dargestellt. Aus diesen Bildern ist ersichtlich, dass durch die Wärmebehandlung die Bildung des Eutektoids erfolgte, wodurch das Gefüge merklich verfeinert wurde. Es ist in den Schlibfbildern jedoch auch zu erkennen, dass die Ausgangskörner in ihren Umrissen trotzdem noch zu sehen sind, was dementsprechend eine Anisotropie im Gefüge darstellt und auch anisotrope mechanische Auswirkungen haben könnte.



Abbildung 31: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe aus dem Rinnenofen

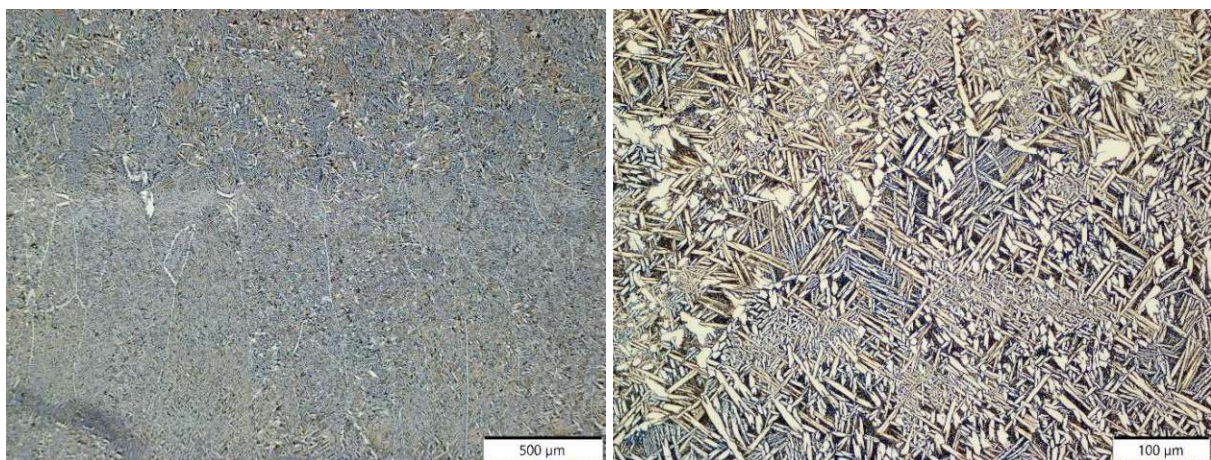


Abbildung 32: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

Abbildung 33 zeigt ein Rückstreuerelektronenbild der wärmebehandelten Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe. Es zeigen sich wie auch schon in den Schlifffbildern zwei Phasen, wobei laut EDX Messungen die hellgraue Phase kupferreich und die dunkelgraue Phase kupferarm ist. Das deckt sich auch mit den Erwartungen über den eutektoiden Zerfall der Legierung.

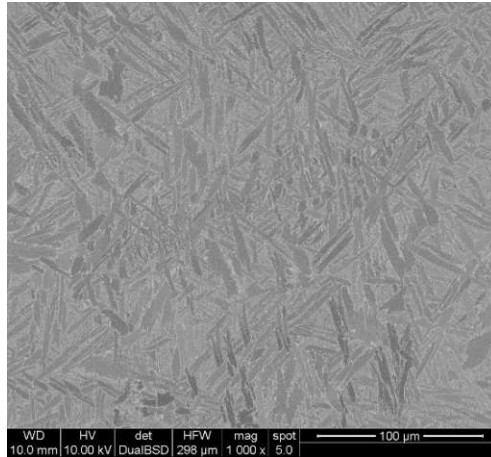


Abbildung 33: Rückstreuerelektronenbild der wärmebehandelten Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.6 Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe

5.1.6.1 As cast

In Abbildung 34 ist ein Übersichtsbild der geätzten Ti-3,75-2,5V-1,5Fe Probe aus dem Rinnenofen dargestellt. Es zeigen sich große, in Erstarrungsrichtung längliche Körner.

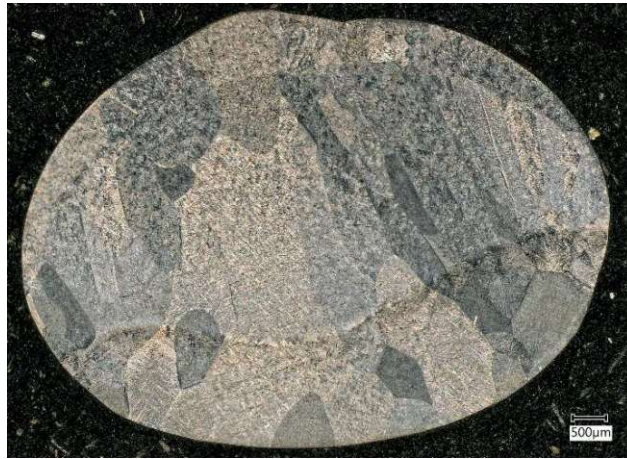


Abbildung 34: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe Probe aus dem Rinnenofen

In den Schliffbildern der geätzten Probe (Abbildung 35) ist das nadelige Gefüge in den länglichen Körnern zu sehen. Die Korngrenzen an sich sind nur schwer auszumachen.

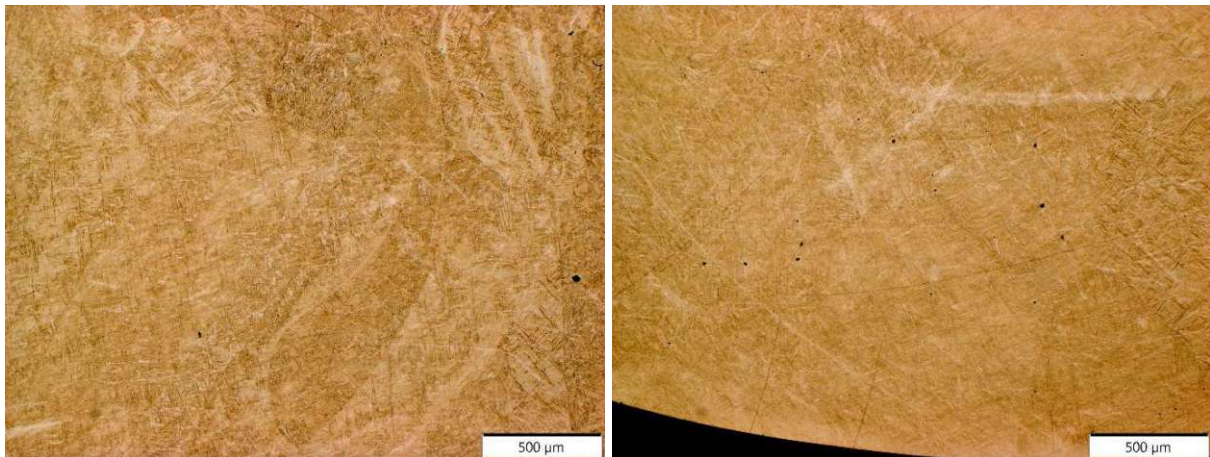


Abbildung 35: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe Probe aus dem Rinnenofen

5.1.6.2 Wärmebehandelter Zustand

Die Wärmebehandlung der Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe Probe bei 850 °C für 1,5 Stunden zeigte keine Wirkung gegen die Stängelkristalle. Ein Übersichtsbild der geätzten, wärmebehandelten Probe ist in Abbildung 36 dargestellt.



Abbildung 36: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe Probe aus dem Rinnenofen

Bilder des, mit verdünnter HF geätzten, Schliffes der wärmebehandelten Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe Probe sind in Abbildung 37 zu sehen. Im Vergleich zur Probe im as cast Zustand sind deutliche Gefügeveränderungen ersichtlich. Nichtsdestotrotz sind ausgeprägte Stängelkristalle zu erkennen, ebenso wie ein nadeliges Gefüge in den großen Körnern. Mittels Elektronenmikroskopie und EDX-Messungen konnte kein Unterschied in der Zusammensetzung des zweiphasig anmutenden Gefüges erkannt werden.

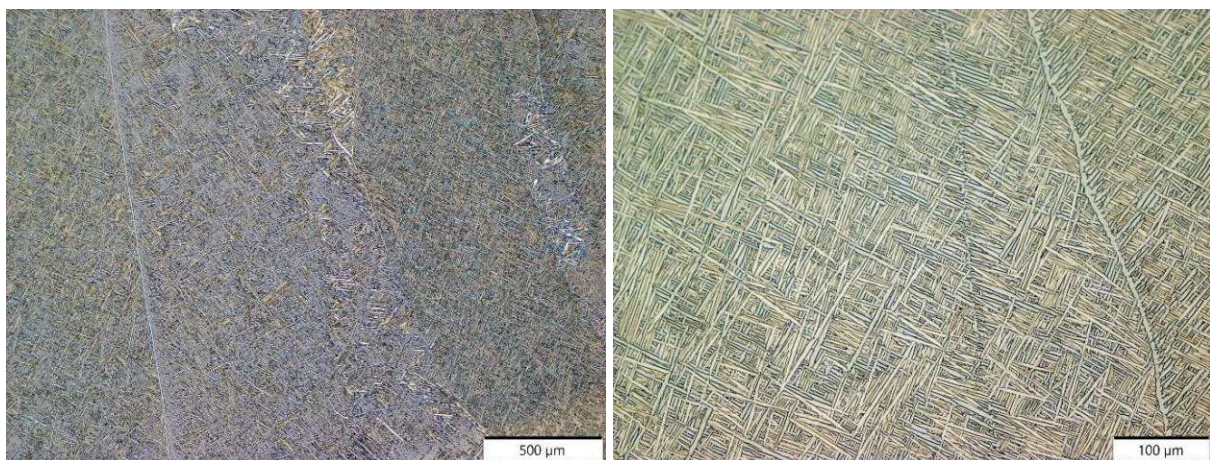


Abbildung 37: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.7 Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y

5.1.7.1 As cast

In der Literatur wird beschrieben, dass Y einen Kornfeinungseffekt auf Ti-6Al-4V hat.^{16,27} Daher wurde im Rinnenofen eine Schmelzprobe von Ti-6Al-4V mit 1 % einer Zr-40,4Y Legierung hergestellt. Die Zr-40,4Y Legierung wurde im Vorhinein ebenfalls am Rinnenofen hergestellt und dann entsprechend eingewogen. Abbildung 38 zeigt ein Übersichtsbild der mit verdünnter HF geätzten Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe. Es ist zu erkennen, dass im unteren Drittel verhältnismäßig schmale Stängelkristalle vorherrschen. Dann schlägt das Gefüge im oberen Bereich aber auf isotrope, kleine Körner um.

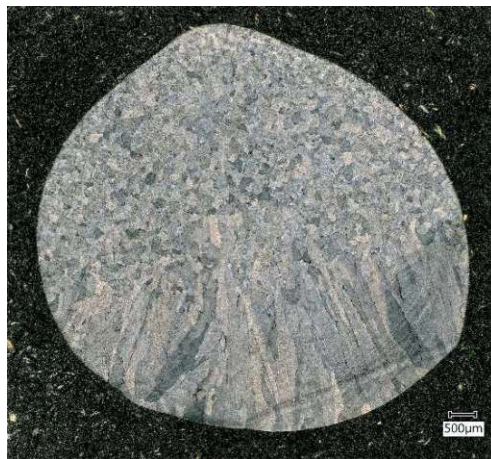


Abbildung 38: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 39 zeigt Schliffbilder der geätzten Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe. Im linken Bild ist das isotrope Gefüge im oberen Bereich und im rechten Bild sind die Stängelkristalle im unteren Bereich der Probe abgebildet.

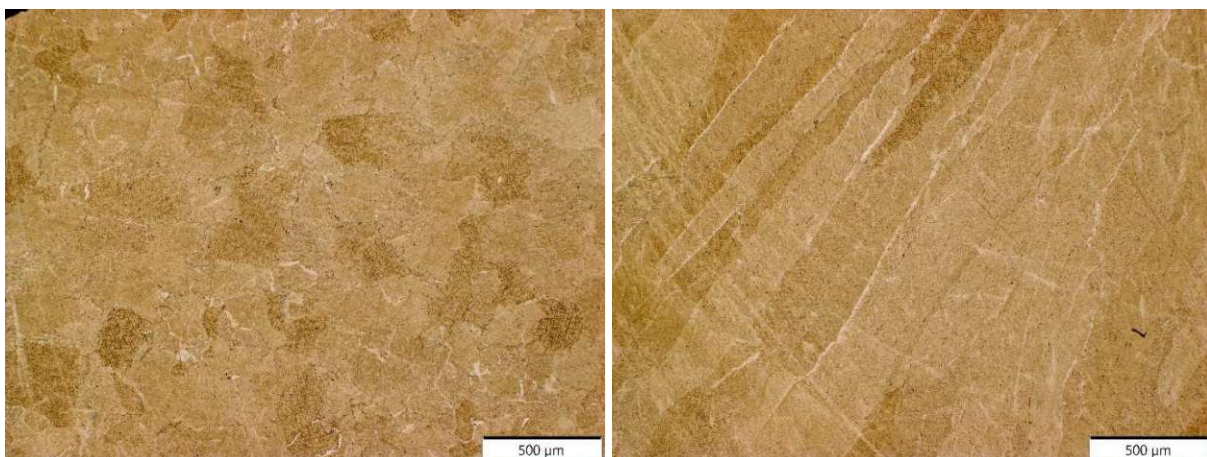


Abbildung 39: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 40 ist ein Rückstreuelektronenbild der Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe zu sehen. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich eine zweite Phase rund um die Körner der Probe ausscheidet. Eine EDX-Analyse zeigt, dass die helle Phase hauptsächlich aus Y und O besteht.

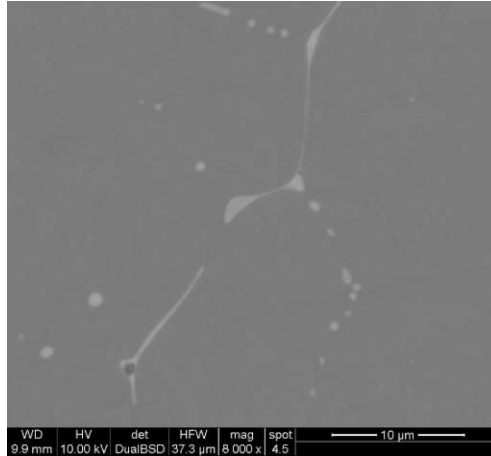


Abbildung 40: Rückstreuelektronenbild der Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe aus dem Rinnenofen

5.1.7.2 Wärmebehandelter Zustand

Abbildung 41 zeigt das geätzte Übersichtsbild der wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe. Es ist zu erkennen, dass die Wärmebehandlung die Stängelkristalle im unteren Bereich der Probe nicht verringert. Eher im Gegenteil, es zeigt sich eine leichte Kornvergrößerung, besonders im Bereich der Stängelkristalle.



Abbildung 41: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 42 sind geätzte Schliffbilder der wärmebehandelten Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe dargestellt. Das linke Bild zeigt die isotropen Körner im oberen Bereich und das rechte Bild veranschaulicht die etwas vergrößerten Stängelkristalle im unteren Bereich der Probe. In dieser Abbildung sind auch schön die nicht geätzten Segregationen des Y (weiße Bereiche) an den Korngrenzen der Ti-6Al-4V Körner zu sehen.

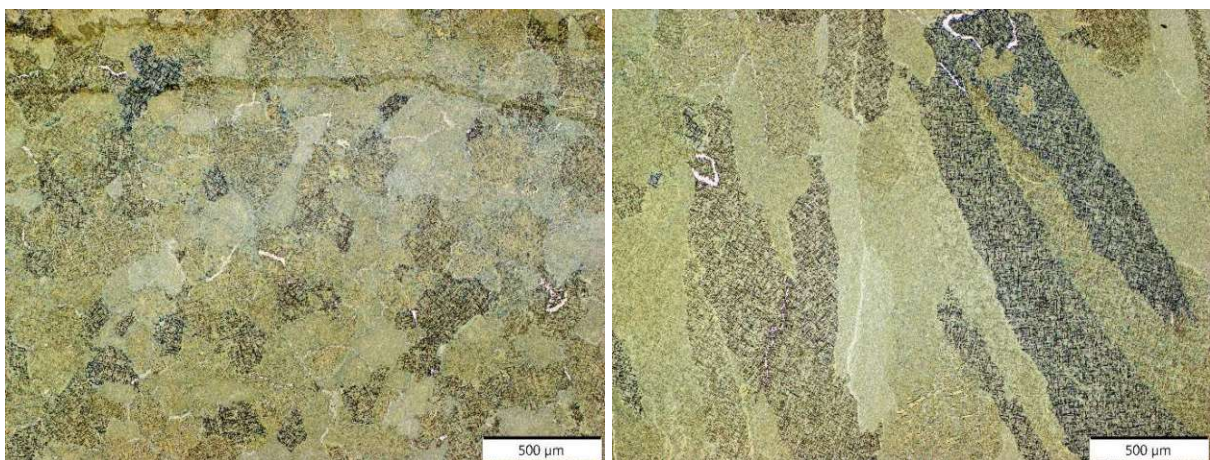


Abbildung 42: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.8 Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y

5.1.8.1 As cast

Ausgehend von der Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe stellte sich in weiterer Folge die Frage, ob die Stängelkristalle im unteren Bereich der Probe durch eine Erhöhung des (Zr-40,4Y)-Gehalts auch zu isotropen Körnern umzuwandeln sind. Daher wurde die Probe Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y im Rinnenofen hergestellt. Ein Übersichtsbild des geätzten Schliffes im as cast Zustand ist in Abbildung 43 zu sehen. Es sind auch mit erhöhtem (Zr-40,4Y)-Gehalt noch Stängelkristalle im unteren Bereich der Probe zu sehen. Das Gefüge im oberen Bereich der Probe ist wiederum fein und isotrop.



Abbildung 43: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 44 zeigt geätzte Schliffbilder der Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe aus dem Rinnenofen. Im linken Bild sind die isotropen Körner im oberen Bereich der Schmelzprobe zu sehen und im rechten Bild die Stängelkristalle im unteren Bereich der Probe.

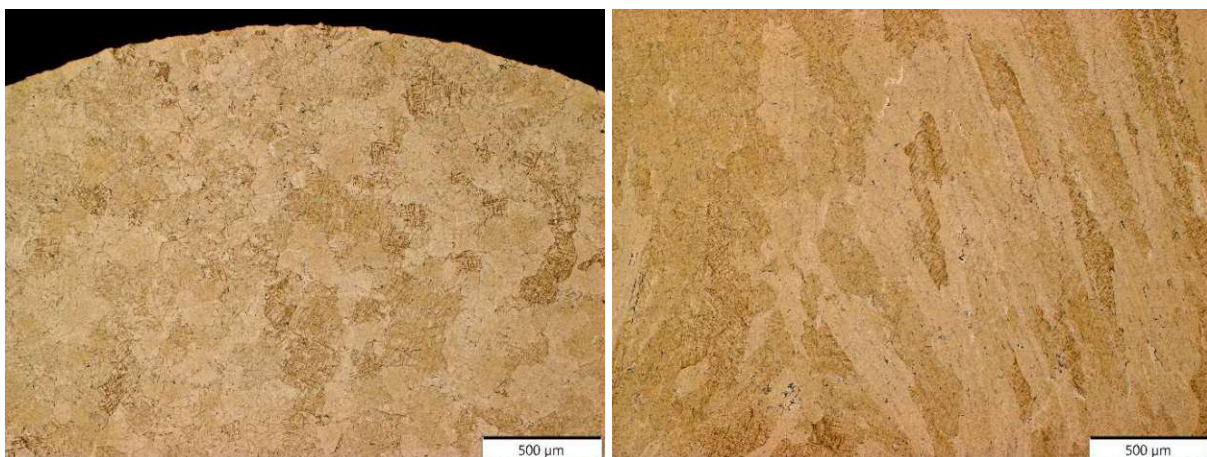


Abbildung 44: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 45 ist ein Rückstreuelektronenbild der Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Legierung zu sehen. Es finden sich wieder (analog zu Abbildung 40) zwei Phasen, wobei sich in der hellen Phase um die Körner, laut EDX-Messungen, erneut hauptsächlich Y und O findet.

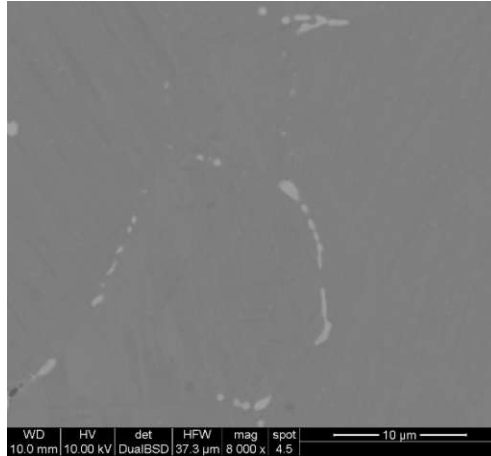


Abbildung 45: Rückstreuelektronenbild der Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe aus dem Rinnenofen

5.1.8.2 Wärmebehandelter Zustand

Ein Übersichtsbild der wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe ist in Abbildung 46 dargestellt. Die Stängelkristalle konnten durch die Wärmebehandlung, analog zur Legierung mit weniger (Zr-40,4Y)-Gehalt, nicht in isotrope Körner umgewandelt werden.



Abbildung 46: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 47 zeigt geätzte Schlifffbilder der wärmebehandelten Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe. Das linke Bild veranschaulicht die isotropen Körner im oberen Bereich der Probe und das rechte Bild zeigt die Stängelkristalle im unteren Bereich.

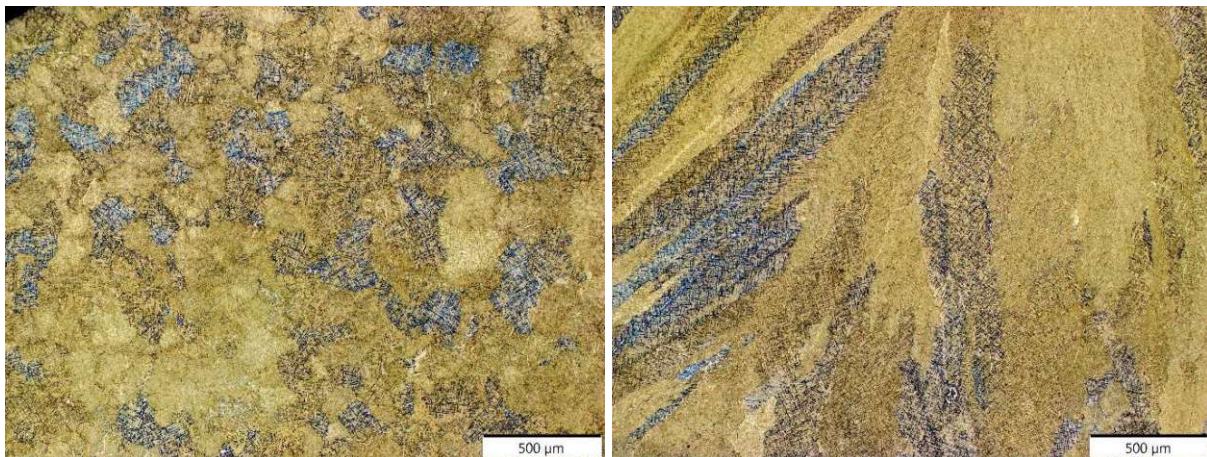


Abbildung 47: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.9 Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si (TIMETAL 685)

5.1.9.1 As cast

Eine weitere kommerzielle Legierung mit einem hohen E-Modul (ca. 125 GPa)¹⁴, die hinsichtlich Stängelkristallwachstum untersucht wurde, ist Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si. In Abbildung 48 ist ein Übersichtsbild der geätzten Schmelzprobe aus dem Rinnenofen dargestellt. Es zeigen sich sehr große, stängelige Kristalle mit schlecht erkennbaren Korngrenzen.



Abbildung 48: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 49 sind geätzte Schliffbilder der Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si im as cast Zustand zu sehen. Es zeigt sich ein nadeliges Gefüge, mit ausgeprägten Stängelkristallen. Die Korngrenzen sind wiederum schlecht zu erkennen.

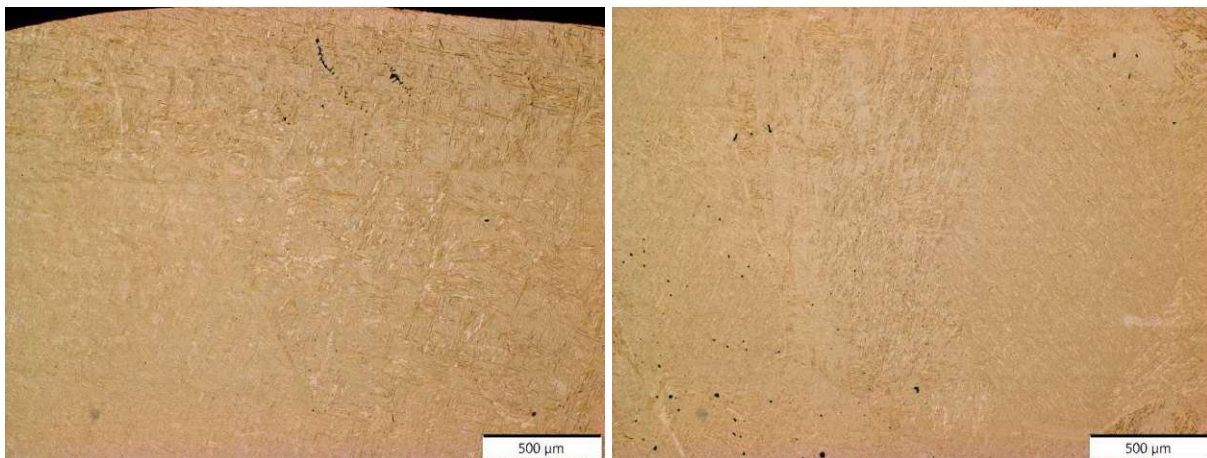


Abbildung 49: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si Probe aus dem Rinnenofen

5.1.9.2 Wärmebehandelter Zustand

In Abbildung 50 ist ein Übersichtsbild der geätzten, wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si Probe zu sehen. Es sind sehr große, teils stängelige Körner zu erkennen. Außerdem ist ersichtlich, dass die Probe von einem waagrechten Band durchzogen ist, dessen Ursprung nicht geklärt werden konnte.



Abbildung 50: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 51 zeigt geätzte Schliffbilder der wärmebehandelten Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si Probe. Deutlich zu erkennen sind ein nadeliges Gefüge und ausgeprägte Stängelkristalle.

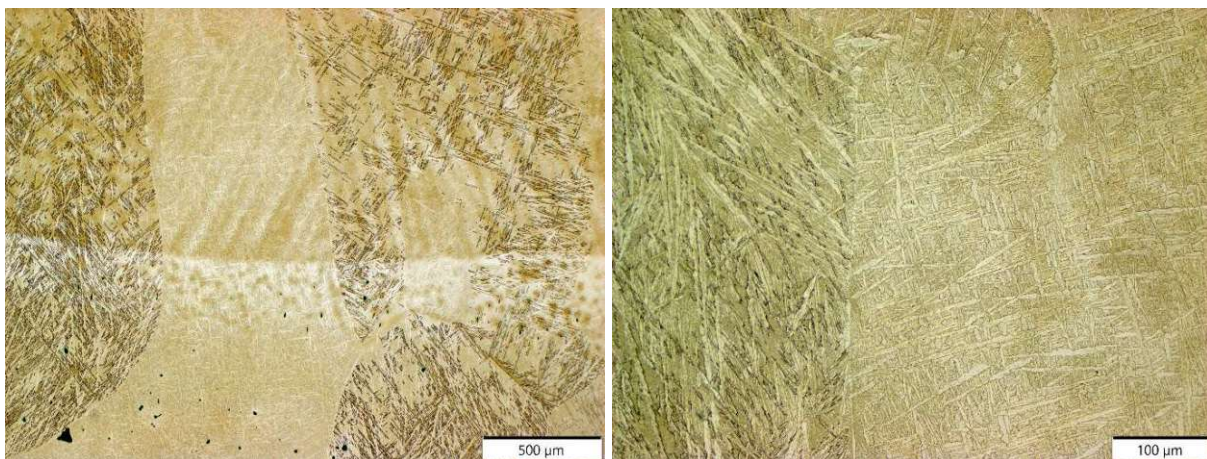


Abbildung 51: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.10 Ti-5,7Al-3,8V-5Co

5.1.10.1 As cast

Ausgehend von der Arbeit von Choi et al.¹⁵, in der Co als möglicher Kornfeiner zu einer Titanlegierung zugesetzt wurde, wurde Ti-5,7Al-3,8V-5Co im Rinnenofen hergestellt. Ein Übersichtsbild des geätzten Schliffes ist in Abbildung 52 zu sehen. Auffällig ist, dass das Gefüge nicht gleichmäßig und schön geätzt werden konnte. Aus diesem Grund sind Aussagen bezüglich der Anisotropie schwierig zu treffen. Lediglich im unteren Teil der Probe können ansatzweise stängelige Körner erkannt werden.



Abbildung 52: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe aus dem Rinnenofen

Die Probleme beim Ätzen sind auch in Abbildung 53 bei den Bildern des, mit verdünnter HF geätzten, Schliffs der Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe aus dem Rinnenofen deutlich zu sehen. Außerdem zeigen sich auch ausgeprägte Lunker im oberen Bereich der Schmelzprobe.

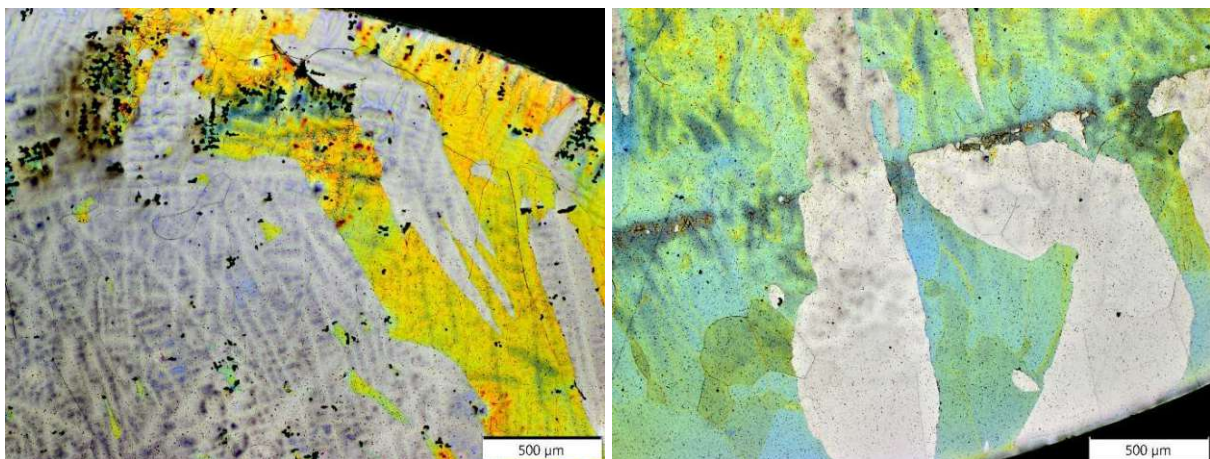


Abbildung 53: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe aus dem Rinnenofen

5.1.10.2 Wärmebehandelter Zustand

Abbildung 54 zeigt die geätzte, wärmebehandelte (850 °C für 1,5 h) Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe aus dem Rinnenofen. Im Gegensatz zur Probe im as cast Zustand konnte der wärmebehandelte Schliff problemlos geätzt werden.



Abbildung 54: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 55 ist der geätzte Schliff der wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe dargestellt. Es ist ein sehr feines zweiphasiges Gefüge deutlich zu erkennen. Aber trotz der Umwandlung im Gefüge sind immer noch die Umrissse der stängeligen Ausgangskörner zu sehen.

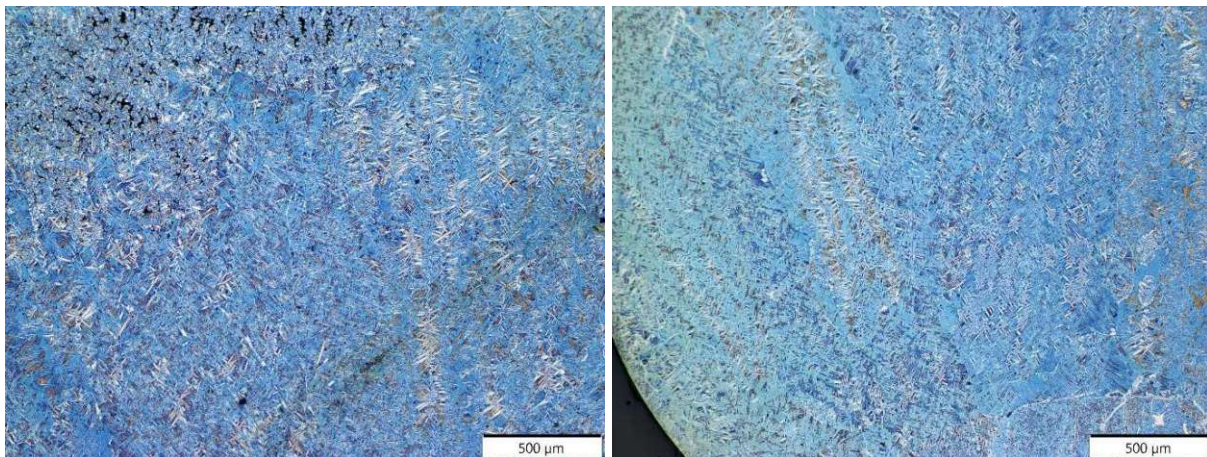


Abbildung 55: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

Auch ein, in Abbildung 56 dargestelltes, Rückstreuerelektronenbild der wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-5Co Legierung zeigt zwei fein verteilte Phasen. Die hellere Phase ist laut EDX-Messungen cobaltreich und in der dunklen Phase findet sich de facto kein Cobalt. Es scheint also auch hier der eutektoide Zerfall² von den hohen Abkühlgeschwindigkeiten im Rinnenofen zuerst unterdrückt worden zu sein und dann erst bei der Wärmebehandlung stattgefunden zu haben.

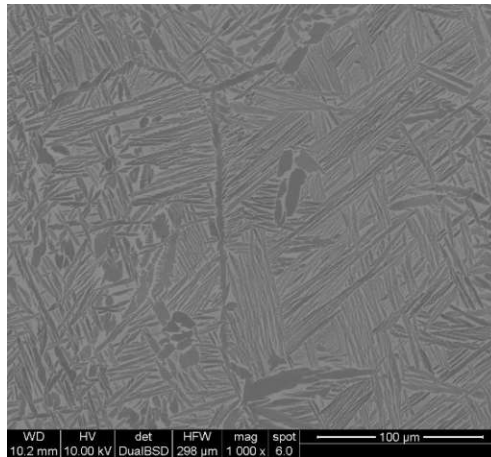


Abbildung 56: Rückstreuerelektronenbild der wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe aus dem Rinnenofen

5.1.11 Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo

5.1.11.1 As cast

Ebenfalls ausgehend von der Arbeit von Choi et al.¹⁵ wurde eine Legierung mit der Zusammensetzung Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo im Rinnenofen hergestellt. In Abbildung 57 ist ein Übersichtsbild der geätzten Legierung dargestellt. Es zeigt sich ein analoges Problem mit dem Ätzen wie auch schon bei der Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe im as cast Zustand.

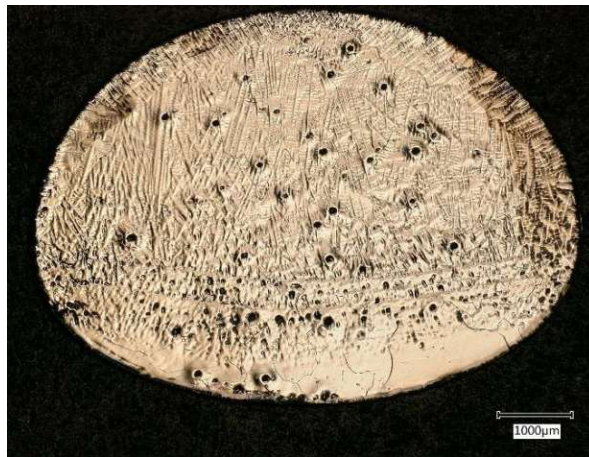


Abbildung 57: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 58 zeigt den mit verdünnter HF geätzten Schliff der Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo Probe. Auch hier ist ersichtlich, dass die Ätzung nicht ordnungsgemäß funktionierte, jedoch sind die Korngrenzen von stängeligem Kristallen zu erkennen.

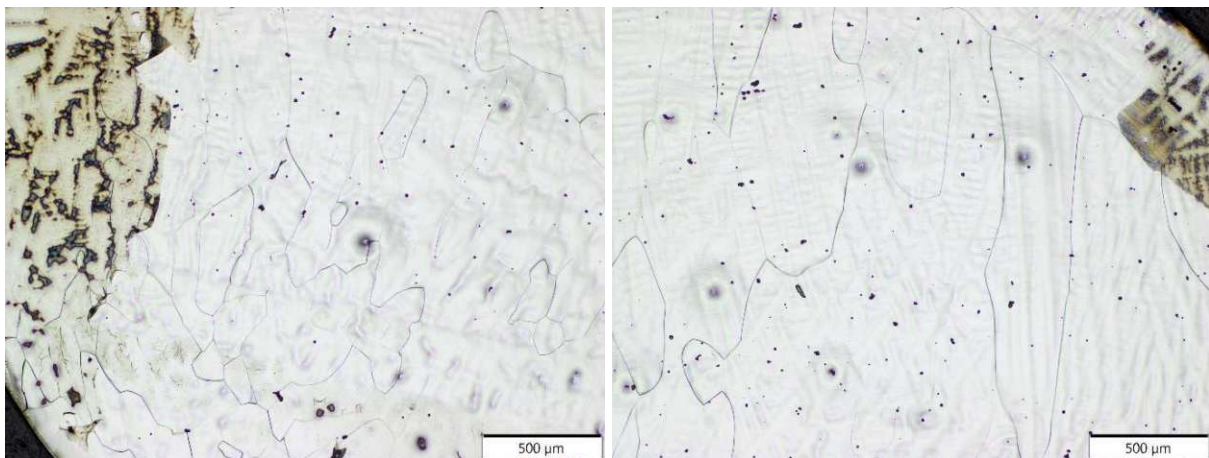


Abbildung 58: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo Probe aus dem Rinnenofen

5.1.11.2 Wärmebehandelter Zustand

Abbildung 59 zeigt ein Übersichtsbild der geätzten, wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo Probe aus dem Rinnenofen. Die Ätzung funktionierte bei der wärmebehandelten Probe wieder problemlos. Es zeigen sich große, längliche Kristalle in Erstarrungsrichtung und ein sehr feines Gefüge in den verschiedenen Körnern.



Abbildung 59: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 60 sind geätzte Schlißbilder der wärmebehandelten Legierung zu sehen. Wie auch schon bei der Ti-5,7Al-3,8V-5Co Probe ist ein feines zweiphasiges Gefüge, welches auch in diesem Fall auf den eutektoiden Zerfall der Legierung zurückzuführen ist, zu erkennen.

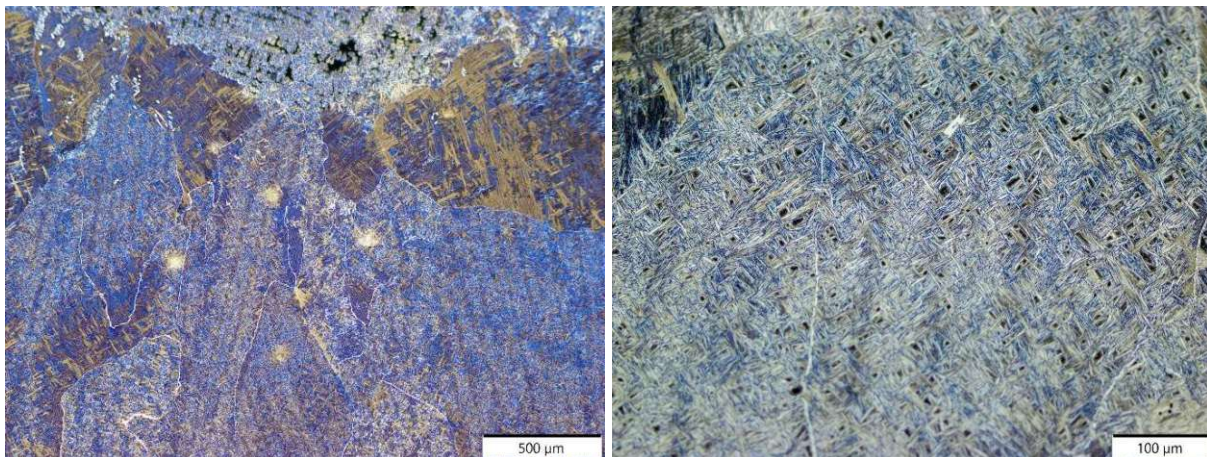


Abbildung 60: mit verdünnter HF geätzter Schliß der wärmebehandelten Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.12 Ti-13V-11Cr-3Al

5.1.12.1 As cast

Soundararajan et al.²⁸ beschreiben in ihrer Arbeit unter anderem die Anwendung von Ti-13V-11Cr-3Al als Strukturwerkstoff für die Luftfahrtindustrie. Deshalb sollte auch diese Legierung auf deren Stängelkristallwachstum bei der Herstellung im Rinnenofen untersucht werden. In Abbildung 61 ist ein geätztes Übersichtsbild der Ti-13V-11Cr-3Al Probe aus dem Rinnenofen im as cast Zustand dargestellt. Es sind deutlich stängelige Körner in Erstarrungsrichtung zu erkennen.

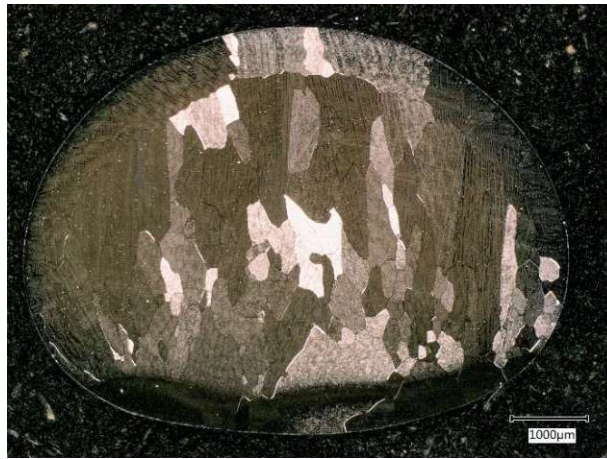


Abbildung 61: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-13V-11Cr-3Al Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 62 zeigt geätzte Schlifffbilder der Ti-13V-11Cr-3Al Legierung und deren anisotrope Stängelkristalle.

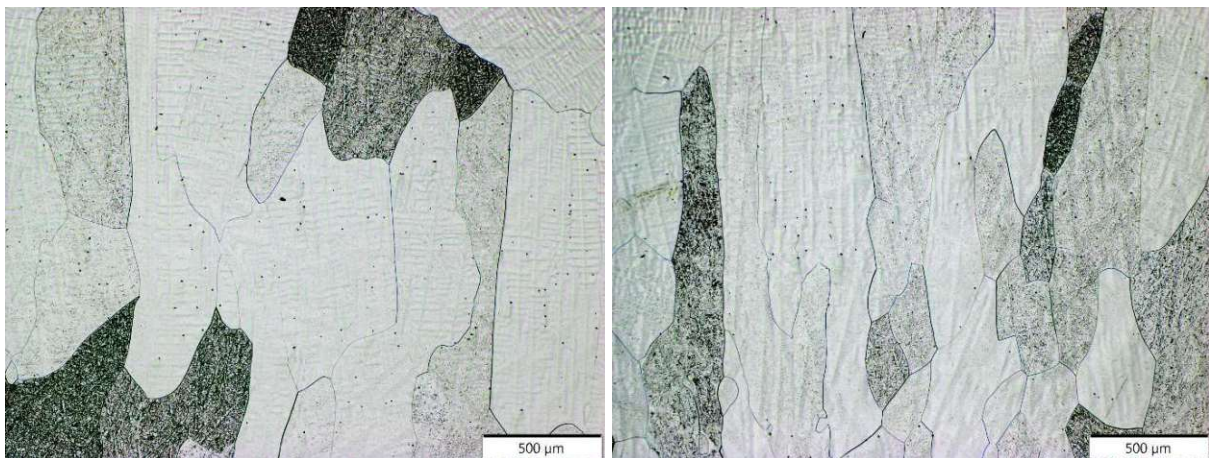


Abbildung 62: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-13V-11Cr-3Al Probe aus dem Rinnenofen

5.1.12.2 Wärmebehandelter Zustand

Die Wärmebehandlung der Proben zeigte keine Auswirkungen auf die Stängelkristalle. Abbildung 63 stellt ein geätztes Übersichtsbild der wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-13V-11Cr-3Al Probe dar.



Abbildung 63: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-13V-11Cr-3Al Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 64 sind die ausgeprägten Stängelkristalle der wärmebehandelten Ti-13V-11Cr-3Al Probe in den Bildern des geätzten Schliffes deutlich zu erkennen.

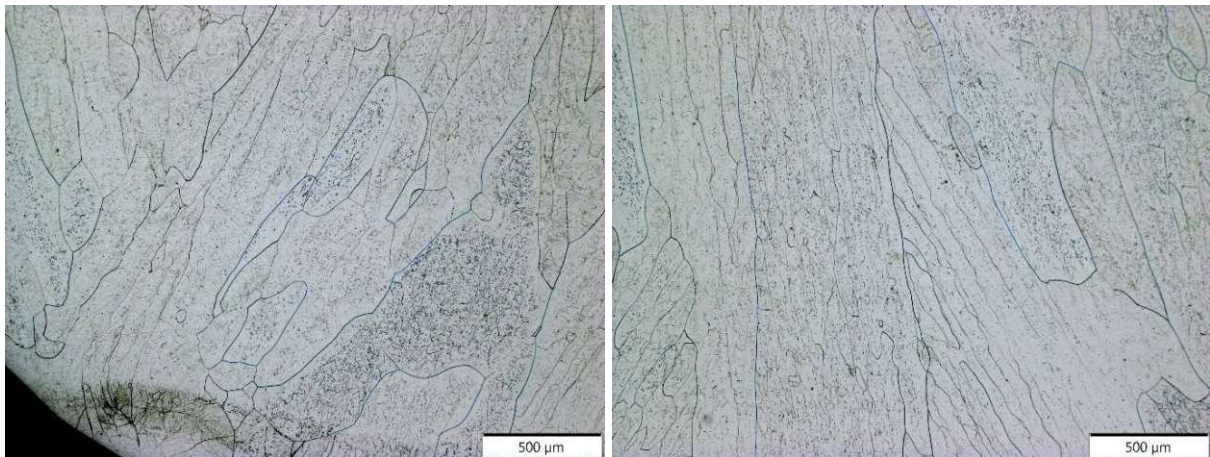


Abbildung 64: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-13V-11Cr-3Al Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.13 Ti-10V-2Fe-3Al (TIMETAL 10-2-3)

5.1.13.1 As cast

Eine weitere kommerziell erhältliche Legierung, die auf deren Stängelkristallwachstum untersucht werden sollte, ist Ti-10V-2Fe-3Al (103-108 GPa)¹⁴. Abbildung 65 zeigt ein geätztes Übersichtsbild der Ti-10V-2Fe-3Al Legierung. Es sind einerseits große längliche Kristalle zu erkennen und andererseits tritt im unteren Bereich des Schliffes ein anderes Gefüge auf als in der restlichen Probe. Dieses nadelige Gefüge weist auch unterschiedliche Härtewerte zum Rest der Probe auf, wie später noch in 0 diskutiert wird.



Abbildung 65: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-10V-2Fe-3Al Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 66 sind geätzte Schliiffbilder der Ti-10-V-2Fe-3Al Legierung im as cast Zustand zu sehen.

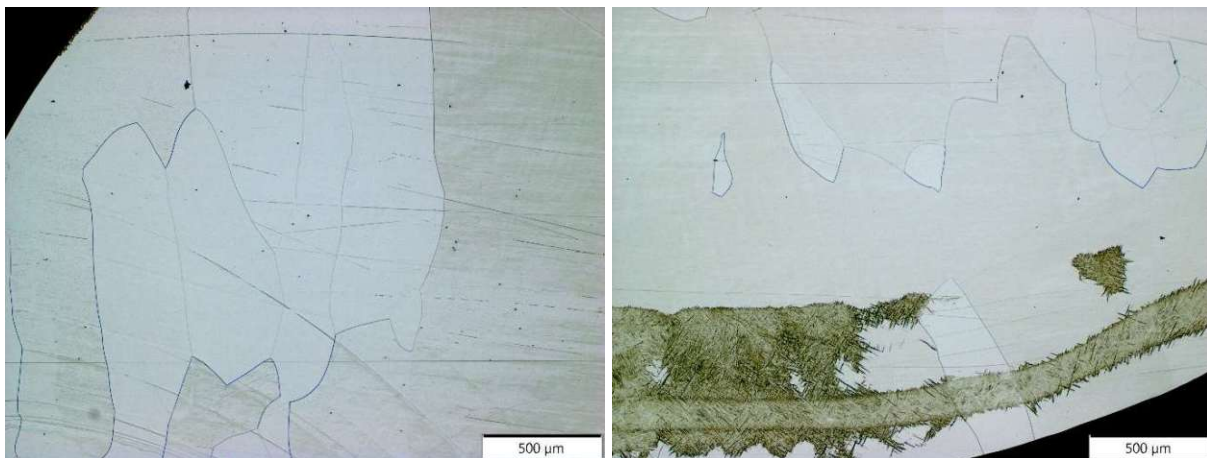


Abbildung 66: mit verdünnter HF geätzter Schliiff der Ti-10V-2Fe-3Al Probe aus dem Rinnenofen

5.1.13.2 Wärmebehandelter Zustand

In Abbildung 67 ist ein geätztes Übersichtsbild der wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-10V-2Fe-3Al Probe dargestellt. Es sind wieder in Erstarrungsrichtung längliche Körner zu erkennen. Außerdem ist auffällig, dass die zweite Phase im unteren Bereich der Probe nun nicht mehr zu sehen ist.



Abbildung 67: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-10V-2Fe-3Al Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 68 zeigt geätzte Schlibfbilder der wärmebehandelten Ti-10V-2Fe-3Al Probe aus dem Rinnenofen. Es ist ein nadeliges Gefüge, vergleichbar mit dem unteren Gefüge der nicht wärmebehandelten Probe zu erkennen.

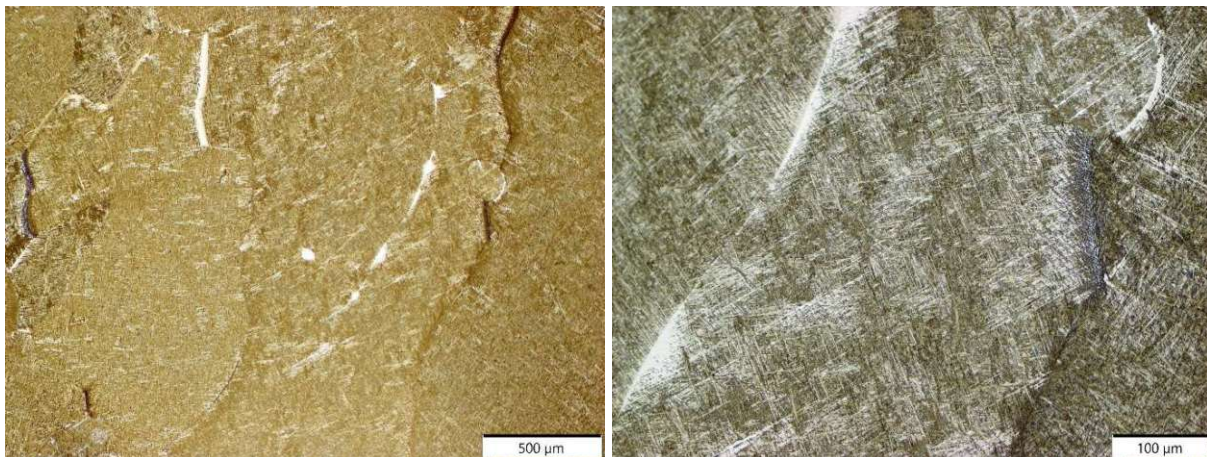


Abbildung 68: mit verdünnter HF geätzter Schlibf der wärmebehandelten Ti-10V-2Fe-3Al Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.14 Ti-4Al-2Fe-3Cu

5.1.14.1 As cast

Najafizadeh et al.²⁹ publizierten in ihrer Arbeit hohe Festigkeitswerte für die Legierung Ti-4Al-2Fe-3Cu. Aus diesem Grund wurde diese Legierung im Rinnenofen hergestellt, um sie unter anderem auf deren Neigung zum Stängelkristallwachstum zu untersuchen. Abbildung 69 zeigt ein mit verdünnter HF geätztes Übersichtsbild der Ti-4Al-2Fe-3Cu Legierung aus dem Rinnenofen. Korngrenzen sind eher schwer auszumachen, aber bei genauerer Betrachtung zeigen sich sowohl einige Stängelkristalle, als auch einige isotrope Körner.



Abbildung 69: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 70 sind Bilder des geätzten Schliffes der Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe aus dem Rinnenofen zu sehen.

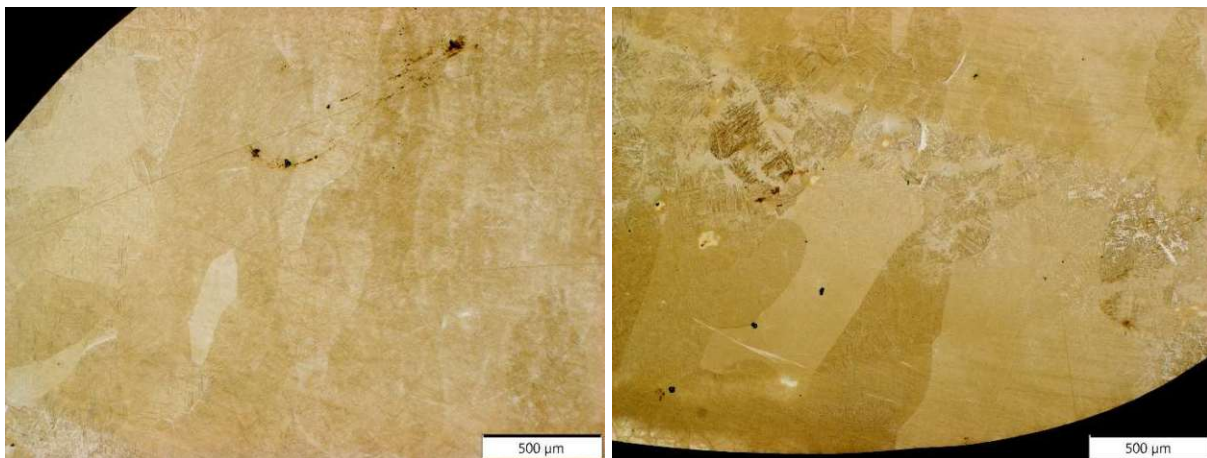


Abbildung 70: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe aus dem Rinnenofen

5.1.14.2 Wärmebehandelter Zustand

Ein Übersichtsbild der geätzten, wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe ist in Abbildung 71 dargestellt. Es sind die Korngrenzen generell schlecht zu erkennen, jedoch finden sich sowohl einige Stängelkristalle als auch einige isotrope Körner.



Abbildung 71: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 72 zeigt geätzte Schliiffbilder der wärmebehandelten Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe. Im linken Bild sind stängelige Kristalle und im rechten Bild sind isotrope Körner zu sehen. Außerdem ist wieder ein feines zweiphasiges Gefüge in den Körnern zu erkennen, das vermutlich wieder vom eutektoiden Zerfall der Legierung herrührt.

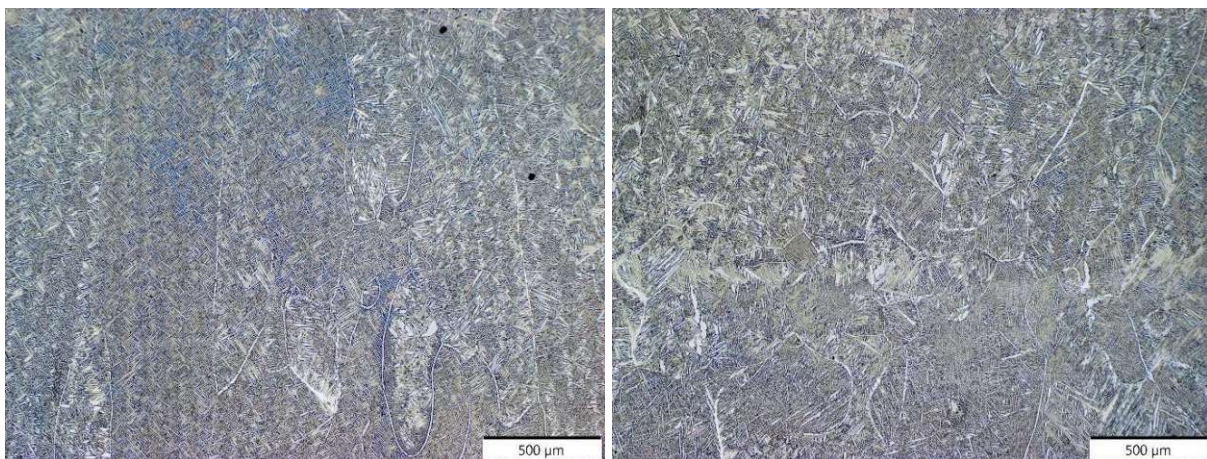


Abbildung 72: mit verdünnter HF geätzter Schliiff der wärmebehandelten Ti-4Al-2Fe-3Cu Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.15 Ti-1Al-8V-5Fe

5.1.15.1 As cast

Devaraj et al.³⁰ publizierten in ihrer Arbeit die Legierung Ti-1Al-8V-5Fe als billig in der Herstellung und trotzdem mit hoher Festigkeit. Sie war daher ein potentieller Kandidat, um sie auf deren Neigung Stängelkristalle zu bilden zu untersuchen. In Abbildung 73 ist ein mit verdünnter HF geätztes Übersichtsbild der Ti-1Al-8V-5Fe Legierung aus dem Rinnenofen dargestellt. Die Legierung zeigt eine Mischung aus eher kleinen isotropen Körnern und Stängelkristallen.



Abbildung 73: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-1Al-8V-5Fe Probe aus dem Rinnenofen

Diese Beobachtung wird auch durch die geätzten Schlibfbilder der Legierung bestätigt, die in Abbildung 74 zu sehen sind.

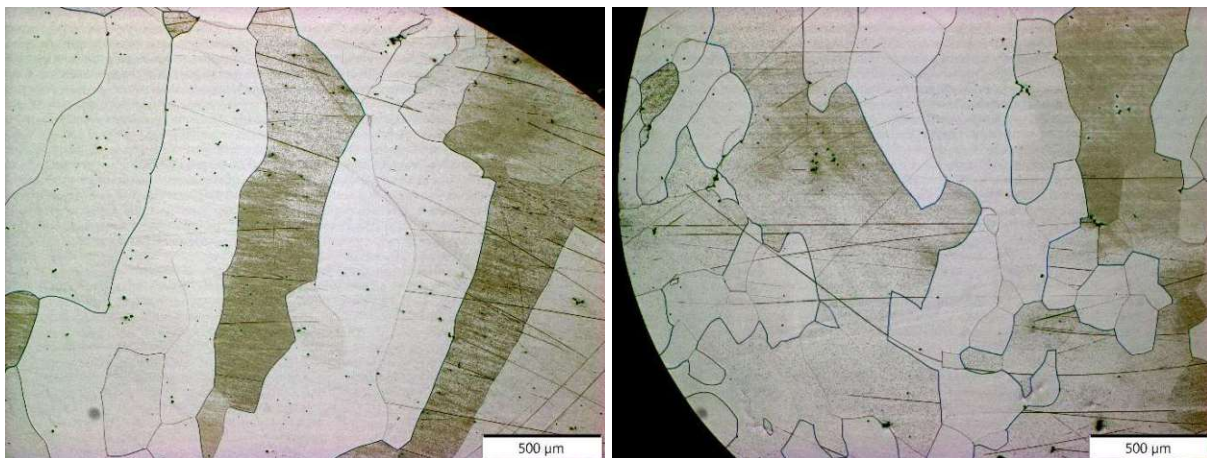


Abbildung 74: mit verdünnter HF geätzter Schlibfbild der Ti-1Al-8V-5Fe Probe aus dem Rinnenofen

5.1.15.2 Wärmebehandelter Zustand

In Abbildung 75 ist ein Übersichtsbild der geätzten, wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-1Al-8V-5Fe Probe zu sehen. Die Wärmebehandlung stellt sich bei dieser Legierung als unwirksames Mittel zur Umwandlung von Stängelkristallen in isotrope Körner heraus. Es zeigen sich nämlich noch immer neben einigen isotropen Körnern auch deutlich längliche Stängelkristalle.



Abbildung 75: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-1Al-8V-5Fe Probe aus dem Rinnenofen

Abbildung 76 zeigt die geätzten Schlibfbilder der wärmebehandelten Ti-1Al-8V-5Fe Probe. Es zeigt sich zwar ein verändertes Gefüge zur Legierung im as cast Zustand, jedoch ist auch hier eindeutig die Vorzugsrichtung der Kristalle in Erstarrungsrichtung zu sehen.

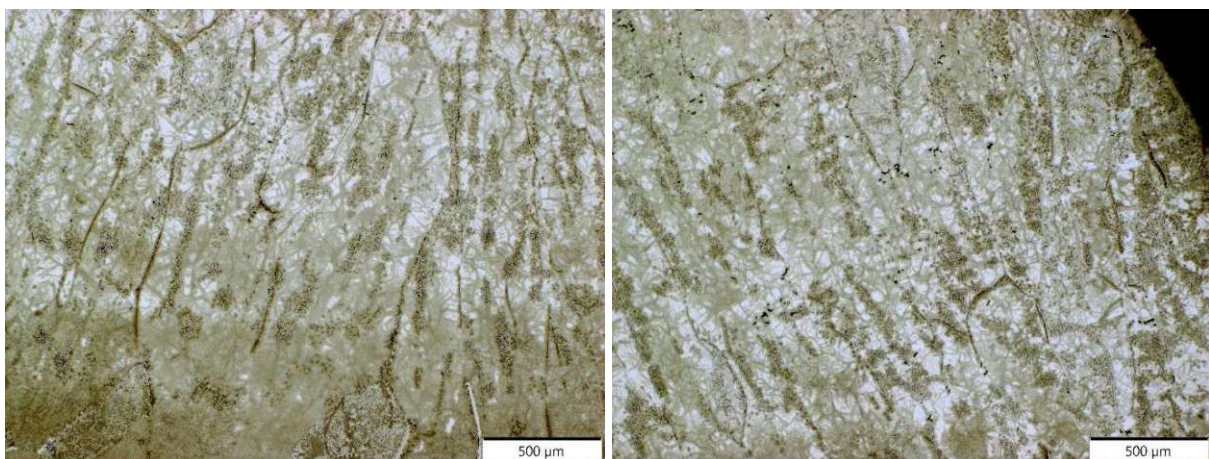


Abbildung 76: mit verdünnter HF geätzter Schlibf der wärmebehandelten Ti-1Al-8V-5Fe Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

5.1.16 Ti-7Al-1,5B

5.1.16.1 As cast

Inspiziert von der Arbeit von Brown³¹ wurde die Legierung Ti-7Al-1,5B auch im Rinnenofen hergestellt. Abbildung 77 stellt ein geätztes Übersichtsbild der Ti-7Al-1,5B Legierung aus dem Rinnenofen dar. Es zeigt sich ein sehr feines Gefüge ohne Stängelkristalle.



Abbildung 77: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 78 sind geätzte Schlibfbilder der Ti-7Al-1,5B Legierung im as cast Zustand zu sehen. In diesen ist ebenfalls ein sehr feines Gefüge ohne Vorzugsrichtung mit nadelförmigen Ausscheidungen zu sehen.

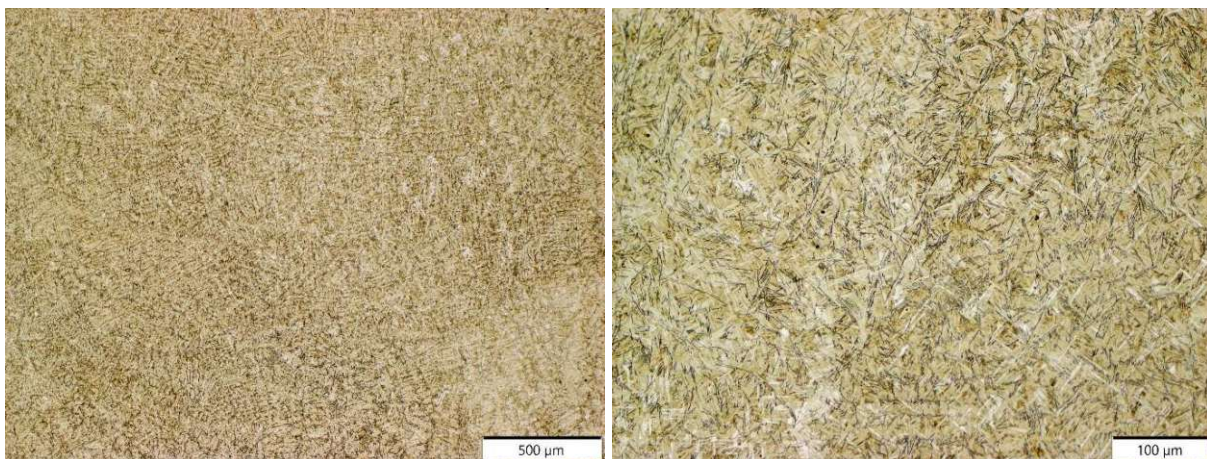


Abbildung 78: mit verdünnter HF geätzter Schliff der Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen

Zusätzlich zur Lichtmikroskopie wurde die Ti-7Al-1,5B Legierung auch im Rasterelektronenmikroskop analysiert. Abbildung 79 zeigt Rückstreuerelektronenbilder der Ti-7Al-1,5B Probe. Es sind sehr feine nadelförmige Ausscheidungen in der Matrix zu erkennen, die sich bei näherer EDX-Analyse als TiB herausstellten.

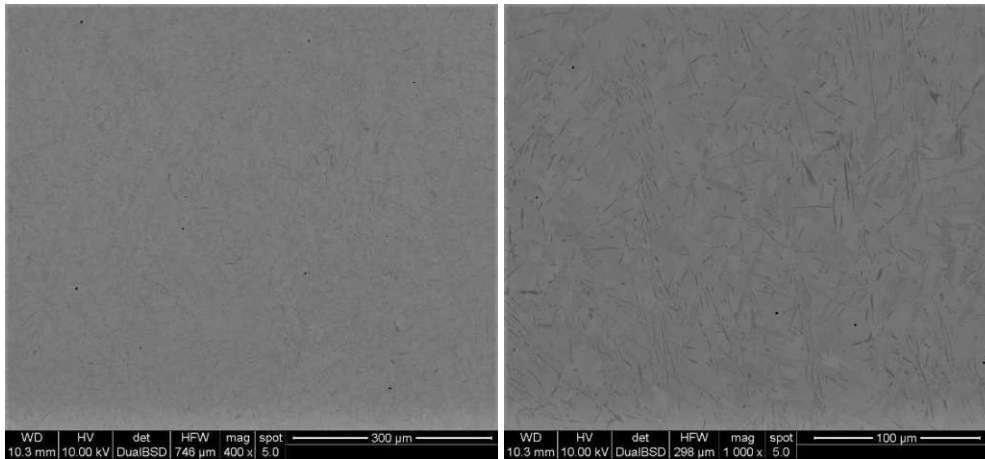


Abbildung 79: Rückstreuerelektronenbilder der Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen

5.1.16.2 Wärmebehandelter Zustand

Abbildung 80 zeigt ein geätztes Übersichtsbild der wärmebehandelten (850 °C für 1,5 h) Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen. Es ist wiederum ein sehr feines Gefüge ohne Stängelkristallwachstum zu sehen. Jedoch findet sich im oberen Bereich der Probe auch eine Inhomogenität in Form eines großen Partikels.



Abbildung 80: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten wärmebehandelten Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen

In Abbildung 81 sind mit verdünnter HF geätzte Schliffbilder der wärmebehandelten Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen zu sehen. Abermals ist ein sehr feines Gefüge ohne Vorzugsrichtung und das sehr große Partikel im oberen Bereich des Schliffes ersichtlich.

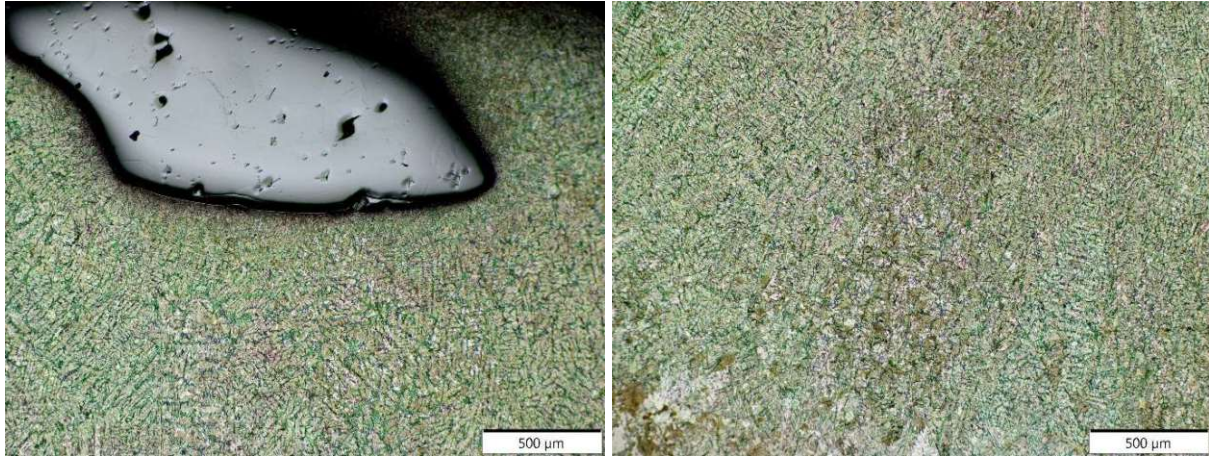


Abbildung 81: mit verdünnter HF geätzter Schliff der wärmebehandelten Ti-7Al-1,5B Probe (1,5 Stunden bei 850 °C) aus dem Rinnenofen

Abbildung 82 zeigt ein Rückstreuerelektronenbild der wärmebehandelten Ti-7Al-1,5B Legierung, in dem wieder feine, nadelige TiB Ausscheidungen zu sehen sind. Das große Partikel im oberen Bereich der Probe ist laut EDX-Messungen nicht umgesetztes Bor. Das heißt, während der Herstellung der Schmelzprobe im Rinnenofen, dürfte nur ein Teil des Bors mit der Matrix reagiert haben und der Rest ist aufgeschwommen.

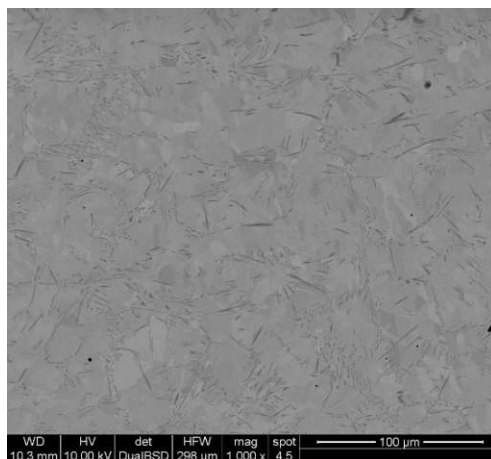


Abbildung 82: Rückstreuerelektronenbild der wärmebehandelten Ti-7Al-1,5B Probe aus dem Rinnenofen

5.1.17 Vergleichende Diskussion der Gefüge der Proben aus dem Rinnenofen

Bei vielen der Proben, die im Rinnenofen hergestellt wurden, konnten sehr grobe Stängelkristalle beobachtet werden. Darunter befinden sich Ti-6Al-4V, Ti-6Al-2Fe-0,1Si, Ti-8Al-1Mo-1V, Ti-8Al-2Mo-1V und Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si. Auffallend ist, dass das vor allem die kommerziellen Legierungen mit hohen E-Moduli sind. Bei all diesen Legierungen hatte auch die durchgeführte Wärmebehandlung keine Auswirkung auf das Gefüge. Folglich kann festgehalten werden, dass sich diese Legierungen nicht zur Anwendung in der additiven Fertigung für einen isotropen Werkstoff eignen. Möglicherweise könnten die groben Stängelkristalle aber noch durch die Zugabe eines kornfeinenden Elements wie B oder Y zu isotropen Körnern umgewandelt werden. Somit würden dann diese Legierungen mit einem attraktiven, intrinsisch sehr hohen E-Modul doch für die additive Fertigung zur Verfügung stehen.

Bei den Legierungen Ti-13V-11Cr-3Al, Ti-10V-2Fe-3Al und Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe zeigen sich zwar feinere Stängelkristalle als bei den oben diskutierten, jedoch ist in all diesen Fällen trotzdem eine sehr klare Vorzugsrichtung des Gefüges in Erstarrungsrichtung zu erkennen. Die Wärmebehandlungen zeigten auch bei diesen Legierungen keine Auswirkungen auf das Stängelkristallwachstum. Dementsprechend scheint eine Anwendung in der additiven Fertigung in dieser Form nicht zielführend zu sein.

Ti-1Al-8V-5Fe zeigte im as cast Zustand eine Mischung aus isotropen Körnern und Stängelkristallen, auch die Wärmebehandlung konnte diese nicht beseitigen.

Bei Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu, Ti-5,7Al-3,8V-5Co, Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo und Ti-4Al-2Fe-3Cu ist interessant, dass das erwartete Eutektoid erst nach der Wärmebehandlung aufgetreten ist, und vorher vermutlich durch die schnelle Abkühlung im Rinnenofen unterdrückt wurde. Wichtig ist aber zu erwähnen, dass in allen Fällen durch den eutektoiden Zerfall das Gefüge in den Stängelkristallen zwar substantiell verfeinert wurde, aber diese an sich dadurch nicht eliminiert werden konnten.

Die vielversprechendsten Kandidaten zur teilweisen beziehungsweise gänzlichen Verhinderung von Stängelkristallen waren die Legierungen Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y und Ti-7Al-1,5B. Bei Probe Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y traten im unteren Bereich feine Stängelkristalle auf und im oberen Bereich waren isotrope Körner zu beobachten. Bei der

Wärmebehandlung zeigte sich eine leichte Kornvergrößerung. Die Anisotropie im unteren Bereich blieb allerdings bestehen. Außerdem ist festzuhalten, dass durch die Erhöhung des Zr- und Y-Gehalts das Stängelkristallwachstum nicht noch weiter verhindert werden konnte. Bei der Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y Probe sind analog zur Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Probe im unteren Bereich Stängelkristalle zu sehen und im oberen Bereich isotrope Körner. In weiterer Folge wäre es interessant, wie sich die Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y Legierung bei der additiven Fertigung verhält und welches der beiden beobachteten Regime (Stängelkristalle und isotrope Körner) dann bei der Fertigung in mehreren Schichten dominiert.

Die zweite sehr vielversprechende Legierung Ti-7Al-1,5B zeigte noch ein zentrales Problem. Es konnte das eingesetzte B nicht ganz aufgelöst werden. Vermutlich würde also auch schon weniger B für den gleichen Kornfeinungseffekt reichen. Dementsprechend wäre es vermutlich gut eine andere Herstellroute für diese Legierung anzudenken um eine homogenere und vollständige Verteilung des B zu gewährleisten. Anschließend würde diese Legierung einen sehr attraktiven Kandidaten für die additive Fertigung darstellen.

5.1.18 Härtemessungen nach Vickers

Zur weiteren Charakterisierung der Proben wurden die Vickershärten (HV1) der hergestellten Legierungen im as cast und im wärmebehandelten Zustand gemessen. Die Mittelwerte der Messungen (jeweils 5-7 Härteeindrücke) inklusive der zugehörigen Standardabweichungen sind in Tabelle 6 dargestellt.

Tabelle 6: Ergebnisse der HV1 Messungen der Proben aus dem Rinnenofen im as cast Zustand und wärmebehandelt
(angegeben sind die Mittelwerte aus jeweils 5-7 Messungen mit den Standardabweichungen)

Legierung	HV1 (as cast)	HV1 (wärmebehandelt 850 °C / 1,5 h)
Ti-6Al-4V	353 ± 4	345 ± 4
Ti-6Al-2Fe-0,1Si	350 ± 10	349 ± 6
Ti-8Al-1Mo-1V	341 ± 11	nicht messbar
Ti-8Al-2Mo-1V	381 ± 5	372 ± 6
Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu	524 ± 18	381 ± 7
Ti-3,75Al-2,5V-1,5Fe	336 ± 8	297 ± 4
Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y	326 ± 6	324 ± 5
Ti-5,91Al-3,94V-0,89Zr-0,61Y	327 ± 6	316 ± 10
Ti-6Al-5Zr-0,5Mo-0,25Si	345 ± 7	343 ± 12
Ti-5,7Al-3,8V-5Co	339 ± 10	416 ± 9
Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo	333 ± 6	406 ± 7
Ti-13V-11Cr-3Al	312 ± 5	316 ± 4
Ti-10V-2Fe-3Al (Hauptphase)	314 ± 4	345 ± 9
Ti-10V-2Fe-3Al (zweite Phase)	353 ± 18	*
Ti-1Al-8V-5Fe	350 ± 16	405 ± 22
Ti-4Al-2Fe-3Cu	414 ± 34	345 ± 6
Ti-7Al-1,5B	365 ± 18	383 ± 8
Ti-7Al-1,5B (großes Partikel)	**	2764 ± 328

* Die zweite Phase in der Ti-10V-2Fe-3Al Probe konnte nach der Wärmebehandlung nicht mehr gefunden werden.

** Das B-Partikel lag nicht in der Schnittebene des as cast Schliffes und wurde daher nicht gefunden.

Die meisten hergestellten Legierungen lieferten im as cast Zustand eine Härte von ca. 330 bis 360 HV1, was im Bereich der state of the art Legierung Ti-6Al-4V liegt. Eine sehr große Härtesteigerung zeigten die Legierungen mit Cu (Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu und Ti-4Al-2Fe-3Cu). Diese könnte auf Spannungen im Gefüge durch die kinetische Unterdrückung des Eutektoids zurückzuführen sein. Vergleichsweise weiche Proben im as cast Zustand wurden bei den

Legierungen Ti-13V-11Cr-3Al und Ti-10V-2Fe-3Al erhalten. Daraus kann gefolgert werden, dass ein hoher Vanadiumgehalt die Härte von Titanlegierungen senkt.

Manche Legierungen, wie zum Beispiel Ti-6Al-4V oder auch Ti-6Al-2Fe-0,1Si bleiben in Bezug auf ihre Härte durch die Wärmebehandlung de facto unverändert bei ca. 350 HV1. Es gibt aber auch Legierungen, wie beispielsweise Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu oder Ti-4Al-2Fe-3Cu, welche durch die Wärmebehandlung deutlich weniger hart werden. Das ist möglicherweise auf die Gefügeveränderung durch die Bildung des Eutektoids zurückzuführen, das beim schnellen Abkühlen im Rinnenofen verhindert wurde und erst bei der Wärmebehandlung entstand. Ein solches Eutektoid muss aber nicht härteverringend sein, wie die Legierungen Ti-5,7Al-3,8V-5Co und Ti-5,7Al-3,8V-3,3Co-1,4Cr-0,3Mo zeigen. Diese steigerten ihre Härte nämlich von ca. 335 auf über 400 HV1. Anzumerken ist auch noch, dass die Legierung Ti-8Al-1Mo-1V im wärmebehandelten Zustand nicht gemessen werden konnte, weil die eingebettete Probe zu dünn war. Bei der Ti-10V-2Fe-3Al Probe traten im as cast Zustand zwei Phasen auf, die dann im wärmebehandelten Zustand nicht mehr gefunden werden konnten. Abschließend ist noch zu sagen, dass bei der Ti-7Al-1,5B Probe im wärmebehandelten Zustand auch das Bor-Partikel gemessen wurde. Bei diesem wurden nur drei Eindrücke gesetzt, wobei diese aufgrund der hohen Sprödigkeit und Härte des Bors an den Ecken der Eindrücke große Risse aufwiesen.

5.2 Strangpressen

5.2.1 Theoretische Überlegungen

Vor den praktischen Strangpressversuchen wurden einige theoretische Überlegungen angestellt, welche Auswirkungen verschiedene Partikelverstärkungen auf den spezifischen E-Modul von Titan-MMC's haben. Dazu wurden mithilfe der Mischungsregel (Formel 1) die oberen Grenzen der spezifischen E-Moduli der jeweiligen Composite berechnet und in Abbildung 83 aufgetragen. Die dazu verwendeten Literaturdaten sind der Tabelle 7 entnommen. Außerdem ist noch eine gepunktete Linie bei einem spezifischen E-Modul von 30 GPa/(g/cm³) eingezeichnet, die den im Projekt „Ti4Space“ definierten Zielwert des spezifischen E-Moduls darstellt.

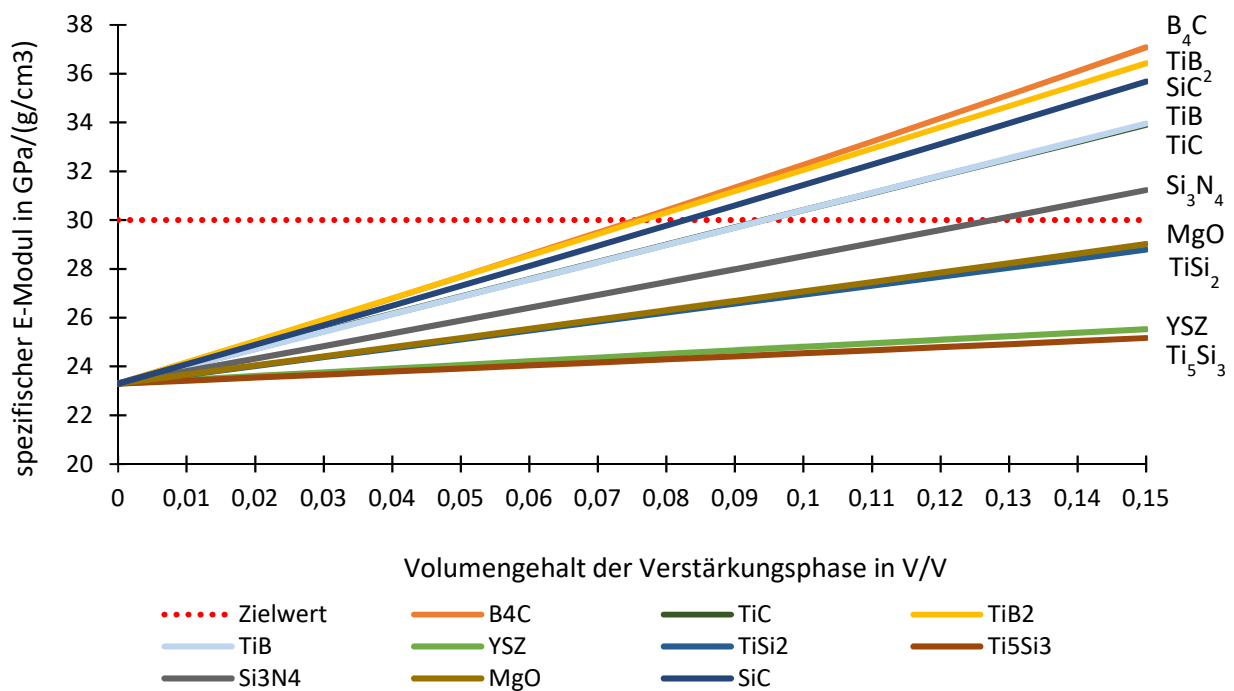


Abbildung 83: theoretische Berechnung der Auswirkung von verschiedenen Partikelverstärkungen auf den spezifischen E-Modul von Titan-MMC's

Aus den theoretischen Berechnungen ist ersichtlich, dass wenig überraschend B₄C und TiB₂ die größte Erhöhung des E-Moduls bei einem gegebenen Volumengehalt zur Folge haben, da sie die höchsten intrinsischen E-Moduli aufweisen. Es ist auch zu erkennen, dass theoretisch bei beiden Partikelsorten etwa ein Volumengehalt von 7,5 % realisiert werden müsste, um den Zielwert von 30 GPa/(g/cm³) zu erreichen. Auch SiC, TiB und TiC zeigen in den theoretischen Berechnungen eine signifikante Erhöhung des E-Moduls im Composite. Si₃N₄ zeigt zwar eine erhebliche Steigerung des E-Moduls im Composite, jedoch ist schon ein sehr

hoher Volumengehalt an Partikeln für eine Erhöhung des spezifischen E-Moduls zum Zielwert notwendig. MgO, YSZ und besonders auch die Titansilizide (TiSi_2 und Ti_5Si_3) zeigen nur eine vergleichsweise schwache Erhöhung des spezifischen E-Moduls. Der Zielwert könnte bei diesen Partikeln erst bei sehr hohen Volumengehalten der Verstärkungsphase erreicht werden. Dabei würden dann natürlich andere wichtige Eigenschaften, wie die Duktilität des Composites, erheblich leiden, was eine praktische Anwendung verhindern würde.

Tabelle 7: E-Moduli und Dichten von Titan und verschiedenen Verstärkungsphasen

Phase	E-Modul in GPa	Dichte in g/cm^3
Ti^{32}	105	4,51
SiC^{21}	430	3,19
B_4C^{21}	445	2,51
TiC^{21}	440	4,99
TiB_2^{21}	500	4,52
TiB^{21}	425	4,50
YSZ ³³	200 - 210	5,85 – 6,10
$\text{TiSi}_2^{34,35}$	256	4,07
$\text{Ti}_5\text{Si}_3^{34}$	156	4,30
$\text{Si}_3\text{N}_4^{36}$	310	3,44
$\text{MgO}^{37,38}$	250	3,58

Dementsprechend kann aus den theoretischen Berechnungen auch geschlossen werden, dass eine Reaktion der Partikel mit der Titanmatrix in Hinblick auf die Steigerung des E-Moduls bei einem gegebenen Volumengehalt möglichst zu verhindern ist. Mit dem reaktiven Metall Ti reagiert B_4C zu TiB und TiC, TiB_2 zu TiB und SiC zu Titansiliziden und TiC (siehe 2.5.2). Bei Betrachtung von Abbildung 83 fällt aber auf, dass all diese Reaktionen mit einer Verringerung des theoretisch erreichbaren spezifischen E-Moduls einhergehen. Wenn beispielsweise B_4C zu TiB und TiC reagiert, wären theoretisch statt den 7,5 vol% B_4C nun ca. 9,5 vol% der Reaktionsprodukte für die gleiche Steigerung des spezifischen E-Moduls notwendig. Daher sind die Prozesszeiten bei der Herstellung der verschiedenen Composite so kurz wie möglich zu halten, was das Strangpressen von Pulvern als äußerst attraktive Herstellroute herauskristallisiert. Dabei kann nämlich die Vorwärmzeit der Probe sehr kurz gehalten und eine flüssige Phase gänzlich vermieden werden. Es kann also auch für eine weitere Verarbeitung der Composite mittels WAAM gefolgert werden, dass der schmelzflüssige

Zustand möglichst kurzgehalten werden sollte, um möglicherweise Reaktionen kinetisch unterdrücken zu können.

5.2.2 Praktische Versuche

Nach den angestellten theoretischen Überlegungen wurden praktische Strangpressversuche durchgeführt. Anzumerken ist, dass obwohl bei den theoretischen Berechnungen höhere Volumengehalte der Partikelverstärkungen für die Erreichung der gewünschten E-Modulsteigerung ermittelt wurden, als Überprüfung des Herstellprozesses und des Konzepts alle Composite mit 3 vol% Partikeln gefertigt wurden.

Tabelle 8 zeigt eine Übersicht der hergestellten Strangpressproben mit den gewählten Parametern.

Tabelle 8: Zusammenstellung der stranggepressten Proben mit deren Herstellungsparametern

Matrix	Verstärkungsphase	Korngröße der Verstärkungsphase	Vorwärmtemp. (°C) / Vorwärmzeit (min)	Strangpressverhältnis
Ti	-	-	950 / 20	1 : 16
Ti	3 vol% SiC	F320	950 / 20	1 : 16
Ti	3 vol% SiC	F500	1000 / 20	1 : 11,1
Ti	3 vol% B ₄ C	F500	950 / 20	1 : 16
Ti	3 vol% B ₄ C	F2000	1000 / 20	1 : 11,1
Ti	3 vol% YSZ	< 2 µm	1000 / 20	1 : 11,1
Ti	3 vol% TiB ₂	1-10 µm	1000 / 20	1 : 11,1
Ti-6Al-4V	-	-	1000 / 20	1 : 11,1
Ti-6Al-4V	3 vol% B ₄ C	F500	1000 / 20	1 : 11,1
Ti-6,5Cu	-	-	1000 / 20	1 : 11,1

5.2.2.1 Ti 950 °C (1 : 16)

In Abbildung 84 ist die, bei 950 °C durch eine Matrize mit 10 mm Durchmesser (Strangpressverhältnis 1 : 16) stranggepresste Reintitanprobe (=Referenzprobe) zu sehen. Im linken Teil des Bildes ist der Pressrest vom Strangpressen zu erkennen.



Abbildung 84: Ti Probe nach dem Strangpressen bei 950 °C

In den folgenden Darstellungen sind geätzte Übersichtsbilder der stranggepressten Ti-Probe (950 °C) im Querschliff (Abbildung 85) und im Längsschliff (Abbildung 86) zu sehen. Es ist ein dichtes, gleichmäßiges Gefüge ohne Inhomogenitäten zu erkennen. Ebenso zeigt sich im Längsschliff keine Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung.

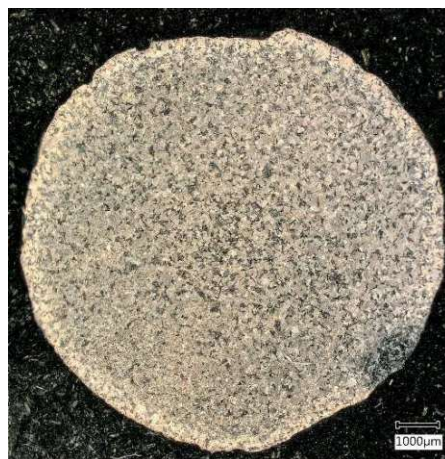


Abbildung 85: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten, stranggepressten Titanprobe (950 °C) im Querschliff

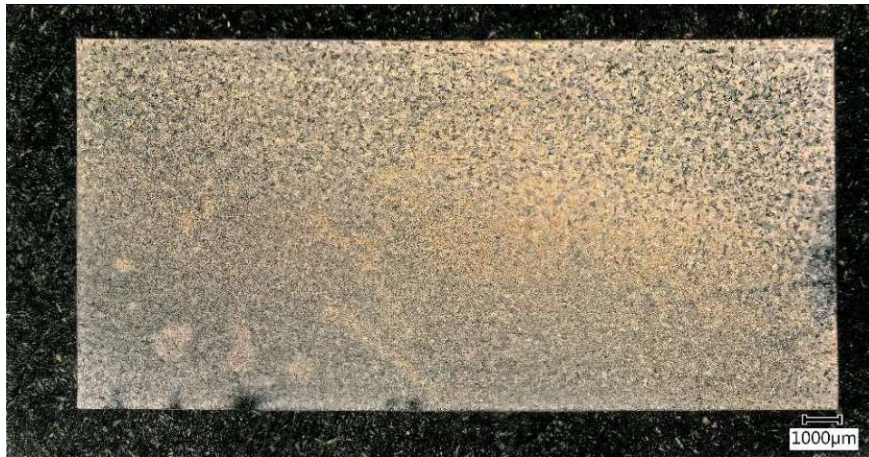


Abbildung 86: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der geätzten, stranggepressten Titanprobe (950 °C) im Längsschliff

In Abbildung 87 ist der Querschliff der stranggepressten Ti-Probe durch geätzte Schliffbilder näher dargestellt. Das homogene Gefüge ohne Poren ist auch hier zu sehen.

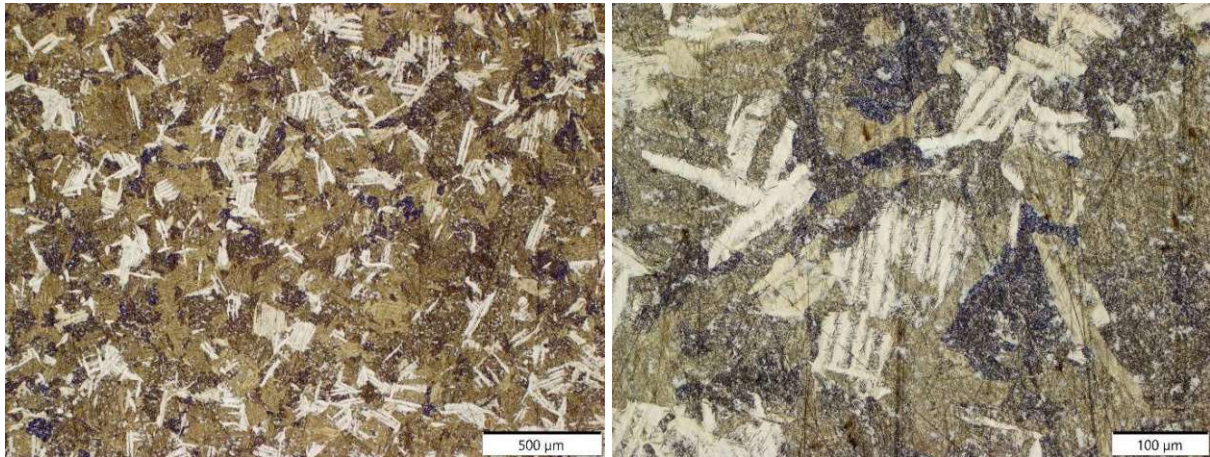


Abbildung 87: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti-Probe (950 °C)

Abbildung 88 veranschaulicht den geätzten Längsschliff der stranggepressten Ti-Probe. Wie schon beim Querschliff ist das Gefüge gleichmäßig und ohne Poren. Weiters zeigt sich auch, dass durch das Strangpressen von reinem Titanpulver bei 950 °C keine Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung zu beobachten war.

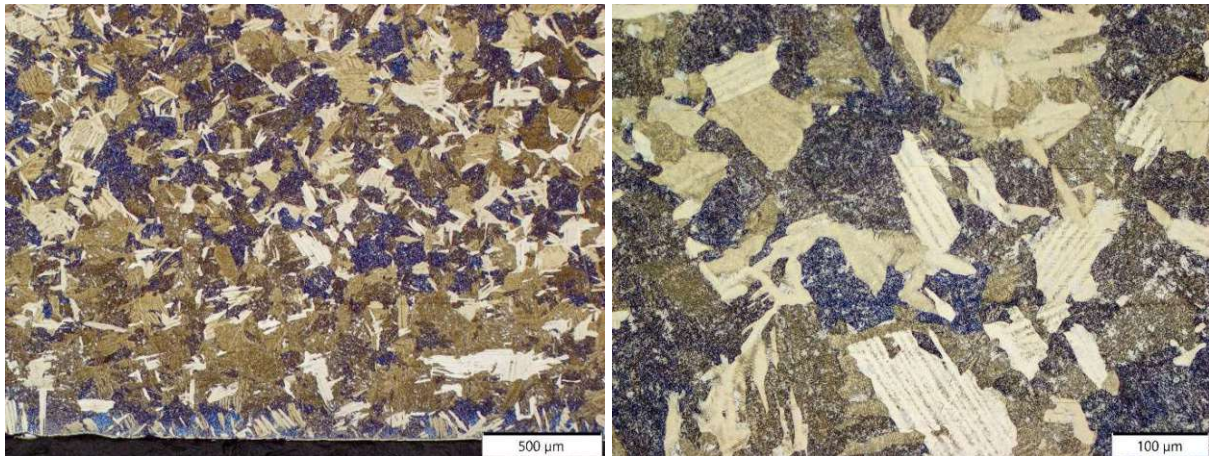


Abbildung 88: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti-Probe (950 °C)

In Abbildung 89 ist ein Rückstreuelektronenbild des Querschliffs der Ti-Probe zu sehen. Interessant ist hierbei, dass am Rand der Probe nur eine sehr dünne Oxidschicht gefunden wurde, aber kein Eisen. Dementsprechend liegt die Vermutung nahe, dass beim Strangpressen, zumindest in weiten Teilen des Strangs, die Stahlkapsel abgeschert wurde.

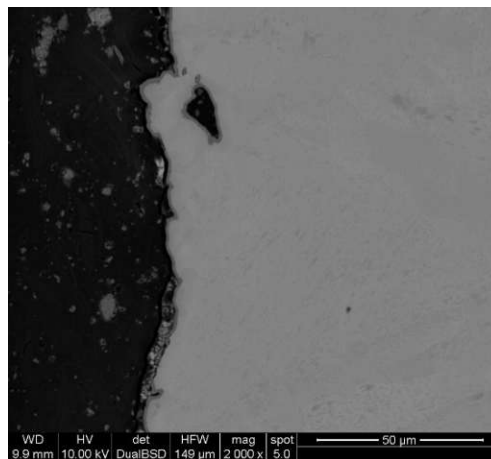


Abbildung 89: Rückstreuelektronenbild der stranggepressten Ti-Probe (950 °C) im Querschliff

Mittels der Referenzprobe aus reinem Titan konnte die Eignung des Strangpressprozesses zur Herstellung von dichten Werkstoffen aus Pulvern bewiesen werden. Anhand der folgenden Experimente wurde nun versucht dieses Konzept auf die Herstellung von Compositen auszuweiten.

5.2.2.2 Ti + 3 vol% SiC 950 °C (F320 / 1 : 16)

In Abbildung 90 ist ein Übersichtsbild der geätzten, strangepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe im Querschliff mit einem homogenen Gefüge zu sehen. Dieses gleichmäßige Gefüge zeigt sich auch im geätzten Überblicksbild des Längsschliffes der Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe (Abbildung 91). Durch den Zusatz der SiC Partikel (F320) ergibt sich keine Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung.

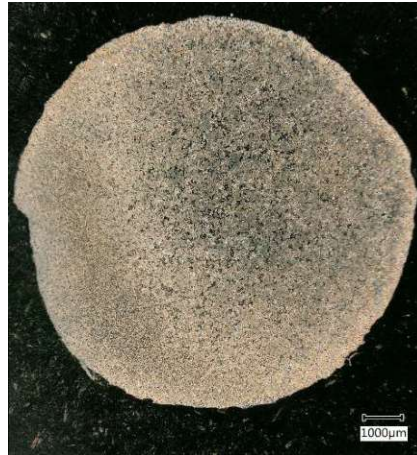


Abbildung 90: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, strangepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) im Querschliff



Abbildung 91: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, strangepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) im Längsschliff

Abbildung 92 veranschaulicht den Querschliff der geätzten, stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe. Es ist ein homogenes Gefüge ohne Poren, aber mit gleichmäßig verteilten SiC Partikeln zu sehen. Außerdem fällt auf, dass bei der Präparation des Schliffes ein Relief zwischen dem harten SiC und dem vergleichsweise weichem Ti erzeugt wurde. Das ist an den schwarzen Rändern rund um die Partikel in der optischen Mikroskopie erkennbar.

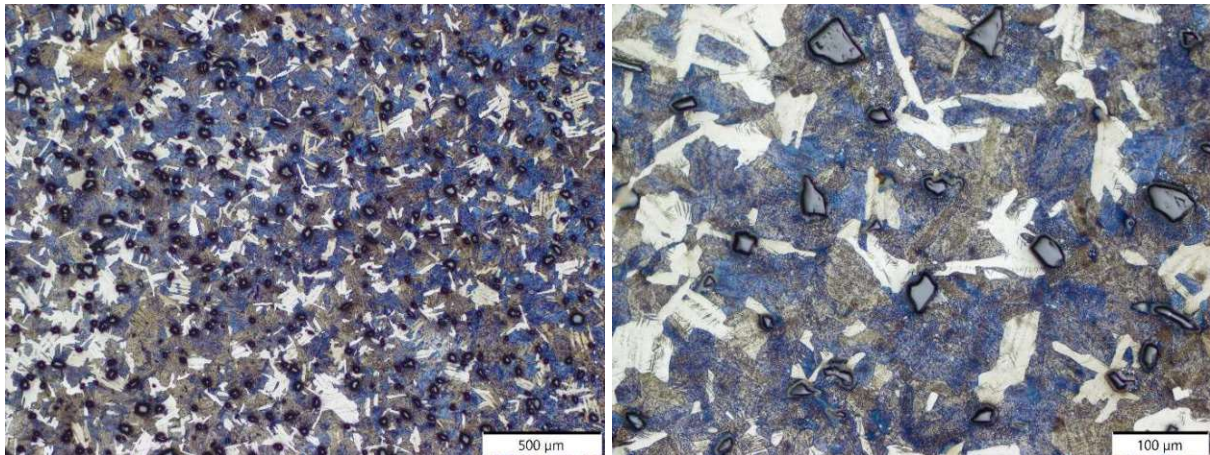


Abbildung 92: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe

In Abbildung 93 ist der, mit verdünnter HF geätzte, Längsschliff der Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe näher dargestellt. Es bestätigen sich einerseits die Beobachtungen aus dem Querschliff über die Dichte und die Homogenität des Composites und andererseits auch die Beobachtung aus dem Übersichtsbild des Längsschliffes über die nicht vorhandene Zeiligkeit. Das Titangefüge ist analog zur stranggepressten Reintitanprobe (5.2.2.1).

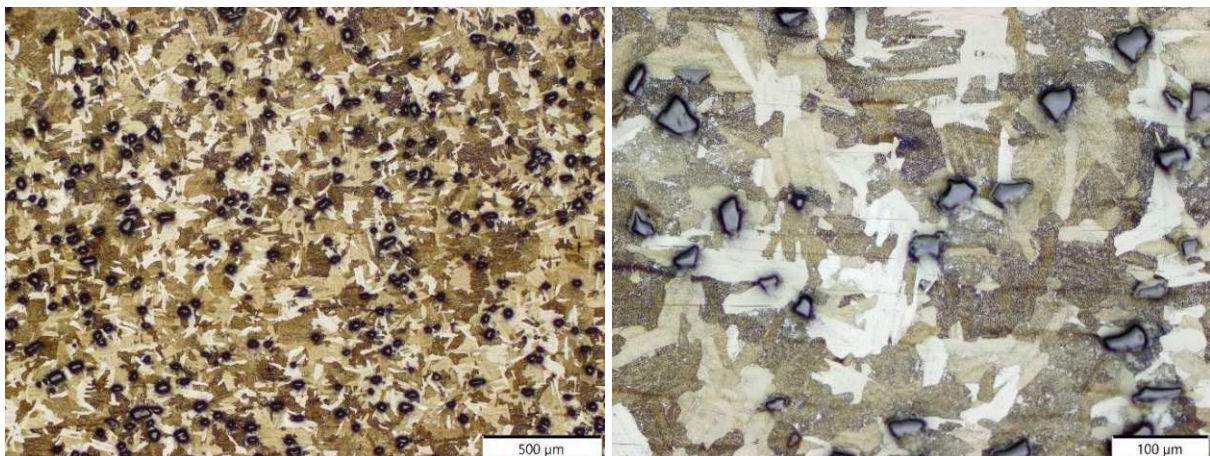


Abbildung 93: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe

In Abbildung 94 sind Rückstreuerelektronenbilder der Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe im Querschliff zu sehen. Einerseits ist zu erkennen, dass die Partikel homogen verteilt sind. Andererseits kann keine Reaktionsschicht zwischen den SiC Partikeln und der Ti-Matrix gefunden werden. Außerdem wurde, wie im linken Bild links oben ersichtlich, wieder die gesamte Stahlkapsel abgeschert.

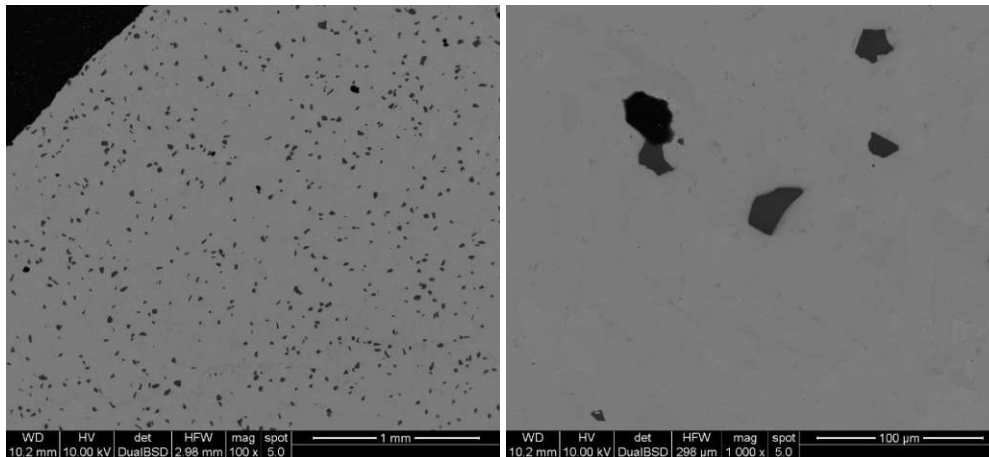


Abbildung 94: Rückstreuerelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe im Querschliff

Abbildung 95 zeigt Rückstreuerelektronenbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe. Es bestätigen sich ein weiteres Mal die Erkenntnisse aus der Lichtmikroskopie und der Elektronenmikroskopie des Querschliffs. Die Reaktion der SiC Partikel (F320) konnte mithilfe der verwendeten Herstellroute hintangehalten und ein optisch homogener und dichter Composite hergestellt werden.

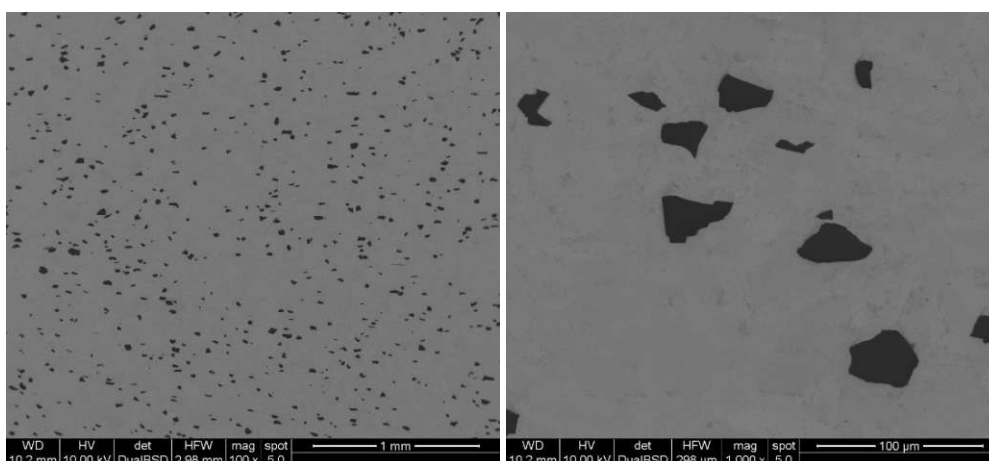


Abbildung 95: Rückstreuerelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe im Längsschliff

Im Gegensatz zur stranggepressten Ti + 3 vol% SiC Probe sind in Abbildung 96 ein optisches Mikroskopiebild und ein Rückstreuelektronenbild der gleichen Zusammensetzung nach der Herstellung durch Blown Powder Plasma Metal Deposition (durch RHP Technology GmbH) dargestellt. Dabei wurden die gemischten Ausgangspulver in ein erzeugtes Plasma eingeblasen, dabei aufgeschmolzen und Schicht für Schicht aufgetragen. Klar ersichtlich ist, dass keine SiC-Partikel mehr in der Titanmatrix gefunden werden können. Alle Partikel haben vollständig reagiert und liegen nun als Reaktionsprodukte in zeilenartigen Ausscheidungen vor.

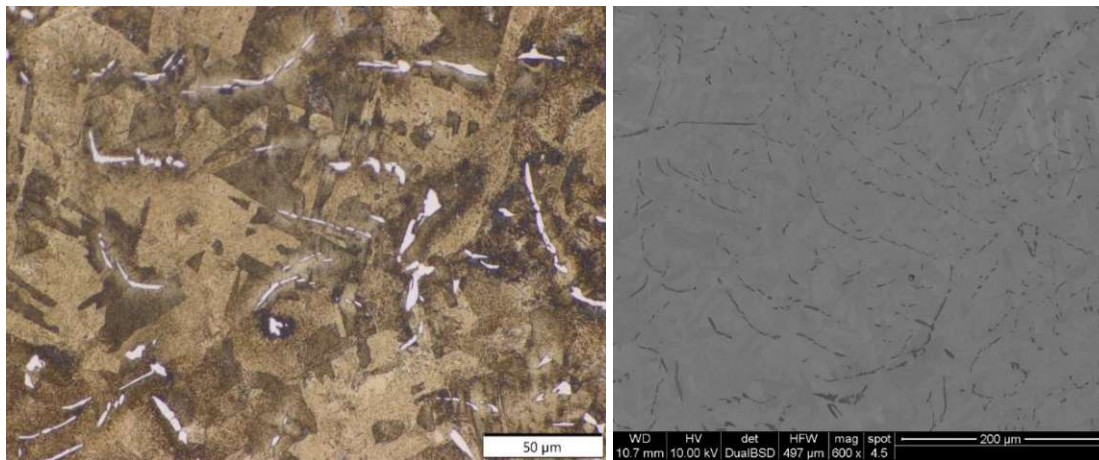


Abbildung 96: Ti + 3 vol% SiC Blown Powder Plasma Metal Deposition Probe von RHP Technology GmbH (links geätzter Schliff im Lichtmikroskop, rechts Rückstreuelektronenbild)

Obwohl sich die verwendeten Pulver für die Blown Plasma Powder Metal Deposition zwar von den Pulvern für das Strangpressen unterscheiden (SiC für den Blown Plasma Metal Deposition Prozess hatte nur eine Korngrößenverteilung von D10 0.22 µm, D50 0.42 µm, D90 0.76 µm), kann dennoch daraus geschlossen werden, dass sich die Route des Strangpressens gut für die Umgehung des Reaktivsystems aus Ti und SiC eignet. Zumindest bei der groben Körnung von F320 des SiC konnte keine vergleichbare Reaktion wie bei der Blown Powder Plasma Metal Deposition beobachtet werden. Wie sich der stranggepresste Composite jedoch dann bei einer Weiterverarbeitung mittels additiver Fertigung verhalten wird, kann durch die angestellten Versuche noch nicht abgeschätzt werden.

5.2.2.3 Ti + 3 vol% SiC (F500)

Der nächste Strangpressversuch wurde mit einem feineren SiC Pulver der Körnung F500 durchgeführt.

5.2.2.3.1 Erster Versuch (950 °C, 1 : 16)

Im ersten Versuch wurde versucht die Pulvermischung in einer 1.4301 Stahlkapsel bei 950 °C und einem Strangpressverhältnis von 1 : 16 zu extrudieren. Abbildung 97 zeigt ein Bild der beim Strangpressen gescheiterten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe. Doch auch wenn kein Strang erhalten wurde, erfolgte dennoch eine metallographische Analyse der Probe.



Abbildung 97: Bild der Kapsel nach dem gescheiterten Strangpressversuch von Ti + 3 vol% SiC (F500) bei 950 °C (Anmerkung: Kapsel aus 1.4301 Stahl, auf Foto schon halbiert)

In Abbildung 98 ist ein Übersichtsbild des geätzten Schliffes der gescheiterten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe zu sehen. Es sind klar der Composite und die Stahlkapsel zu erkennen.



Abbildung 98: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der beim Strangpressen gescheiterten, geätzten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe

Abbildung 99 zeigt Schliffbilder der gescheiterten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe. Obwohl kein Strang erzeugt werden konnte, wurde trotzdem eine homogene Verteilung der Partikel ohne größere Porosität erzielt. Anzumerken ist aber, dass das Gefüge der Titanmatrix optisch doch sehr unterschiedlich zu den vorherigen, erfolgreich hergestellten Strängen aussieht. Das Gefüge der Probe in Abbildung 99 ist um einiges feiner als das der vorherigen Stränge.

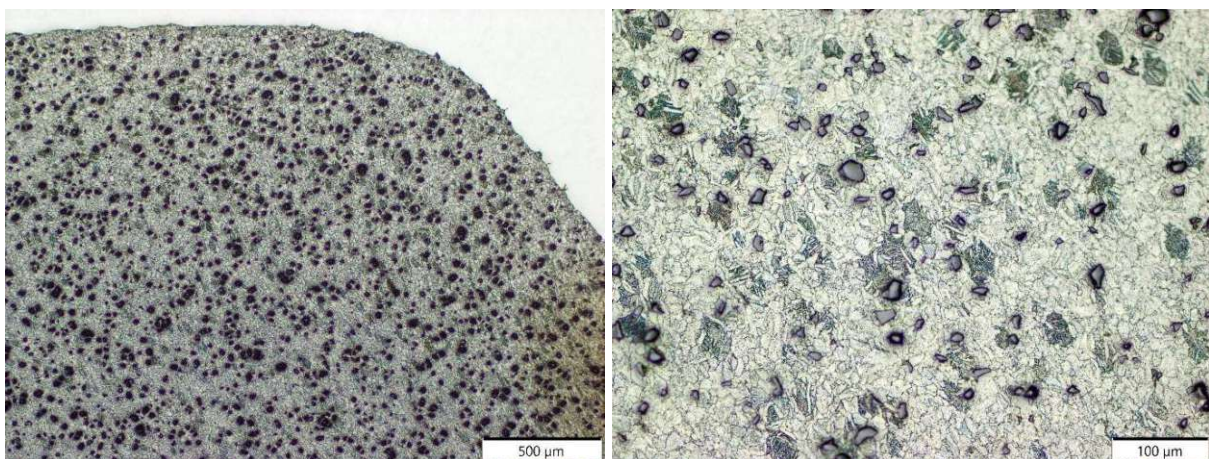


Abbildung 99: mit verdünnter HF geätzter Schliff der gescheiterten Ti + 3vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe

In Abbildung 100 sind Rückstreuelektronenbilder der gescheiterten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe zu sehen. Auch hier zeigt sich, dass auch ohne die vollständige Extrusion eines Stranges eine gute Verdichtung erzielt werden konnte. Außerdem wurde, wie schon bei der Probe mit dem gröberen SiC (F320), keine Reaktionsschicht zwischen SiC und Ti gefunden.

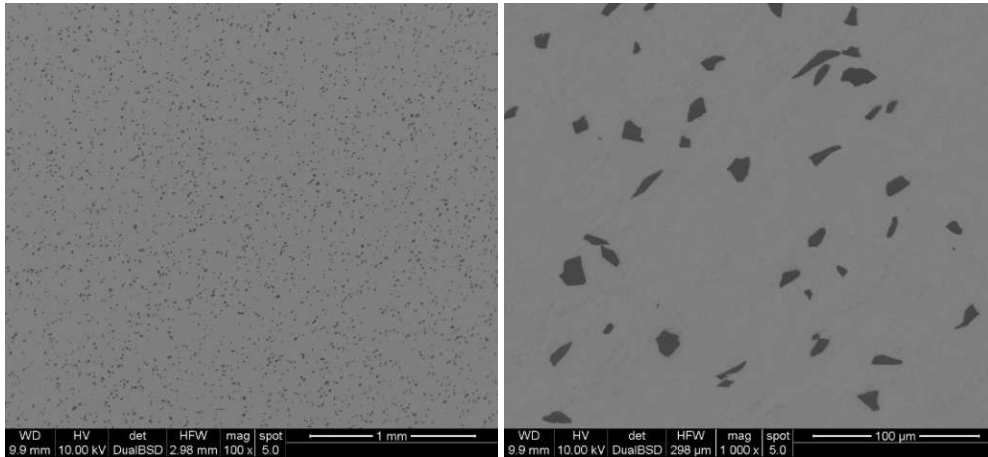


Abbildung 100: Rückstreuelektronenbilder der, beim Strangpressen gescheiterten, Ti + 3 vol% SiC (F500 / 950 °C) Probe

5.2.2.3.2 Zweiter Versuch (1000 °C, 1 : 11,1)

Um beim zweiten Versuch einen Strang herstellen zu können, wurde die Vorheiztemperatur auf 1000 °C erhöht und eine größere Matrize mit 12 mm Durchmesser verwendet (Strangpressverhältnis 1 : 11,1). Abbildung 101 zeigt die stranggepresste Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe. Im Bild links ist der Pressrest zu erkennen.



Abbildung 101: Ti + 3 vol% SiC (F500) nach dem Strangpressen bei 1000 °C

In Abbildung 102 ist ein Überblicksbild des Querschliffs der geätzten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe zu sehen. Es zeigt sich ein über den Probenquerschnitt homogenes Gefüge.

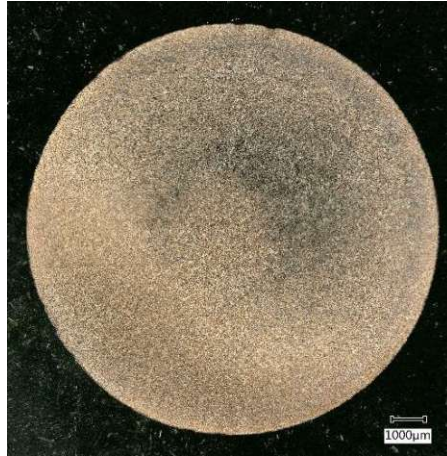


Abbildung 102: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) im Querschliff

Abbildung 103 zeigt ein Überblicksbild des Längsschliffs der geätzten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe. Analog zum Querschliff zeigt sich ein homogenes Gefüge. Des Weiteren ist eine leichte Zeiligkeit der Probe in Pressrichtung zu erkennen.



Abbildung 103: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) im Längsschliff

Abbildung 104 stellt Schlibfbilder der geätzten, stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe im Querschliff dar. Es zeigt sich ein sehr homogenes Gefüge mit gleichmäßig verteilten SiC Partikeln ohne Porosität.

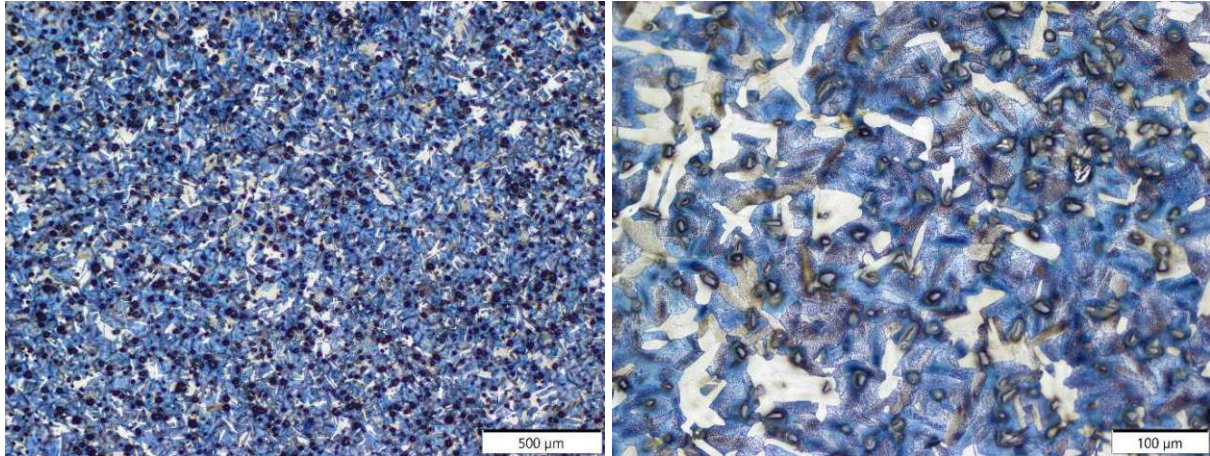


Abbildung 104: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe

In Abbildung 105 sind geätzte Schlibfbilder des Längsschliffes der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe zu sehen. Die Beobachtungen aus dem Querschliff werden auch hier bestätigt. Ebenso ist anzumerken, dass die Zeiligkeit, die im Überblicksbild ansatzweise erkennbar war, in den höheren Vergrößerungen jedoch nicht mehr auffiel.

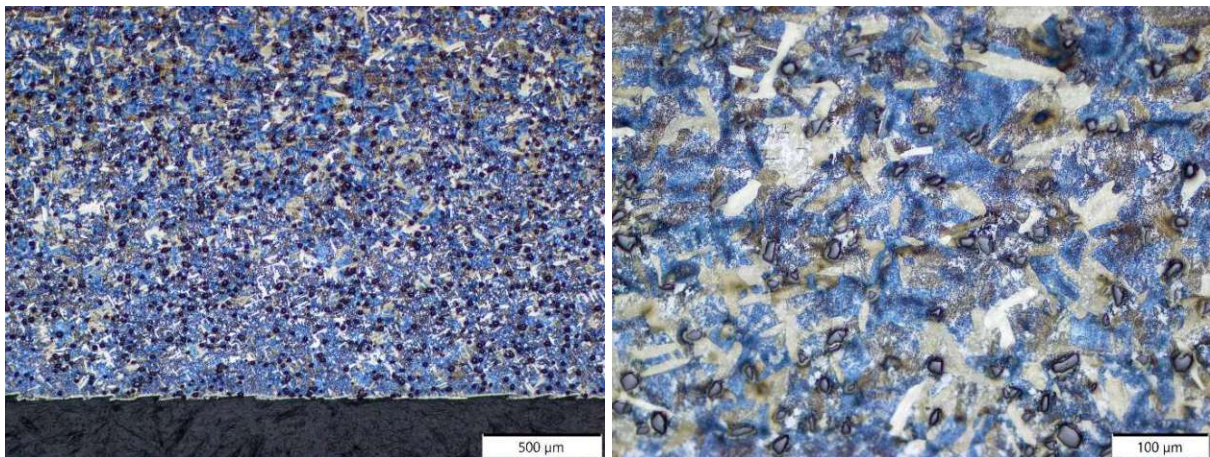


Abbildung 105: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe

Die Rückstreuielektronenbilder, die in Abbildung 106 gezeigt sind, bestätigen ebenfalls die homogene Verteilung der Partikel. Außerdem konnte hier abermals mit EDX-Messungen keine Reaktionsschicht zwischen den SiC Partikeln und der Titanmatrix gefunden werden.

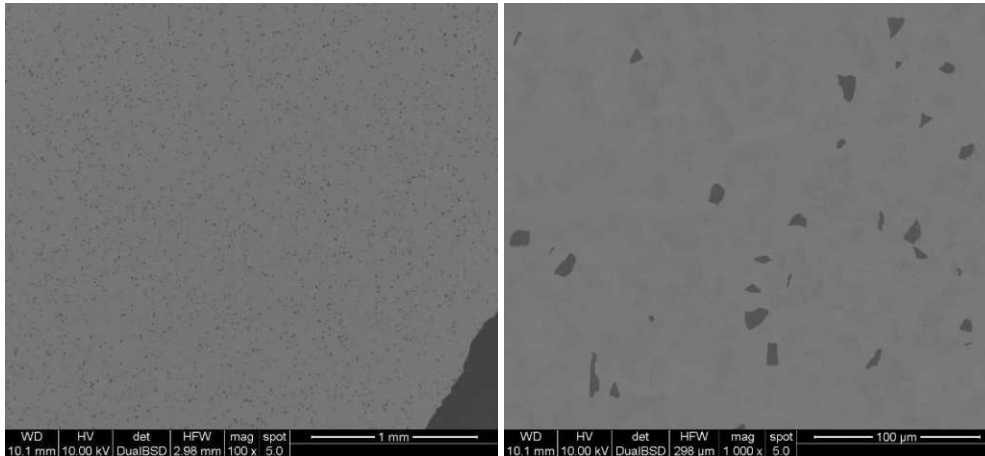


Abbildung 106: Rückstreuielektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe im Querschliff

In Abbildung 107 sind Rückstreuielektronenbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe zu sehen. Auch hier sind die Partikel sehr homogen verteilt. Porosität konnte außerdem keine gefunden werden.

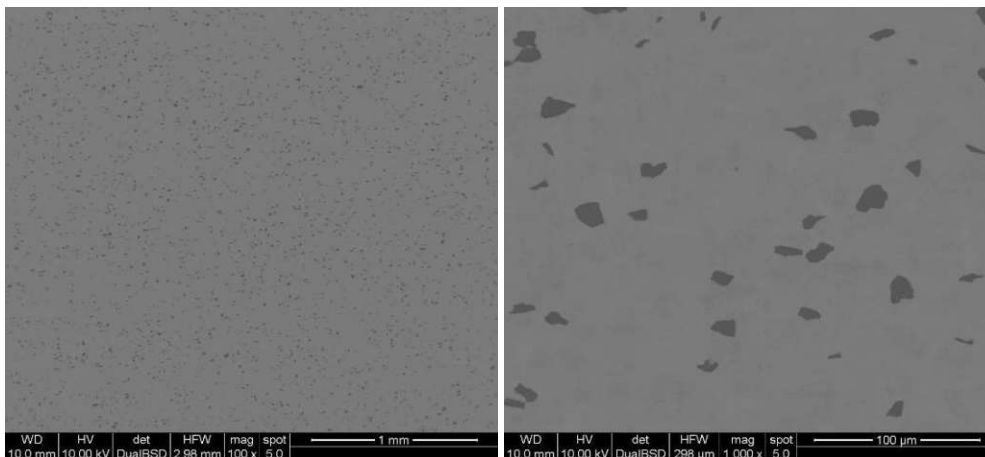


Abbildung 107: Rückstreuielektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe im Längsschliff

Auch bei dieser Probe kann im Vergleich zu der Blown Powder Plasma Metal Deposition Probe von RHP Technology GmbH (Abbildung 96) der Schluss gezogen werden, dass das Strangpressen auch bei der Körnung F500 von SiC Reaktionen zwischen Titan und der Verstärkungsphase sehr gut unterbindet.

5.2.2.4 $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ 950 °C (F500 / 1 : 16)

Folgende Aufnahmen zeigen Übersichtsbilder der geätzten $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F500 / 950 °C) Probe im Querschliff (Abbildung 108) und im Längsschliff (Abbildung 109). Es ist makroskopisch ein sehr gleichmäßiges Gefüge über die gesamte Probe zu erkennen.

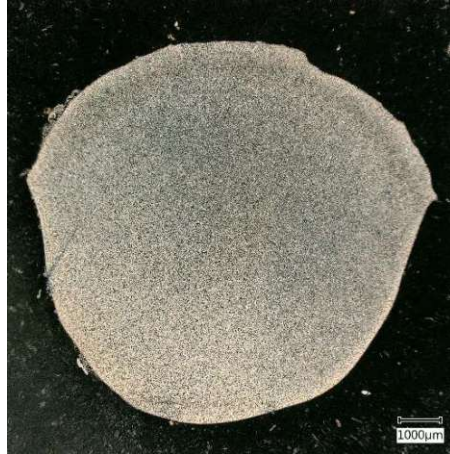


Abbildung 108: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F500 / 950 °C) im Querschliff



Abbildung 109: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F500 / 950 °C) im Längsschliff

In Abbildung 110 sind geätzte Schliffbilder des Querschliffs der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe dargestellt. Es zeigt sich ein homogenes Gefüge und eine gleichmäßige Verteilung der Partikel im Composite. Außerdem wurde augenscheinlich ein dichter Werkstoff erhalten.

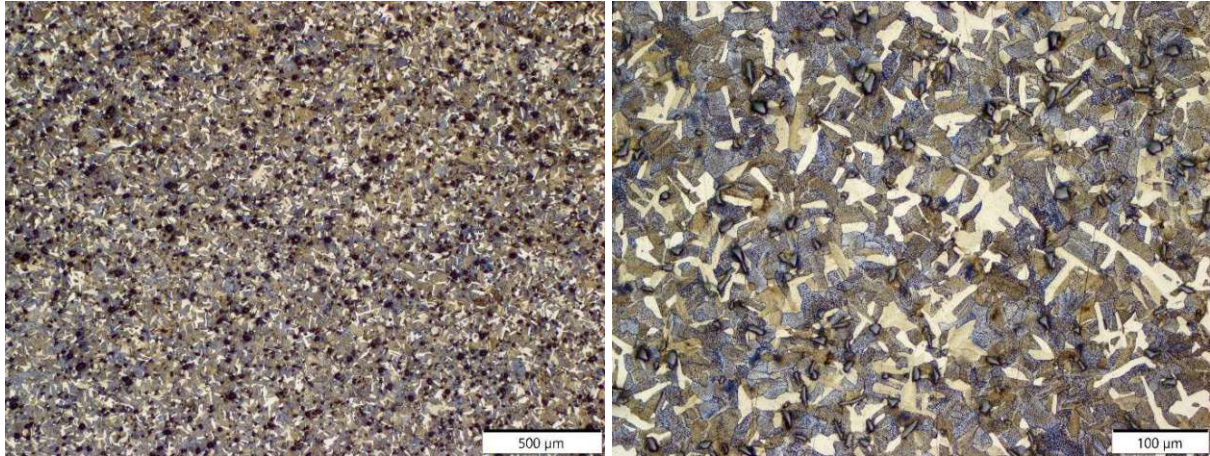


Abbildung 110: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe

In Abbildung 111 sind geätzte Schliffbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe zu sehen. Alle Beobachtungen aus dem Querschliff werden bestätigt und außerdem tritt keine Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung auf. Zu sehen ist ebenso wieder der, durch die Präparation der Proben bedingte, Höhenunterschied zwischen den Partikeln und der Matrix, erkennbar an den schwarzen Schatten um die Partikel.

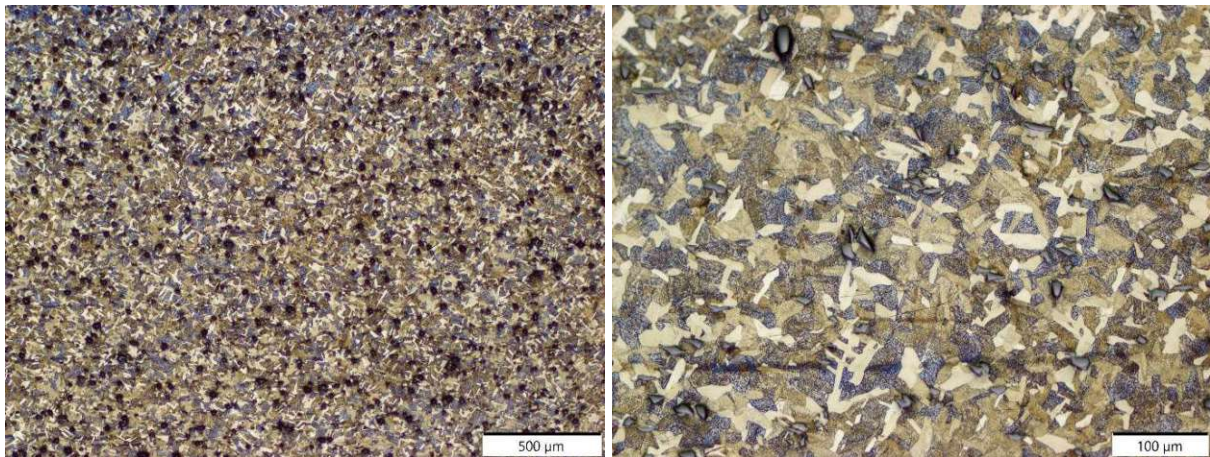


Abbildung 111: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe

Abbildung 112 zeigt Rückstreuelektronenbilder des Querschliffs der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe. Einerseits fällt wieder die äußerst homogene Verteilung der Partikel in der Matrix auf und andererseits sind von der Matrix sehr scharf abgetrennte Partikel erkennbar. Eine Reaktionszone zwischen B₄C und Ti konnte weder optisch noch mittels EDX-Messungen gefunden werden.

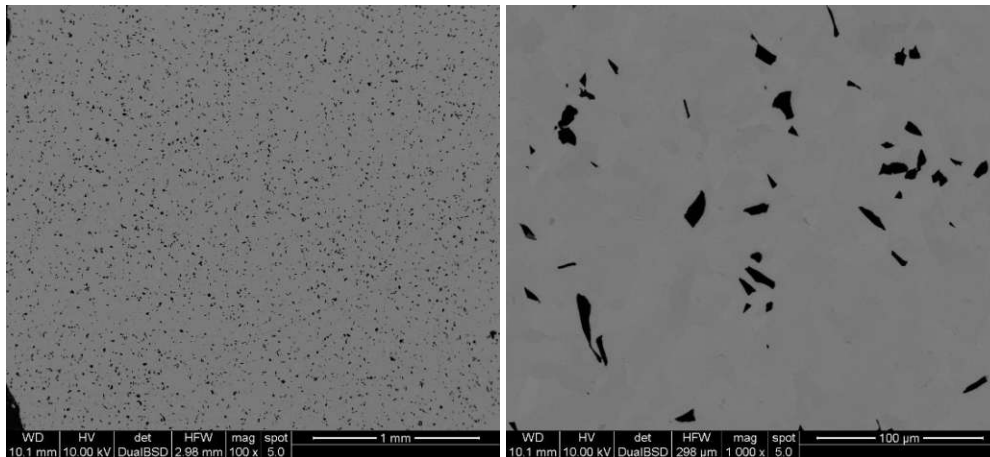


Abbildung 112: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe im Querschliff

In Abbildung 113 sind Rückstreuelektronenbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe dargestellt. Die möglichen Beobachtungen sind analog zu den oben bereits diskutierten.

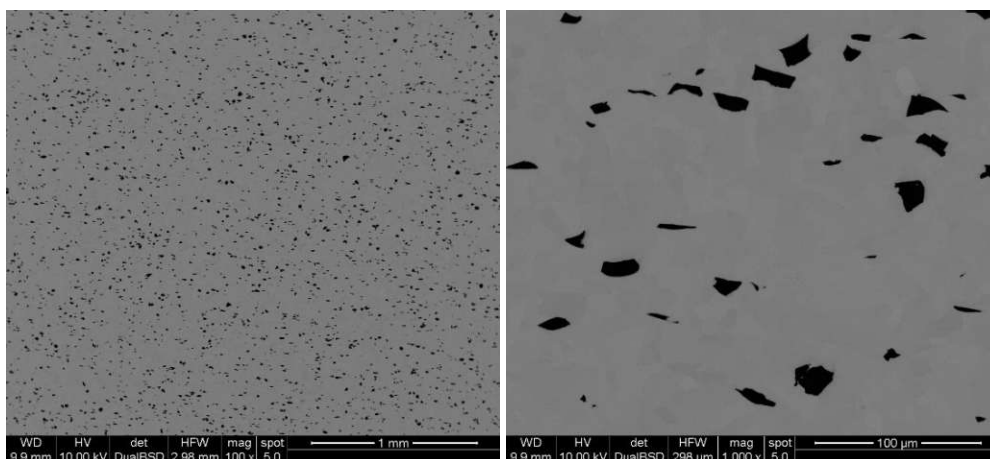


Abbildung 113: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe im Längsschliff

In Abbildung 114 ist ein geätztes Schlifffbild und ein Rückstreuerelektronenbild der Ti + 3 vol% B₄C Probe von RHP Technology GmbH aus dem Blown Powder Plasma Metal Deposition Prozess zu sehen. Hier finden sich, analog zur Probe mit SiC (Abbildung 96) keine B₄C Partikel mehr, sondern lediglich Reaktionsprodukte (TiB und TiC).

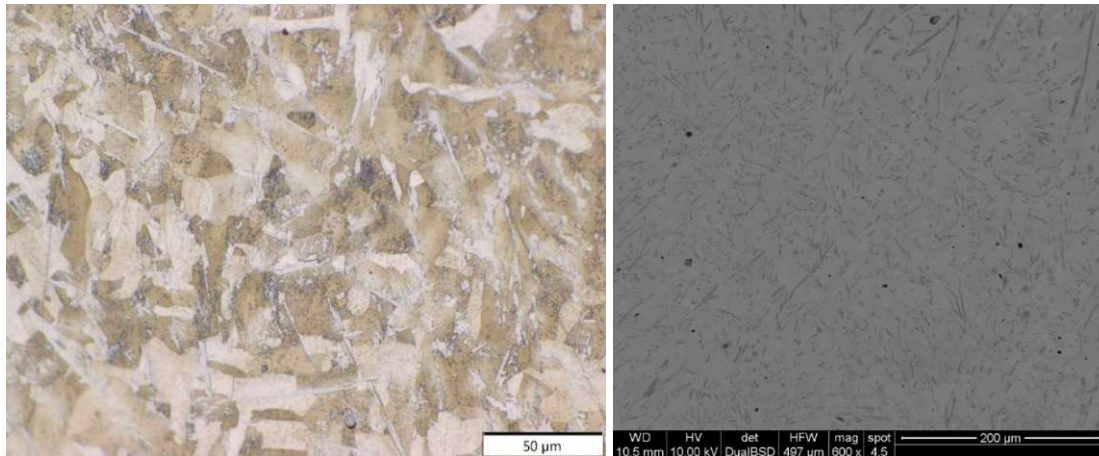


Abbildung 114: Ti + 3 vol% B₄C Blown Powder Plasma Metal Deposition Probe von RHP Technology GmbH (links geätzter Schliff im Lichtmikroskop, rechts Rückstreuerelektronenbild)

Auch bei der Ti + 3 vol% B₄C wurde beim Blown Powder Plasma Metal Deposition Prozess ein sehr feines B₄C verwendet (Korngrößenverteilung D10 0.3 µm, D50 0.6 µm, D90 1.7 µm). Dennoch konnten bei der stranggepressten Probe keinerlei Reaktionsprodukte detektiert werden, was einmal mehr die Schnelligkeit des Strangpressens und damit die Möglichkeit Reaktionen kinetisch zu hemmen unterstreicht.

5.2.2.5 $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ 1000 °C (F2000 / 1 : 11,1)

Nach der Strangpressprobe mit dem B_4C der Körnung F500 wurde auch noch ein Versuch der Partikelverstärkung mit einem sehr feinen B_4C der Körnung F2000 durchgeführt. Abbildung 115 zeigt ein Übersichtsbild des geätzten Querschliffes der stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F2000 / 1000 °C) Probe. Ein gleichmäßiges Gefüge über den gesamten Probenquerschnitt ist ersichtlich.

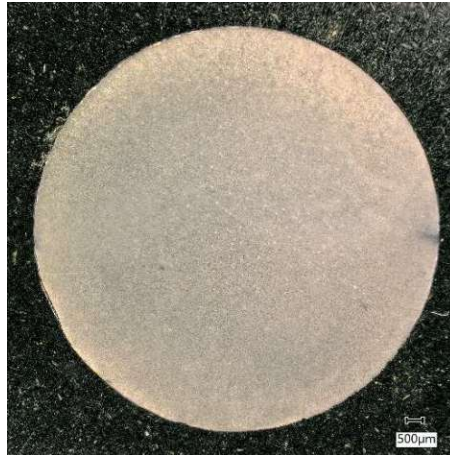


Abbildung 115: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F2000 / 1000 °C) im Querschliff

In Abbildung 116 ist der geätzte Längsschliff der $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F2000 / 1000 °C) Probe zu sehen. Als erstes fällt ein recht ungleichmäßiger Ätzangriff im Verlauf der Probe auf. Im unteren rechten Bereich der Probe ist außerdem noch ein kleiner Rest der Stahlkapsel zu sehen. Bei näherer Betrachtung ist des Weiteren noch zu erkennen, dass eine klare Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung vorliegt.



Abbildung 116: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } B_4C$ (F2000 / 1000 °C) im Längsschliff

Abbildung 117 zeigt Bilder des geätzten Querschliffs der Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe. Einerseits zeigt sich ein sehr feines Gefüge und andererseits ist auch erkennbar, dass die eingesetzten Partikel scheinbar nicht mehr in dieser Form vorliegen. Die Vermutung liegt daher nahe, dass es während des Herstellprozesses zu einer Reaktion der feinen B₄C Partikel mit der Titanmatrix gekommen ist. Anzumerken ist aber auch, dass das Gefüge trotz einer scheinbaren Reaktion über den gesamten Probenquerschnitt einheitlich und homogen ist.

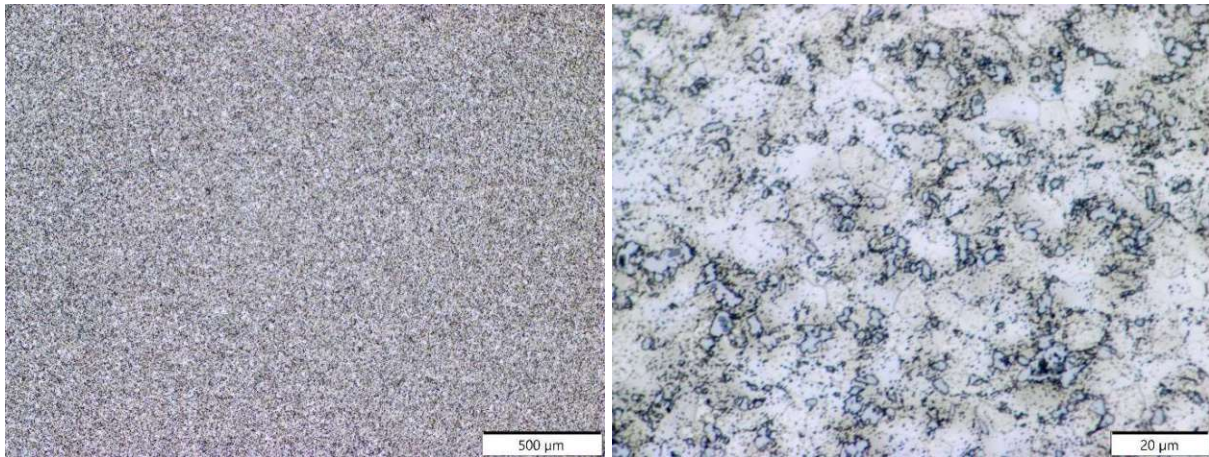


Abbildung 117: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe

In Abbildung 118 sind Bilder des geätzten Längsschliffes der Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe dargestellt. Es sind einerseits ähnliche Beobachtungen wie im Querschliff zu machen und andererseits zeigt sich eine ausgeprägte Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung.

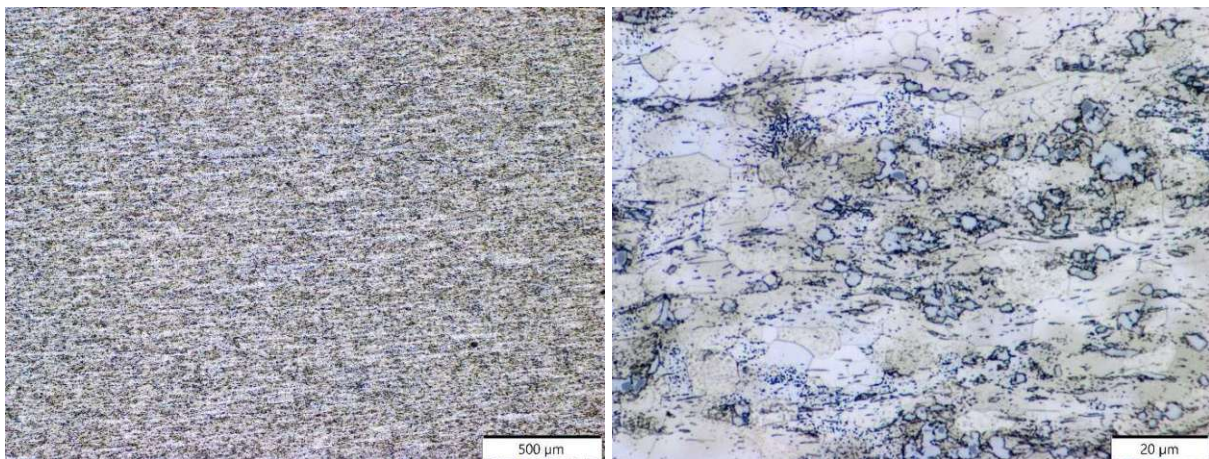


Abbildung 118: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe

In Abbildung 119 sind Rückstreuerelektronenbilder des Querschliffs der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe zu sehen. Es ist deutlich erkennbar, dass ein Großteil der eingesetzten Partikel abreagiert hat. Die restlichen Originalpartikel (schwarz) sind nur mehr teilweise in der Titanmatrix zu finden. Die Reaktionsprodukte (dunkelgrau) sind sehr homogen in der gesamten Probe verteilt.

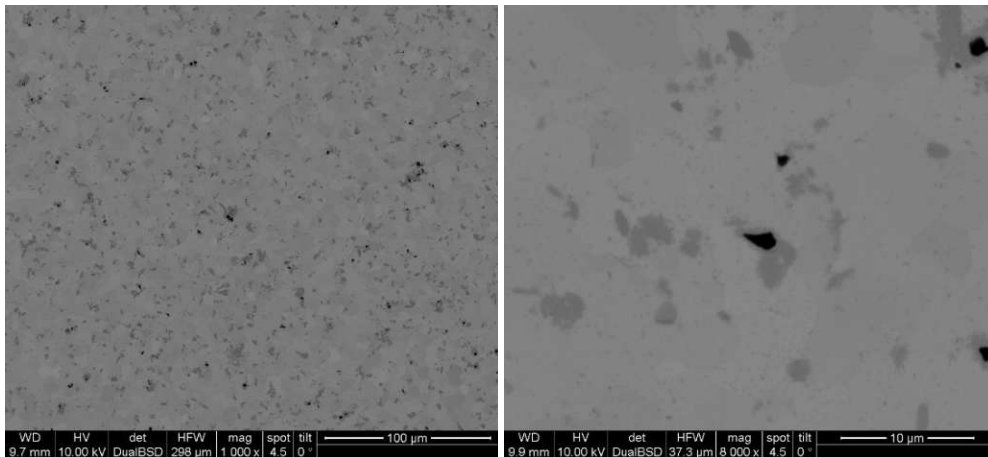


Abbildung 119: Rückstreuerelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe im Querschliff

Abbildung 120 zeigt Rückstreuerelektronenbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe. Es sind wiederum viele Reaktionsprodukte in dunkelgrau und nur wenige originale B₄C Partikel in schwarz zu erkennen. Außerdem ist auch die Zeiligkeit der Ausscheidungen in Pressrichtung auffällig.

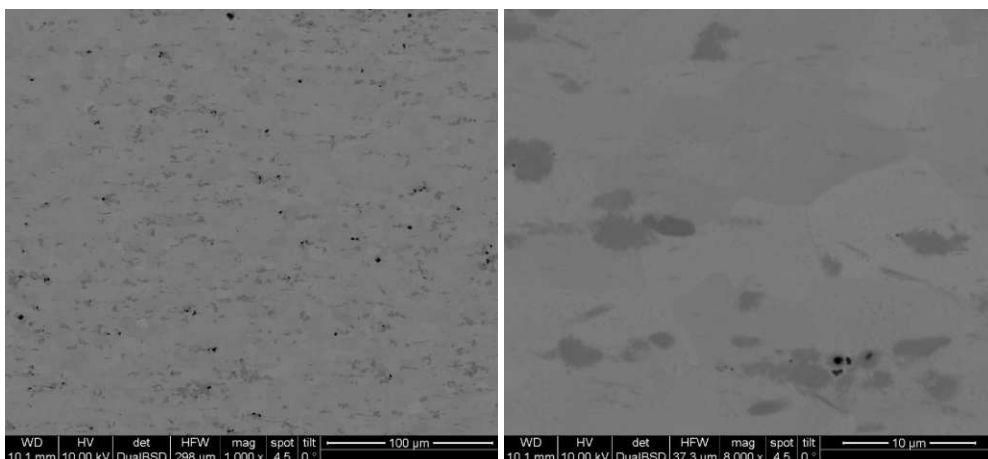


Abbildung 120: Rückstreuerelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe im Längsschliff

Im Vergleich zur Ti + 3 vol% B₄C Blown Powder Plasma Metal Deposition Probe von RHP Technology GmbH (Abbildung 114) fällt bei der stranggepressten Probe mit dem feineren B₄C der Körnung F2000 auf, dass die Reaktionen zwischen den Partikeln und der Titanmatrix nicht mehr verhindert werden konnten. Das steht auch im Gegensatz zur Probe mit B₄C der Körnung F500. Die kleiner werdende Korngröße des B₄C steigert die Reaktivität der Partikel augenscheinlich in einem so hohen Maße, dass auch die schnelle Prozesszeit des Strangpressens nicht schnell genug ist, um die Verstärkungsphase erhalten zu können.

5.2.2.6 Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm)

Obwohl bei den theoretischen Berechnungen nur eine schwache Steigerung des E-Moduls mit YSZ vorhergesagt wurde, wurden Strangpressversuche zur Partikelverstärkung durchgeführt. Die Idee dahinter war, dass YSZ möglicherweise, wie auch Y (siehe 5.1.7), einen kornfeinenden Effekt und somit eine Verhinderung von Stängelkristallen bei einem folgenden 3D-Druck zur Folge haben könnte. Dabei müsste natürlich vorausgesetzt werden, dass sich das Oxid wie das Y-Metall „verhält“.

5.2.2.6.1 Erster Versuch und zweiter Versuch (950 °C, 1 : 16)

Abbildung 121 zeigt die gefüllte Stahlkapsel der, beim Strangpressen mit einem Strangpressverhältnis von 1 : 16 gescheiterten, Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 950 °C) Probe. Die Kapsel wurde dann wieder auf einen Durchmesser von 40 mm abgedreht, um einen erneuten Strangpressversuch durchführen zu können.



Abbildung 121: wieder auf einen Durchmesser von 40 mm gedrehte Kapsel nach dem gescheiterten Strangpressversuch von Ti + 3 vol% YSZ bei 950 °C (Anmerkung: Kapsel aus Baustahl)

Da der zweite Versuch bei 950 °C und einem Strangpressverhältnis von 1 : 16 ebenfalls scheiterte, wurde einerseits das Gefüge in diesem Pressrest analysiert und andererseits für den nächsten Versuch eine Vorheiztemperatur von 1000 °C und ein Strangpressverhältnis von 1 : 11,1 gewählt (5.2.2.6.2).

In Abbildung 122 ist ein geätztes Übersichtsbild eines Teils der beim Strangpressen zweimal gescheiterten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / 950 °C) Probe zu sehen.

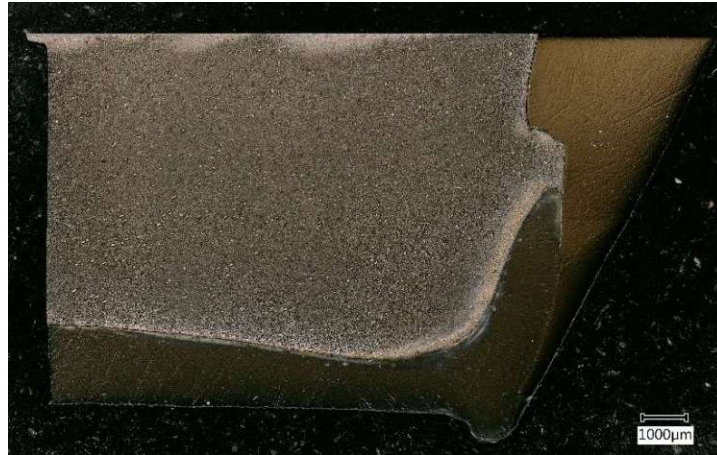


Abbildung 122: lichtmikroskopisches Übersichtsbild der beim Strangpressen doppelt gescheiterten, geätzten Ti + 3 vol% YSZ ($2 \mu\text{m}$ / 950 °C) Probe

In Abbildung 123 sind geätzte Schliffbilder der zweimal gescheiterten Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 950 °C) Probe zu sehen. Es zeigt sich, dass keine homogene Verteilung des feinen YSZ Pulvers (< 2 μm) erreicht werden konnte. In der gesamten Probe finden sich bis zu 100 μm große Agglomerate der Partikel. Außerdem sind auch Anreicherungen von Partikeln an den Korngrenzen der Titankörner zu sehen. Eine homogene Verteilung des YSZ kann daher als gescheitert angesehen werden. Es ist aber auch festzuhalten, dass die Probe abseits von den Agglomeraten gut verdichtet worden ist.

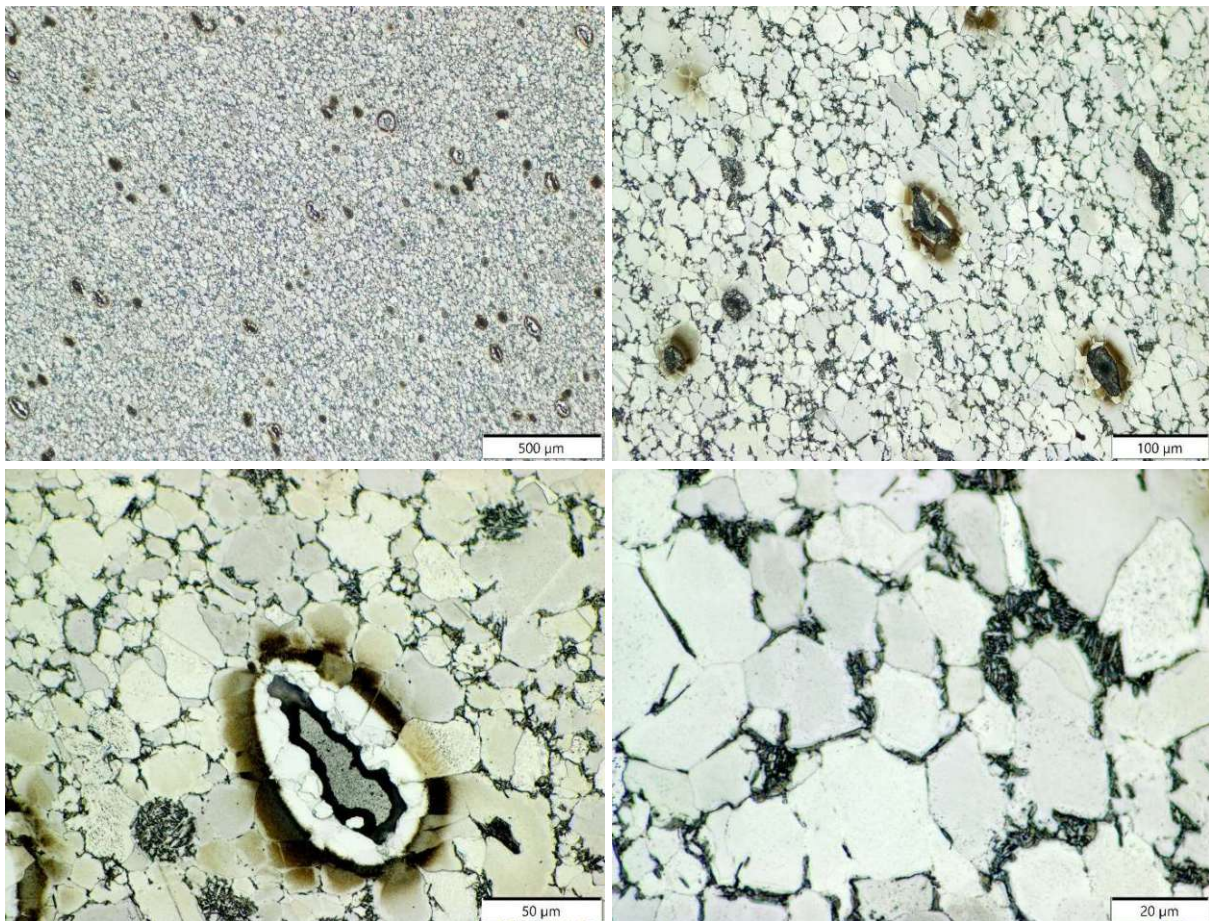


Abbildung 123: mit verdünnter HF geätzter Schliff der, beim Strangpressen zweimal gescheiterten, Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 950 °C) Probe

Abbildung 124 zeigt Rückstreuerelektronenbilder der zweimal gescheiterten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / $950 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe. Es sind ebenso große YSZ-Agglomerate in der ganzen Probe zu finden. Außerdem zeigt sich in der höher vergrößerten Aufnahme, dass die YSZ Partikel bevorzugt um die Titankörner zu finden sind.

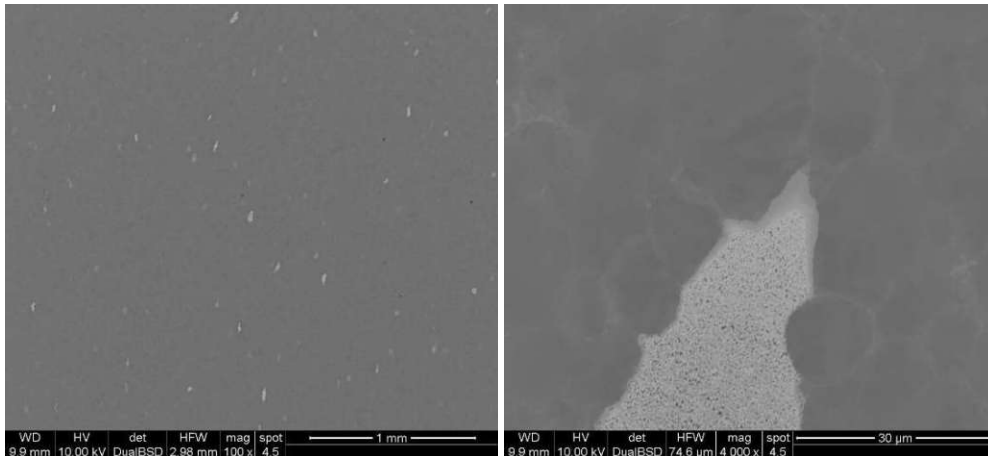


Abbildung 124: Rückstreuerelektronenbilder der, beim Strangpressen zweimal gescheiterten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / $950 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe

In Abbildung 125 sind Rückstreuerelektronenbilder der geätzten, zweimal gescheiterten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / $950 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe dargestellt. Im geätzten Zustand sind die Anreicherungen der YSZ Partikel an den Korngrenzen des Titans noch besser zu sehen. In den Titankörnern konnte mittels EDX kein Y oder Zr nachgewiesen werden. Außerdem zeigt sich, dass der Spalt zwischen den Agglomeraten und der Matrix offenbar erst durch die Ätzung mit verdünnter HF entsteht.

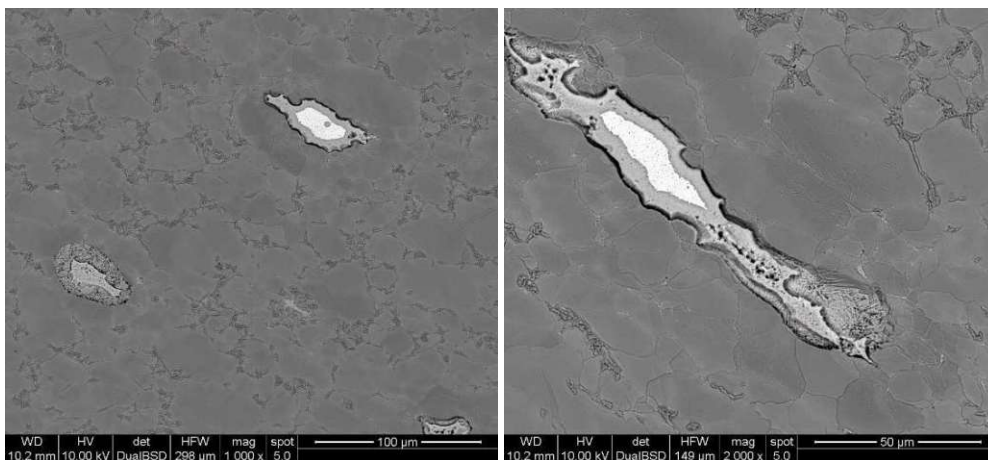


Abbildung 125: Rückstreuerelektronenbilder der, beim Strangpressen zweimal gescheiterten, geätzten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / $950 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe

5.2.2.6.2 Dritter Versuch (1000 °C, 1 : 11,1)

Da die vorhergehenden Versuche gescheitert waren, wurde der dritte Versuch des Strangpressens mit einer Vorheiztemperatur von 1000 °C und einem Strangpressverhältnis von 1 : 11,1 durchgeführt. Weil in der Gefügeanalyse der gescheiterten Probe festgestellt wurde, dass keine homogene Verteilung des YSZ erreicht werden konnte, wurde diese Pulvermischung im Vorhinein in Cyclohexan für 3 Stunden nassgemahlen. In Abbildung 126 ist die stranggepresste Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / 1000 °C) Probe zu sehen.



Abbildung 126: Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$) nach dem Strangpressen bei 1000 °C

Abbildung 127 zeigt ein Übersichtsbild des geätzten Querschliffs der Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / 1000 °C) Probe. Makroskopisch ist die Probe homogen über den gesamten Querschnitt.

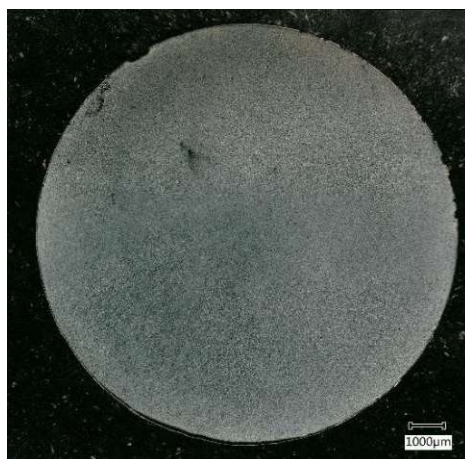


Abbildung 127: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m}$ / 1000 °C) im Querschliff

In Abbildung 128 ist ein Übersichtsbild des geätzten Längsschliffs der Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m} / 1000 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe dargestellt. Wie schon beim Querschliff sind makroskopisch keine Unregelmäßigkeiten in der Probe feststellbar. Außerdem ist auf dieser Ebene keine Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung erkennbar.



Abbildung 128: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m} / 1000 \text{ }^\circ\text{C}$) im Längsschliff

Abbildung 129 zeigt geätzte Schliffbilder des Querschliffs der Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m} / 1000 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe. Trotz des Mahlens bei der Probenvorbereitung und der erfolgreichen Extrusion ist ersichtlich, dass auch bei dieser Probe YSZ Agglomerate nicht verhindert werden konnten.

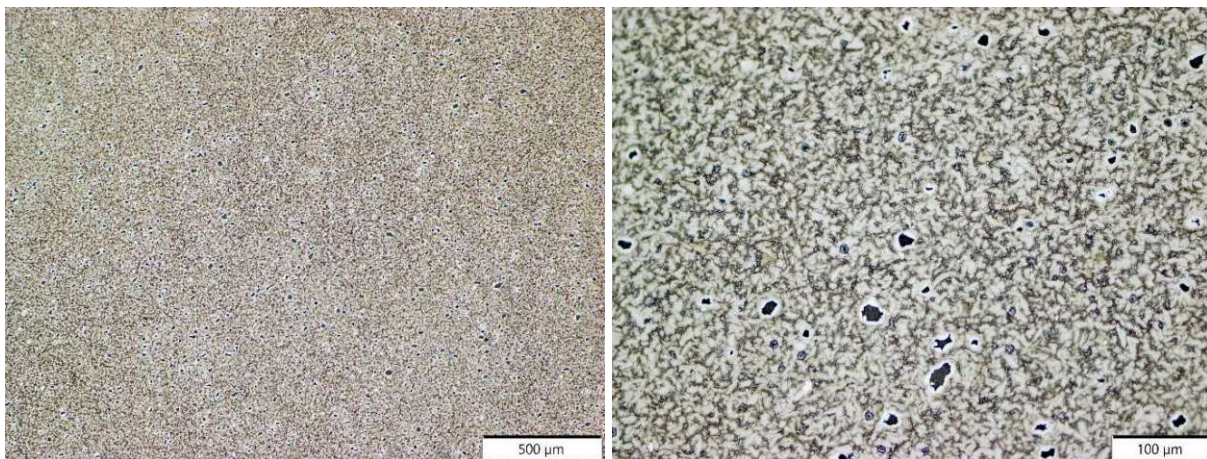


Abbildung 129: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% YSZ ($< 2 \mu\text{m} / 1000 \text{ }^\circ\text{C}$) Probe

In Abbildung 130 sind geätzte Schliffbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 1000 $^{\circ}\text{C}$) Probe zu sehen. Bei den gewählten Vergrößerungen ist im Unterschied zum Überblicksbild eine ausgeprägte Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung des Stranges zu erkennen. Ebenso sind wiederum größere YSZ Agglomerate zu beobachten.

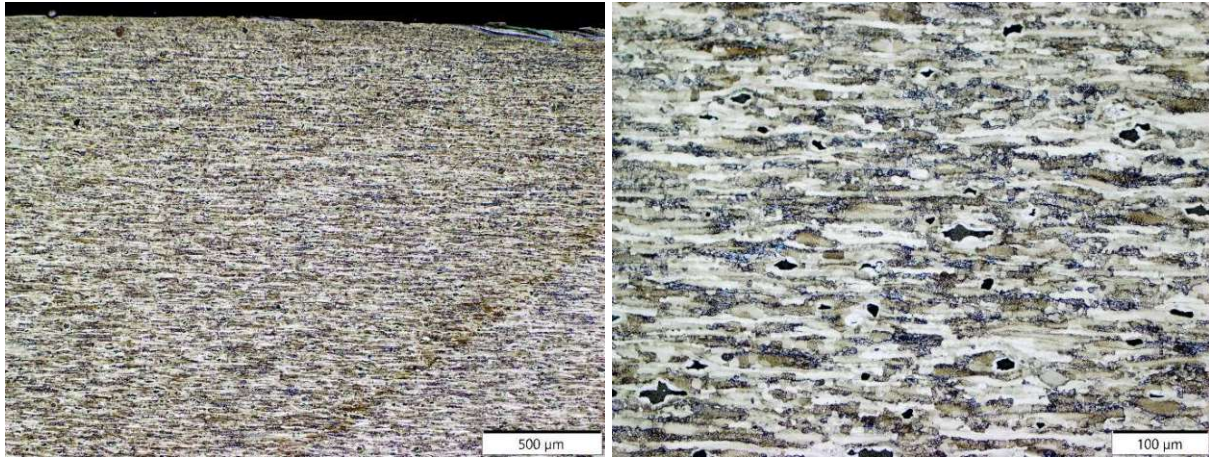


Abbildung 130: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 1000 $^{\circ}\text{C}$) Probe

Abbildung 131 stellt Rückstreuerelektronenbilder der Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 1000 $^{\circ}\text{C}$) Probe im Querschliff dar. Die Agglomerate des YSZ verteilen sich relativ homogen in der Titanmatrix. Zusätzlich zu den großen Agglomeraten findet sich auch ein kleiner Anteil des eingesetzten YSZ-Pulvers um die einzelnen Titankörner verteilt. In den Titankörnern konnte mittels EDX wiederum kein Zr oder Y nachgewiesen werden (analog zu 5.2.2.6.1). Außerdem zeigt sich eine (mit Ausnahme der Zwischenräume bei den Agglomeraten) de facto komplette Verdichtung der Probe.

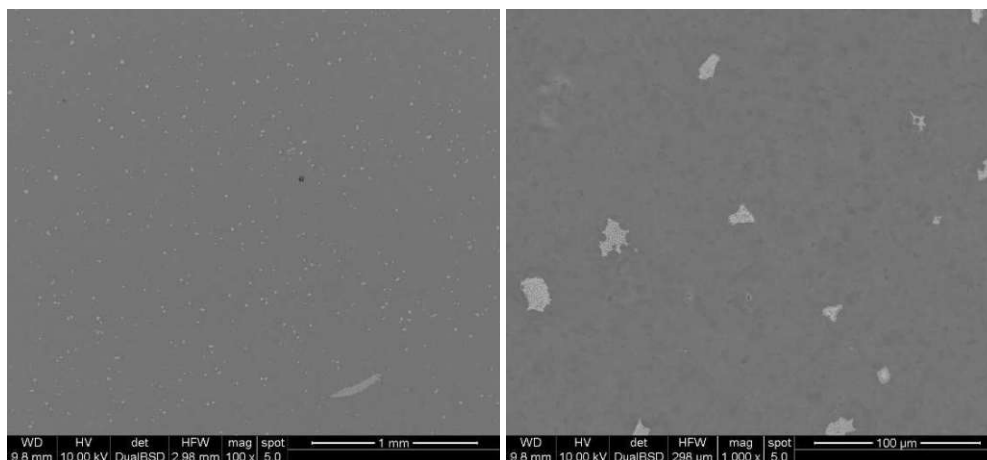


Abbildung 131: Rückstreuerelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 1000 $^{\circ}\text{C}$) Probe im Querschliff

Abbildung 132 zeigt Rückstreuelektronenbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 1000 $^{\circ}\text{C}$) Probe. Alle bisherigen Beobachtungen können noch einmal bestätigt werden und des Weiteren ist die Zeiligkeit des Gefüges im rechten Bild wieder gut zu erkennen. Zusätzlich ist im rechten Bild oben eine Restschicht der verwendeten Stahlkapsel zu sehen, auf die, durch die hohen Temperaturen bei der Herstellung, eine Oxidschicht aufgewachsen ist.

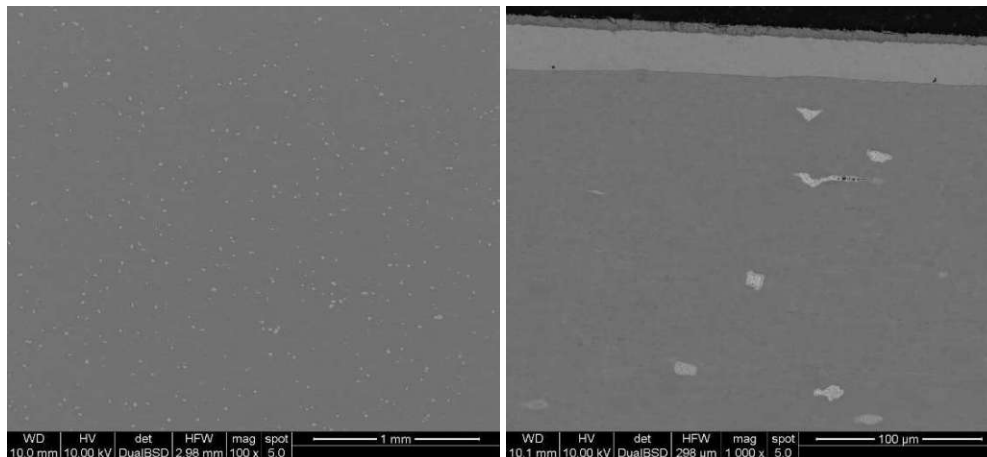


Abbildung 132: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm / 1000 $^{\circ}\text{C}$) Probe im Längsschliff

5.2.2.7 $Ti + 3 \text{ vol\% } TiB_2$ 1000 °C (1-10 μm / 1 : 11,1)

Die nächste Partikelverstärkung, die aufgrund des hohen theoretischen E-Moduls ausprobiert wurde, war TiB_2 .

In den folgenden Abbildungen sind Überblicksbilder der $Ti + 3 \text{ vol\% } TiB_2$ (1-10 μm / 1000 °C) Probe im Querschliff (Abbildung 133) und im Längsschliff (Abbildung 134) zu sehen. Die Probe ist makroskopisch gesehen homogen über den gesamten Querschnitt. Es zeigt sich ein gleichmäßiges Gefüge ohne Zeiligkeit in Pressrichtung.



Abbildung 133: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } TiB_2$ (1-10 μm / 1000 °C) im Querschliff



Abbildung 134: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten $Ti + 3 \text{ vol\% } TiB_2$ (1-10 μm / 1000 °C) im Längsschliff

In Abbildung 135 sind geätzte Schliffbilder des Querschliffs der Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe zu sehen. Es zeigt sich ein sehr homogenes Gefüge, das sich über den gesamten Querschnitt erstreckt. Die eingesetzten TiB₂ Partikel sind nur schlecht zu erkennen und können erst anhand der folgenden Elektronenmikroskopieaufnahmen diskutiert werden.

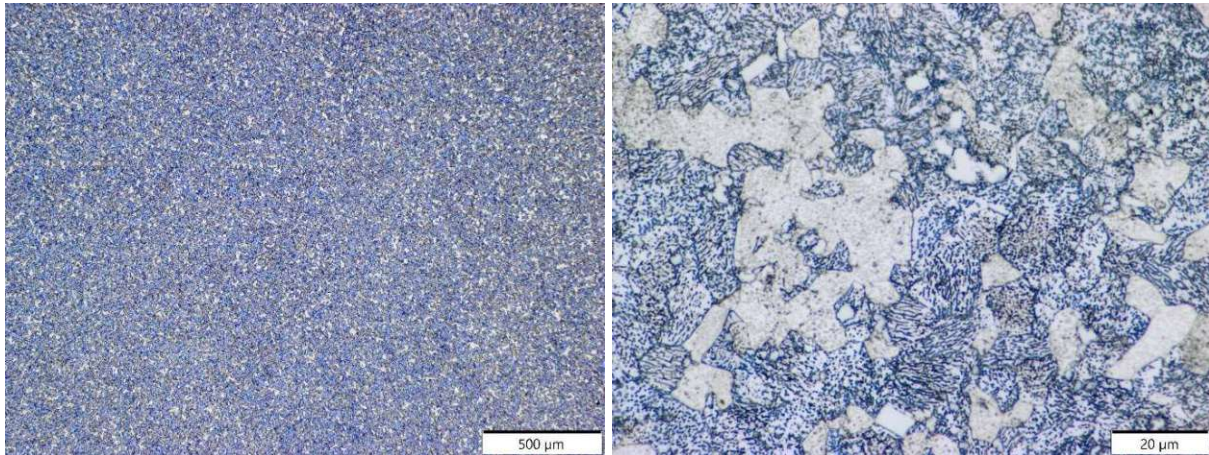


Abbildung 135: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti + 3vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe

Abbildung 136 zeigt Schliffbilder des geätzten Längsschliffs der Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe. Auch im Längsschliff ist ein homogenes Gefüge ersichtlich. Des Weiteren tritt keine Zeiligkeit des Gefüges in Pressrichtung auf.

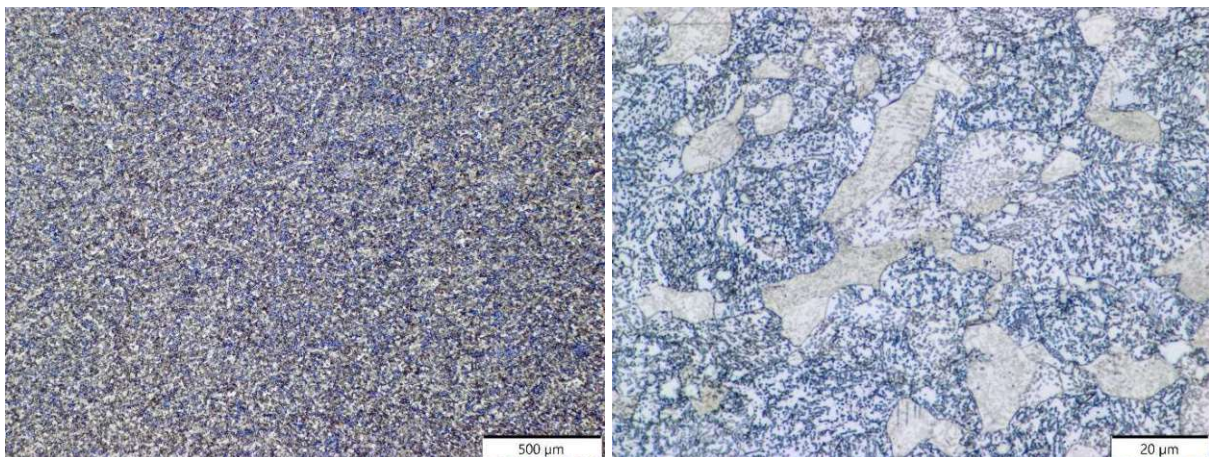


Abbildung 136: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti + 3vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe

In Abbildung 137 sind Rückstreuelektronenbilder des Querschliffs der Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe dargestellt. Es zeigt sich eine relativ homogene Verteilung der TiB₂ Partikel. Außerdem ist rund um die Partikel eine Reaktionszone zu erkennen. Diese beschränkt sich aber offenbar nicht nur auf die direkte Umgebung der Partikel. Es sind nämlich in den Körnern der Matrix sehr feine Ausscheidungen zu finden, die wahrscheinlich TiB Whisker sind. Diese Beobachtung ist auch sehr gut mit den Ätzangriffen in Abbildung 135 und Abbildung 136 vereinbar.

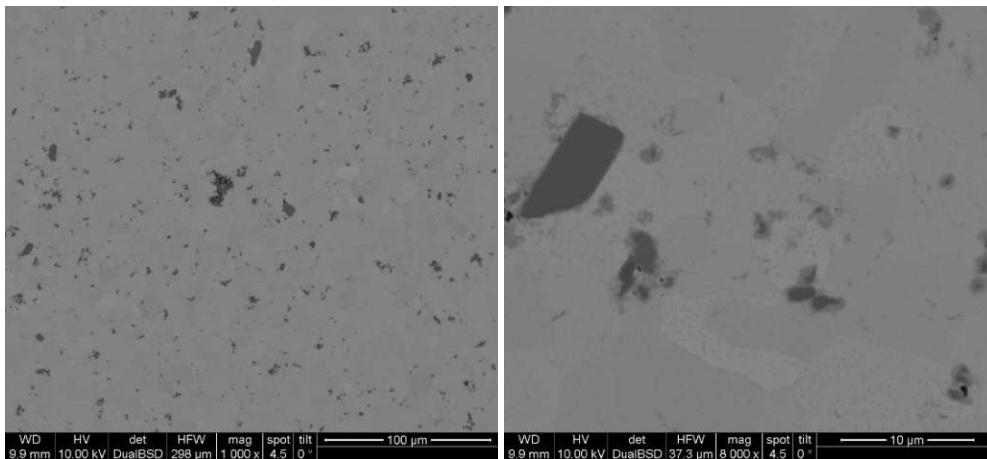


Abbildung 137: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe im Querschliff

Abbildung 138 zeigt Rückstreuelektronenbilder des Längsschliffs der Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe. Analog zum Querschliff zeigt sich wieder eine relativ homogene Verteilung der Partikel in der Matrix. Die Reaktionsprodukte finden sich einerseits um die Partikel und andererseits auch fein in der Matrix verteilt. Zusätzlich kann auch noch eine minimale Porosität, bevorzugt im Bereich der Partikel beobachtet werden.

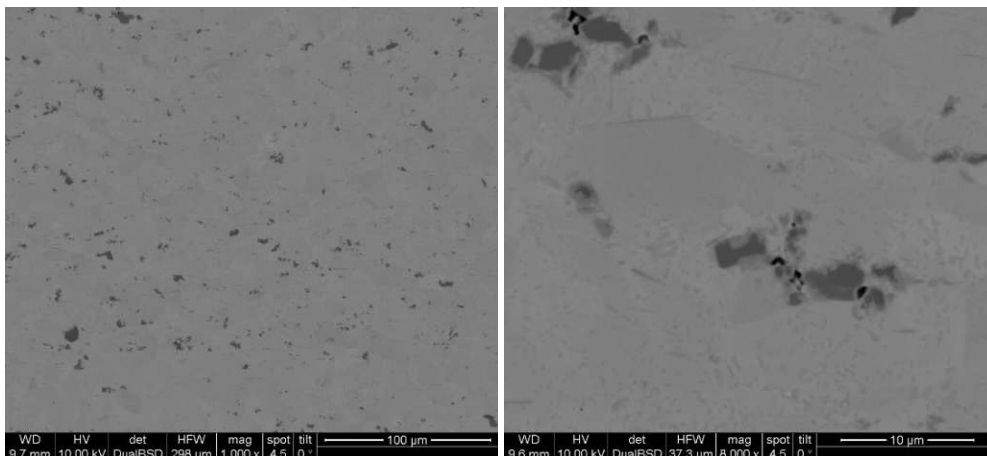


Abbildung 138: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 µm / 1000 °C) Probe im Längsschliff

In Abbildung 139 sind ein geätztes Schliffbild und ein Rückstreuerelektronenbild der Ti + 3 vol% TiB₂ Probe aus dem Blown Powder Plasma Metal Deposition Prozess von RHP Technology GmbH dargestellt. Auch bei dieser Probe ist wieder klar ersichtlich, dass die Gesamtheit der Partikel mit der Titanmatrix reagiert hat und nur mehr Reaktionsprodukte (TiB) zu detektieren sind.

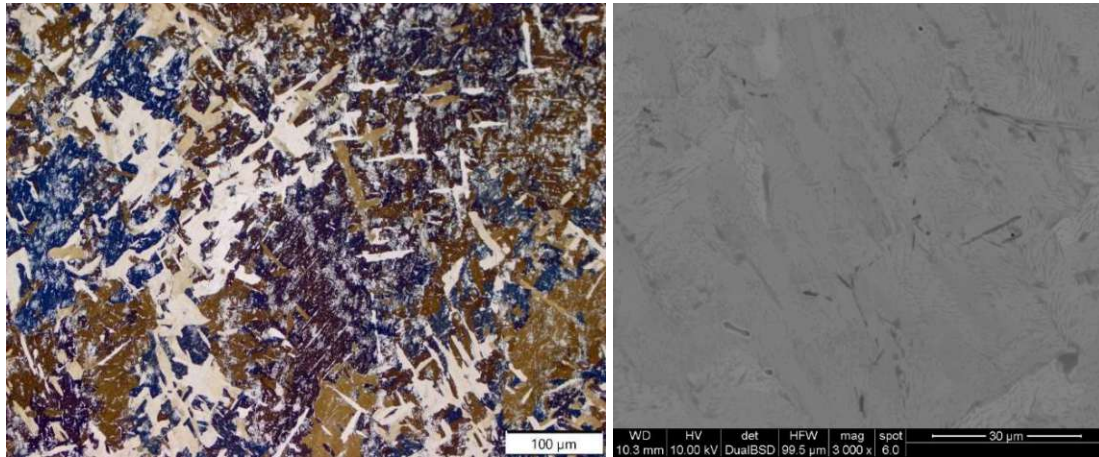


Abbildung 139: Ti + 3 vol% TiB₂ Blown Powder Plasma Metal Deposition Probe von RHP Technology GmbH (links geätzter Schliff im Lichtmikroskop, rechts Rückstreuerelektronenbild)

Das verwendete TiB₂ für die Blown Powder Plasma Metal Deposition hatte eine Korngrößenverteilung von D10 1.08 µm, D50 3.86 µm, D90 9.26 µm und war somit recht ähnlich zum eingesetzten TiB₂ für das Strangpressen. Dennoch ist aus einem Vergleich der Elektronenmikroskopiebilder ganz klar zu erkennen, dass durch das Strangpressen das TiB₂ trotz einer geringen Reaktion mit der Ti-Matrix viel besser konserviert werden konnte, als bei der Blown Powder Plasma Metal Deposition.

5.2.2.8 Ti-6Al-4V 1000 °C (1 : 11,1)

Im Verlauf des nächsten Versuchs sollte geprüft werden, ob das Strangpressen von Pulvern auch für die state of the art Legierung Ti-6Al-4V eine mögliche Herstellroute darstellt.

Abbildung 140 zeigt ein Übersichtsbild des geätzten Querschliffs der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe. Bei makroskopischer Betrachtung zeigt sich ein gleichmäßiges Aussehen der Probe über den gesamten Querschnitt.

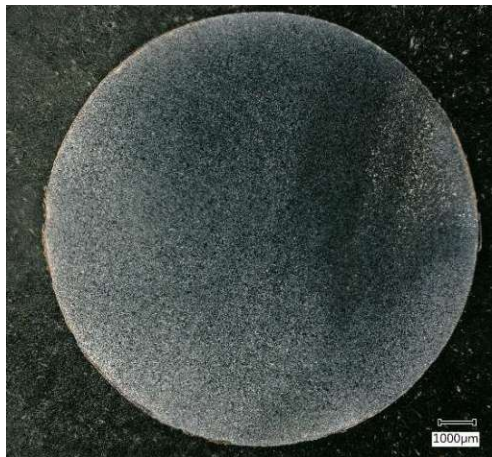


Abbildung 140: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti-6Al-4V (1000 °C) im Querschliff

In Abbildung 141 ist ein Übersichtsbild des geätzten Längsschliffs der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe zu sehen. Analog zum Querschliff zeigt sich makroskopisch eine homogene Probe, ohne Zeiligkeit in Strangpressrichtung.



Abbildung 141: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti-6Al-4V (1000 °C) im Längsschliff

Abbildung 142 zeigt geätzte Schliffbilder des Querschliffs der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe. Zu sehen ist ein gleichmäßiges Gefüge mit der typischen nadeligen α/β -Struktur von Ti-6Al-4V.

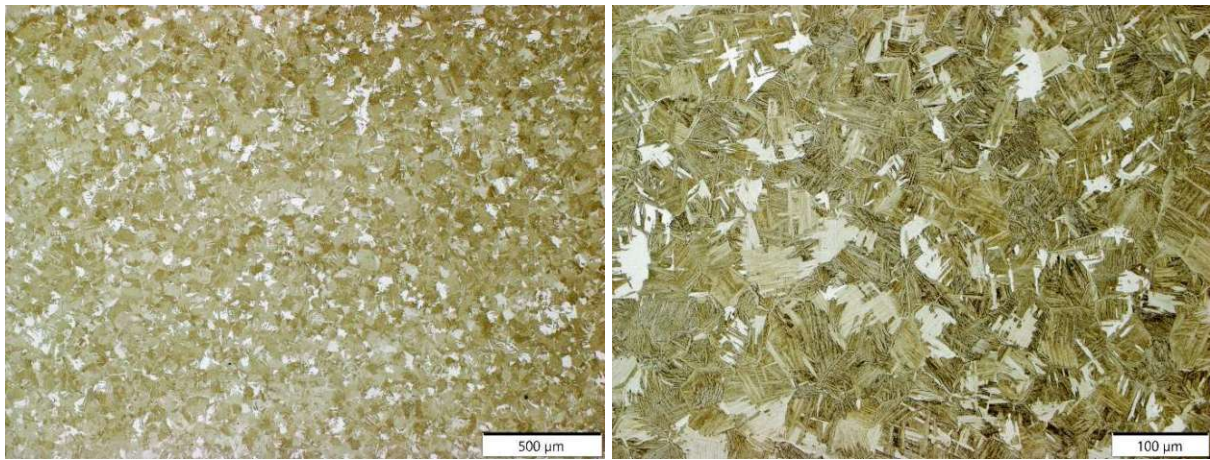


Abbildung 142: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe

In Abbildung 143 sind geätzte Schliffbilder des Längsschliffs der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe dargestellt. Auch hier ist ein gleichmäßiges Gefüge ohne Zeiligkeit mit der typischen nadeligen Struktur zu erkennen.

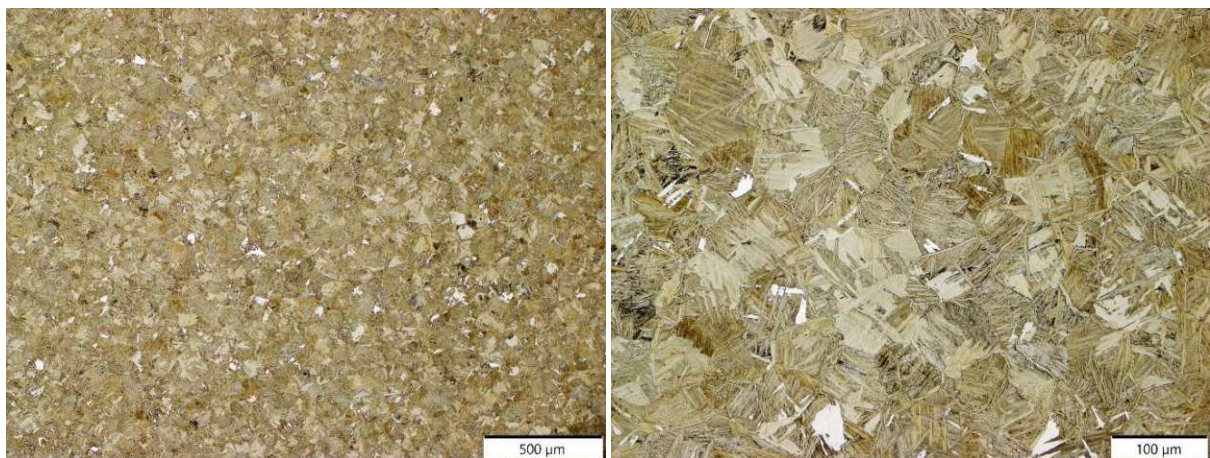


Abbildung 143: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe

Abbildung 144 zeigt ein Rückstreuerelektronenbild des Querschliffs der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe. Das α/β Gefüge der Ti-6Al-4V Legierung ist gut zu erkennen.

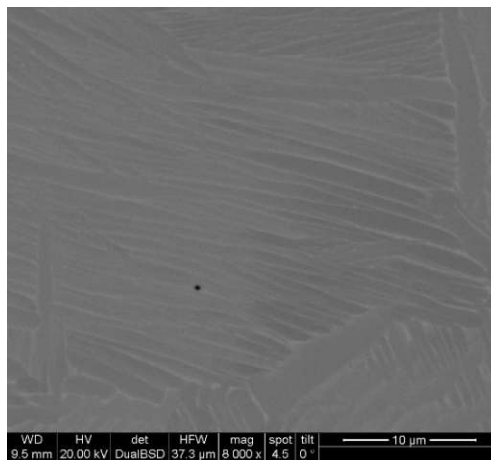


Abbildung 144: Rückstreuerelektronenbild der stranggepressten Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe im Querschliff

In Abbildung 145 ist ein Rückstreuerelektronenbild des Längsschliffs der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe zu sehen. Auch hier ist wieder das typische, nadelige α/β -Gefüge zu sehen.

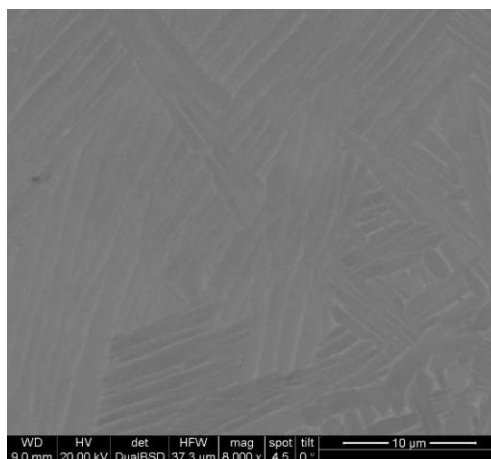


Abbildung 145: Rückstreuerelektronenbild der stranggepressten Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe im Längsschliff

Ein Vergleich des Gefüges der stranggepressten Ti-6Al-4V Probe mit der Ti-6Al-4V Probe aus dem Rinnenofen (5.1.1) zeigt, dass bei beiden Legierungen ein nadeliges Gefüge erhalten wurde. Jedoch sind die Nadeln bei der Probe aus dem Rinnenofen deutlich feiner als bei der stranggepressten Probe. Außerdem sind bei der Probe aus dem Rinnenofen Stängelkristalle in Erstarrungsrichtung zu erkennen. Die stranggepresste Ti-6Al-4V Probe hat keine Vorzugsrichtung in irgendeine Raumrichtung.

5.2.2.9 Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C 1000 °C (F500 / 1 : 11,1)

Im nächsten Versuch wurde ausprobiert, einen mit B₄C Partikeln der Körnung F500 verstärkten Composite mit einer Ti-6Al-4V Matrix herzustellen.

Abbildung 146 zeigt ein Übersichtsbild des geätzten Querschliffs der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe. Es ist ein sehr ungleichmäßiger Ätzangriff zu erkennen. Warum dieser allerdings auftrat konnte nicht näher bestimmt werden.

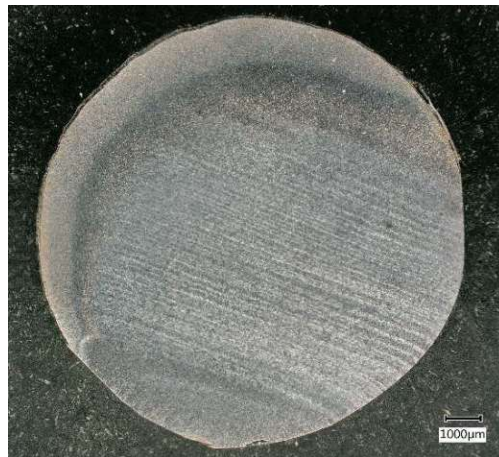


Abbildung 146: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) im Querschliff

In Abbildung 147 ist ein Übersichtsbild des geätzten Längsschliffs der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe dargestellt. Hier zeigt sich über den gesamten Querschnitt ein gleichmäßiges Gefüge ohne Zeiligkeit in Strangpressrichtung.



Abbildung 147: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) im Längsschliff

Abbildung 148 zeigt geätzte Schlibfbilder der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe im Querschliff. Bei diesen Bildern ist ebenfalls die sehr ungleichmäßige Ätzung zu beobachten. Ansonsten zeigt sich eine homogene Verteilung der Partikel und ein gleichmäßiges Gefüge ohne Porosität.

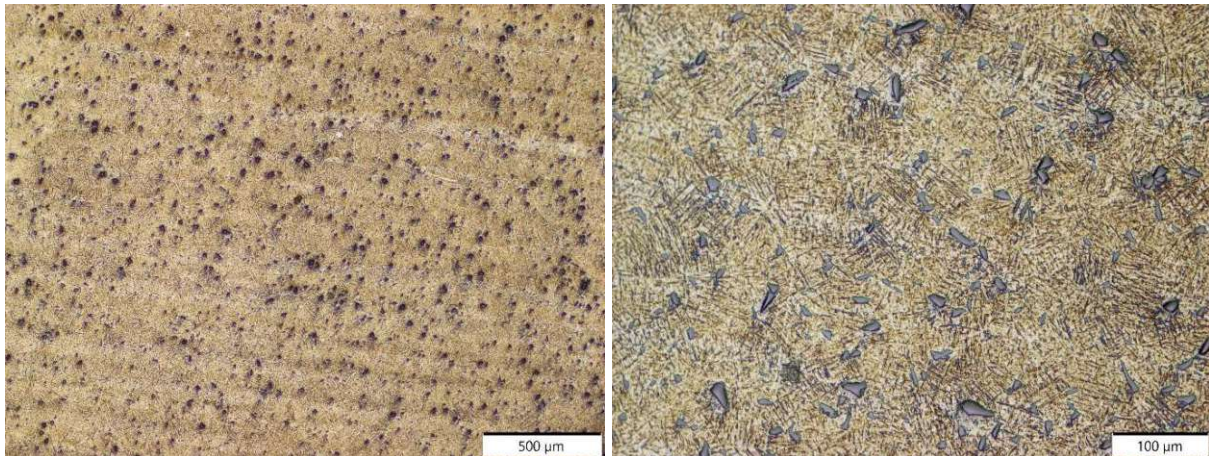


Abbildung 148: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe

Abbildung 149 veranschaulicht geätzte Schlibfbilder des Längsschliffs der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe. Es ist eine homogene Verteilung der Partikel und ein gleichmäßiges Gefüge ohne Zeiligkeit in Pressrichtung des Stranges zu beobachten. Die Matrix weist wieder die typische, nadelige α/β -Struktur von Ti-6Al-4V auf.

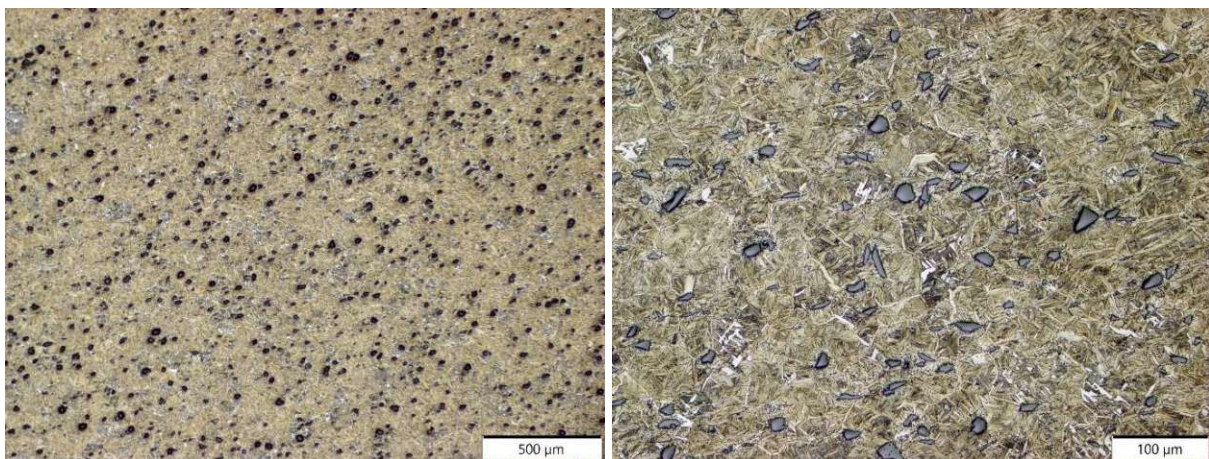


Abbildung 149: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe

Das Gefüge der Ti-6Al-4V Matrix der mit B₄C verstärkten Probe ist verglichen mit der stranggepressten Ti-6Al-4V Probe ohne Partikelverstärkung deutlich feiner. Das könnte daran liegen, dass das Kornwachstum während der Herstellung durch den Zusatz der Partikel behindert wird.

In Abbildung 150 sind Rückstreuelektronenbilder der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe im Querschliff zu sehen. Auch hier ist die gleichmäßige Verteilung der Partikel in der Matrix erkennbar. Des Weiteren konnte keine Reaktion zwischen Matrix und den B₄C Partikeln festgestellt werden.

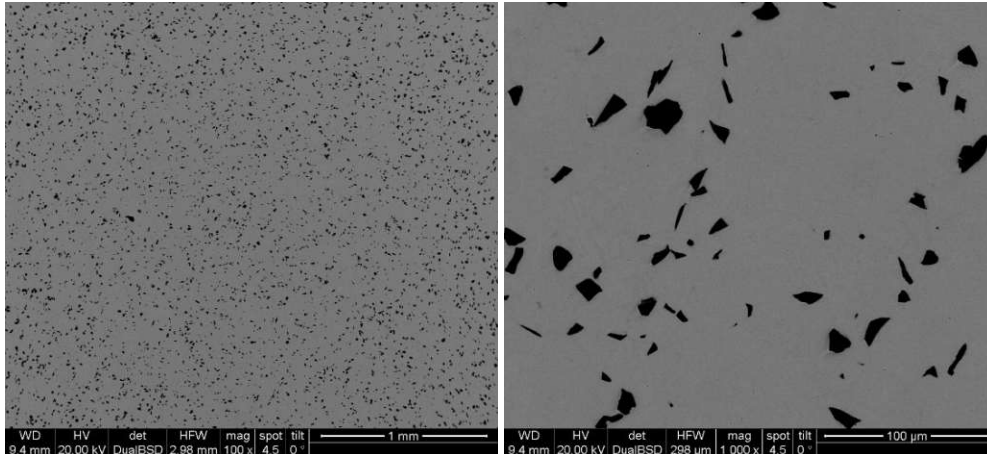


Abbildung 150: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe im Querschliff

Abbildung 151 zeigt Rückstreuelektronenbilder des Längsschliffes der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe. Es wurden analoge Beobachtungen zum Querschliff gemacht.

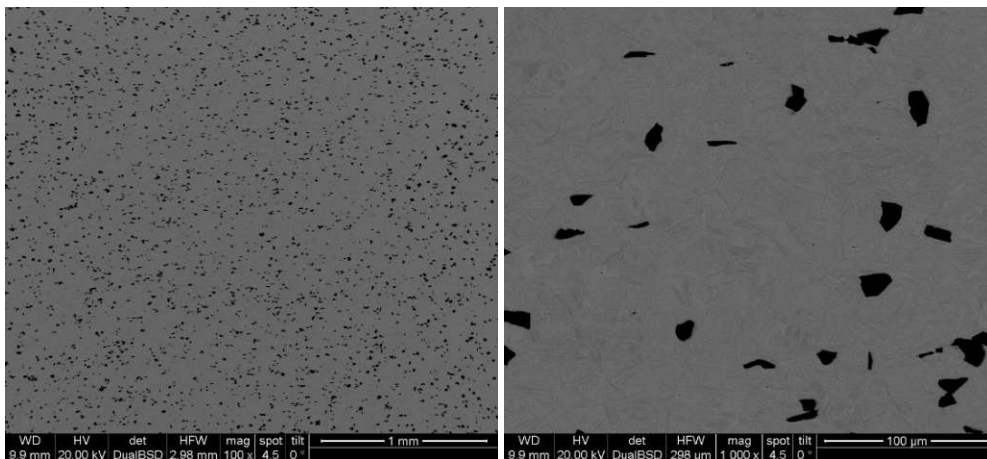


Abbildung 151: Rückstreuelektronenbilder der stranggepressten Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe im Längsschliff

Optisch zeigt ein Vergleich mit der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe, dass die Proben sehr ähnlich aussehen. Lediglich die Matrix unterscheidet sich grundsätzlich im Aussehen. Bei der Probe mit Reintitan zeigt sich erwartungsgemäß kein nadeliges Gefüge, während bei Ti-6Al-4V das typische nadelige α/β -Gefüge zu erkennen ist. Außerdem ist das Gefüge bei der Reintitanmatrix deutlich größer als bei der Ti-6Al-4V Matrix.

5.2.2.10 *Ti-6,5 Cu 1000 °C (1 : 11,1)*

Weil sich Ti-Cu in der Literatur¹² als möglicherweise vielversprechendes Legierungssystem für die additive Fertigung herausgestellt hat, wurde auch ausprobiert, ob eine Legierung durch das Strangpressen von elementaren Pulvern herstellbar ist.

Abbildung 152 zeigt ein geätztes Übersichtsbild der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe im Querschliff. Die Probe weist ein makroskopisch gleichmäßiges Gefüge über den gesamten Querschnitt auf.

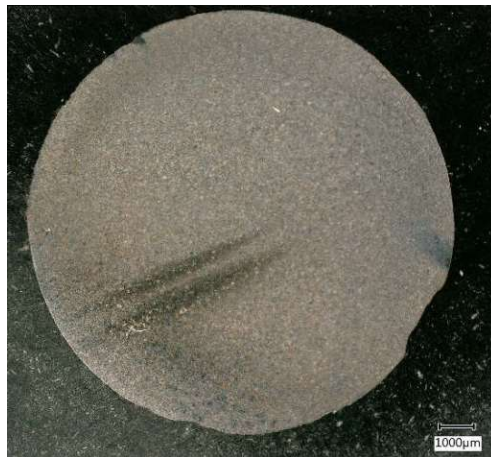


Abbildung 152: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti-6,5Cu (1000 °C) im Querschliff

In Abbildung 153 ist ein Überblicksbild des geätzten Längsschliffes der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe zu sehen. Auch hier zeigt die makroskopische Aufnahme ein sehr gleichmäßiges Gefüge, ohne Zeiligkeit in Pressrichtung.



Abbildung 153: lichtmikroskopisches Übersichtsbild des geätzten, stranggepressten Ti-6,5Cu (1000 °C) im Längsschliff

Abbildung 154 veranschaulicht Schliffbilder des geätzten Querschliffs der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe. Es zeigt sich ein sehr homogenes zweiphasiges Gefüge mit den typischen Lamellen des Ti-Cu Eutektoids.

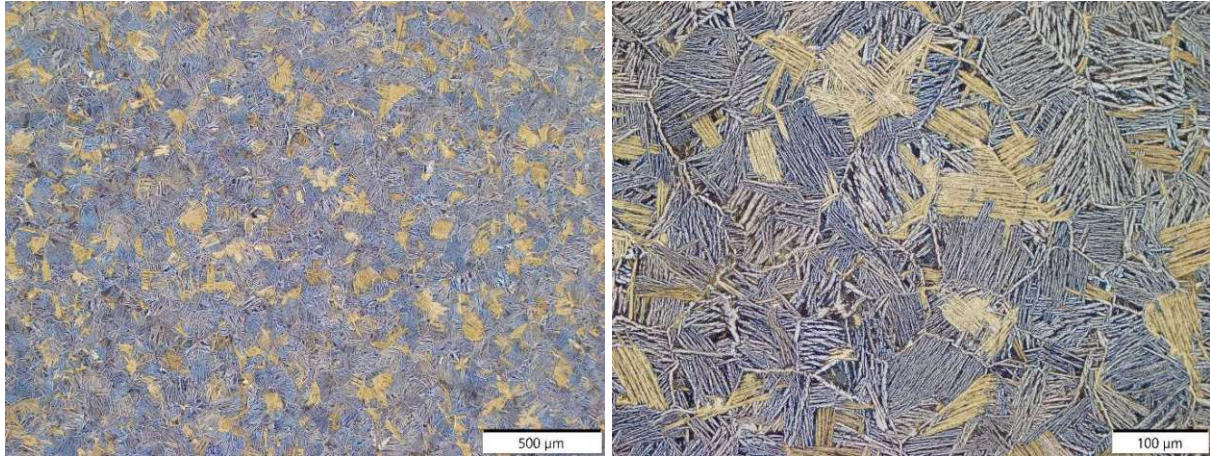


Abbildung 154: mit verdünnter HF geätzter Querschliff der stranggepressten Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe

Abbildung 155 zeigt geätzte Schliffbilder der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe im Längsschliff. Es ist ein homogenes Gefüge ohne Zeiligkeit zu erkennen. Außerdem ist wieder die lamellare Struktur des Eutektoids gut zu beobachten.

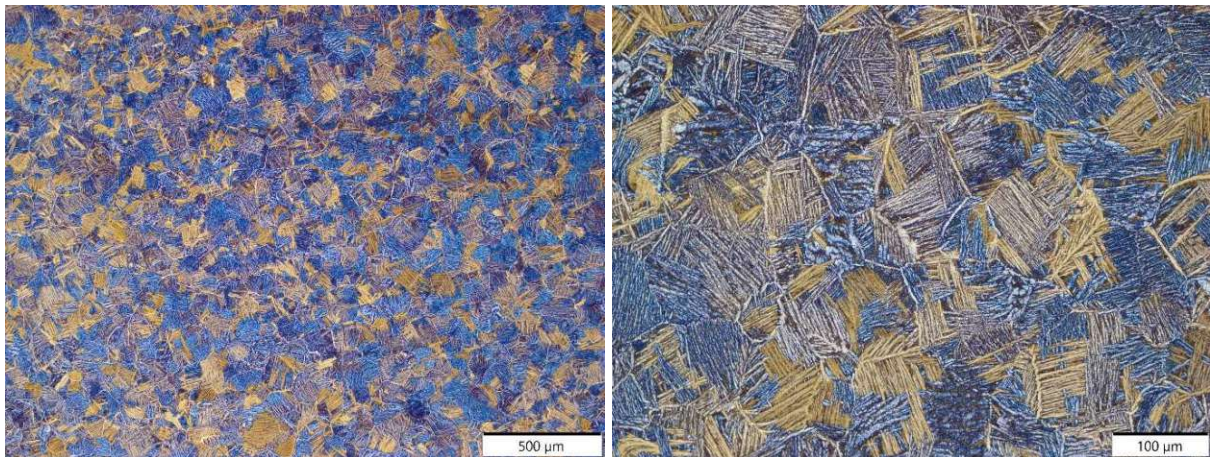


Abbildung 155: mit verdünnter HF geätzter Längsschliff der stranggepressten Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe

In Abbildung 156 ist ein Rückstreuelektronenbild des Querschliffs der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe zu sehen. Es sind zwei Phasen (Eutektoid) erkennbar, wobei sich das Kupfer laut EDX-Messungen bevorzugt in der helleren Phase befindet. Außerdem ist wichtig zu erwähnen, dass sich das gesamte Kupfer während des Herstellprozesses in der Matrix gelöst und homogen verteilt haben dürfte, da kein elementares Cu mehr gefunden werden konnte.

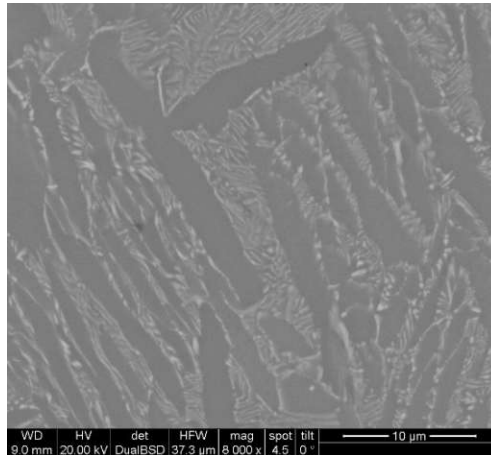


Abbildung 156: Rückstreuelektronenbild der stranggepressten Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe im Querschliff

Abbildung 157 zeigt ein Rückstreuelektronenbild des Längsschliffs der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe. Auch in dieser Probe ist das eutektoides Gefüge wieder gut zu sehen. Außerdem bestätigen sich die Beobachtungen und Schlussfolgerungen aus dem Querschliff.

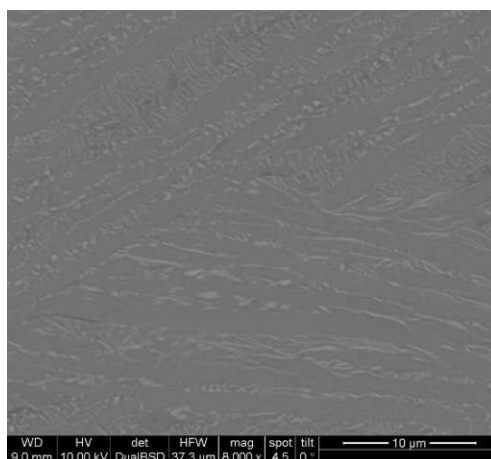


Abbildung 157: Rückstreuelektronenbild der stranggepressten Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe im Längsschliff

Ein Vergleich der stranggepressten Ti-6,5Cu Probe mit einer Ti-6,5Cu Probe aus dem Rinnenofen im as cast Zustand (Abbildung 158) zeigt, dass sich diese Proben im Gefüge doch recht deutlich unterscheiden. Die Ti-6,5Cu Probe aus dem Rinnenofen wurde von DI Ella Staufer und Lukas Stark hergestellt. Während die stranggepresste Probe ein lamellares eutektoides Gefüge aufweist, ist das Gefüge der Probe aus dem Rinnenofen deutlich nadeliger. Dieser Unterschied im Aussehen könnte auf den Unterschied in der Abkühlgeschwindigkeit zurückzuführen sein, da beim Versuch am Rinnenofen viel schneller abgekühlt wurde als beim Strangpressen.

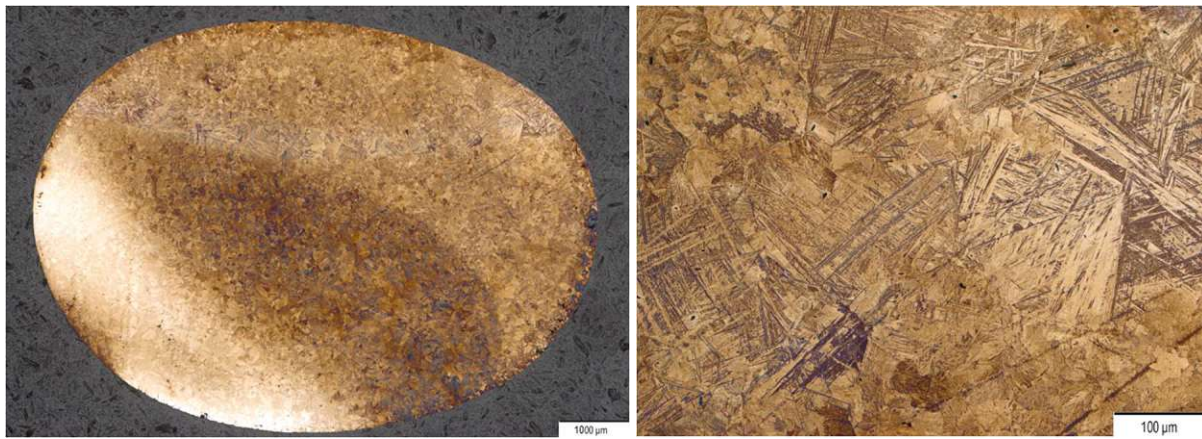


Abbildung 158: Übersichtsbild und optisches Mikroskopiebild einer Ti-6,5Cu Legierung aus dem Rinnenofen (hergestellt von DI Ella Staufer und Lukas Stark)

5.2.2.11 Vergleichende Diskussion der Gefügeanalysen der stranggepressten Proben

Bei den Strangpressproben zeigt sich optisch in den Mikrostrukturuntersuchungen generell eine vollständige Verdichtung. Die Ausnahme stellt die Probe mit YSZ dar, in der kleine Poren im Bereich der großen Agglomerate auftreten. Außerdem konnte eine gleichmäßige Verteilung der Partikel bei allen Proben beobachtet werden, wieder mit Ausnahme der Probe mit YSZ.

Das Strangpressen stellte sich in Reaktivsystemen von Titan mit verschiedenen Partikeln als gute Möglichkeit heraus Reaktionen kinetisch zu unterdrücken. Bei sehr feinen Partikeln, wie B_4C (F2000) oder TiB_2 (1-10 μm) reicht aber offenbar auch schon die kurze Vorwärmzeit von 20 min und der darauffolgende Strangpressprozess dazu aus, eine fortgeschrittene Reaktion zwischen Matrix und Partikeln zu beobachten. Bis zu einem gewissen Grad ist das aber auch erwartbar, da feinere Partikel aufgrund deren größerer Oberfläche eine höhere Reaktivität aufweisen.

Ein weiteres Phänomen das beobachtet werden konnte ist, dass je feiner die Pulver der Partikelverstärkung werden eine ausgeprägtere Zeiligkeit der Gefüge in Pressrichtung beobachtet werden konnte. Bei den gröberen Pulvern der Körnungen F320 und F500 konnte keine Vorzugsrichtung in den Schlifflen erkannt werden, aber bei B_4C (F2000) und bei YSZ ($< 2 \mu m$) wurde eine klare Zeiligkeit festgestellt.

Bei B_4C und SiC der Körnung F500 wurde jeweils ein Composite mit einer Matrix aus Reintitan hergestellt. Diese beiden Proben unterscheiden sich im Gefüge de facto nicht.

Mit der Ti-6Al-4V + 3 vol% B_4C (F500) Probe konnte bewiesen werden, dass auch eine Partikelverstärkung von Legierungen mittels Strangpressen von Pulvern umsetzbar ist. Das würde bedeuten, dass auch eine Partikelverstärkung der diskutierten Legierungen vom Rinnenofen (siehe 5.1) denkbar wäre, sofern diese Legierungen als Pulver verfügbar sind. Da solche Spezialpulver aber schwierig oder nicht verfügbar sind kann anhand der stranggepressten Ti-6,5Cu Probe noch eine weitere Überlegung angestellt werden. Denn es wurde durch die Ti-6,5Cu Probe bewiesen, dass durch das Strangpressen von Elementarpulvern in situ eine Legierung hergestellt werden kann (oder zumindest manche Legierungen). Nun wäre also eine ambitionierte Schlussfolgerung, dass in situ beim Strangpressen einerseits Legierungen hergestellt werden und diese dann gleichzeitig partikelverstärkt werden könnten.

5.2.3 Härtemessungen nach Vickers

Die Ergebnisse der HV10 Messungen der hergestellten Strangpressproben sind in Tabelle 9 dargestellt. Dabei wurden jeweils 5 Eindrücke im Querschliff und 5 Eindrücke im Längsschliff jeder Probe gesetzt und ausgemessen, um eine Standardabweichung angeben zu können.

Tabelle 9: Ergebnisse der HV10 Messungen der stranggepressten Proben

Matrix	Partikel- verstärkung	Partikelgr.	Vorwärmtemp. (°C)		HV10
Ti	-	-	950	quer	190 ± 7
				längs	191 ± 4
Ti	3 vol% SiC	F320	950	quer	205 ± 5
				längs	196 ± 5
Ti	3 vol% SiC	F500	1000	quer	229 ± 8
				längs	225 ± 2
Ti	3 vol% B ₄ C	F500	950	quer	214 ± 3
				längs	219 ± 9
Ti	3 vol% B ₄ C	F2000	1000	quer	287 ± 2
				längs	280 ± 3
Ti	3 vol% YSZ	< 2 µm	1000	quer	379 ± 5
				längs	414 ± 5
Ti	3 vol% TiB ₂	1-10 µm	1000	quer	237 ± 2
				längs	233 ± 3
Ti-6Al-4V	-	-	1000	quer	309 ± 6
				längs	317 ± 5
Ti-6Al-4V	3 vol% B ₄ C	F500	1000	quer	372 ± 26
				längs	335 ± 2
Ti-6,5Cu	-	-	1000	quer	307 ± 9
				längs	290 ± 9

Bei Betrachtung der Härtemesswerte fällt auf, dass generell eine Steigerung der Härte mit einer Partikelverstärkung zu beobachten ist. Außerdem ist bei identer Partikelsorte eine Steigerung der Härte bei sinkender Korngröße zu beobachten. Die höchste Härte wird von Ti + 3 vol% YSZ (<2 µm) 1000 °C erreicht, was möglicherweise auch auf das Einbringen von Sauerstoff in die Titanmatrix zurückzuführen sein könnte. Des Weiteren ist zu bemerken, dass Ti-6Al-4V 1000 °C und Ti-6,5Cu 1000 °C eine jeweils um etwa 100 HV10 höhere Härte als Reintitan aufweisen. Eine Beobachtung die nicht geklärt werden konnte, ist der teilweise hohe Unterschied der Härte des Quer- und des Längsschliffs wie etwa bei Ti + 3 vol% YSZ (<2 µm) 1000 °C und bei Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500) 1000 °C.

Wenn man die Härte­werte der strang­gepressten Proben in Tabelle 9 mit den Härte­werten der Proben aus dem Rinnenofen in Tabelle 6 vergleicht, fällt grundsätz­lich auf, dass bei den partikel­ver­stärkten Ti-Proben generell geringere Härten erzielt wurden, als bei sämtlichen Legierungen aus dem Rinnenofen. Eine Aus­nahme stellt die Ti + 3 vol% YSZ (< 2 µm) 1000 °C Probe dar, die sehr hohe Härte­werte aufwies. Ti-6Al-4V wurde sowohl im Rinnenofen als auch mit der Strang­presse her­ge­stellt. Bei dieser Legierung wurden auch im Rinnenofen höhere Härten realisiert. Bei all diesen Ver­gleichen ist aber zu be­achten, dass bei den Proben aus dem Rinnenofen HV1 gemessen wurde und bei den strang­gepressten Proben HV 10.

5.2.4 Dichtemessungen nach Archimedes

In Tabelle 10 sind die Ergebnisse der Archimedes-Dichtemessungen und der Vergleich der gemessenen Dichten mit den theoretisch berechneten Dichten dargestellt. Pro Strang­pressprobe wurden jeweils 3 Dichten­messungen durch­ge­führt, um Standard­abweichungen angeben zu können.

Tabelle 10: Ergebnisse der Archimedes-Dichtemessungen der strang­gepressten Proben

Matrix	Partikel- verstärkung	Partikelgr.	Dichte in g/cm ³	th. Dichte in g/cm ³	% der th. Dichte
Ti	-	-	4,489 ± 0,009	4,507	99,6
Ti	3 vol% SiC	F320	4,446 ± 0,006	4,467	99,5
Ti	3 vol% SiC	F500	4,448 ± 0,001	4,467	99,6
Ti	3 vol% B ₄ C	F500	4,431 ± 0,003	4,447	99,6
Ti	3 vol% B ₄ C	F2000	4,479 ± 0,002	4,447	100,7
Ti	3 vol% YSZ	< 2 µm	4,528 ± 0,011	4,552	99,5
Ti	3 vol% TiB ₂	1-10 µm	4,484 ± 0,008	4,507	99,5
Ti-6Al-4V	-	-	4,387 ± 0,002	4,42	99,3
Ti-6Al-4V	3 vol% B ₄ C	F500	4,341 ± 0,004	4,372	99,3
Ti-6,5Cu	-	-	4,645 ± 0,012	4,657	99,8

Die theoretische Dichte wurde jeweils aus den, mit den Volumenanteilen gewichteten, Dichten der Reinstoffe berechnet (Tabelle 11). Es kann daher unter Berücksichtigung der vorangegangenen metallographischen Untersuchungen geschlossen werden, dass ausschließlich dichte Strang­pressproben her­ge­stellt wurden. Außerdem fällt bei der Betrachtung von Tabelle 10 auf, dass bei der Ti + 3 vol% B₄C (F2000) 1000 °C Probe scheinbar eine höhere Dichte als 100 % der theoretischen Dichte erzielt wurde. Das ist darauf

zurückzuführen, dass der Großteil des B_4C während des Strangpressens abreagiert hat und die Reaktionsprodukte TiB und TiC jeweils eine höhere Dichten haben als B_4C .

Tabelle 11: Dichten der verwendeten Materialien zur Berechnung der theoretischen Dichten der Composite

Material	Dichte in g/cm^3
Ti ³²	4,507
SiC ²¹	3,19
B_4C ²¹	2,51
TiC ²¹	4,99
TiB ₂ ²¹	4,52
TiB ²¹	4,50
YSZ ³³	5,85 - 6,10
Ti-6Al-4V ¹⁴	4,42
Cu ³⁷	8,92

5.2.5 E-Modulmessungen mittels Ultraschall

Tabelle 12 stellt die Ergebnisse der E-Modulmessungen mittels Ultraschall und die mit den Dichten der Proben berechneten spezifischen E-Moduli dar. Es wurden auch für die E-Modulmessungen jeweils die gleichen 3 Proben, die auch für die Dichtebestimmungen herangezogen wurden, verwendet.

Tabelle 12: Ergebnisse der E-Modulmessungen mit Ultraschall durch RHP-Technology GmbH und Berechnungen der spezifischen E-Moduli der stranggepressten Proben

Matrix	Partikelverstärkung	Partikelgr.	E-Modul in GPa	spez. E-Modul in $GPa/(g/cm^3)$
Ti	-	-	117 ± 1	26,0
Ti	3 vol% SiC	F320	119 ± 2	26,8
Ti	3 vol% SiC	F500	123 ± 1	27,7
Ti	3 vol% B_4C	F500	122 ± 1	27,5
Ti	3 vol% B_4C	F2000	135 ± 1	30,1
Ti	3 vol% YSZ	< 2 μm	114 ± 0	25,2
Ti	3 vol% TiB ₂	1-10 μm	125 ± 0	27,8
Ti-6Al-4V	-	-	118 ± 1	26,8
Ti-6Al-4V	3 vol% B_4C	F500	124 ± 1	28,6
Ti-6,5Cu	-	-	118 ± 0	25,5

Durch die Partikelverstärkungen kann, wie erwartet, eine Steigerung des E-Moduls beobachtet werden. Auch hier ist derselbe Trend, wie bei den Härtemessungen zu erkennen.

Die E-Modulsteigerung bei kleiner werdenden Partikeln innerhalb desselben Materials fällt stärker aus. Mit $30,1 \text{ GPa}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ wurde bei der Ti + 3 vol% B_4C (F2000) 1000 °C Probe ein besonders hoher spezifischer E-Modul ermittelt, der auch den im Projekt „Ti4Space“ definierten Zielwert von $30 \text{ GPa}/(\text{g}/\text{cm}^3)$ erreicht. Durch die Partikelverstärkung mit YSZ wurde keine Erhöhung des E-Moduls erzielt. Im Gegenteil, der E-Modul sank sogar leicht im Vergleich zu reinem Titan. Die hergestellten Legierungen Ti-6Al-4V und Ti-6,5Cu haben de facto denselben E-Modul wie Reintitan. Anzumerken ist noch, dass nicht auszuschließen ist, dass durch die Messmethode der E-Moduli grundsätzlich eine gewisse Überschätzung der Werte erfolgen könnte, da Titan mit einem gemessenen E-Modul von 117 GPa doch etwas vom Literaturwert von 105 GPa ³² abweicht. Grundsätzlich ist auffallend, dass die Ergebnisse gut mit den im Vorhinein angestellten theoretischen Überlegungen übereinstimmen, wobei die Absolutwerte der Messungen höher sind als vorhergesagt. Als möglicher Grund könnte hier der Einfluss des Sauerstoffs genannt werden, da nicht definitiv gesagt werden kann, ob bei der Herstellung der Proben eine gewisse Menge eingeschleppt wurde.

Abbildung 159 veranschaulicht die experimentell gemessenen spezifischen E-Moduli der stranggepressten Proben im Vergleich zu den theoretischen E-Modulsteigerungen bei den verschiedenen Partikelverstärkungen.

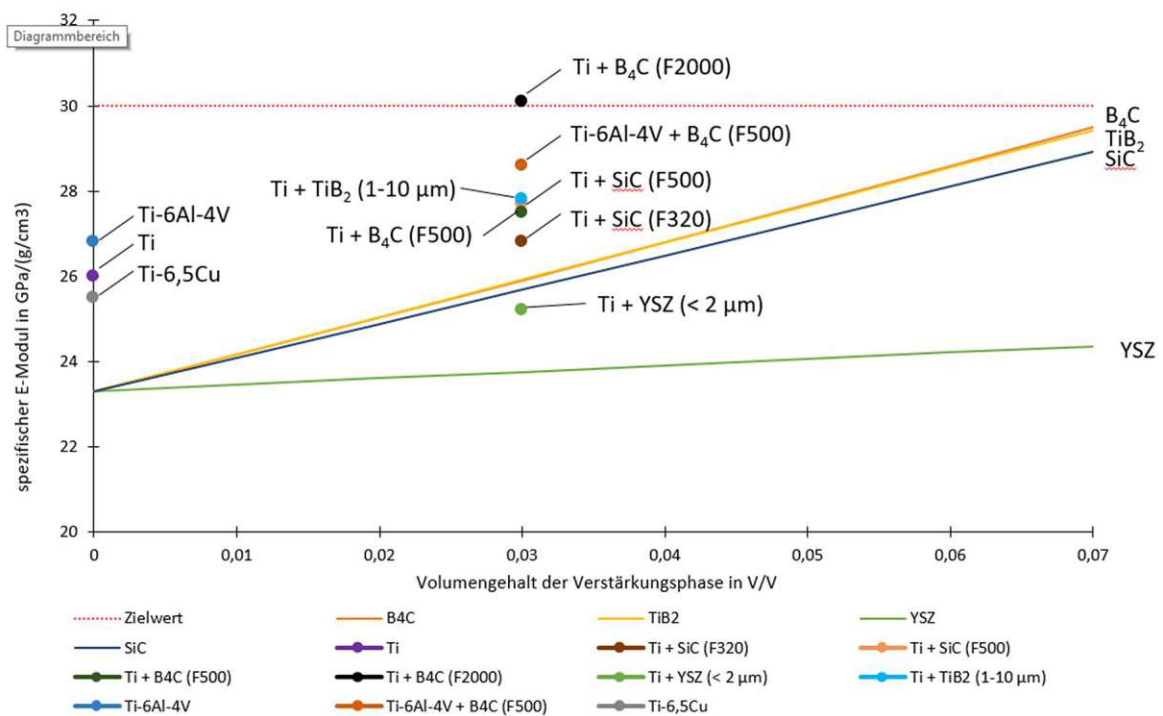


Abbildung 159: Darstellung der experimentell gemessenen spezifischen E-Moduli im Vergleich zu den theoretischen Berechnungen

5.2.6 DTA-Messungen

Weil aus der Literatur bekannt ist, dass viele Verstärkungsmaterialien wie zum Beispiel SiC und B₄C mit Ti reagieren³⁹, wurde versucht diese Reaktionen bei den hergestellten Strangpressproben mittels DTA-Messungen zu verfolgen. Außerdem wurden Elektronenmikroskopieuntersuchungen durchgeführt, um Reaktionsprodukte und Reaktionsschichten analysieren zu können. Abbildung 160 und Abbildung 161 zeigen die Auswertungen der Aufheizkurven der DTA-Messungen der stranggepressten Proben. Auffällig ist, dass die gewünschte Verfolgung der Reaktionen scheinbar mit diesem Versuch nicht möglich ist. Der einzige Peak, der bei allen Proben zu sehen ist, ist der α/β -Umwandlung von Titan zuzuordnen. Alle angegebenen Onset-Temperaturen bei den Proben mit reiner Titanmatrix bewegen sich zwischen 880 °C und 895 °C. Bei den Proben mit der Ti-6Al-4V Matrix war die Bestimmung des Onset-Punktes schwieriger, aber die Temperatur scheint auch bei ähnlichen Werten zu liegen. Einzig bei der Ti-6,5Cu Probe zeigte sich eine deutliche Verschiebung der Onset-Temperatur zu niedrigeren Temperaturen (777 °C), was auf das gebildete Eutektoid zurückzuführen ist. Die ablaufenden Reaktionen, die in den nachfolgenden Elektronenmikroskopiebildern beobachtet werden können, laufen offensichtlich zu langsam und kontinuierlich ab, um sie anhand der abgegebenen Wärme in den DTA-Messungen verfolgen zu können. Nur bei der Ti + 3 vol% B₄C (F500) Probe konnte ein kleiner Peak bei ca. 780 °C erkannt werden, der aber nicht näher zugeordnet werden konnte.

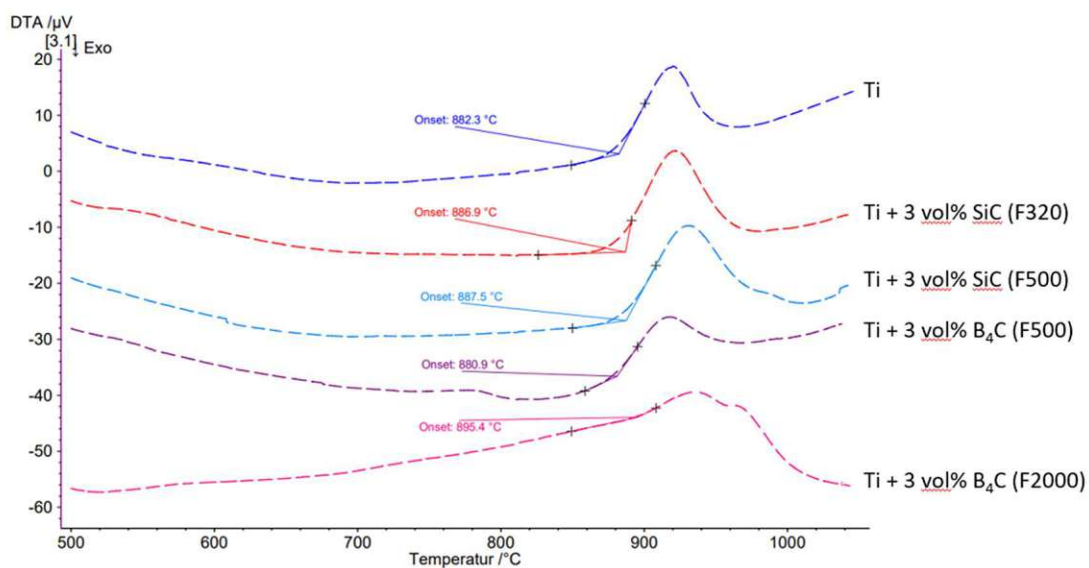


Abbildung 160: DTA Auswertungen von Ti, Ti + 3 vol% SiC (F320), Ti + 3 vol% SiC (F500), Ti + 3 vol% B₄C (F500) und Ti + 3 vol% B₄C (F2000)

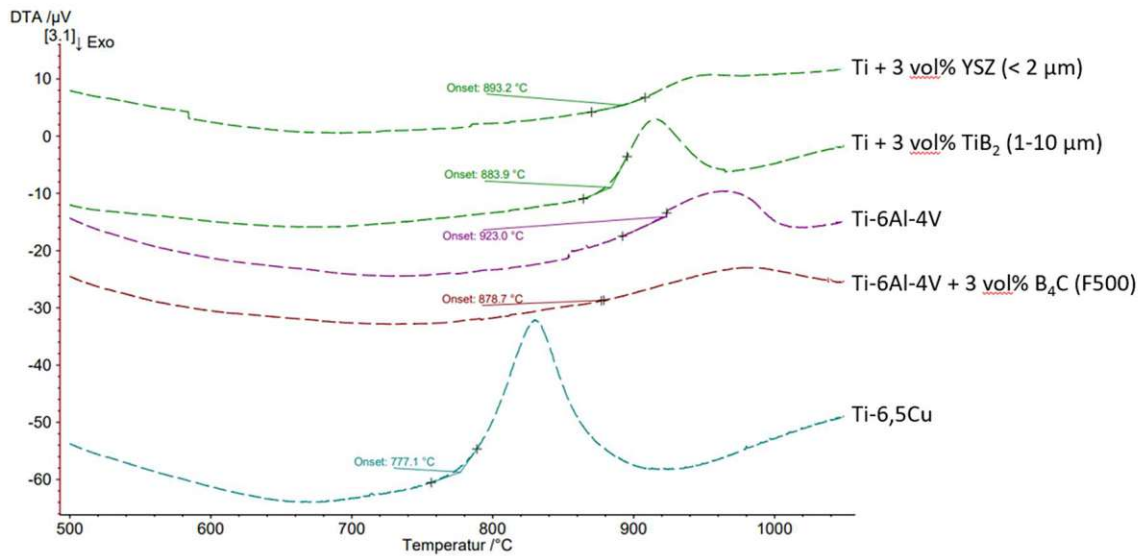


Abbildung 161: DTA Auswertungen von Ti + 3 vol% YSZ (< 2 μm), Ti + 3 vol% TiB_2 (1-10 μm), Ti-6Al 4V, Ti-6Al-4V + 3 vol% B_4C (F2000) und Ti-6,5Cu

In Abbildung 162 ist ein Rückstreuelektronenbild der Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe nach der DTA-Fahrt dargestellt. Es ist ganz klar eine Reaktionsschicht von einigen μm Dicke rundum das SiC Partikel zu erkennen.

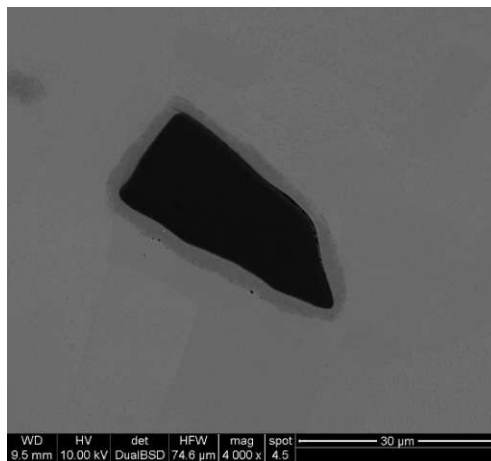


Abbildung 162: Rückstreuelektronenbild der Ti + 3 vol% SiC (F320 / 950 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

Abbildung 163 zeigt ein Rückstreuelektronenbild der Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt. Auch hier zeigt sich eine klare Reaktionsschicht um die SiC Partikel. Diese ist etwas dicker und ausgeprägter als beim größeren SiC der Körnung F320. Außerdem finden sich auch Reaktionsprodukte verteilt in der Matrix abseits von den Partikeln.

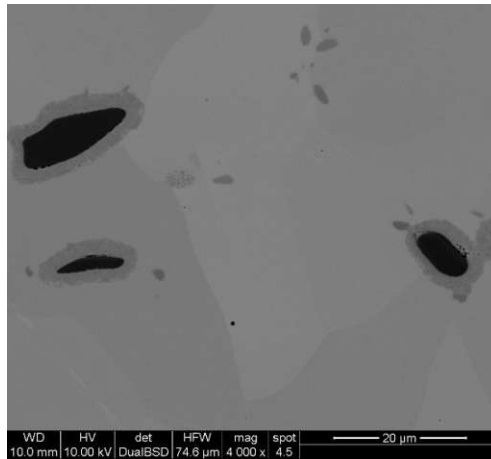


Abbildung 163: Rückstreuelektronenbild der Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

In Abbildung 164 ist ein Rückstreuelektronenbild der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe nach der DTA-Fahrt zu sehen. Im Vergleich zum SiC sind hier nadeligere Reaktionsprodukte zu finden, die auf die entstehenden TiB Whisker zurückzuführen sind.

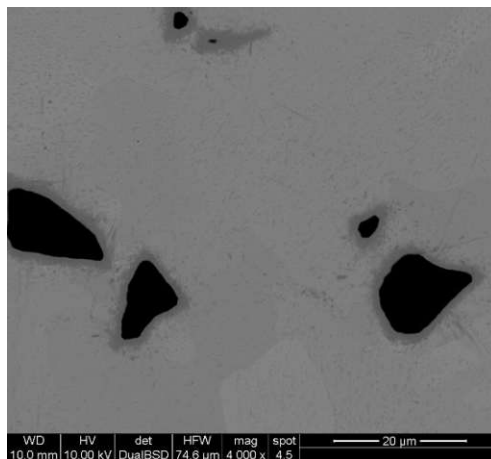


Abbildung 164: Rückstreuelektronenbild der Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

Abbildung 165 zeigt ein Rückstreuелеktronenbild der Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt. Bei dieser Strangpressprobe sind die sehr feinen Partikel schon vor der DTA-Messung zu einem großen Teil abreagiert. Nach der DTA-Fahrt sind nun alle Originalpartikel verschwunden und nur noch Reaktionsprodukte (laut EDX TiC und TiB) in der Matrix zu finden.

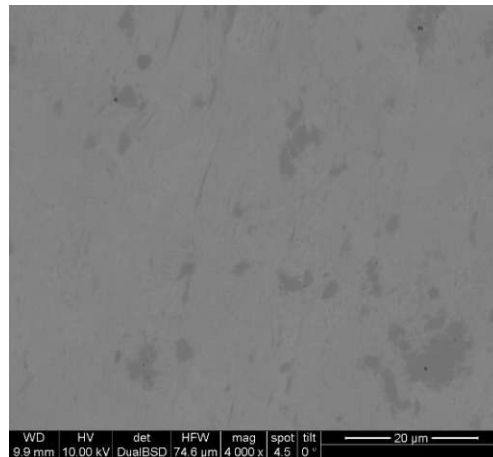


Abbildung 165: Rückstreuелеktronenbild der Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

In Abbildung 166 ist ein Rückstreuелеktronenbild der Ti + 3 vol% YSZ (< 2 µm / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt dargestellt. Es ist kein wesentlicher Unterschied zur Probe im stranggepressten Zustand zu sehen. Die Partikel befinden sich nach wie vor hauptsächlich in den großen Agglomeraten und rundum die Ti-Körner.

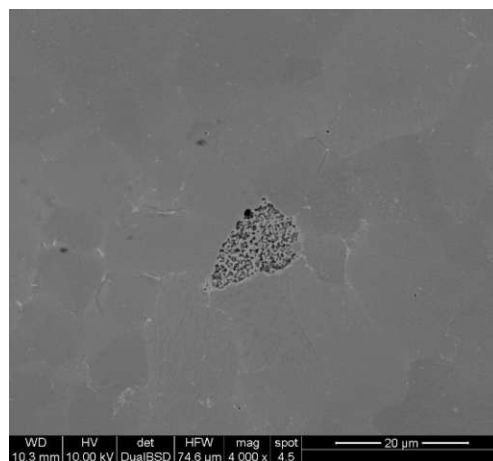


Abbildung 166: Rückstreuелеktronenbild der Ti + 3 vol% YSZ (< 2 µm / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

In Abbildung 167 ist ein Rückstreuелеktronenbild der Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 μm / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt zu sehen. Alle Originalpartikel haben ganz abreagiert und die Reaktionsprodukte sind homogen in der Matrix verteilt.

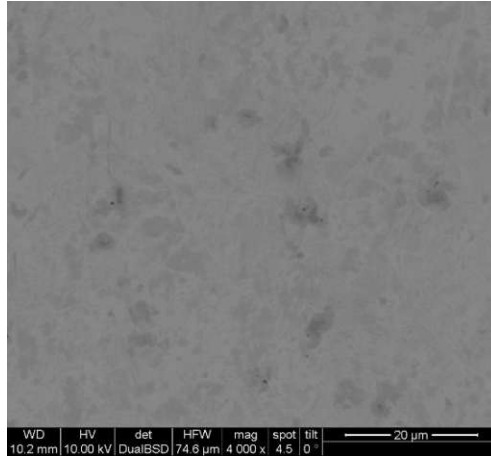


Abbildung 167: Rückstreuелеktronenbild der Ti + 3 vol% TiB₂ (1-10 μm / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

Abbildung 168 zeigt ein Rückstreuелеktronenbild der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt. Es sind keine Veränderungen zum Strangpresszustand zu erkennen. Das typische α/β-Gefüge ist auch bei dieser Probe gut zu erkennen.

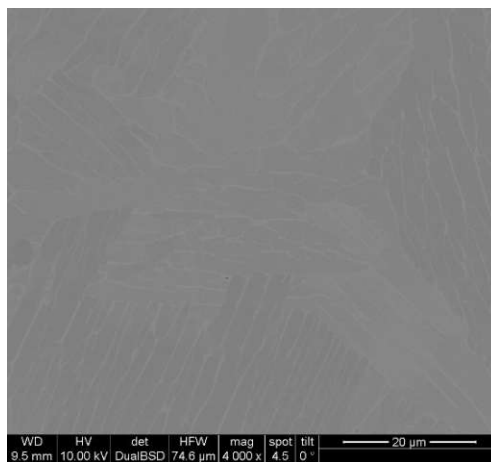


Abbildung 168: Rückstreuелеktronenbild der Ti-6Al-4V (1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

In Abbildung 169 ist ein Rückstreuerelektronenbild der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt. Es zeigt sich eine dünne Reaktionsschicht rundum die B₄C Partikel. Diese ist weniger ausgeprägt als bei der reinen Titanprobe mit B₄C der Körnung F500. Daraus kann geschlossen werden, dass offenbar die Matrix durch die Legierungszusätze Al und V nicht mehr so reaktiv ist wie das reine Ti.

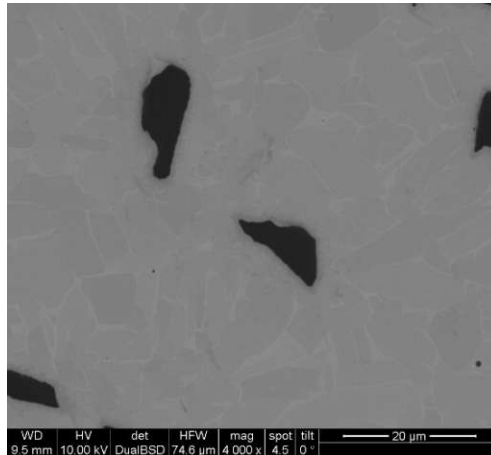


Abbildung 169: Rückstreuerelektronenbild der Ti-6Al-4V + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

Abbildung 170 zeigt ein Rückstreuerelektronenbild der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt. Hier sind keine Veränderungen zur Probe im stranggepressten Zustand zu erkennen. Das eutektoide Gefüge ist gut ersichtlich.

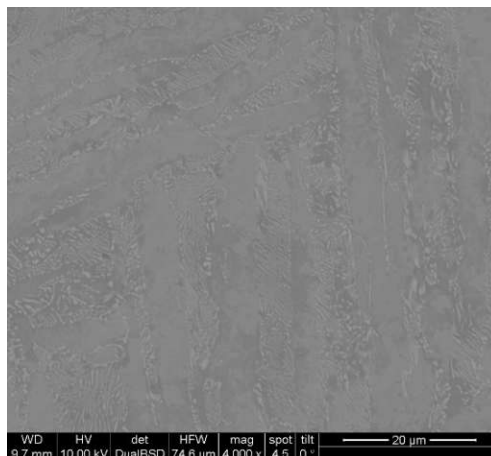


Abbildung 170: Rückstreuerelektronenbild der Ti-6,5Cu (1000 °C) Probe nach der DTA-Fahrt

5.2.7 Wärmebehandlungen zur Abschätzung der Reaktivität der Partikel

Zur besseren Abschätzbarkeit der Reaktivität von SiC und B₄C Partikeln in einer Titanmatrix wurden Serien von Wärmebehandlungen unter Argonatmosphäre durchgeführt. Die verwendeten Temperaturen waren 700 °C, 800 °C, 900 °C, 1000 °C und 1100 °C und die Haltezeit betrug jeweils eine Stunde.

5.2.7.1 Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C)

Abbildung 171 zeigt die ungeätzten wärmebehandelten Schlitze der Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Proben im Lichtmikroskop. Im linken oberen Bild (Wärmebehandlung bei 700 °C für 1 h) ist noch keine merkbare Reaktionsschicht rund um die SiC Partikel gebildet worden. Bei den höher werdenden Wärmebehandlungstemperaturen steigt die Dicke der Reaktionsschichten deutlich an und bei 1100 °C sind keine Originalpartikel mehr zu finden.

In Abbildung 172 sind Rückstreuelektronenbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Proben dargestellt. Auch hier zeigt sich die kontinuierliche Zunahme der Dicke der Reaktionsschichten bei steigender Wärmebehandlungstemperatur. Aus den EDX-Messungen, der bei 1100 °C für 1 h wärmebehandelten Probe, kann geschlossen werden, dass das TiC rundliche Körner bildet und das Si bevorzugt in den fadenförmigen Ausscheidungen an den Korngrenzen des Ti zu finden ist.

In weiterer Folge wurde mittels Röntgendiffraktometrie versucht, die entstandenen Reaktionsprodukte näher zu charakterisieren. Abbildung 173 zeigt ein Röntgendiffraktogramm der bei 700 °C für 1 h wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe. Es konnten die Reflexe zu Ti (blau) und SiC (grün) zugeordnet werden. Nur bei 2θ ca. 29 ° ist ein Reflex zu sehen, der nicht erklärt werden konnte. In Abbildung 174 ist ein Röntgendiffraktogramm der bei 1100 °C für 1 h wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe zu sehen. Die aufgetretenen Reflexe konnten alle zu Ti (blau) und TiC (grün) zugeordnet werden. Bei 2θ ca. 94 ° ist ein großer Reflex zu erkennen, der vom Si-Wafer stammt, der als Substrat für die Probe verwendet wurde. Interessant ist, dass keine Titansilizide im XRD gefunden werden konnten. Möglicherweise sind diese fadenförmigen Ausscheidungen zu fein, um sie messen zu können.

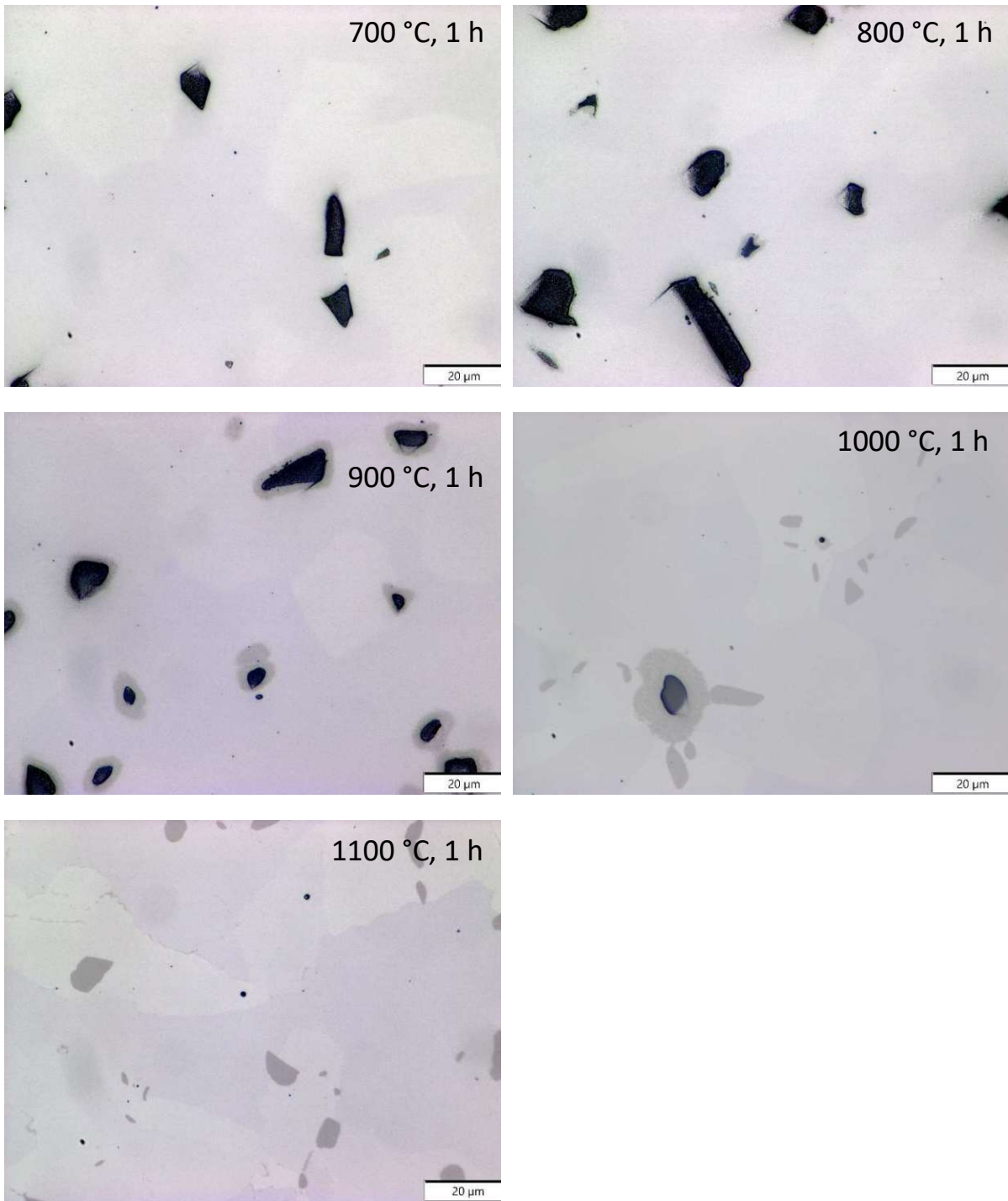


Abbildung 171: ungeätzte Schliffbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Proben bei 700, 800, 900, 1000 und 1100 °C für 1 h

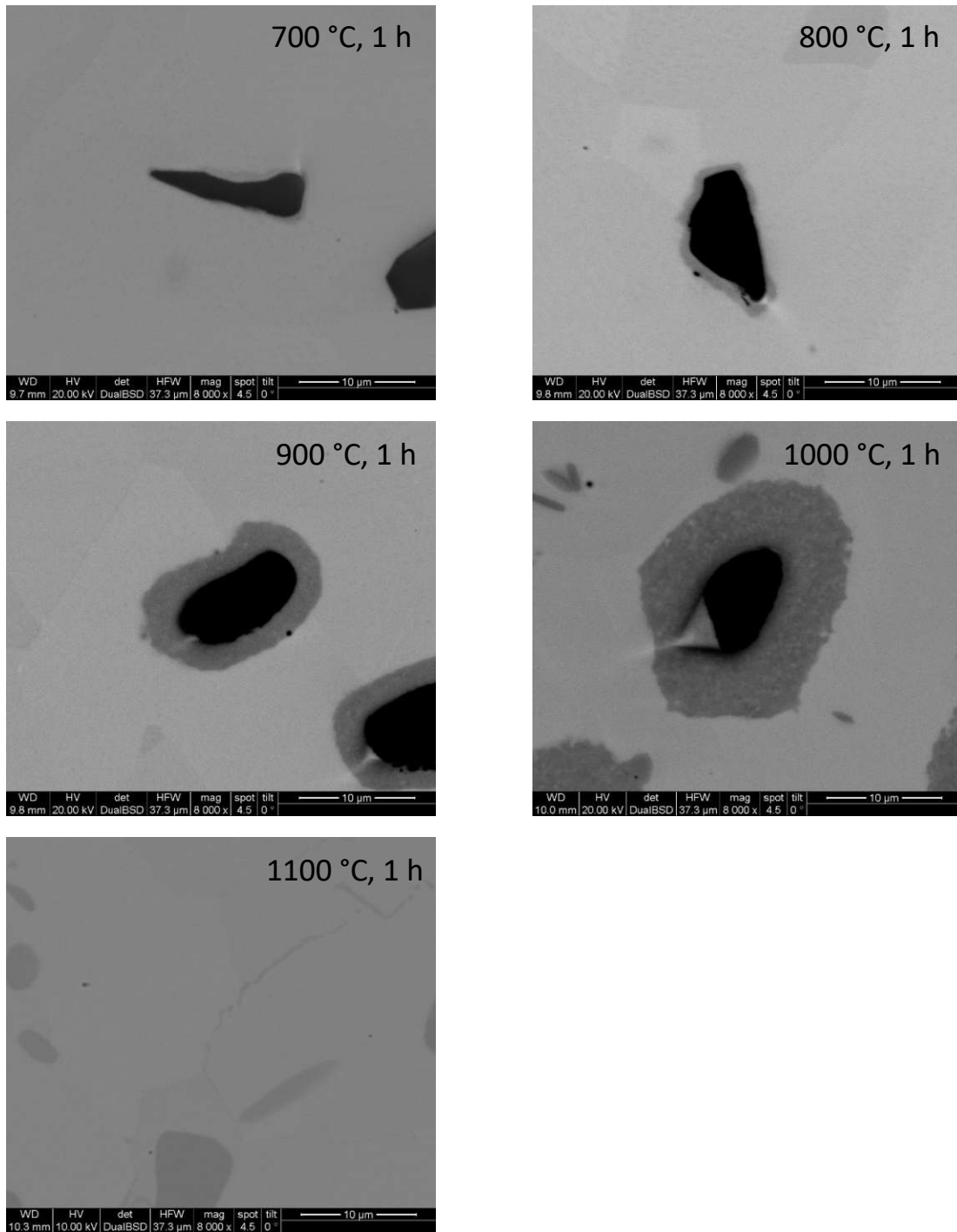


Abbildung 172: Rückstreuerelektronenbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Proben bei 700, 800, 900, 1000 und 1100 °C für 1 h

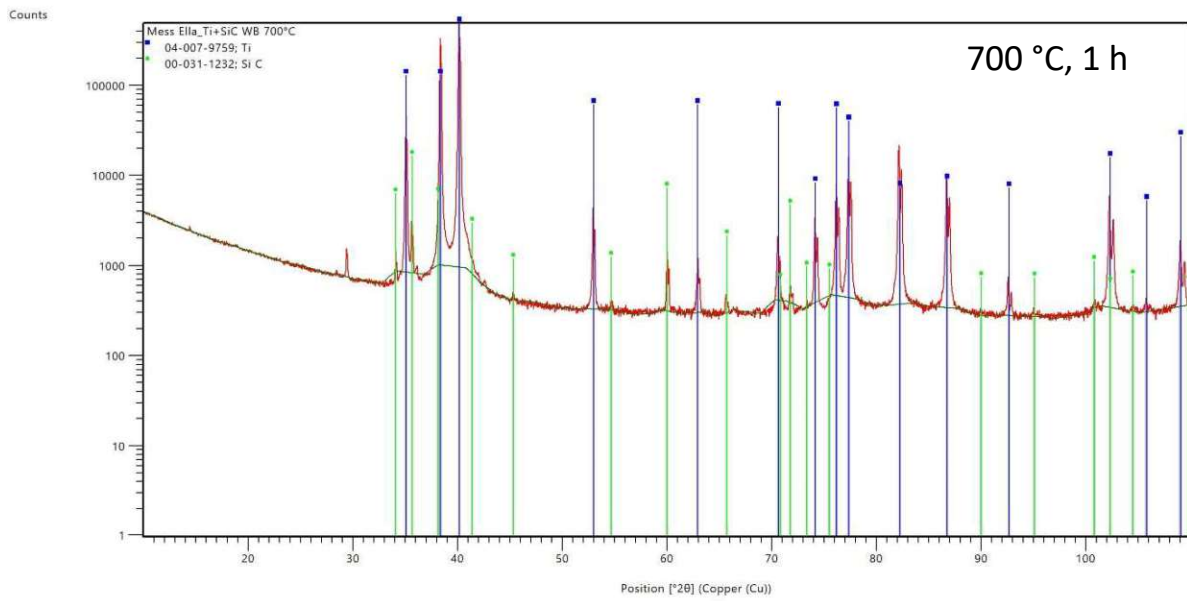


Abbildung 173: Röntgendiffraktogramm der wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe bei 700 °C für 1 h

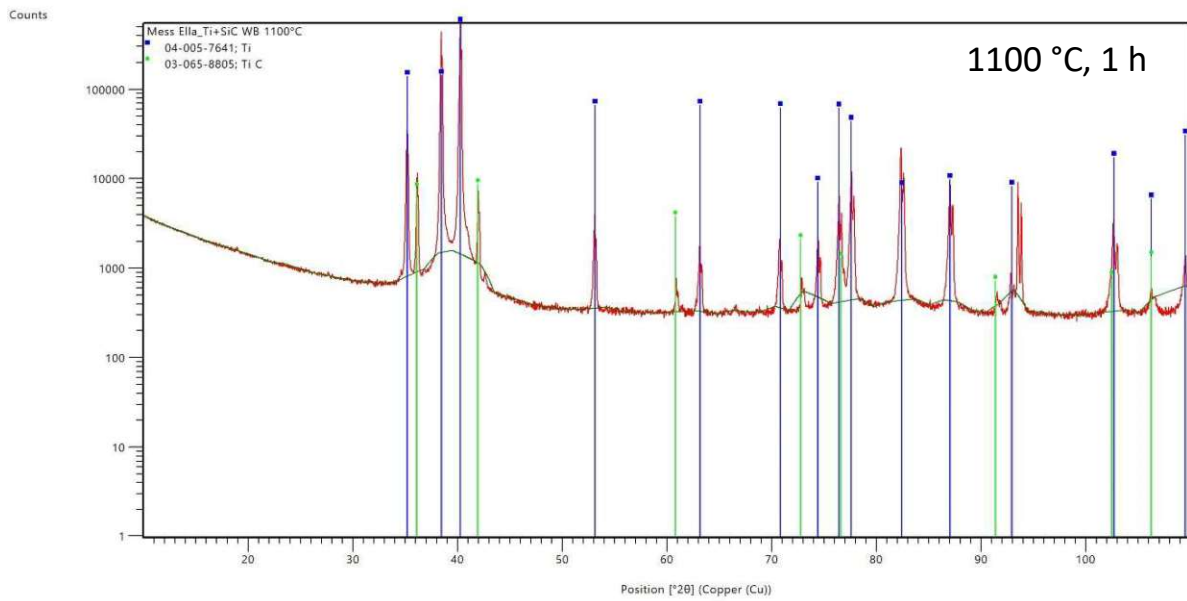


Abbildung 174: Röntgendiffraktogramm der wärmebehandelten Ti + 3 vol% SiC (F500 / 1000 °C) Probe bei 1100 °C für 1 h

5.2.7.2 Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C)

Abbildung 175 zeigt die ungeätzten Schliffbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol % B₄C (F500 / 950 °C) Proben im Lichtmikroskop. Bei 700 °C zeigt sich analog zur Probe mit SiC keine, beziehungsweise eine vernachlässigbar dünne Reaktionsschicht zwischen den B₄C Partikeln und der Titanmatrix. Bei steigender Wärmebehandlungstemperatur steigt auch die Dicke der Reaktionsschicht, bis bei 1100 °C für 1 h keine Originalpartikel mehr zu finden sind. Anzumerken ist, dass sich die Reaktionsschichten von Ti und B₄C in ihrem Aussehen grundsätzlich von den Reaktionsschichten zwischen Ti und SiC unterscheiden. Während beim SiC die Reaktionsschicht rundlich um die Partikel wächst, zeigt sich beim B₄C eine nadelige Struktur, die auf die Bildung von TiB Whisker zurückzuführen ist.

In Abbildung 176 sind die Rückstreuелеktronenbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol % B₄C (F500 / 950 °C) Proben zu sehen. Analog zu den Lichtmikroskopieaufnahmen ist die Dickenzunahme der Reaktionsschicht mit steigender Wärmebehandlungstemperatur gut zu verfolgen. Des Weiteren zeigt sich auch das nadelige Wachstum der TiB Whisker.

Die weitere Charakterisierung der Reaktionsprodukte wurde mittels Röntgendiffraktometrie durchgeführt. Abbildung 177 zeigt ein Röntgendiffraktogramm der bei 700 °C für 1 h wärmebehandelten Ti + 3 vol % B₄C (F500 / 950 °C) Probe. Alle Reflexe bis auf einen bei 2 θ ca. 29 ° konnten α -Ti (blau) zugeordnet werden. B₄C konnte nicht gefunden werden. Wahrscheinlich ist die geringe Dichte und die geringe Molmasse dafür verantwortlich, dass die 3 vol% nicht detektiert werden konnten. In Abbildung 178 ist ein Röntgendiffraktogramm der bei 1100 °C für 1 h wärmebehandelten Ti + 3 vol % B₄C (F500 / 950 °C) Probe dargestellt. Alle Reflexe konnten Ti (blau), TiB (braun) und TiC (türkis) zugeordnet werden.

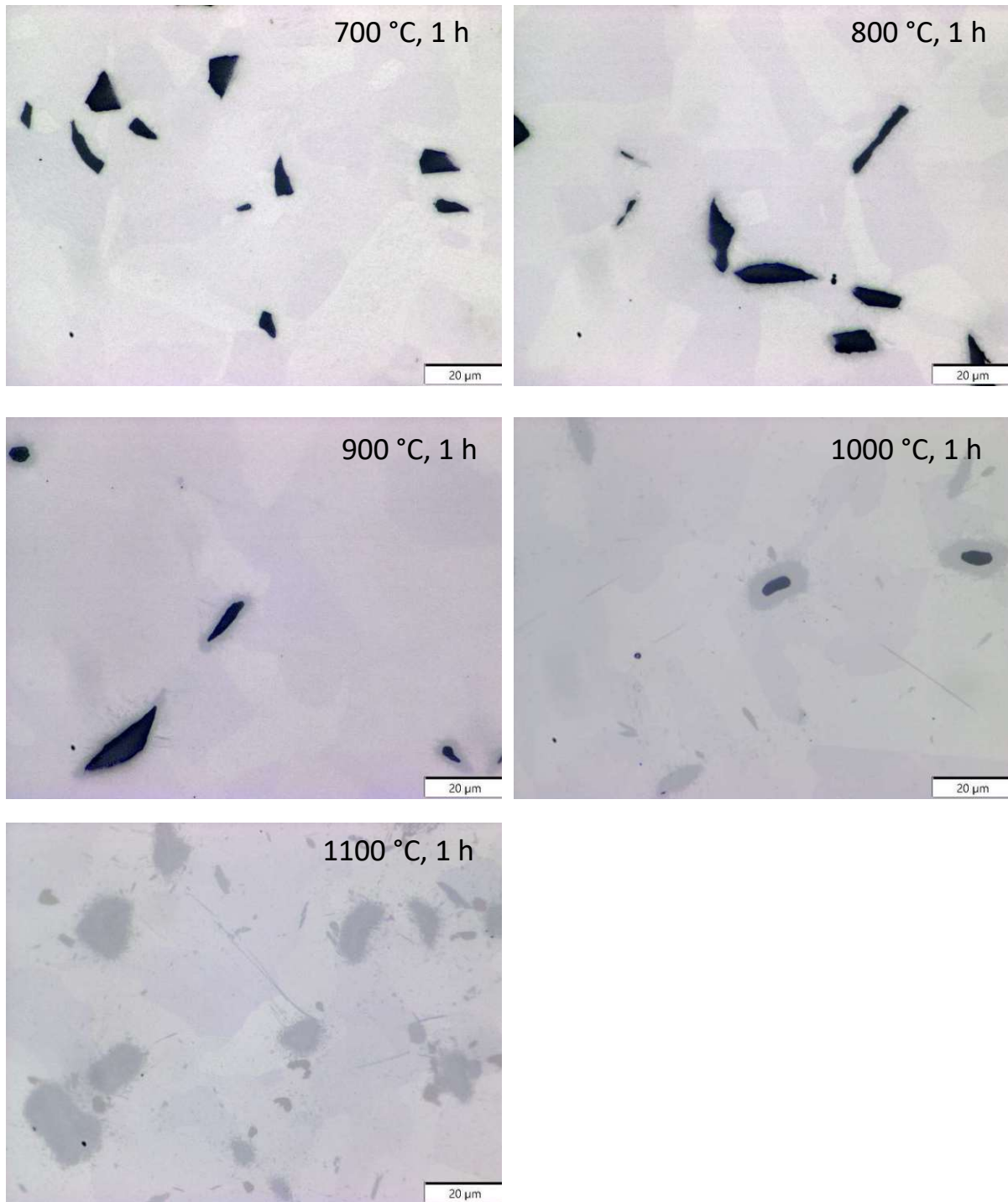


Abbildung 175: ungeätzte Schlifffbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Proben bei 700, 800, 900, 1000 und 1100 °C für 1 h

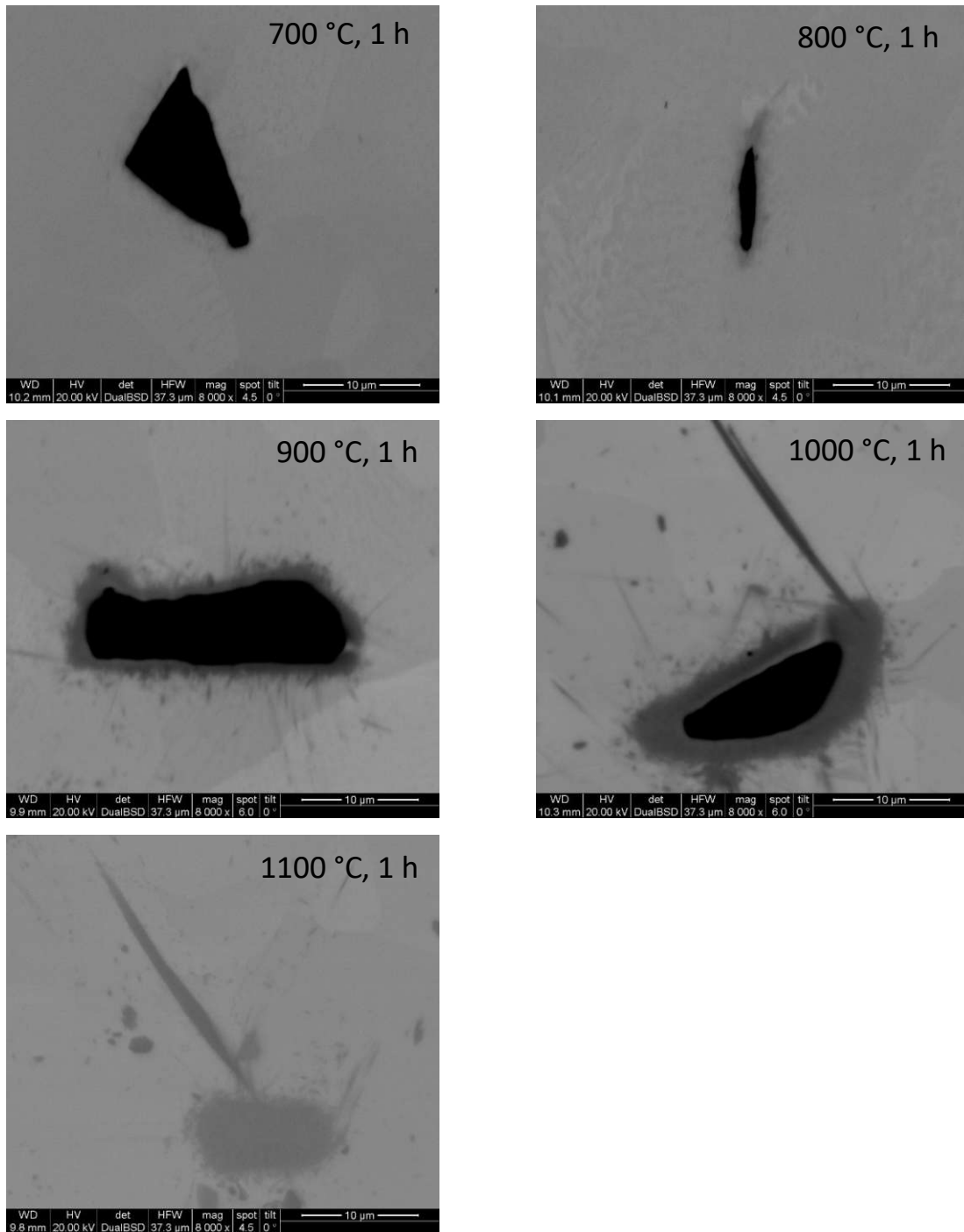


Abbildung 176: Rückstreuelektronenbilder der wärmebehandelten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 1000 °C) Proben 700, 800, 900, 1000 und 1100 °C für 1 h

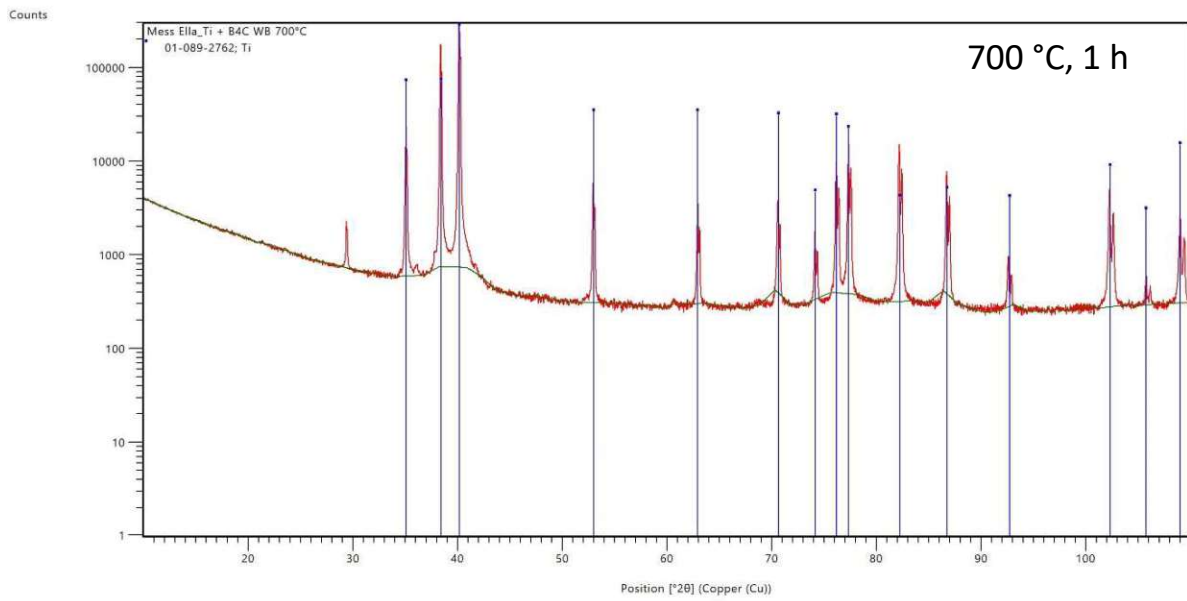


Abbildung 177: Röntgendiffraktogramm der wärmebehandelten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe bei 700 °C für 1 h

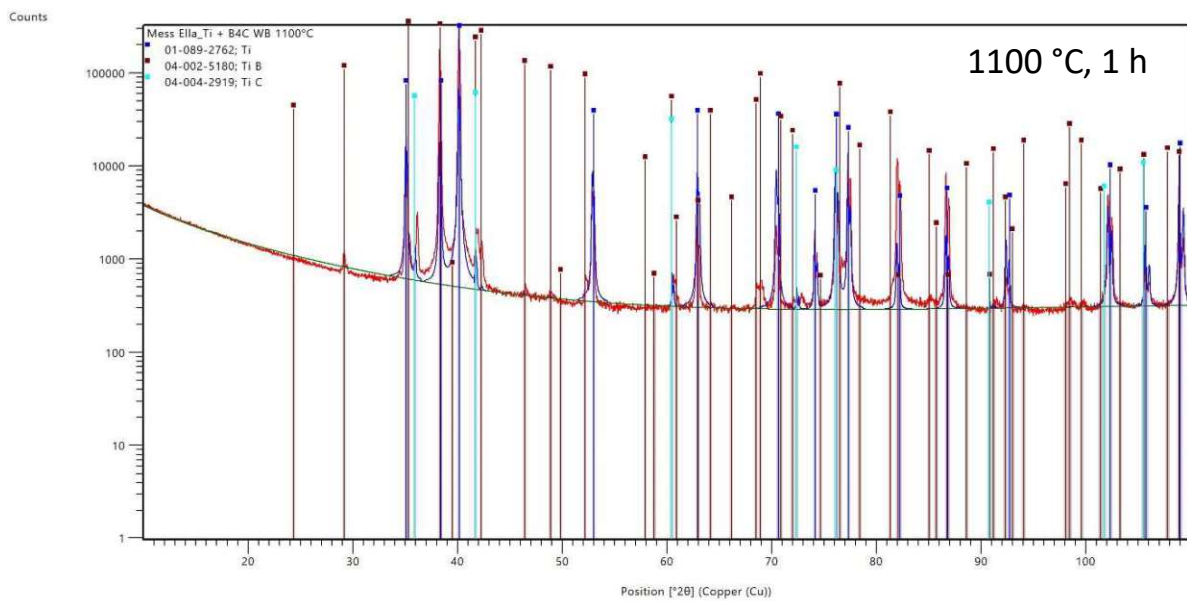


Abbildung 178: Röntgendiffraktogramm der wärmebehandelten Ti + 3 vol% B₄C (F500 / 950 °C) Probe bei 1100 °C für 1 h

Um eine Abschätzung für die Dickenzunahme der Reaktionsschichten bei steigender Wärmebehandlungstemperatur zu bekommen, wurden bei jeder wärmebehandelten Probe an 10 verschiedenen Stellen die Schichtdicken am Lichtmikroskop ausgemessen. Die erhaltenen Werte sind in Abbildung 179 veranschaulicht. Bei 700 °C wurde nichts eingetragen, da am Lichtmikroskop keine Reaktionsschicht erkennbar war und bei 1100 °C konnte keine Schichtdicke mehr angegeben werden, da alle Partikel zur Gänze abreagiert waren. Es kann auch in dieser Grafik deutlich die Zunahme der Reaktionsschicht bei steigender Wärmebehandlungstemperatur erkannt werden. Außerdem gibt es keinen signifikanten Unterschied der Reaktivität zwischen SiC und B₄C.

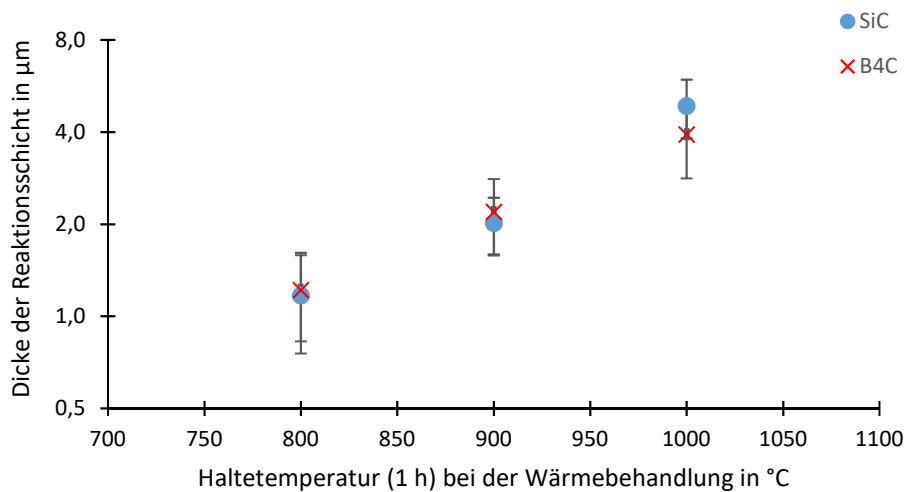


Abbildung 179: logarithmische Auftragung der Dicken der Reaktionsschichten in μm in Abhängigkeit der Temperatur der Wärmebehandlung in $^{\circ}\text{C}$

6 Fazit und Ausblick

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass bei den am Rinnenofen hergestellten Proben sehr häufig Stängelkristallwachstum aufgetreten ist und meistens sehr grobes Korn erhalten wurde. Die vielversprechendsten Kandidaten zur Verhinderung oder teilweisen Unterdrückung der Stängelkristalle waren Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y und Ti-7Al-1,5B. Anzumerken ist bei der Ti-7Al-1,5B Probe, dass sich ein großer Teil des B gar nicht gelöst und in der Matrix verteilt hat. Demzufolge liegt die Vermutung nahe, dass der Borgehalt noch reduziert werden könnte, um trotzdem noch einen ähnlichen Kornfeinungseffekt beobachten zu können.

Bei den wärmebehandelten Proben aus dem Rinnenofen konnte bei manchen, wie zum Beispiel Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu, Ti-5,7Al-3,8V-5Co oder Ti-4Al-2Fe-3Cu eine drastische Änderung im Gefüge beobachtet werden (Bildung des Eutektoids). Gleichzeitig war aber auch ersichtlich, dass die großen Stängelkristalle dadurch nicht eliminiert werden konnten.

Die Härtemessungen zeigten bei vielen der Legierungen im as cast Zustand ähnliche Härtewerte wie bei der state of the art Legierung Ti-6Al-4V. Zusätzlich konnte eine große Härtesteigerung durch den Cu-Zusatz und eine leichte Härteverringerng durch einen hohen V-Zusatz beobachtet werden. Nach den Wärmebehandlungen blieb bei vielen Legierungen die Härte unverändert. Es wurden jedoch auch Härtesteigerungen, wie beispielsweise bei Ti-5,7Al-3,8V-5Co und Härteverringerngungen, wie zum Beispiel bei Ti-5,61Al-3,74V-6,5Cu beobachtet.

Bei den stranggepressten Proben wurden ausschließlich dichte Werkstoffe hergestellt. Außerdem konnten die Verstärkungspartikel homogen in der Matrix verteilt werden. Nur bei der Partikelverstärkung mit YSZ wurden große Agglomerate beobachtet, die nicht aufgebrochen werden konnten. Grundsätzlich konnte sowohl eine Härtesteigerung als auch eine E-Modulsteigerung bei den partikelverstärkten Proben beobachtet werden. Das deckt sich mit den im Vorhinein angestellten theoretischen Überlegungen. Anzumerken ist, dass durch den schnellen Herstellungsprozess des Strangpressens zu erwartende Reaktionen zwischen Matrix und den Partikeln sehr gut unterdrückt werden konnten. Lediglich bei sehr feinen Partikelverstärkungen, wie mit B₄C (F2000), wurde eine ausgeprägte Reaktion beobachtet. Zusätzlich zu den partikelverstärkten Proben konnte anhand von Ti-6,5Cu

bewiesen werden, dass auch Legierungen durch das Strangpressen von Elementarpulvern hergestellt werden können.

Bei den Untersuchungen zur Reaktivität der Partikel mit der Titanmatrix zeigte sich, dass bei erhöhten Temperaturen eine starke Reaktion zwischen Ti und SiC beziehungsweise B₄C auftritt. Daher ist auch anzuzweifeln, ob die Partikel bei einem möglichen 3D-Druck erhalten bleiben können. Nichtsdestotrotz ist aber anhand der Ergebnisse der Ti + 3 vol% B₄C (F2000 / 1000 °C) Probe ersichtlich, dass ein hoher E-Modul erzielt werden kann, selbst wenn eine ausgeprägte Reaktion auftritt.

Für weitere Forschungsarbeiten haben sich in dieser Arbeit auch noch viele Fragen aufgetan. Da sich Ti-5,94Al-3,96V-0,60Zr-0,40Y und Ti-7Al-1,5B als vielversprechende Systeme herauskristallisiert haben, wäre es interessant größere Mengen dieser Legierungen herzustellen. Dadurch könnten auch andere mechanische Kennwerte als die Härte, wie zum Beispiel der E-Modul und die Bruchdehnung bestimmen werden.

Bei den stranggepressten Werkstoffen sind andere mechanische Eigenschaften ebenfalls interessant. Dementsprechend sollten aus den Strängen Zugversuchsproben herausgearbeitet und anschließend die Bruchdehnung und der E-Modul gemessen werden. Außerdem können dann die verschiedenen E-Moduli aus dem Zugversuch und aus der Messung mittels Ultraschall verglichen werden. Um die Grenzen der Partikelverstärkung von Titan mittels Pulverstrangpressen auszutesten, wäre auch noch eine Erhöhung des Partikelanteils sinnvoll.

In Hinblick auf die Anwendung der Werkstoffe in der drahtbasierten additiven Fertigung muss auch untersucht werden, ob sich ein Filament aus den vielversprechendsten Materialien herstellen lässt und ob dieses dann auch für den 3D-Druck geeignet ist.

Zu guter Letzt zeigte sich, dass sich zumindest bei der Legierung Ti-6,5Cu das Strangpressen von Pulvern sehr gut zur Herstellung eignet. In weiterer Folge wäre auch noch interessant, ob sich auch andere Legierungen in dieser Art herstellen lassen und eine homogene Verteilung der Elemente gewährleistet ist.

7 Literaturverzeichnis

- (1) *Aerospace Materials and Material Technologies*; Springer Nature: Singapore, 2017; Vol. 1: Aerospace Materials. pp. 594.
- (2) Titanium and Titanium Alloys. In *Titanium and Titanium Alloys*; Peters, M., Leyens, C., Eds.; WILEY-VCH: Weinheim, 2003.
- (3) Liu, Z.; He, B.; Lyu, T.; Zou, Y. A Review on Additive Manufacturing of Titanium Alloys for Aerospace Applications: Directed Energy Deposition and Beyond Ti-6Al-4V. *JOM* **2021**, *73*, 1804-1818.
- (4) Pramanik, A. Problems and solutions in machining of titanium alloys. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* **2014**, *70*, 919-928.
- (5) Dutta, B.; Froes, F. H. The Additive Manufacturing (AM) of titanium alloys. *Metal Powder Report* **2017**, *72*, 96-106.
- (6) Veiga, C.; Davim, J.; Loureiro, A. Properties and applications of titanium alloys: a brief review. *Rev. Adv. Mater. Sci* **2012**, *32*, 133-148.
- (7) Herzog, D.; Seyda, V.; Wycisk, E.; Emmelmann, C. Additive manufacturing of metals. *Acta Materialia* **2016**, *117*, 371-392.
- (8) Williams, S. W.; Martina, F.; Addison, A. C.; Ding, J.; Pardal, G.; Colegrove, P. Wire + Arc Additive Manufacturing. *Materials Science and Technology* **2016**, *32*, 641-647.
- (9) McAndrew, A. R.; Alvarez Rosales, M.; Colegrove, P. A.; Hönnige, J. R.; Ho, A.; Fayolle, R.; Eytayo, K.; Stan, I.; Sukrongpang, P.; Crochemore, A.; Pinter, Z. Interpass rolling of Ti-6Al-4V wire + arc additively manufactured features for microstructural refinement. *Additive Manufacturing* **2018**, *21*, 340-349.
- (10) Hofer, K.; Mayr, P. In *Tilte2018*; Trans Tech Publ.
- (11) Ren, H. S.; Liu, D.; Tang, H. B.; Tian, X. J.; Zhu, Y. Y.; Wang, H. M. Microstructure and mechanical properties of a graded structural material. *Materials Science and Engineering: A* **2014**, *611*, 362-369.
- (12) Zhang, D.; Qiu, D.; Gibson, M. A.; Zheng, Y.; Fraser, H. L.; StJohn, D. H.; Easton, M. A. Additive manufacturing of ultrafine-grained high-strength titanium alloys. *Nature* **2019**, *576*, 91-95.
- (13) Wang, T.; Zhu, Y. Y.; Zhang, S. Q.; Tang, H. B.; Wang, H. M. Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing. *Journal of Alloys and Compounds* **2015**, *632*, 505-513.
- (14) Titanium Alloys.
<https://www.timet.com/assets/local/documents/technicalmanuals/TiAlloys.pdf> (accessed 04.05. 2022).

- (15) Choi, G.; Choi, W. S.; Han, J.; Choi, P.-P. Additive manufacturing of titanium-base alloys with equiaxed microstructures using powder blends. *Additive Manufacturing* **2020**, *36*, 101467.
- (16) Zhang, D.; Qiu, D.; Gibson, M. A.; Zheng, Y.; Fraser, H. L.; Prasad, A.; StJohn, D. H.; Easton, M. A. Refining prior- β grains of Ti-6Al-4V alloy through yttrium addition. *Journal of Alloys and Compounds* **2020**, *841*.
- (17) Bermingham, M. J.; Kent, D.; Zhan, H.; StJohn, D. H.; Dargusch, M. S. Controlling the microstructure and properties of wire arc additive manufactured Ti-6Al-4V with trace boron additions. *Acta Materialia* **2015**, *91*, 289-303.
- (18) Mortensen, A.; Llorca, J. Metal Matrix Composites. *Annual Review of Materials Research* **2010**, *40*, 243-270.
- (19) Zahl, D. B.; Schmauder, S.; McMeeking, R. M. Klastic Behaviour of Discontinuously Reinforced Composites. *International Journal of Materials Research* **1993**, *84*, 802-805.
- (20) Poletti, M.; Holtl, G. Mechanical properties of particle reinforced titanium and titanium alloys. *Kovove Materialy-metallic Materials - KOVOVE MATER-METAL MATER* **2010**, *48*, 87-96.
- (21) Hayat, M. D.; Singh, H.; He, Z.; Cao, P. Titanium metal matrix composites: An overview. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing* **2019**, *121*, 418-438.
- (22) Poletti, C.; Balog, M.; Schubert, T.; Liedtke, V.; Edtmaier, C. Production of titanium matrix composites reinforced with SiC particles. *Composites Science and Technology* **2008**, *68*, 2171-2177.
- (23) Bauser, M.; Siegert, K.: *Extrusion*; ASM international, 2006.
- (24) Groover, M. P.: *Fundamentals of modern manufacturing: materials, processes, and systems*; John Wiley & Sons, 2020.
- (25) Ariza Galván, E.; Montealegre-Meléndez, I.; Arévalo, C.; Perez-Soriano, E.; Neubauer, E.; Kitzmantel, M.: *Plasma Metal Deposition for Metallic Materials*. 2021.
- (26) Elastic Modulus Measurement. <https://www.olympus-ims.com/en/applications/elastic-modulus-measurement/> (accessed 24.05. 2022).
- (27) Han, G.; Park, H.-K.; Kim, H.-K.; Jun, T.-S. Yttrium segregation induced grain growth inhibition during recrystallisation in binary titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A* **2020**, *779*.
- (28) Soundararajan, S. R.; Vishnu, J.; Manivasagam, G.; Muktinutalapati, N. R.: Processing of beta titanium alloys for aerospace and biomedical applications. In *Titanium Alloys-Novel Aspects of Their Manufacturing and Processing*; IntechOpen, 2018.
- (29) Najafzadeh, M.; Zhang, D.; Maldar, A.; Bozorg, M.; Liang, J. Microstructure and Mechanical Properties of a High-Strength Ti-4Al-2Fe-3Cu Alloy Fabricated by Sintering and Hot Extrusion. *Metallurgical and Materials Transactions A* **2022**, *53*, 1955-1968.

- (30) Devaraj, A.; Joshi, V. V.; Srivastava, A.; Manandhar, S.; Moxson, V.; Duz, V. A.; Lavender, C. A low-cost hierarchical nanostructured beta-titanium alloy with high strength. *Nature Communications* **2016**, *7*, 11176.
- (31) Brown, A. R. G.: *High Modulus Titanium Alloys Based on the Titanium-boron System*; Royal Aircraft Establishment, 1961.
- (32) Rüdinger, K. Moderne Werkstoffe–Auswahl–Prüfung–Anwendung. Übersichten über Sondergebiete der Werkstofftechnik für Studium und Praxis. Titan und Titanlegierungen (Fortsetzung von Heft 5/78). *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* **1978**, *9*, 214-218.
- (33) <https://www.matweb.com/search/datasheet.aspx?matguid=4e3988dd9adb4d1ca37a1b2cbab87d9a&n=1&ckck=1> (accessed 27.07. 2022).
- (34) Rosenkranz, R.; Frommeyer, G.; Smarsly, W.: Microstructures and properties of high melting point intermetallic Ti₅Si₃ and Ti₅Si₂ compounds. In *High Temperature Aluminides and Intermetallics*; Whang, S. H., Pope, D. P., Liu, C. T., Eds.; Elsevier: Oxford, 1992; pp 288-294.
- (35) Li, J.; Jiang, D.; Tan, S. Microstructure and mechanical properties of in situ produced SiC/TiSi₂ nanocomposites. *Journal of the European Ceramic Society* **2000**, *20*, 227-233.
- (36) Alman, D. E.; Hawk, J. A. The abrasive wear of sintered titanium matrix–ceramic particle reinforced composites. *Wear* **1999**, *225-229*, 629-639.
- (37) Weast, R. C.: *CRC Handbook of Chemistry and Physics*; 67th ed.; CRC Press, Inc.: Boca Raton, Florida, 1986.
- (38) https://www.tf.uni-kiel.de/matwis/amat/mw1_ge/kap_7/illustr/t7_1_2.html (accessed 27.07. 2022).
- (39) Saito, T. The automotive application of discontinuously reinforced TiB-Ti composites. *JOM* **2004**, *56*, 33-36.