



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

VIENNA
UNIVERSITY OF
TECHNOLOGY

Diplomarbeit

Mechanische Kennwerte von teilchenverstärkten Ti-Legierungen im Vergleich zum Matrixwerkstoff

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines
Diplomingenieurs
unter der Leitung von

Dipl.Ing.Dr.techn. Maria Cecilia Poletti
und
o.Univ.Prof.Dipl.Ing.Dr.techn. Hans Peter Degischer

E308

Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologie

eingereicht an der Technischen Universität Wien

Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Georg HÖLTL
9825896
Wolfsbiegel 17
2560 HERNSTEIN

WIEN, am 14.02.2008

.....
Georg HÖLTL

Vorwort:

Mit dieser Arbeit endet mein Grundstudium des Maschinenbaus. Ein Anlaß Danke zu sagen.

Ich möchte mich an dieser Stelle ganz herzlich bei meinen Eltern und Großeltern bedanken, die mich während meiner gesamten Ausbildung moralisch und finanziell unterstützt haben. Weiters möchte ich mich bei meinen Geschwistern, Freunden und allen anderen Verwandten bedanken, die auch in schwierigen Situationen immer ein offenes Ohr hatten und mir mit Rat und Tat zur Seite standen.

Ein großes Dankeschön gilt auch dem gesamten Institut für Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnologie und hier im Besonderen Cecilia Poletti, Prof. Degischer, Fernando Warchomicka, Heidi Knoblich und Christian Zaruba, die mich bei dieser Arbeit stets unterstützten.

Kurzfassung:

Um eine Verbesserung von mechanischen Eigenschaften von Titanlegierungen zu erreichen, werden diese teilchenverstärkt. Die teilchenverstärkten Legierungen (Metal Matrix Composites oder MMCs), in dieser Arbeit, werden vor allem über den pulvermetallurgischen Weg hergestellt und mit verschiedenen keramischen Komponenten wie TiB-, TiC- oder SiC-Teilchen kombiniert. Ihre Eigenschaften können im Gegensatz zu herkömmlichen Gusslegierungen ganz spezifisch auf ein Ziel eingestellt werden.

In der Arbeit werden über Härtemessungen, Druckversuche und dynamische 3-Punkt-Biegeversuche die mechanischen Eigenschaften von verschiedenen MMCs bestimmt und mit dem jeweiligen Matrixwerkstoff verglichen. Es wurden sowohl kommerziell erhältliche als auch Prototypenwerkstoffe mit unterschiedlichen Partikelanteilen untersucht. Über metallographische Beobachtungen, die sowohl vor als auch nach den einzelnen Tests durchgeführt wurden, soll ein Zusammenhang zwischen mechanischen Eigenschaften, Schädigung und Gefüge gefunden werden. Weiters werden Vergleiche von modelltheoretischen Werten zu den gemessenen Werten gezogen, um verschiedene Eigenschaften schon im Vorhinein abschätzen zu können.

Vor- und Nachteile von teilchenverstärkten Titanlegierungen, auch im Hinblick auf deren Herstellung, sollen gezeigt werden. Die mechanischen Kennwerte liefern die Entscheidungsgrundlage für das Potential der MMCs und ermöglichen so einen Ausblick auf deren Anwendungsmöglichkeiten.

Abstract:

Particle reinforcement is used to improve the mechanical properties of titanium alloys. These particle reinforced alloys used in this work, also called Metal Matrix Composites or MMC's which are produced by powder metallurgy. The alloys are reinforced with different types of ceramic components such as TiB-, TiC- or SiC-particles. Compared to standard titanium alloys their properties can be modified specifically to their field of application.

The aim of this work is to compare the mechanical properties of MMC's to that of matrix by hardness tests, compression tests and dynamic 3-point-bending tests. Commercially available alloys and prototype alloys with different particle contents were tested. Metallography was applied before and after compression tests to set up a correlation between mechanical properties, damage behaviour and microstructure. Some semi-empirical models were employed to help forecasting the mechanical properties.

The work tries to provide a list of advantages and disadvantages of MMC's and their production route; the mechanical properties are the basis to make a choice regarding the future potential of MMC's and their field of application.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
1.1	Die Anfänge	4
1.2	Verbrauch und Produktion von Titan	4
1.3	Heutige Anwendungen und Vergleich	5
1.3.1	Kostenvergleich	5
1.3.2	Moderne Anwendungen	5
1.4	Einteilung	8
1.4.1	Dichtevergleich	8
1.4.2	Vergleich der spezifischen E-Moduli	8
2	Stand der Technik	15
2.1	Titanerzeugung	15
2.1.1	Kroll Prozeß	15
2.1.2	Umschmelzprozeß	17
2.2	Pulvermetallurgie	17
2.2.1	Metallpulver	18
2.2.2	Verstärkungselemente	18
2.3	Verbundwerkstoffe	20
2.3.1	Einteilung der Verbundwerkstoffe	21
2.3.2	Einteilung der metallischen Verbundwerkstoffe (MMC)	21
2.3.3	Verstärkungsmechanismen	22
2.3.4	PM-TiMCs im Einsatz	26
2.4	Ziele der Arbeit	26
3	Materialübersicht	27
3.1	Matrixwerkstoffe	27
3.2	Verstärkungsteilchen	27
3.3	Untersuchte Werkstoffe	27
4	Versuchsdurchführung	29
4.1	Metallographie	29
4.2	Härtemessung	30
4.2.1	Makrohärteprüfung	30
4.2.2	Mikrohärteprüfung	31
4.3	Druckversuche	31
4.3.1	Druckversuche bei Raumtemperatur	32
4.3.2	Druckversuche bei 300°C - 350°C	38
4.4	Dynamischer 3-Punkt-Biegeversuch	38

5	Resultate	41
5.1	Metallographie	41
5.1.1	Ti-Werkstoffe	42
5.1.2	Ti64 Werkstoffe	44
5.1.3	Ti662 Werkstoffe	47
5.2	Härtemessung	50
5.2.1	Makrohärtemessung	50
5.2.2	Mikrohärtemessung	53
5.3	Druckversuche	56
5.3.1	Druckversuche bei Raumtemperatur	56
5.3.2	Druckversuche bei 300°C	59
5.3.3	Druckversuche bei 350°C	60
5.4	Dynamischer 3-Punkt-Biegeversuche	62
6	Ergebnisdiskussion	63
6.1	Metallographische Beobachtungen	63
6.1.1	Ti-Werkstoffe	63
6.1.2	Ti64-Werkstoffe	63
6.1.3	Ti662-Werkstoffe	64
6.2	Verfestigung und Entfestigung	64
6.2.1	Mikro- und Makrohärtemessungen	64
6.2.2	Verfestigungsexponent n	65
6.3	Vergleich der E-Modul Werte	66
6.3.1	E-Modul Steigerung	66
6.3.2	Experimentelle E-Moduli im Vergleich zu den Modellen	66
7	Schlussfolgerungen	71
7.1	Interpretation der Ergebnisse	71
7.1.1	Herstellung	71
7.1.2	Härtemessungen	71
7.1.3	Druckversuche	71
7.1.4	Dynamischer 3-Punkt-Biegeversuch	72
7.2	Unsicherheiten	72
7.3	Offene Fragen	72
	Literaturverzeichnis	74

Tabellenverzeichnis

1.1	Preisvergleich einiger Metalle	5
1.2	Zusammensetzung und Normenvergleich	14
2.1	Keramische Metallverstärkungskomponenten	20
2.2	Mechanische Eigenschaften unterschiedlicher Verstärkungen	20
3.1	Übersicht der Matrixwerkstoffe	27
3.2	Übersicht der untersuchten Werkstoffe	28
4.1	Schritte des Poliervorgang	29
5.1	Mittelw. und Standardabw. der Ti-Werkstoff-Makrohärtemessungen	50
5.2	Mittelw. und Standardabw. der Ti64-Werkstoff-Makrohärtemessungen	51
5.3	Mittelw. und Standardabw. der Ti662-Werkstoff-Makrohärtemessungen	52
5.4	Mittelw. und Standardabw. der Ti-Werkstoff-Mikrohärtemessungen	53
5.5	Mittelw. und Standardabw. der Ti64-Werkstoff-Mikrohärtemessungen	54
5.6	Mittelw. und Standardabw. der Ti662-Werkstoff-Mikrohärtemessungen	55
5.7	Mechanische Kennwerte bei Raumtemperatur	56
5.8	Mechanische Kennwerte bei 300°C	59
5.9	Mechanische Kennwerte bei 350°C	60
6.1	E-Moduli der Keramiken bei Raumtemperatur	67

Abbildungsverzeichnis

1.1	Metallverbrauch weltweit	5
1.2	Titanverbrauch nach Industriezweigen	6
1.3	Fan-Stufen eines <i>Rolls-Royce Trent</i> Triebwerkes aus Ti-6Al-4V	6
1.4	Motorcomponenten aus Titan	7
1.5	Implantate aus Titanlegierungen	8
1.6	Dichtevergleich einiger Metalle	9
1.7	Spezifischer E-Modul (Ashby Diagramm) für Magnesium-, Aluminium-, Stahl- und Titanlegierungen	10
1.8	Legierungselemente	11
1.9	Geometrie für α - und β -Phase	11
1.10	Einteilung Binärer Titanlegierungen	12
1.11	Einfluß der Alpha- / Betastabilisatoren auf die Legierungen	13
2.1	Erweiterter Kroll-Prozeß zur Herstellung des Titanschwammes	16
2.2	Titanschwamm	16
2.3	Funktionsprinzip eines Vakuumlichtbogenofens	17
2.4	Prozessablauf bei der Herstellung von PM-MMCs	18
2.5	Prinzipskizze einer PIGA-Pulververdüsungsanlage	19
2.6	Unterschiedliche Verstärkungselemente	19
2.7	Größenverhältnisse und Partikelverteilung in PM-MMCs	21
2.8	Einteilung der Werkstoffkategorien	21
2.9	Einteilung der metallischen Verbundwerkstoffe	22
4.1	Universalhärteprüfer <i>Emcotest M1C 010</i>	30
4.2	Eindruck bei der Makrohärteprüfung einer Ti/SiC/15p/ECAP Probe	31
4.3	Eindruck bei der Mikrohärteprüfung an einer Ti662/TiC20p Probe	32
4.4	Probenform für die Druckversuche	32
4.5	Fertigungsrichtung der Proben	33
4.6	Verformungszonen an einer gestauchten Probe	33
4.7	Verformungszonen an einer Ti Grade2 Stauchprobe	34
4.8	<i>Zwick-Roell Z250</i> Universalprüfmaschine	34
4.9	Funktionsschema der <i>Zwick-Roell Z250 Universalprüfmaschine</i>	35
4.10	Korrekturkurve an der <i>Zwick-Roell Z250</i>	36
4.11	Vergleich der techn. und der wahren Spannung	37
4.12	Berechnung des Verfestigungsexponenten n	37
4.13	Prinzipskizze der <i>Gleeble 1500</i>	38
4.14	<i>TA Instruments DMA2980</i> zur Ermittlung der E-Moduli	39
4.15	Prinzipskizze des dynamischen 3-Punkt Biegeversuchs	40
5.1	Metallographische Aufnahmen gestauchter Proben	41

5.2	Lichtmikroskopie gleicher Vergrößerung der Ti-Werkstoffe(1)	42
5.2	Lichtmikroskopie gleicher Vergrößerung der Ti-Werkstoffe(2)	43
5.3	Metallographie der Ti64-Werkstoffe(1)	44
5.3	Metallographie der Ti64-Werkstoffe(2)	45
5.3	Metallographie der Ti64-Werkstoffe(3)	46
5.4	Metallographie der Ti662-Werkstoffe(1)	47
5.4	Metallographie der Ti662-Werkstoffe(2)	48
5.4	Metallographie der Ti662-Werkstoffe(3)	49
5.5	Makrohärte der Ti-Werkstoffe	50
5.6	Makrohärte der Ti64-Werkstoffe	51
5.7	Makrohärte der Ti662-Werkstoffe	52
5.8	Mikrohärte der Ti-Werkstoffe	53
5.9	Mikrohärte der Ti64-Werkstoffe	54
5.10	Mikrohärte der Ti662-Werkstoffe	55
5.11	Stauchkurve bei Raumtemperatur von Ti Grade2	57
5.12	Stauchkurve bei Raumtemperatur von Ti64-Werkstoffen	57
5.13	Stauchkurve bei Raumtemperatur von Ti662-Werkstoffen	58
5.14	Fließkurven bei bei 300°C	59
5.15	Fließkurve von Ti-Werkstoffen bei 350°C	60
5.16	Fließkurve von Ti64-Werkstoffen bei 350°C	61
5.17	Fließkurve von Ti662-Werkstoffen bei 350°C	61
5.18	Vergleich der E-Moduli von 25-350°C	62
6.1	Relatives σ -n-Diagramm bei Raumtemperatur bezüglich des jeweiligen Ingotwerkstoffes	65
6.2	Relatives σ -n-Diagramm bei 350°C bezüglich des jeweiligen Ingotwerkstoffes	66
6.3	Erhöhungspotential des E-Moduls bei Raumtemperatur gegenüber Ingotmaterial	67
6.4	Erhöhungspotential des E-Moduls bei 300°C gegenüber Ingotmaterial	68
6.5	Erhöhungspotential des E-Moduls bei 350°C gegenüber Ingotmaterial	68
6.6	Ti64/SiC/15p mit Poren, Partikel und nicht vollständig gesintertem Metallpulver	69
6.7	E-Modul in Abhängigkeit des SiC-Volumengehalts	69
6.8	E-Modul in Abhängigkeit des TiB-Volumengehalts	70
6.9	E-Modul in Abhängigkeit des TiC-Volumengehalts	70

Kapitel 1

Einleitung

1.1 Die Anfänge

Im Jahr 1791 entdeckte der in England lebende Geistliche und Amateurchemiker William Gregor ein neues Element im Titaneisenerz (Ilmenit). Im Jahr 1795 entdeckte es der Berliner Chemiker Martin Klaproth im Zuge der Untersuchungen an Rutil. Dieses neue bis dato noch unbekanntes Element wurde von ihm Titan benannt. Erst ungefähr 110 Jahre später gelang es Matthew H. Hunter dann das Element Titan vom Oxid zu isolieren. Der industrielle Einsatz wurde aber erst möglich durch den nach William Justin Kroll benannten Kroll-Prozess. Die ersten kommerziellen Legierungen wurden im Zuge des 2. Weltkrieges in den USA entwickelt, wie auch die bekannte und klassische Legierung Ti-6Al-4V. Heutzutage wird der Großteil von Titan nicht in metallischer Form sondern als Rutil (Titandioxid) verarbeitet, als weisses Pigment für Farben und Lacke. Als Konstruktionswerkstoff wird Titan heute vor allem als Leichtbauwerkstoff hoher Festigkeit und besonderer Korrosionsbeständigkeit in der chemische Industrie, Automobil- und Luftfahrttechnik, Medizintechnik und Sportartikelindustrie verwendet. Um die mechanischen Eigenschaften konventioneller Titanlegierungen auszuweiten legt die heutige Forschung ein besonderes Augenmerk auf die verstärkten Titanlegierungen, auch besser bekannt als TiMCs (Titan Matrix Composites). Diese bestehen aus einem Grund- bzw. Matrixmaterial, das mit verschiedenen Partikeln oder Fasern in verschiedenen Volumenanteilen durchsetzt ist. Hieraus ergeben sich beinahe unbegrenzte Möglichkeiten für die Werkstoffentwicklung - die MMCs können maßgeschneidert auf jede Anwendungen hinentwickelt werden. [10]

1.2 Verbrauch und Produktion von Titan

Metall und hier vor allem Stahl und Gusseisen sind schon seit langem beliebte Konstruktionswerkstoffe. Am Anfang des letzten Jahrhunderts, während der industriellen Revolution, bekam der klassische Stahl Konkurrenz. Neue und spezifischere Eigenschaften wurden gebraucht. Aluminium nahm sehr schnell die Rolle des klassischen Leichtbauwerkstoffes vor allem in Industriezweigen wie der Luftfahrt ein. Erst nach und nach kamen Magnesium, Kunststoffe und Titan zum Einsatz. Abb.1.1 zeigt den weltweiten Metallverbrauch der letzten 100 Jahre. [7],[11]

Erst im Zuge des 2. Weltkrieges mit der Entwicklung des Kroll-Prozesses konnte auch Titan industriell gewonnen und weiterverarbeitet werden. 1945 betrug die Jahresproduktion in etwa 10000 Jahrestonnen und entwickelte sich bis heute auf ungefähr 300000 Jahrestonnen. Im Vergleich hierzu ist der Stahlverbrauch heute über 1 Mrd. Jahrestonnen. In Zukunft ist bei allen

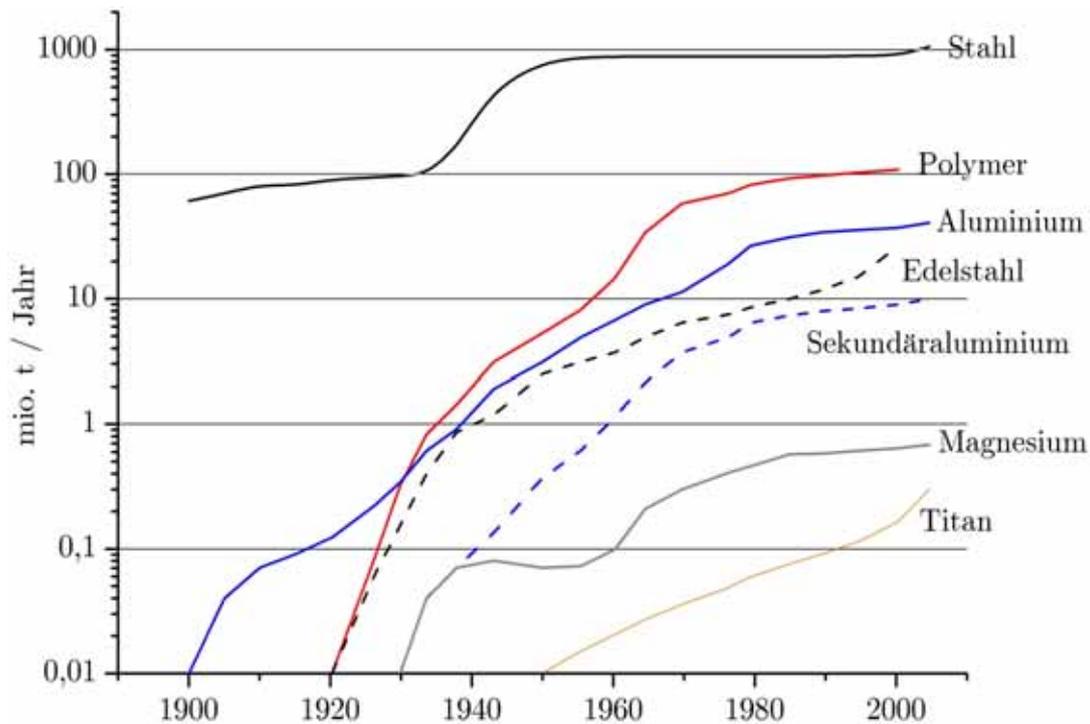


Abbildung 1.1 Metallverbrauch weltweit [7],[11]

metallischen Konstruktionswerkstoffen mit einem starken Verbrauchszuwachs zu rechnen, da vor allem große Schwellenländer wie Indien und China mit ihrem schnellen Wirtschaftswachstum eine riesige Nachfrage haben.

1.3 Heutige Anwendungen und Vergleich

1.3.1 Kostenvergleich

Der relativ geringe Titanjahresverbrauch erklärt sich in erster Linie durch die insgesamt sehr hohen Herstellungskosten. So ist bei Titan nicht nur die Rohgewinnung sondern auch die Weiterverarbeitung sehr aufwendig und damit kostenintensiv.

Rohblech	Preis [\$/to]
Aluminium 99,7%	3300
Stahl	860
Reintitan	ca.20000

Tabelle 1.1 Preisvergleich einiger Metalle [10], [11]

Tab.1.1 zeigt die durchschnittlichen Marktpreise des letzten Jahres für Rohbleche. Der Kostenunterschied von Stahl- zu Aluminiumblech beträgt ca.1:4, der von Stahl- zu Reintitanblech ca. 1:24.

1.3.2 Moderne Anwendungen

Titan wird heute in fast allen Industriezweigen eingesetzt wie Abb.1.2 illustriert, hauptsächlich jedoch aufgrund der hohen Kosten in der High-Tech Industrie.

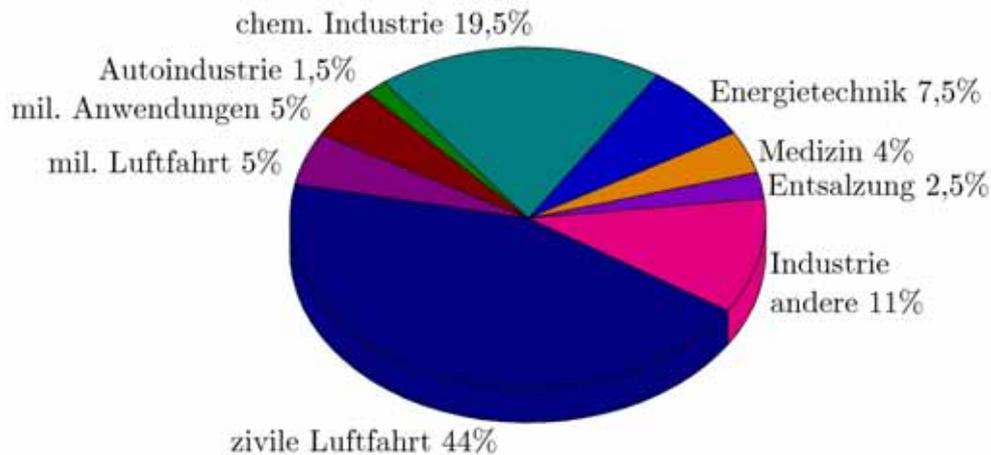


Abbildung 1.2 Titanverbrauch nach Industriezweigen [9]

1.3.2.1 Luftfahrtindustrie

Fast 50% der Produktion gehen dabei in die Luftfahrt. Die Raumfahrt ist hier ebenfalls schon enthalten, hat aber nur einen sehr kleinen Anteil. Hier spielen vor allem die Faktoren Gewichtsersparnis, Korrosions- und Temperaturbeständigkeit die Hauptrollen und Titan bietet hier meist den besten Kompromiss im Gegensatz zu Alu-, Magnesium-, Nickel- oder Eisenlegierungen.



Abbildung 1.3 Fan-Stufen eines *Rolls-Royce Trent* Triebwerkes aus Ti-6Al-4V [15]

Bei modernen Verkehrsflugzeugen bestehen in etwa 10% des Rumpfes und 40% des Triebwerkes (vgl. Abb. 1.3) aus Titanlegierungskomponenten. Auch große Teile des Hydraulikleitungssystem und der Fahrwerke werden aus Titan gefertigt. Aufgrund der geringen Nutzlast gilt in der Raumfahrt ähnliches. Schon von Anfang wurden hier konsequent sehr viele Titan-teile verbaut, aufgrund ihres Gewichtsvorteiles und ihrer gleichzeitig sehr guten Beständigkeit

gegenüber korrosiven Medien.

1.3.2.2 Automobilindustrie

Auch in der Automobilindustrie will man sich diese Eigenschaften zu Nutzen machen, allerdings findet Titan nur langsam den Einzug in die Großserienproduktion. Dies liegt vor allem an den hohen Kosten. Im Gegensatz hierzu wird es schon seit längerem in Sportwagen und Rennfahrzeugen eingesetzt. In Abb.1.4 sind Pleuel und Ventile aus verschiedensten Titanlegierungen, wegen der Massenreduzierung in der Größenordnung von 20% gegenüber Stahl, erfolgreich im Einsatz.

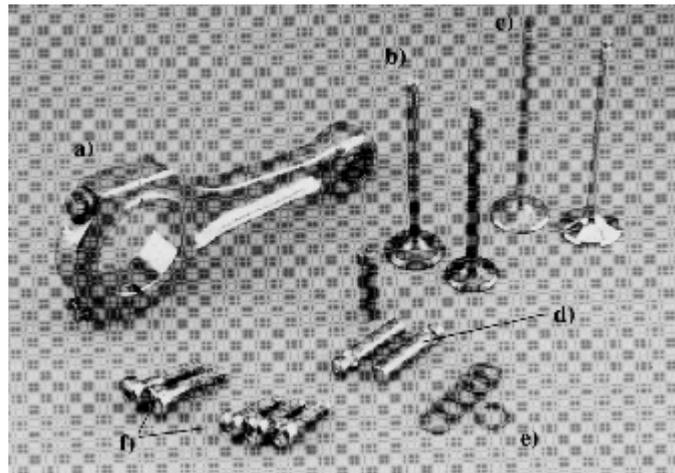


Abbildung 1.4 Motorkomponenten aus Titan: a) Pleuel aus Ti-Al6-V4 (*Ducati*³), b) Einlassventil aus Ti-Al6-V4 und Auslassventil aus einer TiB verstärkten Near- α -Legierung, c) Ventile aus einer γ -TiAl-Legierung, d) Bremsführungsbolzen aus Grade2 (*Mercedes-Benz*⁴), e) Dichtringe für Bremsleitungen aus Grade1 (*Volkswagen*), f) Felgenschrauben aus Ti-Al6-4V (*BBS*⁵ & *Ronal*⁶) [2]

*Volkswagen*¹ hat im Jahr 2000 zu ersten Mal größere Mengen Titan im Automobilbau eingesetzt als Material für die Hinterachsfedern des *Lupo FSI*. *Chevrolet*² erreichte bei der 2002 vorgestellten *Corvette Z06* einen Jahresverbrauch von ca. 160t. Der Großteil wurde in der Abgasanlage verbaut, bei der man sich vor allem aufgrund der verbesserten Korrosionsbeständigkeit eine höhere Lebensdauer erwartet. Alles in allem bleibt der Anteil an Titankomponenten aufgrund der hohen Material- und Fertigungskosten aber noch relativ gering.

1.3.2.3 Medizintechnik

In der Medizintechnik hingegen ist die Kostenfrage eher nachrangig. Gefragt sind in erster Linie Korrosionsbeständigkeit und Biokompatibilität, die sich aus der kompakten Titanoxid-schicht ergeben und Titanlegierungen somit ein biochemisch inertes Verhalten verschaffen. Hauptsächlich wird Titan für Implantate und OP-Werkzeuge verwendet. Abb.1.5 zeigt Teile von Hüft- und kieferorthopädischen Implantaten.

¹**Volkswagen AG**, www.volkswagen-ag.de

²**General Motors Corporation, Chevrolet**, www.chevrolet.com

³**Ducati**, www.ducati.com

⁴**Mercedes-Benz**, www.daimlerchrysler.com

⁵**BBS**, www.bbs.com

⁶**Ronal**, www.ronal.de

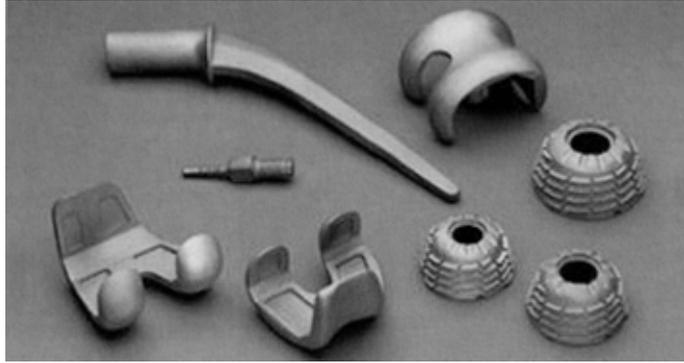


Abbildung 1.5 Implantate aus Titanlegierungen [2]

1.3.2.4 Andere Industriezweige

Titanlegierungen werden weiters sehr erfolgreich in der chemischen Industrie als Wärmetauscher, im Behälter- und Apparatebau sowie in der Offshoretechnik eingesetzt. Aufgrund ihrer ausgezeichneten Korrosionsbeständigkeit auch gegenüber vielen Säuren, haben sie sich gegenüber den gängigen Edelstählen durchgesetzt. Mehr aus Prestigegründen finden sie auch in der Sportartikel- und Modeindustrie sowie in der Architektur Verwendung.

1.4 Einteilung

Nachfolgend werden die grundlegenden Eigenschaften von Titan bezüglich Dichte, Legierungseinteilung und kristallographischer Struktur erläutert.

1.4.1 Dichtevergleich

Im Allgemeinen spricht man von Leichtmetallen, wenn diese eine Dichte kleiner als 5g/cm^3 [6] haben, darüber von Schwermetallen (vgl. Abb. 1.6). Mit einer Dichte von $4,50\text{g/cm}^3$ ist Reintitan das schwerste aller Leichtmetalle. Titan liegt somit ziemlich genau zwischen Magnesium mit $1,74\text{g/cm}^3$ und Reineisen mit einer Dichte von $7,87\text{g/cm}^3$. Aluminium hat mit einer Dichte von $2,70\text{g/cm}^3$ etwa die Hälfte von Titan.

1.4.2 Vergleich der spezifischen E-Moduli

Für konstruktive Anwendungen ist die Dichte alleine jedoch nicht der relevanteste Faktor sondern vielmehr die spezifischen E-Moduli $\frac{E}{\rho}$ bei reiner Zug-Druckbelastung und $\frac{\sqrt{E}}{\rho}$ bei der Balkenbiegung. Die Erhöhung dieser Werte liegt vor allem für Leichtbauanwendungen im Vordergrund. Für die reine Zug-Druckbelastung liegen Magnesium, Aluminium, Stahl und Titan auf einer Geraden $\frac{E}{\rho} = \text{const.}$ (vgl. Abb. 1.7), während für die Balkenbiegung Magnesium über Aluminium und dieses wiederum über Titan zu liegen kommt. Um eine Erhöhung der spezifischen E-Moduli zu erreichen, versucht man Titanlegierungen mittels Partikeln und Fasern zu verstärken. Titanlegierungen und Aluminiumlegierungen können hiemit die gleichen Werte von $\frac{\sqrt{E}}{\rho} = \text{const.}$ erreichen.

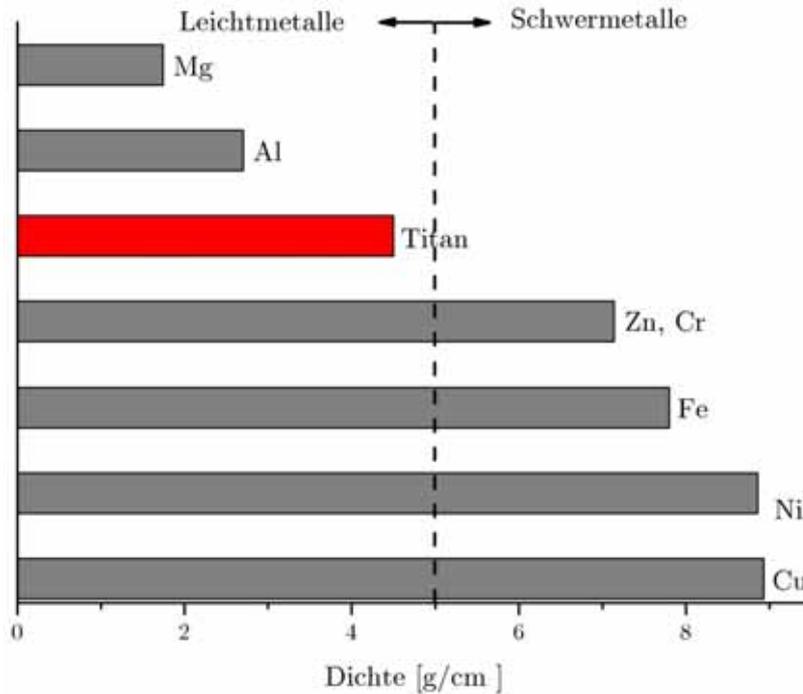


Abbildung 1.6 Dichtevergleich einiger Metalle [6]

1.4.2.1 Titanlegierungen und Titan als Legierungselement

Abb.1.8 gibt einen Überblick über Einsatzspektrum von Titan in den verschiedenen Legierungen. Diese reichen auf der einen Seite von der Elektronikindustrie als Supraleiter über Memorylegierungen bis hin zum klassischen Konstruktionswerkstoff.

1.4.2.2 Struktur und Gefüge

Titanlegierungen werden aber vor allem nach ihrer kristallographischen Struktur eingeteilt. Titan ist wie andere Metalle allotrop, dh. sie können umkristallisieren. Die Umwandlungstemperatur wird als (β)-Transustemperatur bezeichnet und liegt bei Reintitan bei $882 \pm 2^\circ\text{C}$. Bei Temperaturen unterhalb β -Transus liegt Reintitan als hexagonal dichte Packung (hex-Gitter) vor, jedoch nicht dichtest gepackt (hdp), diese wird als α -Phase bezeichnet. Bei Temperaturen oberhalb β -Transus liegt es als kubisch-raumzentriert (krz) vor; man bezeichnet es als β -Phase (vgl.Abb.1.9).

Der Atomabstand wird mit $a=0,332\text{nm}$ bei 900°C im krz- β -Titan angegeben. In der α -Phase (hex-Gitter) treten folgende Atomabstände; $a_1=a_2=a=0,295\text{nm}$ und $c=0,468\text{nm}$ und ergeben ein Achsverhältnis von $c/a=1,586$. Im Gegensatz hierzu beträgt das ideale Verhältnis eines hexagonal-dichtest gepackten (hdp) Gitters $c/a=1,633$. Durch das etwas größere Achsverhältnis wird die Beweglichkeit der Ebenen zueinander etwas vergrößert.

1.4.2.3 α - und β -Titanlegierungen

Je nach Legierungsanteil verschiedener Elemente lassen sich die Legierungen in α - und β -Legierungen sowie deren Kombinationen unterteilen. Elemente, die die Bildung der α -Phase stabilisieren und fördern werden α -Stabilisatoren genannt, solche die die β -Phase stabilisieren β -Stabilisatoren. Die Abb.1.10 und 1.11 geben eine Übersicht. Die verschiedenen Legierungselemente und Gitterstrukturen verleihen den Legierungen auch verschiedene Eigenschaften wie

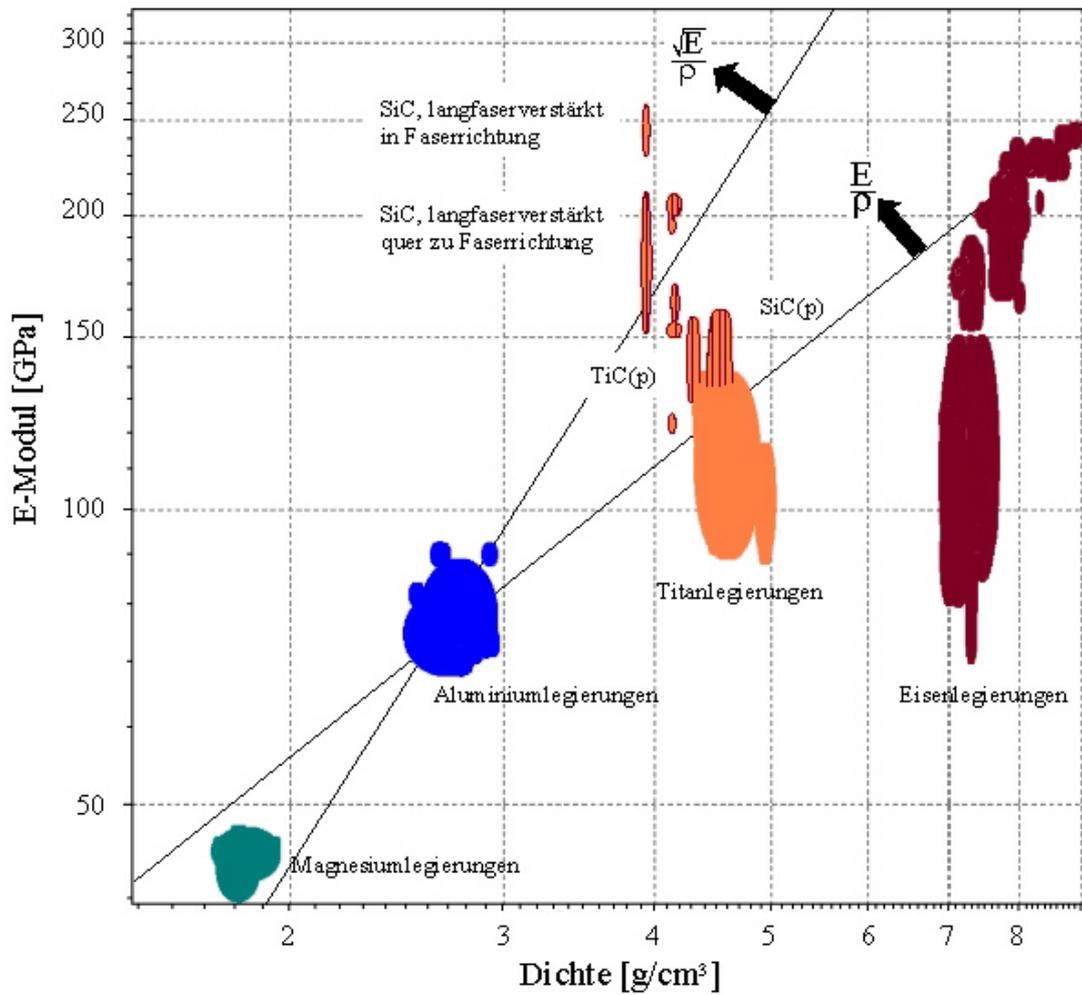


Abbildung 1.7 Spezifischer E-Modul (Ashby Diagramm) für Magnesium-, Aluminium-, Stahl- und Titanlegierungen [8]

erhöhte Korrosionsbeständigkeit, Schweiß- oder Verformbarkeit, die es gegeneinander abzuwiegen gilt.

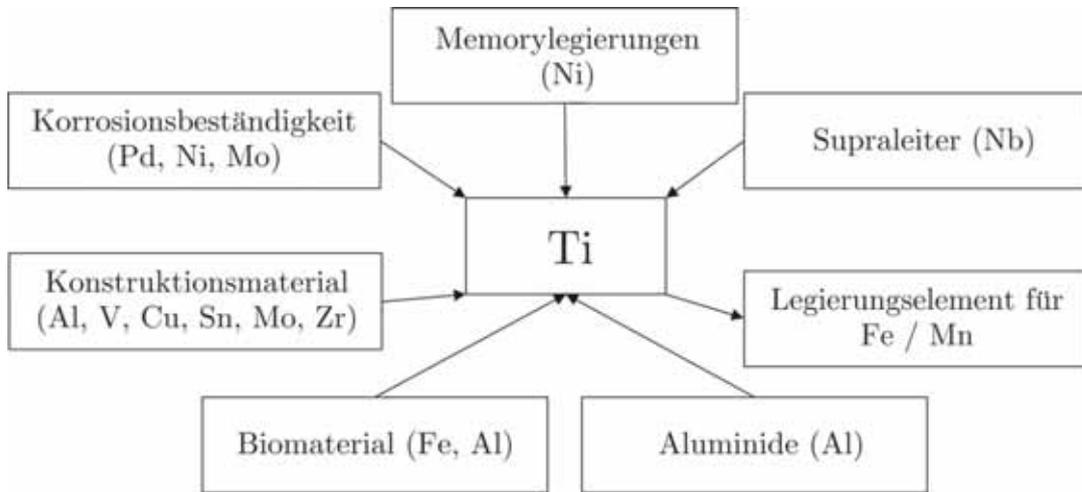


Abbildung 1.8 Legierungselemente [2]

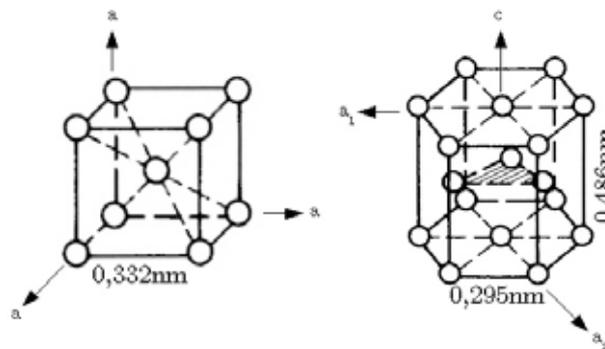


Abbildung 1.9 Geometrie für krz-Gitter (β -Phase) und hexagonal-dichte Packung (α -Phase) von Reintitan [2]

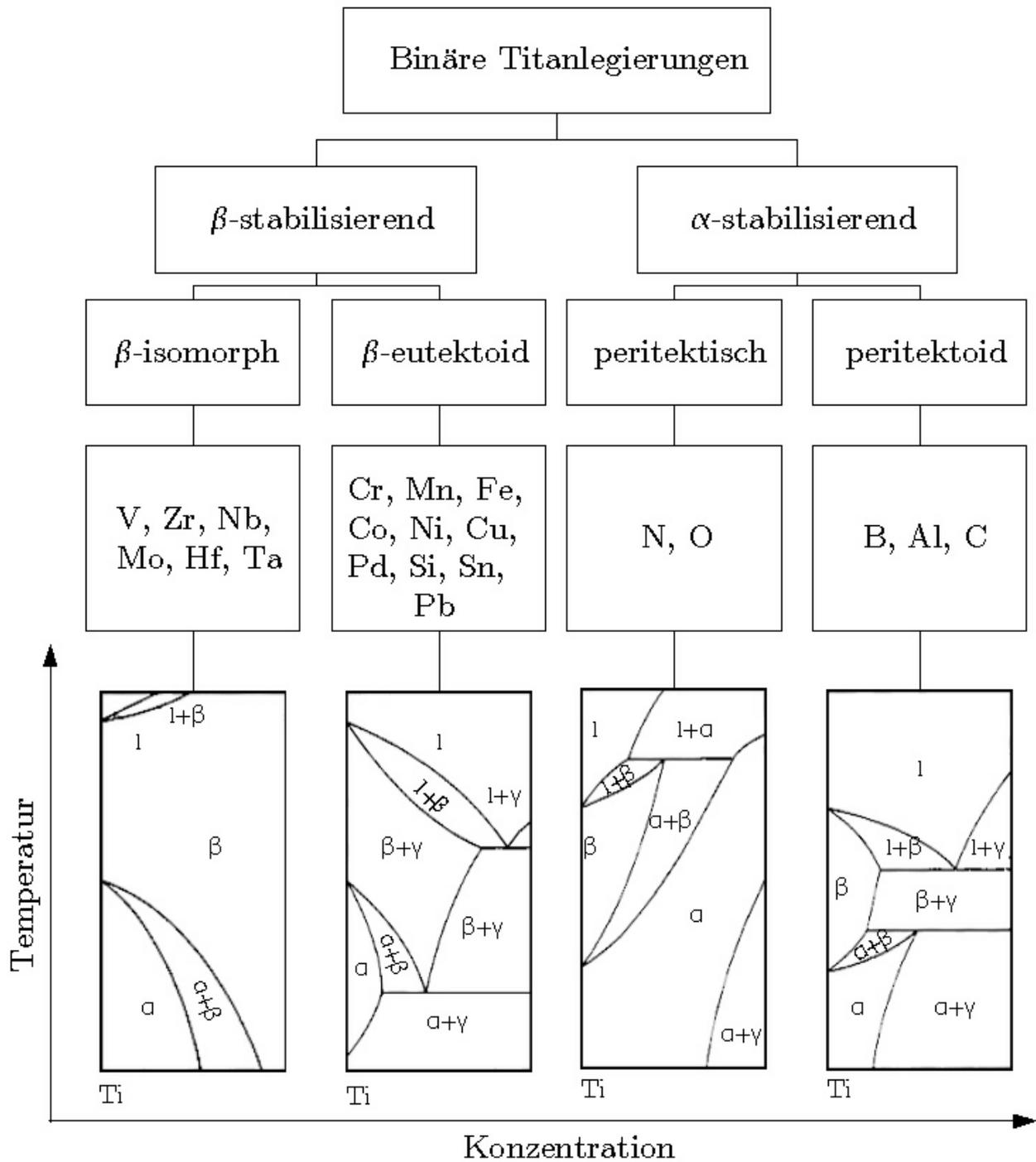


Abbildung 1.10 Einteilung Binärer Titanlegierungen [7]

α - Stabilisatoren

Aluminium (Al)
Sauerstoff (O)
Stickstoff (N)
Kohlenstoff (C)

β -Stabilisatoren

Molybdän (Mo)
Eisen (Fe)
Vanadium (V)
Silizium (Si)
Wasserstoff (H)
Mangan (Mn)

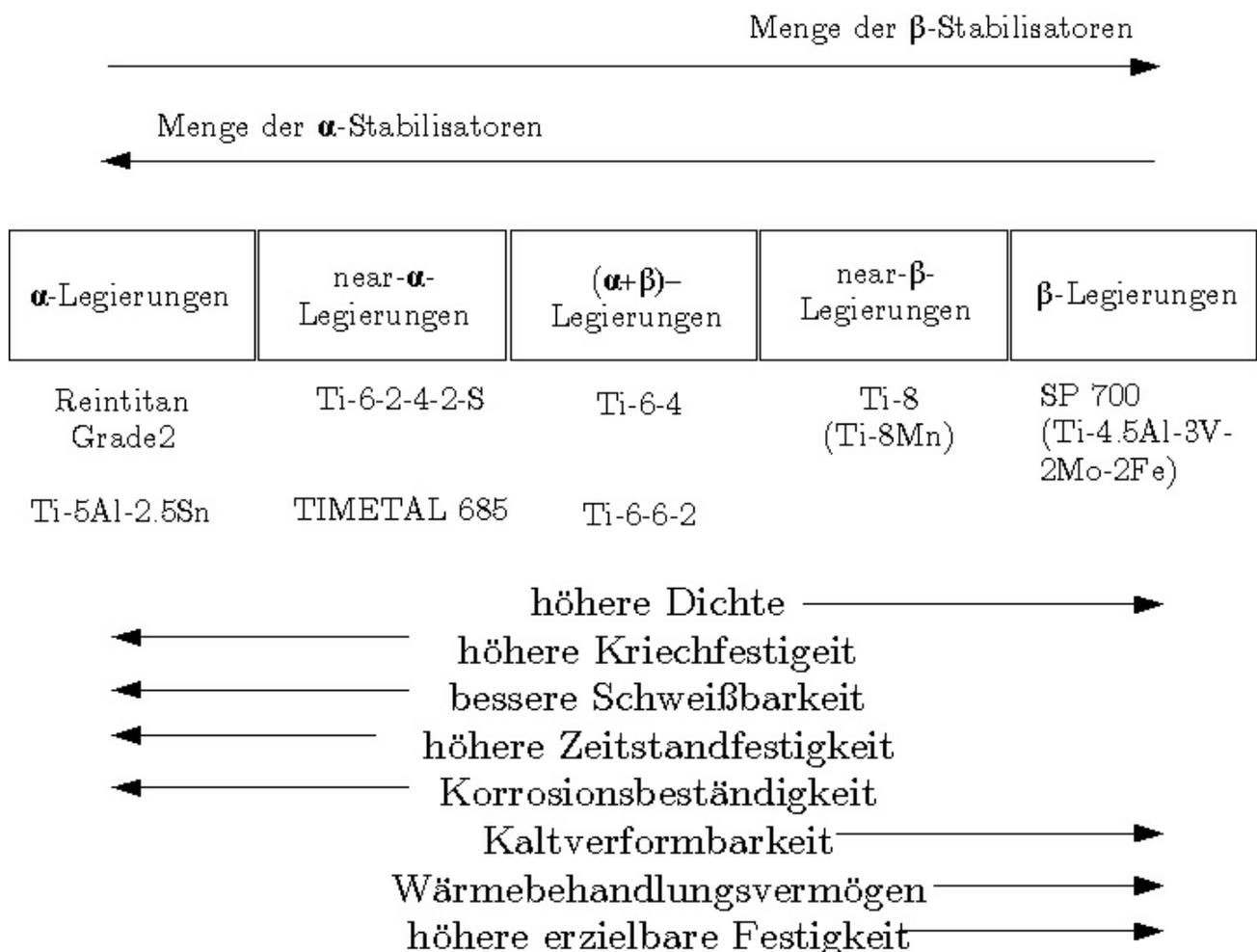


Abbildung 1.11 Einfluß der Alpha- / Betastabilisatoren auf die Legierungen [7]

1.4.2.4 Normen und Bezeichnungen

Titan- und Titanlegierungen werden zu einem großen Teil in der Luft- und Raumfahrt eingesetzt; deren Bezeichnungen sind deshalb wie in der Luftfahrt üblich oft an die amerikanische ASTM Norm gekoppelt, auch in Europa. Einen Überblick über die verschiedenen Normbezeichnungen und deren Äquivalente sind in Tab.1.2 dargestellt.

Chemische Zusammensetzung	DIN	VdTÜV	ASTM
Ti	3.7025	Ti 1	(Ti) Grade1
Ti	3.7035	Ti 2	(Ti) Grade2
Ti	3.7055	Ti 3	(Ti) Grade3
Ti	3.7065	Ti 4	(Ti) Grade4
Ti-6Al-4V	3.7165	-	(Ti) Grade5
Ti-6Al-6V-2Sn	3.7175	-	-

Tabelle 1.2 Zusammensetzung und Normenvergleich [10],[17]

Kapitel 2

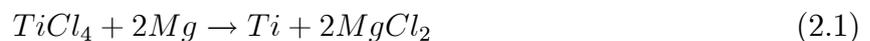
Stand der Technik

2.1 Titanerzeugung

Wie schon in der Einleitung erwähnt ist die Erzeugung und Weiterverarbeitung von Titan ein aufwändiger Prozeß, der zu einem großen Teil die Kosten von Titanbauteilen verursacht. Die Verfügbarkeit ist hingegen mit 0,6% der in der Erdrinde vorkommenden Elemente relativ hoch und Titan ist damit hinter Eisen, Aluminium und Magnesium das vierthäufigste Metall und das insgesamt neunthäufigste Element. Die größte Verwendung mit ungefähr 95% liegt in der Farbindustrie als Färb- und Füllstoff in Form des Oxids und nur 5% finden in metallischer Form Anwendung.

2.1.1 Kroll Prozeß

Der Kroll-Prozeß (vgl.Abb.2.1), der Ende der 40er Jahre eingeführt wurde, ermöglichte erst die industrielle Gewinnung von Titan in seiner metallischen Form. Als Ausgangsmaterial kommen verschiedene Oxide wie z.B. Rutil (TiO_2) oder Illmenit (FeTiO_3) zum Einsatz. Das Oxid wird hierbei mittels Chlor in Titanchlorid (TiCl_4) umgewandelt. Die gasförmige Phase wird kondensiert und mittels Fraktionierung gereinigt. Die anschließende Ti-Reduktion erfolgt mit Magnesium nach der Reaktionsgleichung (Gl.2.1) in einer inerten Argon Atmosphäre aufgrund der hohen Affinität von Titan zu Sauerstoff:



Das Magnesiumchlorid wird mittels Elektrolyse aufgespalten und dem Prozess wieder zugeführt. Der somit gewonnene Titanschwamm (vgl.Abb.2.2) wird anschließend gereinigt und getrocknet und dient als Ausgangsmaterial für die weitere Verarbeitung. In diesem Zustand hat er eine Dichte von $1,2\text{-}3\text{g/cm}^3$.

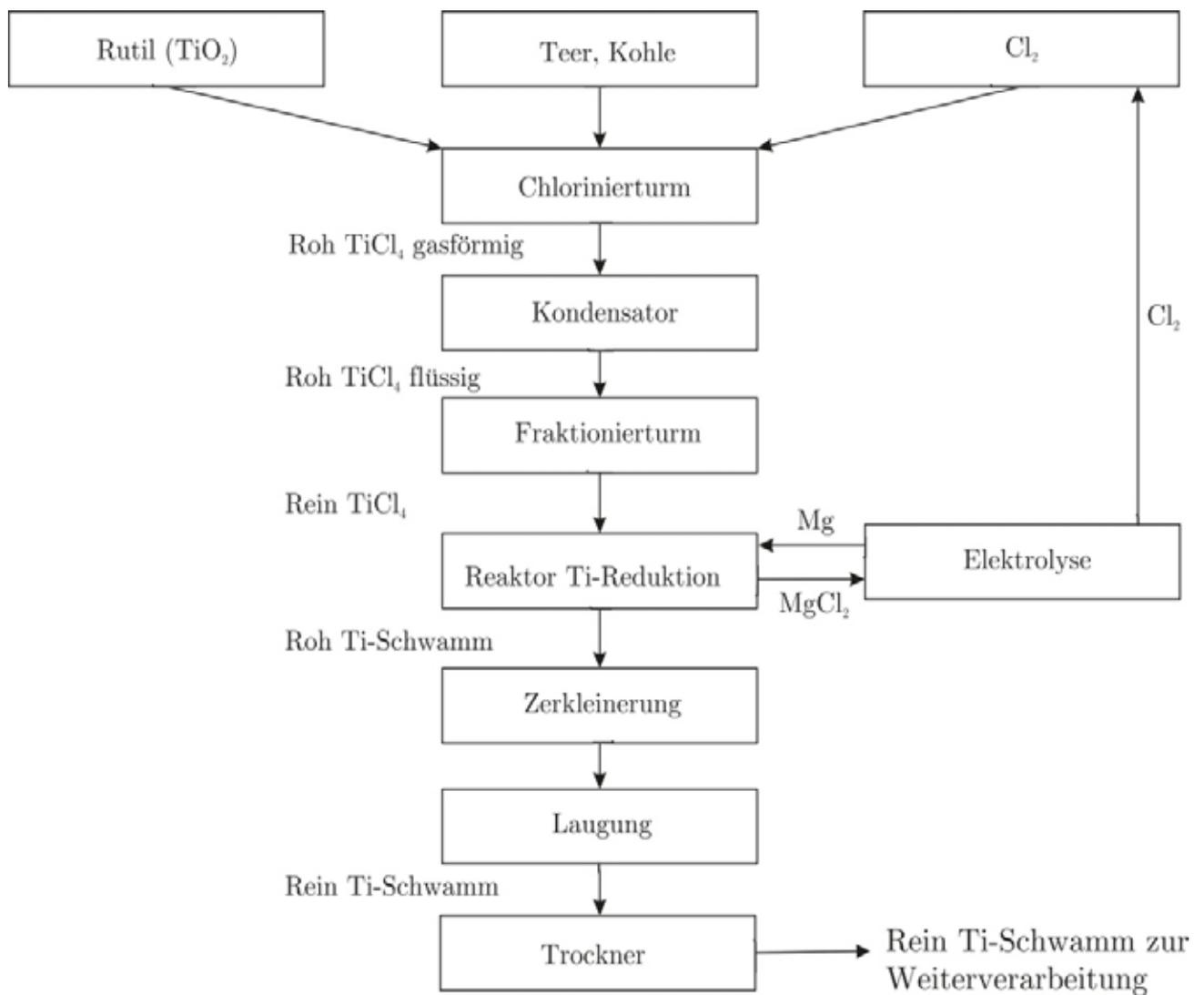


Abbildung 2.1 Erweiterter Kroll-Prozeß zur Herstellung des Titanschwammes [3]



Abbildung 2.2 Titanschwamm [2]



Abbildung 2.4 Prozessablauf bei der Herstellung von PM-MMCs [4]

- Sintern
- Strangpressen
- Heißpressen
- Schmieden
- Walzen
- Pulverspritzgießen
- Heiß-Isostatisch Pressen (HIP)
- Kalt-Isostatisch Pressen (CIP)
- Kalt vorpressen-Heiß-Isostatisch Pressen (CHIP)

Bei Titanverbundwerkstoffen werden hauptsächlich das CHIP-Verfahren und das Strangpressen eingesetzt. Die Verarbeitungstemperaturen, die Temperaturverläufe und die Temperaturhaltezeiten während des Konsolidierens nehmen einen großen Einfluss auf die Eigenschaften des Endproduktes.

2.2.1 Metallpulver

Als Ausgangsprodukt für das Titanpulver werden die im Vakuumlichtbogenofen hergestellten Blöcke mittels Plasmabrenner verflüssigt und mit Hilfe einer Inertgasdüse zerstäubt. Eine Prinzipskizze einer PIGA (Plasmamelting Induction guiding Gas Atomisation) Pulververdüngungsanlage ist in Abb.2.5 dargestellt. Verschiedene Prozessparameter erlauben es Metallpulver in verschiedenen Größen und Formen (kugelig oder spratzig) herzustellen. Die Geometrie des Metallpulvers ist ebenfalls ein weiterer wichtiger Faktor, der die Qualität des Endproduktes entscheidend mitbestimmt.

2.2.2 Verstärkungselemente

Verstärkungselemente bestehen aus verschiedenen Keramiken und Hartstoffen. Einige davon liegen in der Natur vor und können direkt verarbeitet werden. Die meisten werden jedoch künstlich über verschiedene thermochemische Verfahren wie Karburierung oder Nitrierung von

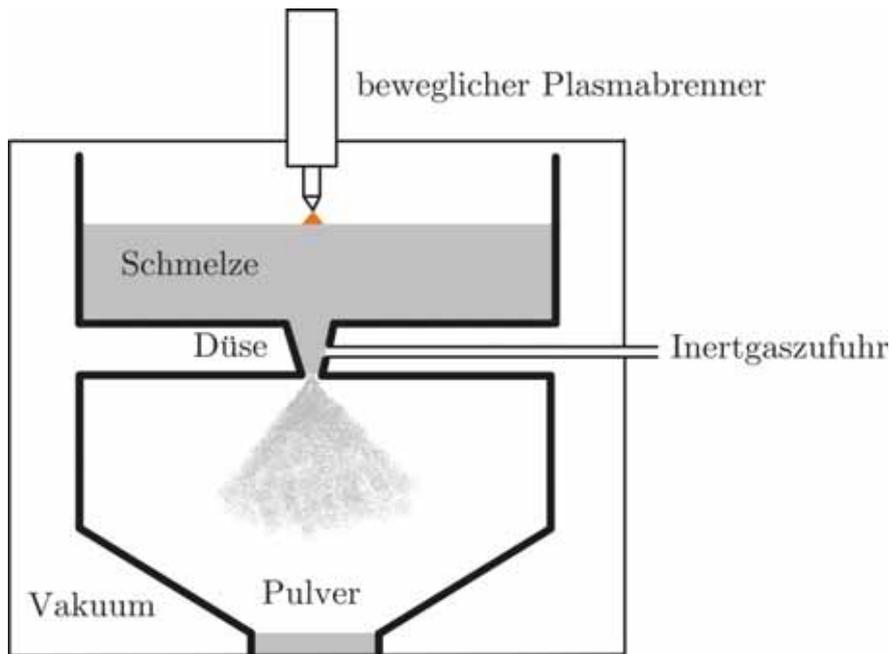


Abbildung 2.5 Prinzipskizze einer PIGA-Pulververdünnungsanlage [2]

Metallen und Metalloxiden hergestellt. Sie werden nach ihrer Geometrie in drei Kategorien eingeteilt: (vgl. Abb. 2.6)

- Monofilamente (MFRM mit $S > 100$) / Endlosfaserbündel (CFRM mit $S > 100$)
- Whiskers (WRM) / Kurzfasern (SFRM mit $S > 20$)
- Partikel (PRM)

Bei Monofilamenten und Endlosfaserbündeln handelt es sich um durchgehende Fasern; sie werden auch als kontinuierliche Verstärkungen bezeichnet, Kurzfasern und Partikel hingegen als diskontinuierliche. Der Unterschied zwischen Kurzfasern und Partikeln wird über das Länge zu Breite Verhältnis (aspect ratio) S angegeben und beträgt bei Kurzfasern $S > 20$ und bei Partikeln $S < 20$. Monofilamenten und Endlosfaserbündeln werden als solche mit $S > 100$ bezeichnet. [4]

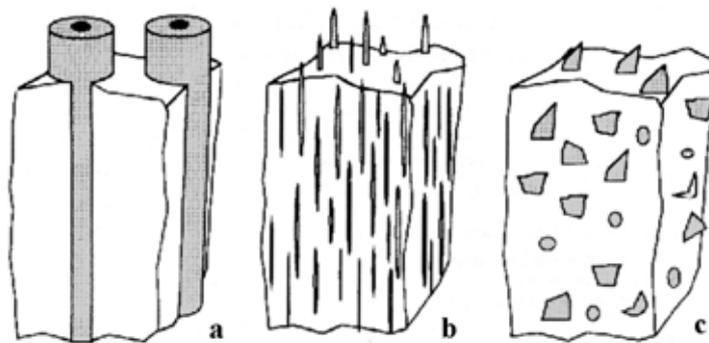


Abbildung 2.6 unterschiedliche Verstärkungselemente; a) Monofilamente, b) Kurzfasern, c) Partikel [4]

Als potentielle keramische Komponenten für die Verstärkung kommen eine ganze Reihe von Karbiden, Nitriden, Boriden und Oxiden zum Einsatz. (vgl.Tab.2.1 und Tab.2.2)

Metall-Basis	Karbide	Nitride	Boride	Oxide
Bor	B ₄ C	BN	-	-
Tantal	TaC	-	-	-
Zirkonium	ZrC	ZrN	ZrB ₂	ZrO ₂
Hafnium	HfC	HfN	-	HfO ₂
Aluminium	-	AlN	-	Al ₂ O ₃
Silizium	SiC	Si ₃ N ₄	-	-
Titan	TiC	TiN	TiB	TiO ₂
Chrom	CrC	CrN	CrB	Cr ₂ O ₃
Molybdän	Mo ₂ C, MoC	Mo ₂ N, MoN	Mo ₂ B, MoB	-
Wolfram	W ₂ C, WC	W ₂ N, WN	W ₂ B, WB	-
Thorium	-	-	-	ThO ₂

Tabelle 2.1 Keramische Metallverstärkungskomponenten [4],[16]

PARTIKELART	SiC	Al ₂ O ₃	AlN	B ₄ C	TiB ₂	TiC	BN	Ti
Kristalltyp	hex	hex	hex	rhomb	hex	kub	hex	hex/krz
Schmelztemp. [°C]	2300	2050	2300	2450	2900	3140	3000	1668
E-Modul [GPa]	480	410	350	450	370	320	90	110
Dichte [g/cm ³]	3,21	3,9	3,25	2,52	4,5	4,93	2,25	4,5
therm. Ausdehnungskoeff. [10 ⁻⁶ K ⁻¹]	4,7-5,0	8,3	6,0	5,0-6,0	7,4	7,4	3,8	8,35

Tabelle 2.2 Mechanische Eigenschaften unterschiedlicher Verstärkungen [4]

Die wichtigsten Einflußfaktoren der Partikel auf die MMCs sind deren Geometrie sowie ihre Verteilung im Werkstoff. Je gleichmäßiger die Verteilung, desto höher ist die erreichbare Werkstoffqualität. Werden die Pulvergrößen nicht aufeinander abgestimmt werden, so können während dem Konsolidieren Zonen entstehen, in denen sich Partikelansammlungen bilden - die Matrix wird unterbrochen und damit geschwächt. Abb.2.7 zeigt die verschiedenen auftretenden Fälle vor dem Konsolidieren für teilchenverstärkte Werkstoffe. Die grauen runden Bereiche stellen die Metallpulverteilchen dar, die schwarzen Bereiche, die Verstärkungskomponenten. Der Fall a) zeigt eine schlechte Partikelverteilung sowie eine nicht aufeinander abgestimmte Teilchengröße. Die Fälle b) und c) zeigen hingegen eine gleichmäßige Verteilung der Verstärkungsteilchen mit geringem und hohem Teilchenvolumenanteil.

2.3 Verbundwerkstoffe

Verbundwerkstoffe sind mehrphasige, jedoch mindestens zweiphasige Werkstoffe, die makroskopisch gesehen homogen sind. Das allgemeine Entwicklungsziel ist die Erweiterung des Einsatzpotentials konventioneller Werkstoffe. Im Leichtbau, wo Gewichtsreduzierung zur obersten Priorität gehört, können zB. spezifische Maßnahmen für eine Verbesserung des E-Moduls, der Festigkeit, der Verschleißbeständigkeit oder der Dauerfestigkeit gesetzt werden.

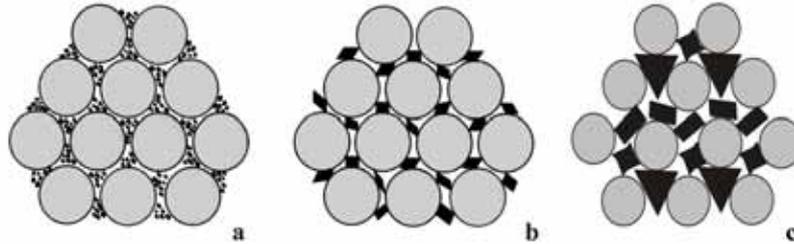


Abbildung 2.7 Größenverhältnisse und Partikelverteilung in PM-MMCs mit: a) Partikelcluster, b) gleichmäßige Verteilung kleiner Partikel, c) optimale Größe und Verteilung

2.3.1 Einteilung der Verbundwerkstoffe

Im Gegensatz zu den konventionellen Werkstoffen, die einer Werkstoffkategorie (vgl. Abb. 2.8) zugehören, bestehen Verbundwerkstoffe aus Teilen zweier oder mehrerer Kategorien. Sie können somit metallisch / keramisch, metallisch / polymer oder keramisch / polymer sein.

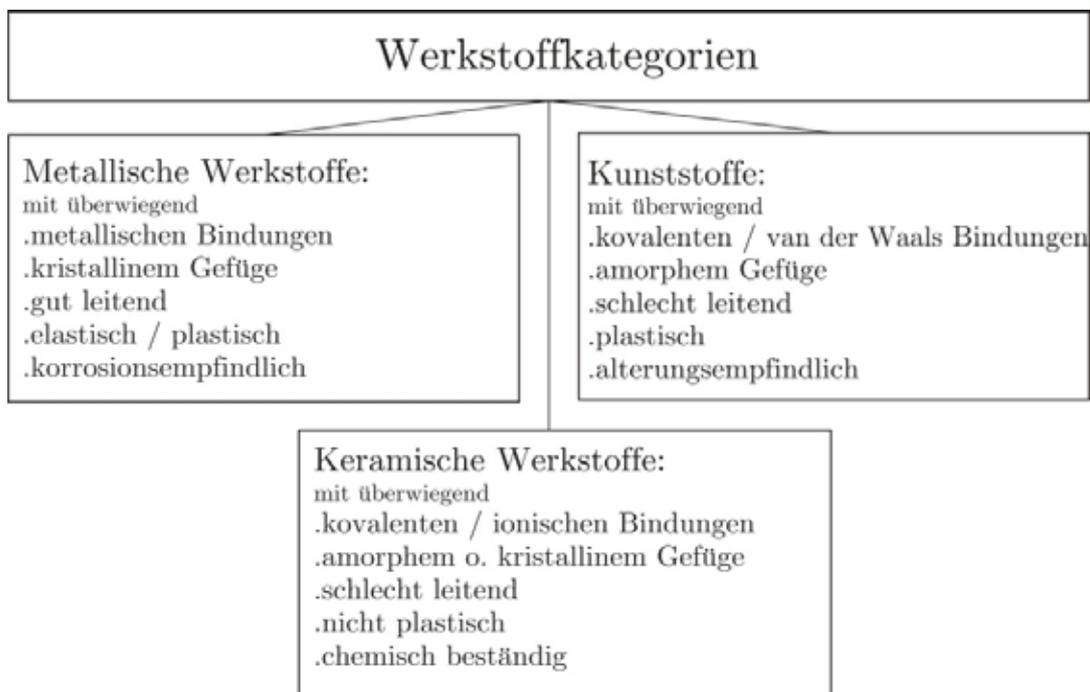


Abbildung 2.8 Einteilung der Werkstoffkategorien

2.3.2 Einteilung der metallischen Verbundwerkstoffe (MMC)

Verbundwerkstoffe mit metallischer Matrix besitzen einen Mindestmetallanteil von 25%. Der Mindestanteil an keramischen Komponenten muß >5% sein, um von Verstärkungskomponenten zu sprechen. Man unterscheidet vier Hauptgruppen (vgl. Abb. 2.9): Teilchen-, Kurzfaserver- und Langfaserverbundwerkstoffe; die Unterscheidung erfolgt wie schon angesprochen über das Breite zu Länge Verhältnis (aspect ratio). Zu nennen sind auch noch die Durchdringungsverbundwerkstoffe: sie bestehen aus einem porenhaltigen Gerüst, in das ein niedriger schmelzendes Metall eingesaugt wird.



Abbildung 2.9 Einteilung der metallischen Verbundwerkstoffe

2.3.3 Verstärkungsmechanismen

Die Mikrostruktur der Matrix und der Partikel sowie die inneren Grenzflächen bestimmen bei Verbundwerkstoffen die Eigenschaften. Matrix, Verstärkungsteilchen und deren Grenzfläche bestimmen Art und Grad der Verstärkung. Für die Matrix sind die Zusammensetzung, die Korngröße, Textur, Ausscheidungsverhalten sowie Gitterbaufehler verantwortlich. Bei den Verstärkungsteilchen kommt es auf Art, Größe, Verteilung und Orientierung an. Die Qualität der Grenzflächen und die Unterschiede der Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen Matrix und Verstärkungskomponenten führen zu inneren Spannungen und damit zu einer weiteren Einflußgröße.

Die Eigenschaften von Verbundwerkstoffen können bei Kenntnis von Volumentanteil, Verteilung und Orientierung abgeschätzt werden. Man geht hierbei von optimalen Bedingungen aus; optimale Grenzflächenbildung, ideale Verteilung der Teilchen/Fasern und keine Beeinflussung der Matrix durch die Verstärkungsteilchen. Je nach Verstärkungstyp werden verschiedene Modellannahmen getroffen.

2.3.3.1 Langfaserverstärkung

Der optimale Fall geht von einer Ausrichtung der Fasern in Belastungsrichtung aus, die Fasern berühren sich nicht und die Grenzflächen sind ideal ausgebildet. Als gute Näherung für eine Belastung in Faserrichtung kann die lineare Mischungsregel angewandt werden[4]:

$$\sigma_C = \Phi_F \cdot \sigma_F + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (2.2)$$

aufgrund gleicher Dehnungen:

$$\epsilon_C = \epsilon_F = \epsilon_M$$

wobei σ_C die Festigkeit des Verbundwerkstoffes, Φ_F der Volumengehalt der Fasern, σ_F die Faserbruchfestigkeit und σ_M^* die Matrixstreckgrenze ist. Für den E-Modul gilt ähnlich hierzu:

$$E_C = \Phi_P \cdot E_P + (1 - \Phi_P) \cdot E_m \quad (2.3)$$

Gleichung (Gl.2.3) ergibt sich aus dem Voigt-Modell und wird lineare Mischungsregel (LMR) genannt.

2.3.3.2 Kurzfaserverstärkung

Für Kurzfaserverstärkungen müssen folgende Punkte berücksichtigt werden: Orientierung und Länge der Fasern sowie das Grenzflächenverhalten. Im Gegensatz zu den Langfasern tragen Kurzfasern und Whiskers nicht auf ihrer gesamten Länge; erst die Schubspannungen, die an den Grenzflächen auftreten übertragen die Kräfte. Als Ausgangspunkt gilt die Mischungsregel, hier in angepasster Form: (ohne weiteren Beweis nach [4])

- für eine Faserlänge $l_m > l_c$:

$$\sigma_C = \eta \cdot C \cdot \Phi_F \cdot \sigma_F \cdot \left(1 - d_F \cdot \frac{\sigma_F}{2 \cdot l_m \cdot \sigma_F^*} \right) + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (2.4)$$

- für eine Faserlänge $l_m = l_c$:

$$\sigma_C = \eta \cdot C \cdot 0,5 \cdot \Phi_F \cdot \sigma_F + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (2.5)$$

- für eine Faserlänge $l_m < l_c$:

$$\sigma_C = \eta \cdot C \cdot \sigma_M^* \frac{l_m}{2 \cdot d_F} + (1 - \Phi_F) \cdot \sigma_M^* \quad (2.6)$$

mit:

$$l_c = d_F \frac{(\sigma_F - \sigma_M^*)}{\sigma_M^*} \quad (2.7)$$

- σ_C : Festigkeit des Verbundwerkstoffes
- σ_M^* : Matrixstreckgrenze
- σ_F : Faserbelastung
- ϵ_C : Dehnung des Verbundwerkstoffes
- ϵ_M : Dehnung der Matrix
- ϵ_F : Dehnung der Fasern
- Φ_F : Faservolumengehalt
- C : Orientierungsfaktor
- η : Faserwirkungsgrad
- l_m : mittlere Faserlänge
- l_c : kritische Faserlänge
- d_F : Faserdurchmesser

Die Berechnung des E-Moduls für Kurzfaserverwerkstoffe beruht auf dem Reuss-Modell (Gl.2.8), das für Schichtverbundwerkstoffe mit Belastungen senkrecht zu den Schichten einsetzbar ist. Die inverse Mischungsregel (IMR) nach Reuss lautet:

$$E_C = \left(\frac{\Phi_P}{E_P} + \frac{1 - \Phi_P}{E_M} \right)^{-1} \quad (2.8)$$

Die Weiterentwicklung, die auch die Faserorientierung sowie die Geometrie berücksichtigt ist das Halpin-Tsai-Modell (Gl.2.9):

$$E_C = \frac{E_M(1 + 2S \cdot q \cdot \Phi_P)}{1 - q \cdot \Phi_P} \quad (2.9)$$

mit:

$$q = \frac{\left(\frac{E_P}{E_M}\right) - 1}{\left(\frac{E_P}{E_M}\right) + 2S} \quad (2.10)$$

und

$$S = \frac{l}{d} \quad (2.11)$$

- E_M : E-Modul der Matrix
- E_C : E-Modul des Verbundwerkstoffes
- Φ_P : E-Modul der Partikel oder Kurzfasern
- l : Länge der Partikel oder Fasern
- d : Durchmesser der Partikel oder Fasern

Die Anwendung dieser Formeln basiert auf der Annahme einer idealen Gefügestruktur ohne Poren und ohne Agglomeration von Partikel oder Fasern.

2.3.3.3 Partikelverstärkungen

Für Partikelverstärkungen gilt bei der Berechnung des E-Moduls ebenfalls das Halpin-Tsai Modell. Das Reuss-Modell kann als grobe Abschätzung verwendet werden. Die Spannungsbeziehung muß allerdings mit einem anderen Modell beschrieben werden: (ohne weiteren Beweis nach [4])

$$\Delta R_P = \Delta\sigma_\alpha + \Delta\sigma_{KG} + \Delta\sigma_{SKG} + \Delta\sigma_{KF} \quad (2.12)$$

mit

ΔR_P : Erhöhung der Streckgrenze

Einfluß induzierter Versetzungen $\Delta\sigma_\alpha$:

$$\Delta\sigma_\alpha = \alpha \cdot G \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (2.13)$$

mit

$$\rho = 12 \cdot \Delta T \frac{\Delta C \cdot \Phi_P}{b \cdot d} \quad (2.14)$$

- α : Konstante (0,5-1)
- G : Schermodul
- b : Burgersvektor
- ρ : Versetzungsdichte
- ΔT : Temperaturdifferenz
- ΔC : Differenz des therm. Ausdehnungskoeffizienten zwischen Matrix und Partikel
- Φ_P : Partikelvolumengehalt
- d : Partikeldurchmesser

Einfluß der Kornfeinung $\Delta\sigma_{KG}$:

$$\Delta\sigma_{KG} = k_{Y1} \cdot D^{-\frac{1}{2}} \quad (2.15)$$

mit

$$D = d \left(\frac{1 - \Phi_P}{\Phi_P} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (2.16)$$

- k_{Y1} Konstante (typ. Wert $0,1 \text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$)
- D resultierende Korngröße
- Φ_P Partikelvolumengehalt

Subkorngrößeneinfluß $\Delta\sigma_{SKG}$:

$$\Delta\sigma_{SKG} = k_{Y2} \cdot D_S^{-\frac{1}{2}} \quad (2.17)$$

mit

$$D_S = d \left(\frac{\pi \cdot d^2}{6\Phi_P} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.18)$$

- k_{Y2} Konstante (typ. Wert $0,05 \text{ MNm}^{-\frac{3}{2}}$)
- D_S resultierende Subkorngröße
- Φ_P Partikelvolumengehalt

Verfestigungseinfluss $\Delta\sigma_{KF}$:

$$\Delta\sigma_{KF} = K \cdot G \cdot \Phi_P \left(\frac{2b}{d} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \epsilon^{\frac{1}{2}} \quad (2.19)$$

- K Konstante
- G Schubmodul
- Φ_P Partikelvolumengehalt
- b Burgersvektor
- d Partikeldurchmesser
- ϵ Dehnung

Einfluß der Matrix Der Einfluß der Matrix auf die Verstärkung ergibt sich wie schon erwähnt aus deren chemischer Zusammensetzung, den Korngrößen, der Textur, dem Ausscheidungsverhalten und Anzahl und Art der Gitterbaufehler. Zusätzlich kann es bei Verbundwerkstoffen zu einer stärkeren Kornfeinung und vermehrt zu Gitterbaufehler kommen, die durch Partikel und Fasern induziert werden.

Einfluß der Grenzflächen Die Grenzflächen spielen bei MMCs eine tragende Rolle und können deswegen nicht isoliert betrachtet werden. Die mechanischen Eigenschaften werden durch die Wechselwirkungen (chemische Reaktionen und Grenzflächenhaftung) bestimmt. Die Haftung muß bei hohen Temperaturen und Wechselbeanspruchung stets stabil bleiben und darf auch durch Reaktions- und Ausscheidungsvorgängen an den Grenzflächen nicht beeinträchtigt werden.

2.3.4 PM-TiMCs im Einsatz

Verglichen mit Aluminium als Leichtbauwerkstoff bieten Titanlegierungen bessere Hochtemperatureigenschaften, Korrosionsbeständigkeit und einen höheren E-Modul. Titanschmelzen sind allerdings sehr reaktiv gegenüber Sauerstoff, Wasserstoff, Stickstoff und keramischen Verstärkungskomponenten. Dadurch wurde der schmelzmetallurgische Weg relativ schnell aufgegeben und der pulvermetallurgische Weg bevorzugt. Als Hauptproduzenten sind heute vor allem *Dynamet Technology*¹ und *Crucible Research*² zu nennen.

Dynamet vertreibt zwei große PM-MMC Gruppen unter den Namen *CermeTi-C (TiC)* und *CermeTi-B (TiB)*, die einerseits mit Titankarbid andererseits mit Titanborid in verschiedenen Konzentrationen verstärkt werden. *CermeTi-B* Legierungen werden in-situ hergestellt wobei den Matrixpulvern TiB_2 beigemischt wird, die sich während des Konsolidierungsprozesses in TiB-Nadeln umwandeln. Der *CermeTi-C* Werkstoff wird hingegen ex-situ hergestellt. Beide Legierungen durchlaufen beim konsolidieren das CHIP Verfahren. Die Einsatzgebiete sind die Luftfahrt-, die Automobil- und die Sportartikelindustrie sowie die Medizintechnik.

Crucible Research ist als einer der größten Hersteller Pulvermetallurgischer Produkte zu nennen, wobei das Produktspektrum von Reintitan-Pulvern bis zu komplexen Titanlegierungen reicht.

Das Hauptziel dieser pulvermetallurgisch hergestellten Legierungen, im Gegensatz zu den gusstechnisch hergestellten, besteht wie schon erwähnt in der Erreichung von:

- höheren spezifischen mechanischen Eigenschaften, die sie vor allem für den Leichtbau attraktiv machen
- höherer Verschleißbeständigkeit
- höhere Warmfestigkeit
- verbessertes Ermüdungsverhalten

2.4 Ziele der Arbeit

In Anlehnung an die oben formulierten Ziele sollen im Laufe der Arbeit einige PM-MMCs auf ihre mechanischen Eigenschaften untersucht werden und diese mit Gusslegierungen verglichen werden. Weiters werden verschiedene Keramiken auf ihre Eigenschaften und Eignung als Verstärkungsteilchen hin untersucht. Dies soll schließlich einen besseren Einblick in diese "neue" Werkstoffgruppe und deren Potential verschaffen.

¹**Dynamet Technology Inc.**, www.dynamettechnology.com

²**Crucible Research**, www.crucibleresearch.com

Kapitel 3

Materialübersicht

3.1 Matrixwerkstoffe

Wie bereits erwähnt wurden sowohl durch "cogging" warm-vorverformte Gusslegierungen als auch verstärkte Titanlegierungen untersucht. Als Matrixwerkstoffe kamen drei verschiedene Titanlegierungen zum Einsatz (vgl.Tab.3.1).

Matrix	DIN	Bezeichnung in der Arbeit
Ti	3.7035	Ti Grade2
Ti-6Al-4V	3.7165	Ti64 Ingot
Ti-6Al-6V-2Sn	3.7175	Ti662 Ingot

Tabelle 3.1 Übersicht der Matrixwerkstoffe

3.2 Verstärkungsteilchen

Auch bei den Verstärkungsteilchen kamen drei verschiedene Typen zu Einsatz:

- Titankarbid: TiC
- Titanborid: TiB
- Siliziumkarbid: SiC

3.3 Untersuchte Werkstoffe

Insgesamt wurden 13 verschiedene Werkstoffe auf ihre mechanischen Eigenschaften hin untersucht, bei manchen konnten jedoch aufgrund der Nichtverfügbarkeit nicht alle Versuche durchgeführt werden. Tab.3.2 gibt eine Übersicht der untersuchten Materialien mit ihren Herstellungstemperaturen und -methoden sowie ihren Zusammensetzungen und deren Bezeichnung im weiteren Verlauf der Arbeit. Weitere und genauere Daten waren nicht vorhanden.

Bezeichnung	Zusammensetzung	Verfahren	Hersteller
Ti Grade2	Reintitan	Gusswerkstoff, vorverformt	-
Ti/SiC/15p/ECAP	Reintitan/SiC/15% partikel	PM	SAS ¹
Ti/SiC/15p/ARCS	Reintitan/SiC/15% partikel	PM, heißgepresst	ARCS ²
Ti/SiC/8p/850	Reintitan/SiC/8% partikel	PM, stranggepresst bei 850°C	CTA ³
Ti/SiC/8p/900	Reintitan/SiC/8% partikel	PM, stranggepresst bei 900°C	CTA
Ti/SiC/15p/950	Reintitan/SiC/15% partikel	PM, stranggepresst bei 950°C	CTA
Ti64 Ingot	Ti-6Al-4V	Gusswerkstoff, vorverformt	Böhler ⁴
Ti64/TiB/3w	Ti-6Al-4V/TiB/3% whiskers	PM, CHIP	Crucible ⁵
Ti64/SiC/15p	Ti-6Al-4V/SiC/15% partikel	PM, heißgepresst	IFAM ⁶
Ti662 Ingot	Ti-6Al-6V-2Sn	Gusswerkstoff, vorverformt	Böhler
Ti662 PM	Ti-6Al-6V-2Sn	PM, CHIP	Dynamet ⁷
Ti662/TiC/12p	Ti-6Al-6V-2Sn/TiC/12% partikel	PM, CHIP	Dynamet
Ti662/TiC/20p	Ti-6Al-6V-2Sn/TiC/20% partikel	PM, CHIP	Dynamet

Tabelle 3.2 Übersicht der untersuchten Werkstoffe

1

¹SAS, Slovak Academy of Sciences, www.sav.sk

²ARCS, Austrian Research Centers Seibersdorf, www.arcs.ac.at

³CTA, Institute of Chemical Technologies and Analytics, www.cta.tuwien.ac.at

⁴Böhler Schmiedetechnik, www.boehler-forging.com

⁵Crucible Research, www.crucibleresearch.com

⁶IFAM, Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und angewandte Materialforschung, www.ifam.fraunhofer.de

⁷Dynamet Technology Inc., www.dynamettechnology.com

Kapitel 4

Versuchsdurchführung

4.1 Metallographie

Alle Werkstoffe wurden wie geliefert metallographisch untersucht. Als Geräte kamen einerseits ein optisches Lichtmikroskop vom Typ *Zeiss Axioplan* mit einem digitalen Kameraaufsatz *Zeiss Axiocam Mrc5*¹ und andererseits ein Rasterelektronenmikroskop des Typs *Philips XL30*² zum Einsatz.

Für die Betrachtung wurden die Proben in eine 2-Komponenten-Kunstharzmasse eingebettet und anschließend auf einer halbautomatischen Poliermaschine *Planopol Pedemax 2* geschliffen und poliert. Tab.4.1 zeigt die einzelnen Schritte des Poliervorgangs.

Vorgang	Medium	Körnung	Kraft [N]	Dauer [min]
Schleifen	<i>80 piano</i>	80	170	bis plan
Schleifen	<i>220 piano</i>	220	170	15
Feinstschleifen	<i>MD-Largo</i>	9 μ m	240	15
Polieren	<i>DP-Mol</i>	3 μ m	170	10
Polieren	<i>OP-Chem</i>	0,05 μ m	100	30

Tabelle 4.1 Schritte des Poliervorgang

Bei den Bezeichnungen "*MD-Largo*", "*DP-Mol*", "*OP-Chem*" handelt es sich um die Handelsnamen der verschiedenen Diamantemulsionen der Firma *Struers*³. "*80 piano*" und "*220 piano*" sind Diamantschleifscheiben mit der entsprechenden Körnung.

Nach den Druckversuchen wurden die Proben ebenfalls metallographisch untersucht. Es wurden hierzu Längsschitte entlang der l-Achse (vgl. Abb.4.5) mit Trenngeräten des Typs *Struers Accutom-5* gemacht. Der Schnitt erfolgte unter permanenter Zugabe von Kühlflüssigkeit bei einer Geschwindigkeit von $\leq 0,05\text{mm}/\text{min}^{-1}$ mit Diamant- oder CBN-Trennscheiben. Die Proben für das Elektronenmikroskop wurden anschließend goldbedampft, die Proben für das Lichtmikroskop geätzt. Hierzu wurde "Krolls Reagenz" verwendet bestehend aus:

- Flußsäure (HF): 2ml
- Salpetersäure (HNO₃): 4ml
- destilliertem Wasser: 100ml

¹Carl Zeiss AG, www.zeiss.de

²Philips, www.philips.com

³Struers A/S, www.struers.com

Die Proben wurden 5-10s lang in der Lösung geschwenkt bis mit dem freien Auge die Oberflächenstruktur sichtbar wurde.

4.2 Härtemessung

Die Härtemessung erfolgte bei allen Werkstoffen im Lieferzustand. Die Proben wurden hierzu wie oben beschrieben eingebettet und geätzt. Die Messungen erfolgten auf dem Universalhärteprüfer des Typs *Emcotest⁴ M1C 010* (vgl. Abb.4.1). Alle Härtemessungen erfolgten nach Vickers

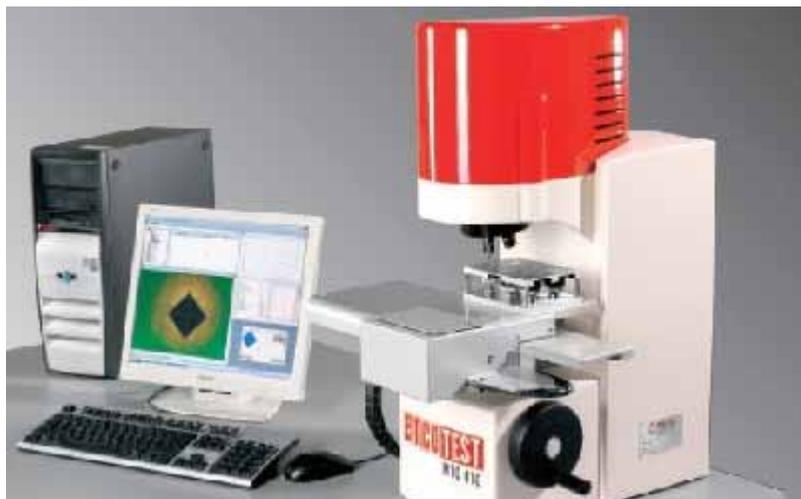


Abbildung 4.1 Universalhärteprüfer *Emcotest M1C 010* [12]

DIN 50133, dh. der Eindruck geschieht mit einer Diamantpyramide mit einem Flächenwinkel von 136° . Die Vermessung des Eindrucks erfolgt optisch und kann sowohl manuell als auch vollautomatisch durchgeführt werden. Die Abb.4.2 und 4.3 zeigen jeweils eine Makro- bzw. Mikrohartmessung bei der die Diagonalen des Quadrats vermessen werden, indem die roten und blauen Messlinien exakt an die Ecken der Quadrate geschoben werden. Die Vickershärte wird mit den Formeln 4.1 und 4.2 berechnet:

$$HV \simeq 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (4.1)$$

mit

$$d = \frac{(d_1 + d_2)}{2} \quad (4.2)$$

- HV: Vickerhärtewert
- F: Prüfkraft [N]
- d_1 : Diagonale 1 [mm]
- d_2 : Diagonale 2 [mm]

4.2.1 Makrohärteprüfung

Um die Härteeigenschaften der gesamten Oberfläche zu ermitteln wurden "Makrohärtemessungen" durchgeführt, die die Matrix und die Verstärkungsteilchen erfassen sollte. Diese wurden je nach Partikeldichte mit HV1 oder HV5 geprüft, wobei die Zahlen 1 und 5 für die mit 0,102

⁴Emcotest Prüfmaschinen GmbH, www.emcotest.at

multiplizierte Prüfkraft F stehen. Für jede Probe wurden 10 Eindrücke aufgenommen und gemittelt (vgl. Abb. 4.2).

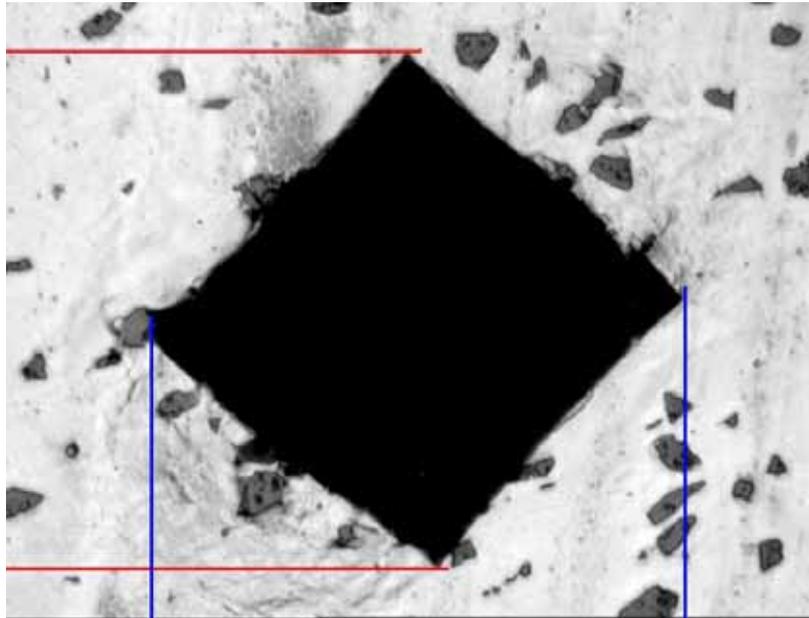


Abbildung 4.2 Eindruck bei der Makrohärteprüfung einer Ti/SiC/15p/ECAP Probe

4.2.2 Mikrohärteprüfung

Im Gegensatz zur Makrohärteprüfung wurde bei der "Mikrohärteprüfung" nur der Matrixwerkstoff getestet. Die Einstellungen waren je nach Größe und Verteilung der Partikel HV0,1 oder HV0,05. Auch hier wurden wieder 10 Eindrücke pro Probe aufgenommen und gemittelt, mit besonderem Augenmerk auf "saubere", quadratische Eindrücke. In Abb. 4.3 sieht man einen Eindruck der leicht trapezförmig ausgebildet ist; der Prüfkörper ist auf ein Karbidpartikel unter der Oberfläche getroffen und wurde somit verzerrt. Die Mikrohärteprüfung erlaubt in weiterer Folge die Wechselwirkung von Matrixwerkstoff und Verstärkungsteilchen bezüglich ver- oder entfestigender Wirkung zu beschreiben

4.3 Druckversuche

Bei den Druckversuchen wurden Proben mit Kreisquerschnitten verwendet (vgl. Abb. 4.4) und je nach Druckleistung der Maschinen verschiedene Größen. Die Probenentnahmen erfolgten wenn möglich immer in Richtung der l -Achse (vgl. Abb. 4.5). Die Fertigungsrichtung entspricht bei Gusswerkstoffen der Richtung der Vorverformung, bei pulvermetallisch hergestellten Werkstoffen der Strangpressrichtung.

Die meisten Materialien lagen im Lieferzustand als zylindrische Probe $d=10/l=15\text{mm}$ vor, die anderen wurden mittels Drahterodiermaschine auf Maß geschnitten. Für kleinere Probendurchmesser wurden die Proben entweder auf Maß gedreht oder rundgeschliffen.

Bei Druckversuchen treten an der Kontaktfläche von Probe und Maschine Reibungskräfte auf. Diese versucht man mit Hilfe von Gleitmitteln wie MoS_2 - oder Graphitpasten zu reduzieren. Hier wurde jedoch bewusst auf diese Mittel verzichtet, da die Proben bei mehreren

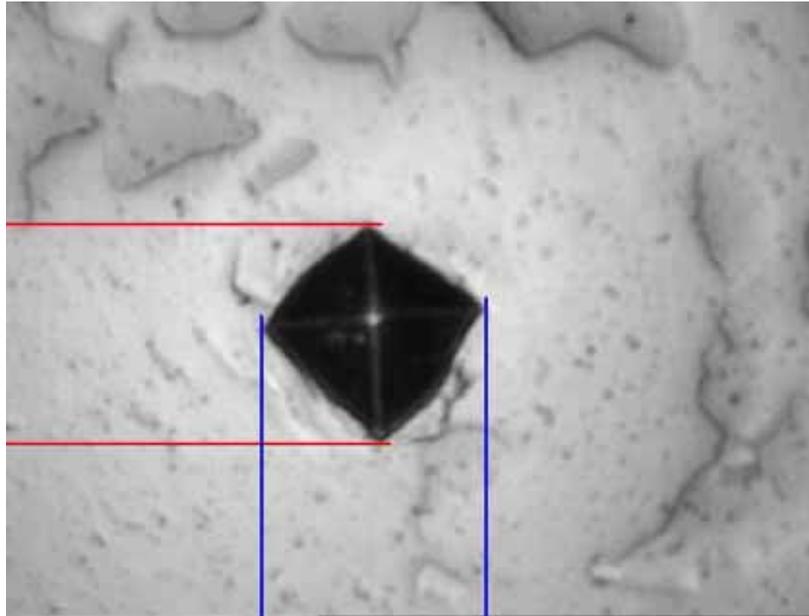


Abbildung 4.3 Eindruck bei der Mikrohärteprüfung an einer Ti662/TiC20p Probe

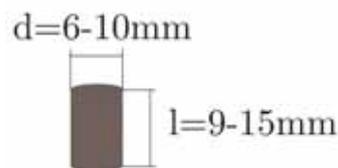


Abbildung 4.4 Probenform für die Druckversuche

Versuchen von den Stempeln (vgl. Abb. 4.9 u. 4.13) rutschten. Die Abb. 4.6 u. 4.7 zeigen die bei Druckversuchen an den Proben auftretenden Verformungszonen.

4.3.1 Druckversuche bei Raumtemperatur

4.3.1.1 Messung

Diese Druckversuche wurden auf einer vertikalen Universalprüfmaschine *Zwick-Roelß Z250* (vgl. Abb. 4.8) ausgeführt, die sowohl für Druck- als auch für Zugversuche mit Maximalkräften bis zu 250kN geeignet ist.

Die Maschine besteht aus drei Hauptkomponenten: dem mechanischen Prüfraum, einer Steuerungselektronik sowie einem daran angeschlossenen PC mit Steuersoftware. Die Steuerung erfolgte über die Verformungsgeschwindigkeit und wurde bis zu einer maximalen Stauchung von 70% oder Bruch durchgeführt. Die Geschwindigkeit lag bei allen Proben bei einem Wert von $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1} = const.$ mit $\varepsilon = \ln \frac{l}{l_0}$. Jeder Versuch wurde 2mal mit den gleichen Parametern durchgeführt. Die Kraftübertragung erfolgt mittels der links und rechts angebrachten Antriebsspindeln (vgl. Abb. 4.9). Diese sind mit der Traverse, die in zwei Führungsschienen läuft, verbunden. Über die Stahlstempel, den Adapter und die Hartmetallstempel wird die Kraft in l-Richtung (vgl. Abb. 4.5) auf die Probe übertragen. Es wurde großes Augenmerk auf die Planparallelität der einzelnen Komponenten gelegt, damit die Krafteinleitung vertikal und

⁵Zwick GmbH & Co KG, www.zwick.de

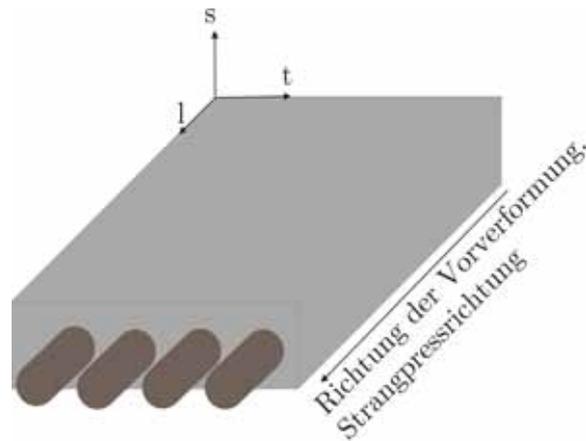


Abbildung 4.5 Fertigungsrichtung der Proben

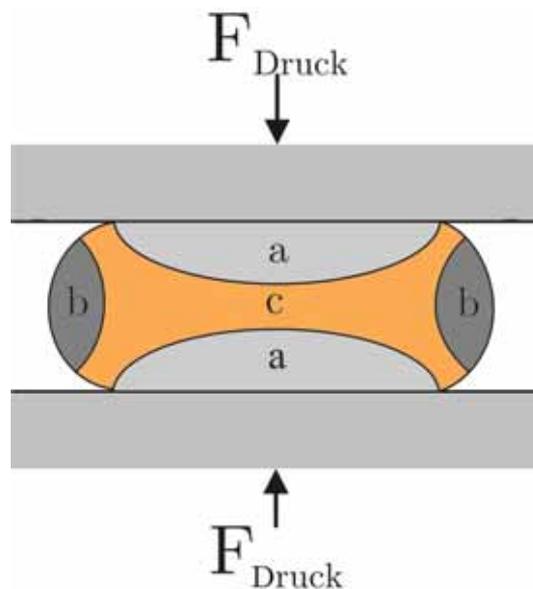


Abbildung 4.6 Verformungszone an einer gestauchten Probe: a) geringe Verformung, b) mäßige Verformung, c) hohe Schubverformung

gleichmäßig auf die Proben einwirkt. Die Messung der Kraft erfolgt über eine Kraftmessdose, die über dem oberen Stahlstempel in der Traverse liegt, der Verfahrweg wird über den Traversenwegaufnehmer bestimmt, der auf Höhe der Antriebspindeln sitzt. Zusätzlich zu den Kraft- und Wegsignalen wurde auch noch die Zeit aufgezeichnet. Die eingesetzten Proben hatten eine Größe von ungefähr $d=10\text{mm}$, $l=15\text{mm}$, die bei jeder Messung mittels Messschieber überprüft wurde.

4.3.1.2 Auswertung

Während den Messungen kommt es im Bereich der Traverse und der Stahlstempel zu elastischen Verformungen, die zu einer Verfälschung der Resultate führen und korrigiert werden müssen; alleine die elastischen und plastischen Anteile der Probe sind relevant. Hierzu wurden Korrekturkurven (vgl. Abb. 4.10) ohne Probe aufgenommen, die das elastische Verhalten der Maschine wiedergeben. Im Anfangsbereich kommt es zu verschiedenen Setzungenvorgängen, die



Abbildung 4.7 Verformungszonen an einer Ti Grade2 Stauchprobe



Abbildung 4.8 Zwick-Roell Z250 Universalprüfmaschine [13]

einen runden Anfangsbereich der Kurve zur Folge haben, während sich der übrige Teil linear verhält. Daraus läßt sich in weiterer Folge eine "lineare Maschinensteifigkeit" c_T errechnen mit $c_T = \frac{\partial F}{\partial l}$ wobei F die Druckkraft und l die Verschiebung bezeichnet. In weiterer Folge werden alle nicht korrigierten Werte der Verschiebung (Ausgangswerte) auf korrigierte Werte umgerechnet (Gl.4.3):

$$l_{korr} = l_{nichtkorr} - \frac{F_{Druck}}{c_T} \quad (4.3)$$

In weiterer Folge wurden über die Werte der Verschiebung und der Druckkraft, Spannungs-Dehnungsdiagramme erstellt, wobei die folgenden Zusammenhänge gelten (Gl.4.4 bis Gl.4.10):

Für eine uniaxiale Druckbeanspruchung gilt:

$$\Delta l = l_1 - l_0 \leq 0 \quad (4.4)$$

dann gilt für die technische Dehnung $\varepsilon_{d,t}$:

$$\varepsilon_{d,t} = \frac{l_1 - l_0}{l_0} = -\frac{\Delta l}{l_0} \geq 0 \quad (4.5)$$

für die wahre Dehnung $\varepsilon_{d,w}$:

$$d\varepsilon_{d,w} = \frac{dL}{L} \quad (4.6)$$

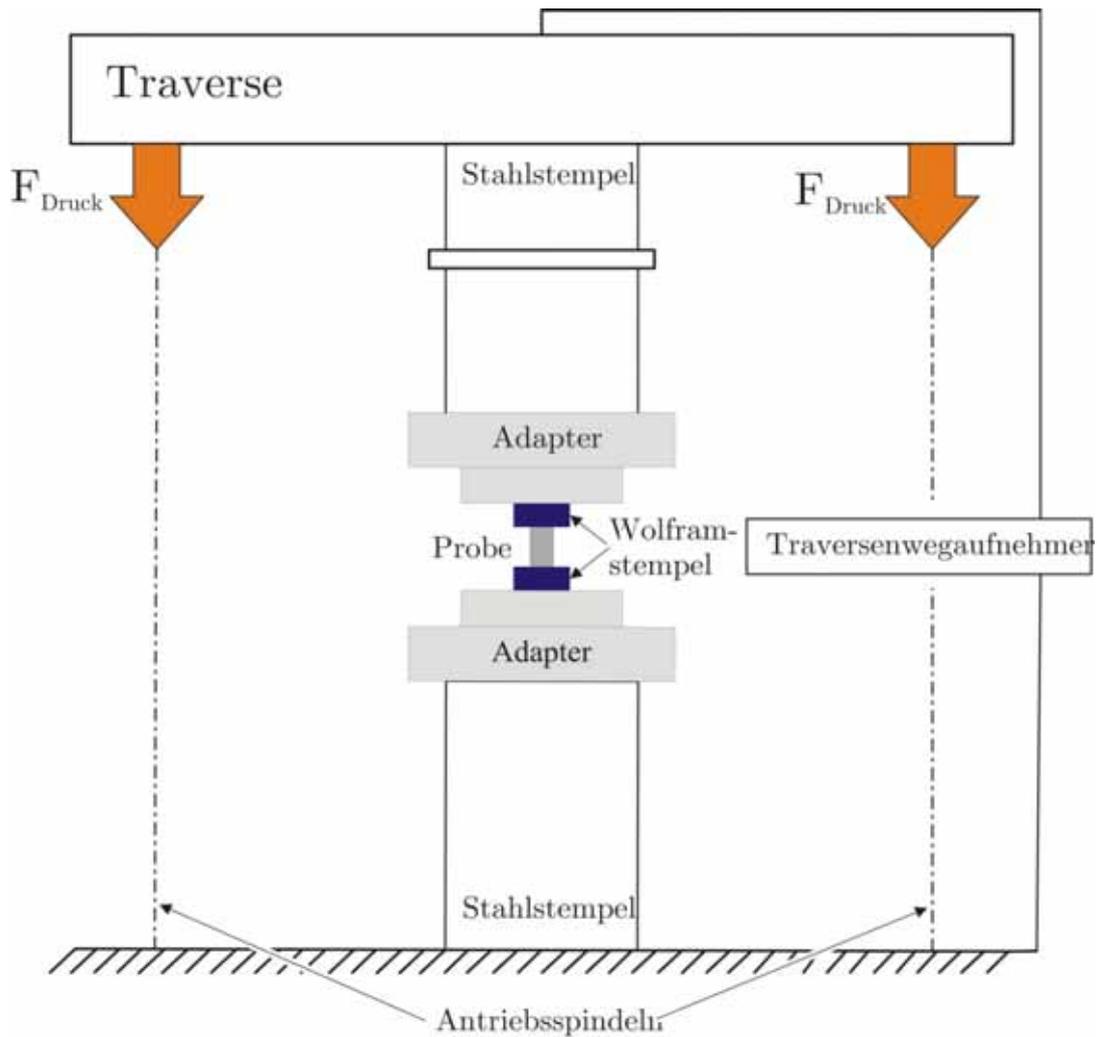


Abbildung 4.9 Funktionsschema der *Zwick-Roell Z250 Universalprüfmaschine*

$$\varepsilon_{d,w} = \int_{l_0}^{l_1} \frac{1}{l} dl = \ln \frac{l_1}{l_0} = \ln \frac{(l_0 - \Delta l)}{l_0} = \ln \left(1 - \frac{\Delta l}{l_0} \right) = \ln(1 - \varepsilon_{d,t}) \quad (4.7)$$

für die technische Spannung $\sigma_{d,t}$:

$$\sigma_{d,t} = \frac{F}{A_0} \quad (4.8)$$

und für die wahre Spannung $\sigma_{d,w}$:

$$\sigma_{d,w} = \frac{F}{A_1} \quad (4.9)$$

und aufgrund der Volumskonstanz:

$$\sigma_{d,w} = \frac{F \cdot l_1}{A_0 \cdot l_0} = \frac{F(l_0 - \Delta l)}{A_0 \cdot l_0} = \sigma_{d,t} \left(1 - \frac{\Delta l}{l_0} \right) = \sigma_{d,t}(1 - \varepsilon_{d,t}) \quad (4.10)$$

l_0 : Anfangsprobenlänge [m]

l_1 : korrigierte Probenlänge zum Zeitpunkt t_1 [m]

A_0 : Anfangsprobenfläche $A_0 = \frac{\pi \cdot d_0^2}{4}$ [m²]

d_0 : Anfangspobendurchmesser [m]

A_1 : Probenfläche zum Zeitpunkt t_1 [m²]

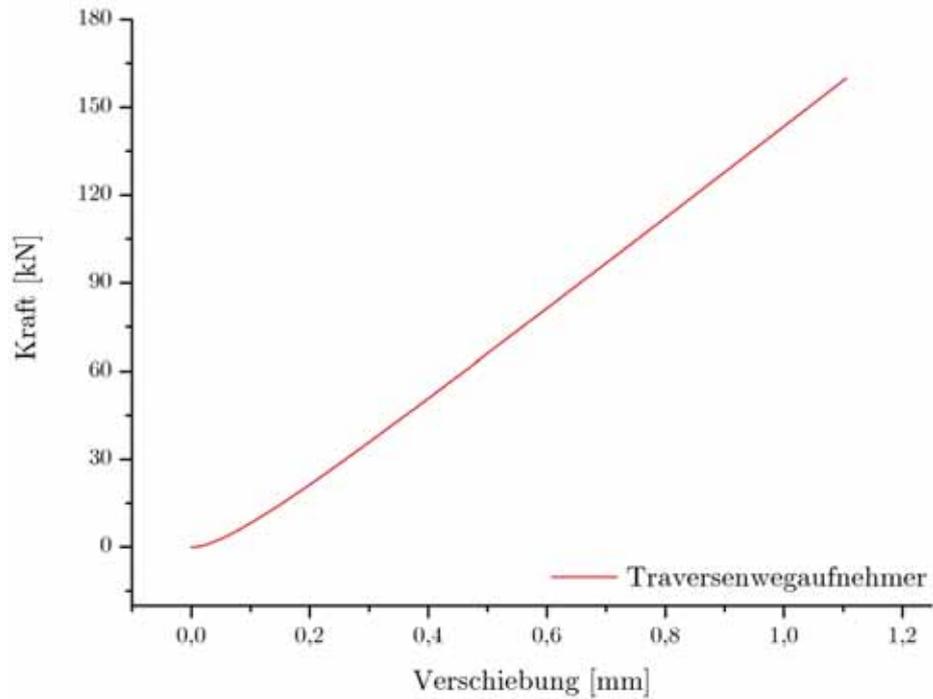


Abbildung 4.10 Korrekturkurve an der *Zwick-Roell Z250*

Als Maß für die Verfestigung im plastischen Bereich wurde der n-Wert herangezogen. Über den Potenzansatz (Gl.4.11) können die Druck- und Fließkurven im plastischen Bereich (vgl.Abb.4.11) bis zu Gleichmaßdehnung angenähert werden. Die Ermittlung der n-Werte erfolgte graphisch: in einer doppellogarithmischen Darstellung (vgl.Abb.4.12) des σ - ϵ -Diagramms entspricht der n-Wert der Steigung der Geraden (orange).

$$\sigma = k \cdot \epsilon^n \quad (4.11)$$

Je höher der n-Wert desto mehr verfestigt der Werkstoff.

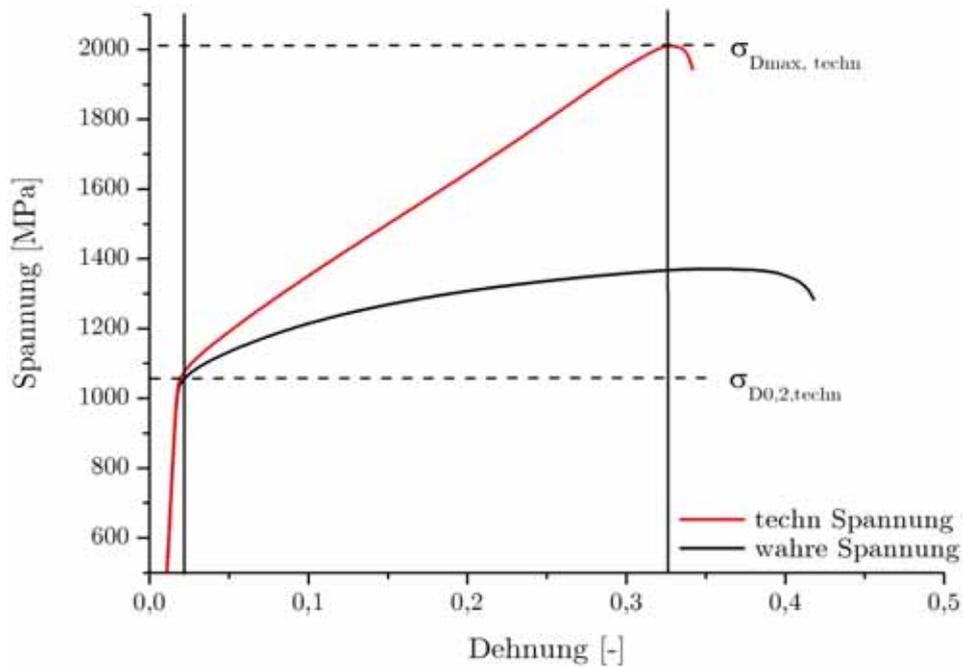


Abbildung 4.11 Vergleich der techn. und der wahren Spannung

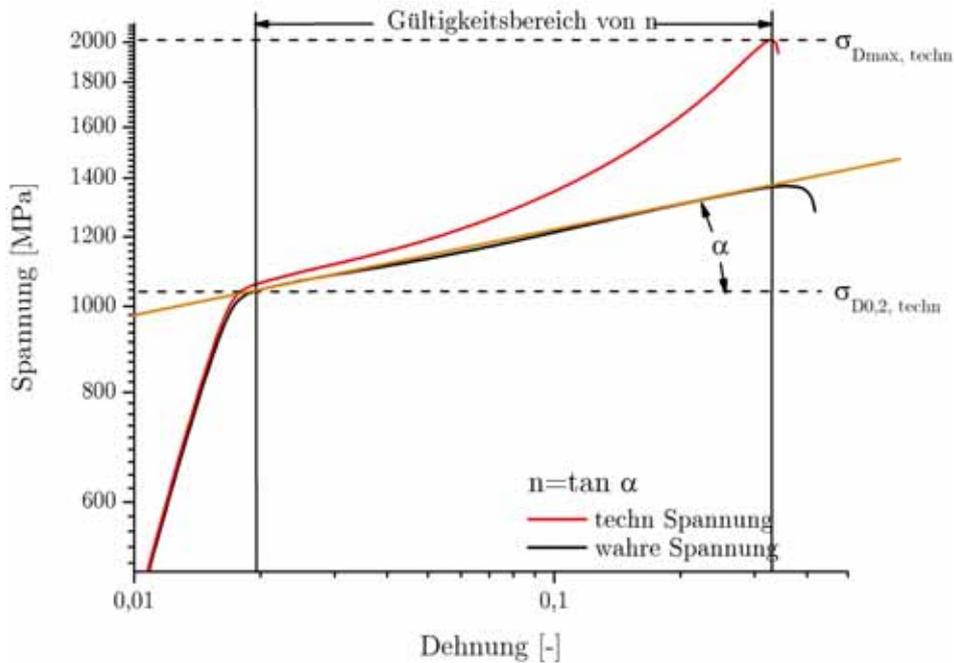


Abbildung 4.12 Berechnung des Verfestigungsexponenten n

4.3.2 Druckversuche bei 300°C - 350°C

Die Druckversuche bei höheren Temperaturen wurden mit einer *Gleeble 1500*⁶ Prüfmaschine

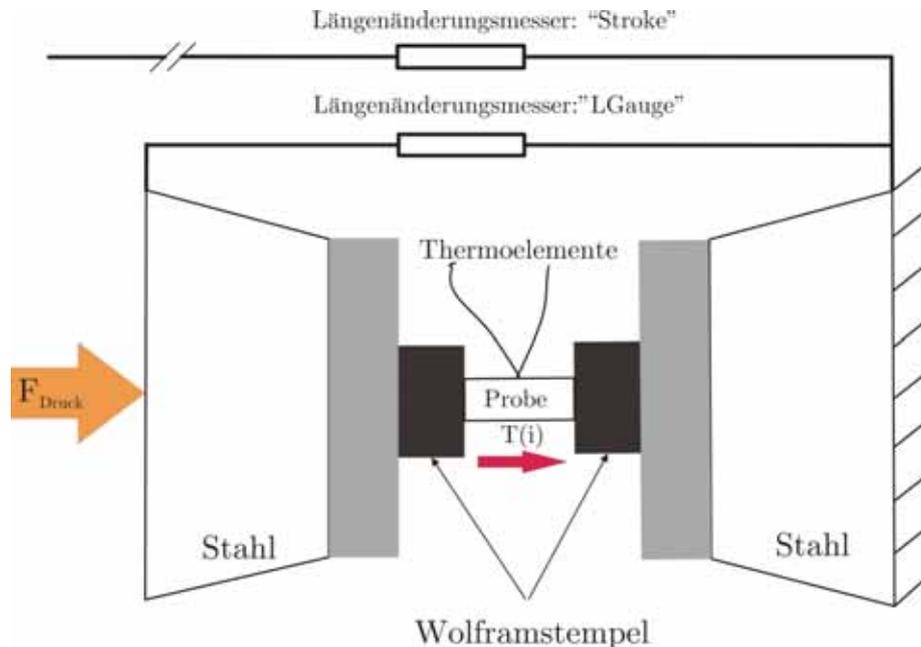


Abbildung 4.13 Prinzipskizze der *Gleeble 1500*

durchgeführt, die ebenfalls für Zug,- und Druckversuche geeignet ist. Abb.4.13 zeigt eine Prinzipskizze des Inneren der Prüfkammer, die mit einem verschließbaren Gehäuse versehen ist. Die Belastungsrichtung ist hier horizontal. Die Druckkraft wird über einen Hydraulikzylinder in l-Richtung (vgl. Abb.4.5) aufgebracht, das Maximum liegt bei 60,6kN. Die Erwärmung der Probe übernimmt eine resistive Heizung, die über die mittig der Probe angeschweissten Thermoelemente gesteuert wird. Die Steuerung der Versuche wurde genau wie bei den Raumtemperaturversuchen über die Verformungsgeschwindigkeit durchgeführt und betrug ebenfalls $\dot{\epsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1} = const.$ für alle Proben. Jeder Versuch wurde 3mal durchgeführt und wurde bis zur Maximalkraft der Maschine bzw. bis zum Bruch getestet. Um eine Oxidation des Titans zu vermeiden, wurde die Prüfkammer verschlossen und mit Argon gespült. Die aufgenommenen Signale waren die Zeit, die Prüfkraft (F_{Druck}) sowie die Längenänderung, die mit zwei unterschiedlichen Aufnehmern ("Stroke" und "LGauge"), zu Kontrollzwecken, aufgenommen wurden. Ähnlich zu den Versuchen bei Raumtemperatur, wurden auch hier Korrekturkurven (vgl. Abb.4.10) aufgenommen, um die elastischen Anteile der Maschine zu korrigieren.

4.4 Dynamischer 3-Punkt-Biegeversuch

Die Messung der E-Moduli erfolgte auf einem dynamisch-mechanischen Analysegerät vom Typ *TA Instruments DMA2980*⁷ (vgl. Abb.4.14) mittels 3-Punkt-Biegeversuch. Die Proben wurden mit dem *Accutom* Schneidegerät auf die Größe $b=2\text{mm}$ / $h=4\text{mm}$ / $l=60\text{mm}$ geschnitten. Über den beweglichen Stempel (vgl. Abb.4.15) wird eine Amplitude mit konstanter Auslenkung gehalten und die erforderliche Biegekraft ausgewertet. Der E-Modul wird vom System über

⁶Dynamic Systems Inc., www.gleeble.com

⁷TA Instruments, www.tainstruments.com

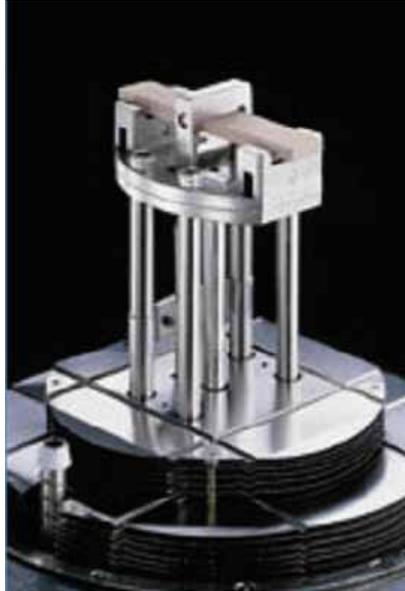


Abbildung 4.14 TA Instruments DMA2980 zur Ermittlung der E-Moduli [14]

die Gleichung (Gl.4.12) berechnet mit der Annahme, daß die Deformation im Bereich der Einspannungen vernachlässigbar ist:

$$E = K \cdot \frac{l^3}{6I} \left[1 + \frac{12}{5}(1 + \nu) \cdot \left(\frac{h}{l} \right)^2 \right] \quad (4.12)$$

mit:

$$K = \frac{F}{x} \quad (4.13)$$

- E: E-Modul
- I: Flächenträgheitsmoment
- K: Probensteifigkeit
- F: Kraft des Stempels auf die Probe
- x: Kraftamplitude
- ν : Poisson Zahl (=0,33)
- h: Probenhöhe
- l: Probenlänge

Für die Versuche kann die Probenkammer hier ebenfalls verschlossen, aufgeheizt oder abgekühlt werden und ermöglicht somit die Ermittlung der E-Moduli bei verschiedenen Temperaturen. Jedes Material wurde einmal getestet. Die Auswertung und graphische Darstellung der Messergebnisse erfolgte bei allen Untersuchungen über die Software *Origin 7.5G*⁸.

⁸Origin Lab Corporation, www.originlab.com

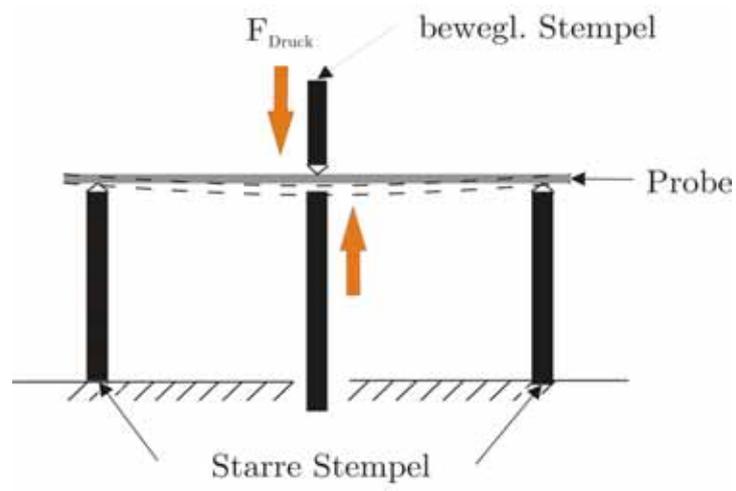


Abbildung 4.15 Prinzipskizze des dynamischen 3-Punkt Biegeversuchs

Kapitel 5

Resultate

5.1 Metallographie

Die metallographischen Aufnahmen wurden sowohl mit einem Licht- als auch für Details mit einem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Abb.5.1 zeigt die verschiedenen Phasen und Partikel je nach Aufnahmemethode.

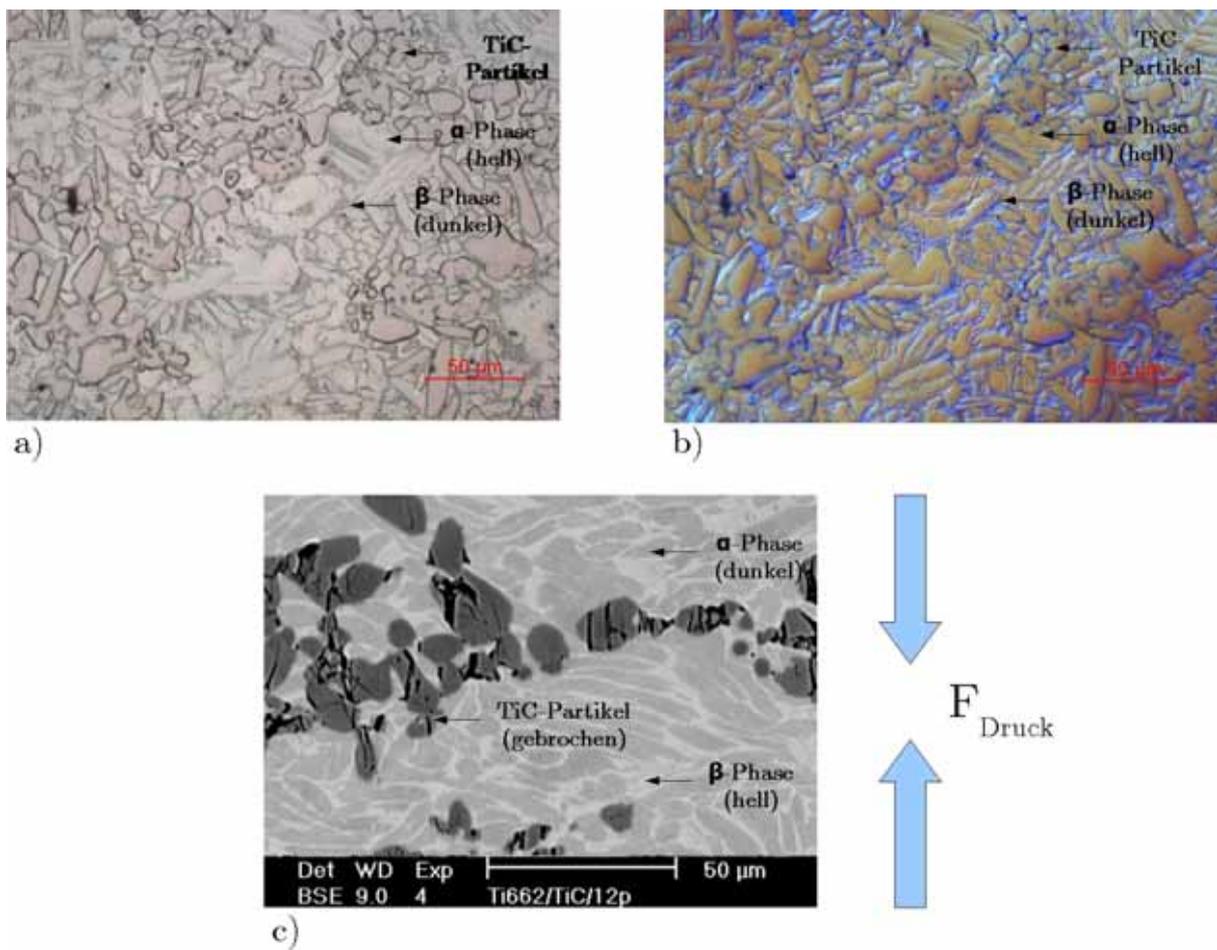
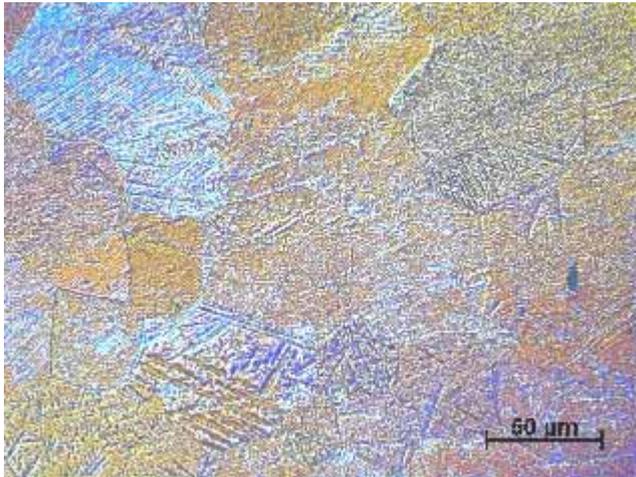
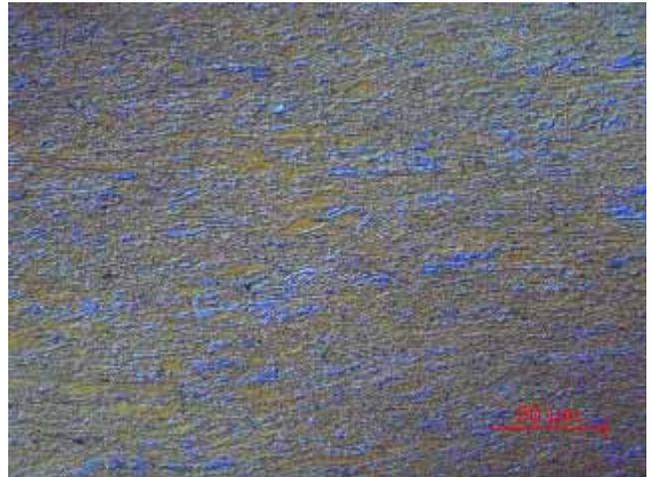


Abbildung 5.1 Metallographische Aufnahmen gestauchter Proben: a) Lichtmikroskop, b) Lichtmikroskop mit Polarisationsfilter, c) REM-Aufnahme (BSE)

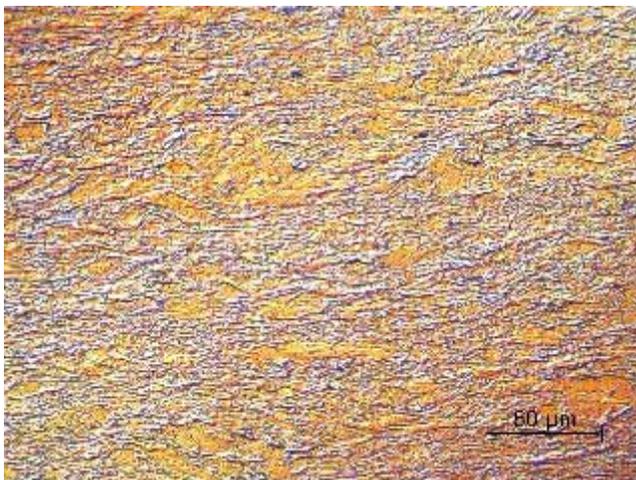
5.1.1 Ti-Werkstoffe



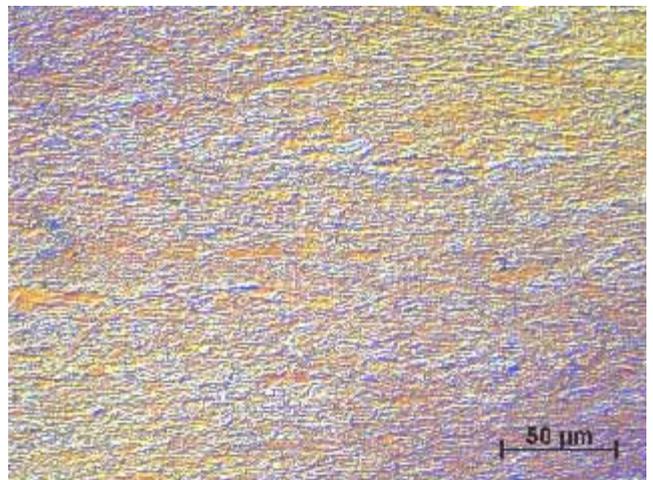
(a) Ti Grade2: Lieferzustand, geätzt



(b) Ti Grade2: $\epsilon=88\%$, Raumtemperatur, geätzt

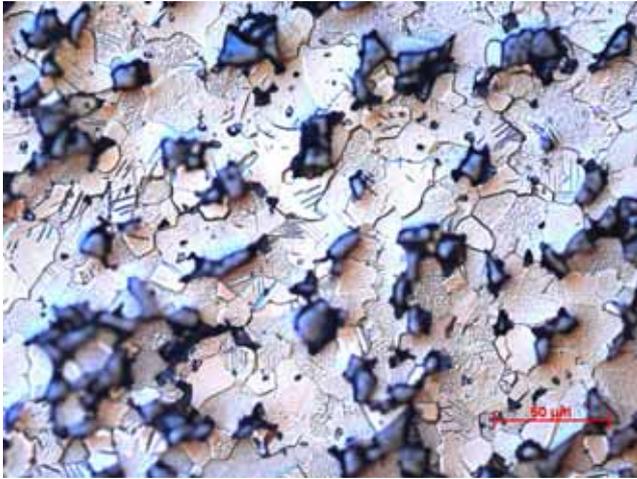


(c) Ti Grade2: $\epsilon=63\%$, 300°C, geätzt



(d) Ti Grade2: $\epsilon=71\%$, 350°C, geätzt

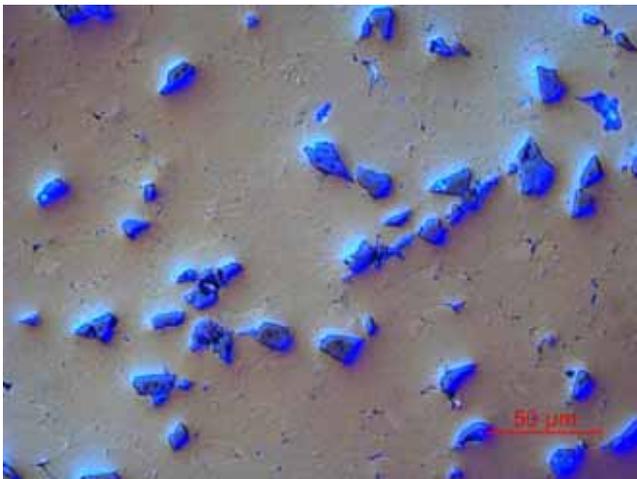
Abbildung 5.2 Lichtmikroskopie gleicher Vergrößerung der Ti-Werkstoffe(1)



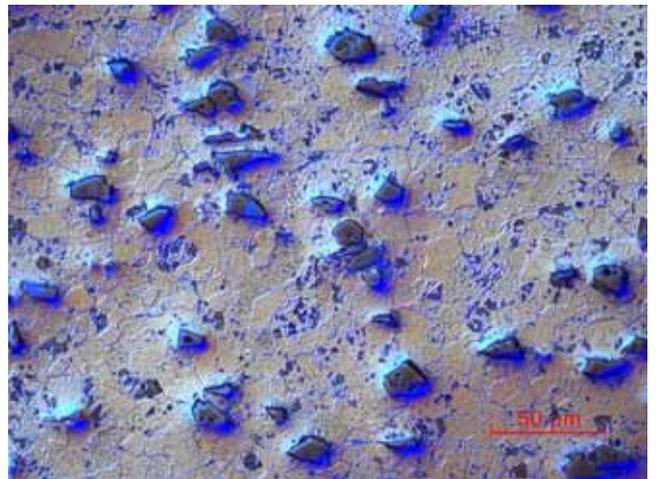
(e) Ti/SiC/15p/ARCS: Lieferzustand, geätzt



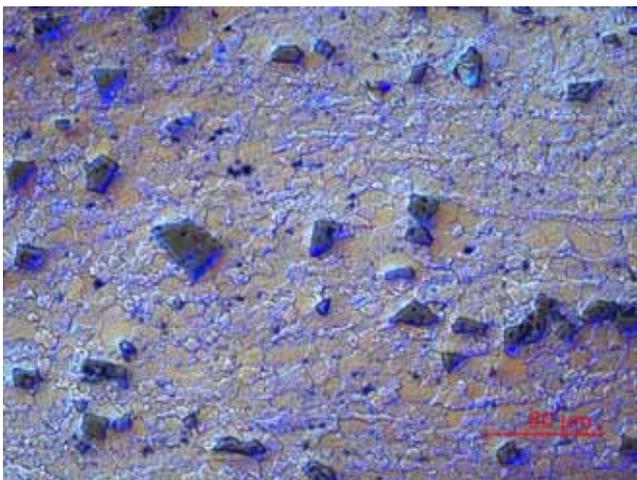
(f) Ti/SiC/15p/ARCS: $\epsilon=71\%$, 350°C, geätzt



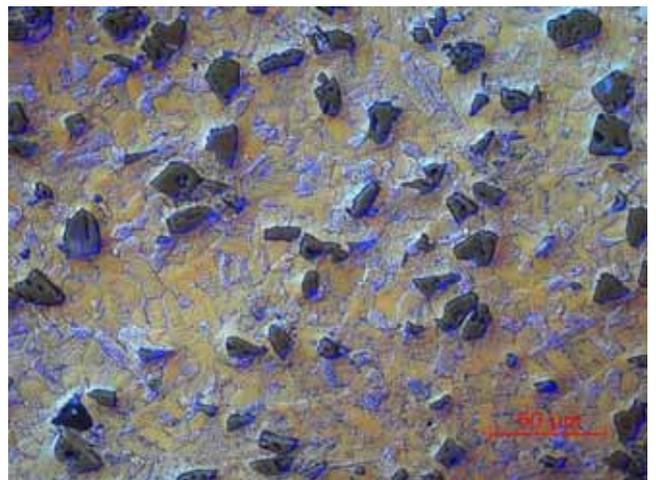
(g) Ti/SiC/15p/ECAP: Lieferzustand, nicht geätzt



(h) Ti/SiC/8p/800: Lieferzustand, geätzt



(i) Ti/SiC/8p/850: Lieferzustand, geätzt



(j) Ti/SiC/15p/900: Lieferzustand, geätzt

Abbildung 5.2 Lichtmikroskopie gleicher Vergrößerung der Ti-Werkstoffe(2)

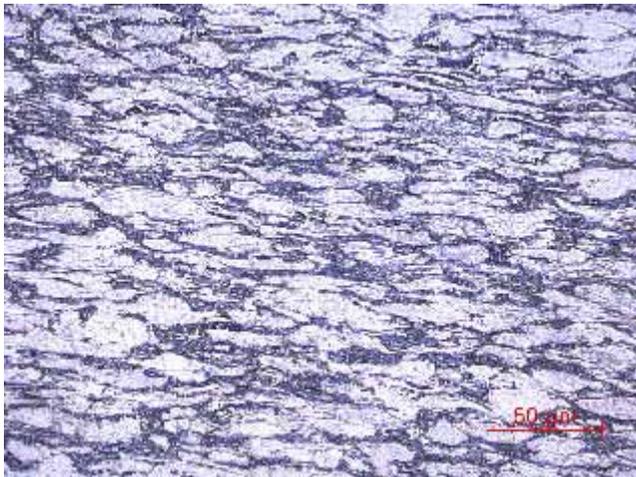
5.1.2 Ti64 Werkstoffe



(a) Ti64 Ingot: Lieferzustand, geätzt



(b) Ti64 Ingot: $\epsilon=41\%$, Raumtemperatur, geätzt mit Riss



(c) Ti64 Ingot: $\epsilon=24\%$, 300°C, geätzt

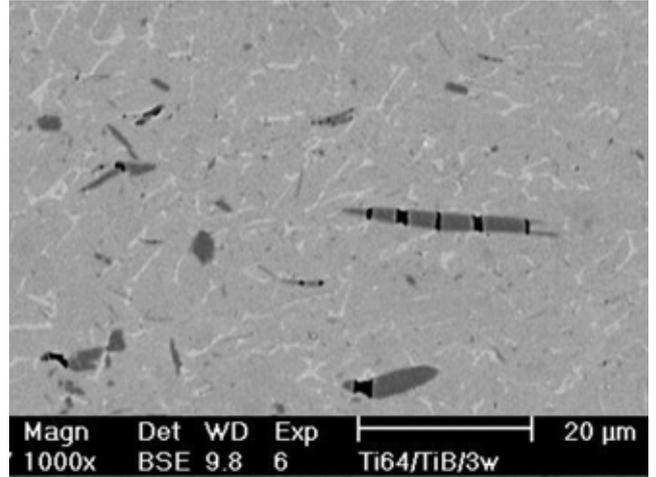


(d) Ti64 Ingot: $\epsilon=22\%$, 350°C, geätzt

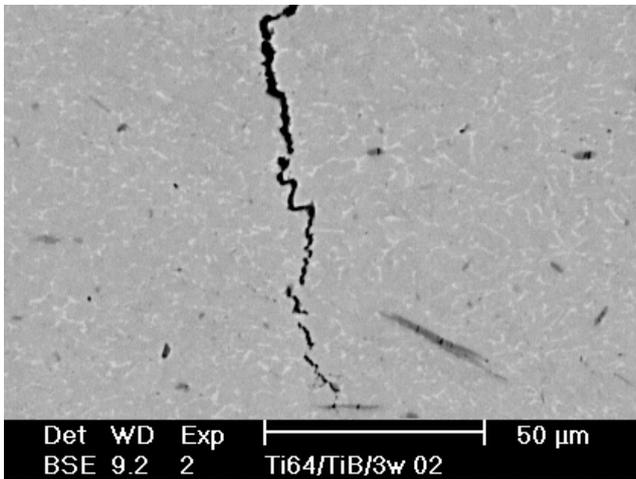
Abbildung 5.3 Metallographie der Ti64-Werkstoffe(1)



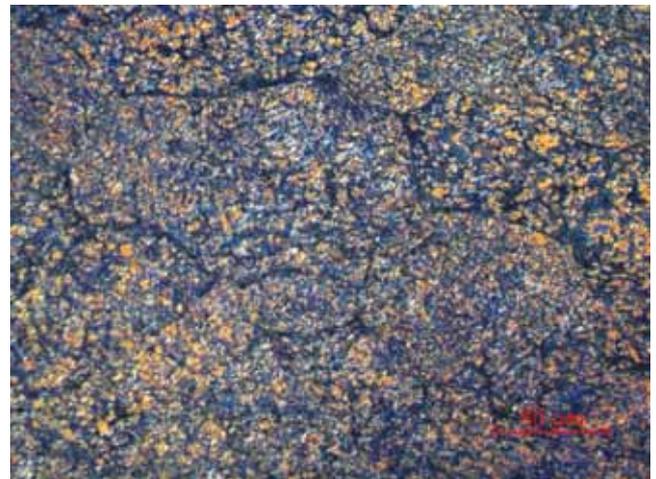
(e) Ti64/TiB/3w: Lieferzustand, geätzt



(f) Ti64/TiB/3w: $\epsilon=16\%$, Raumtemperatur, TiB(dunkel)



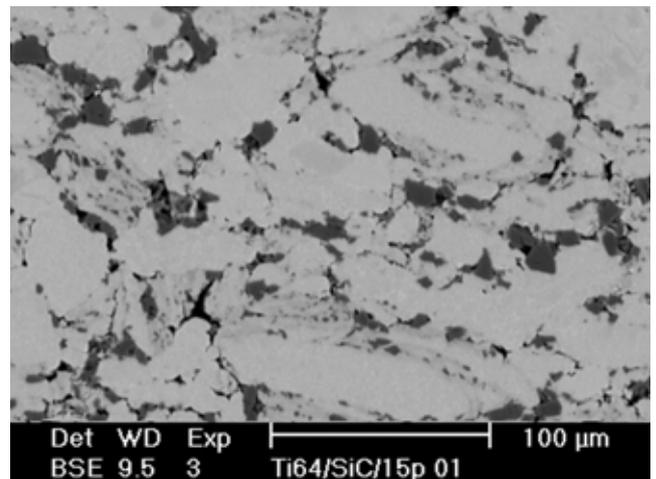
(g) Ti64/TiB/3w: $\epsilon=16\%$, Raumtemperatur, TiB(dunkel)



(h) Ti64/TiB/3w: $\epsilon=16\%$, 350°C, geätzt

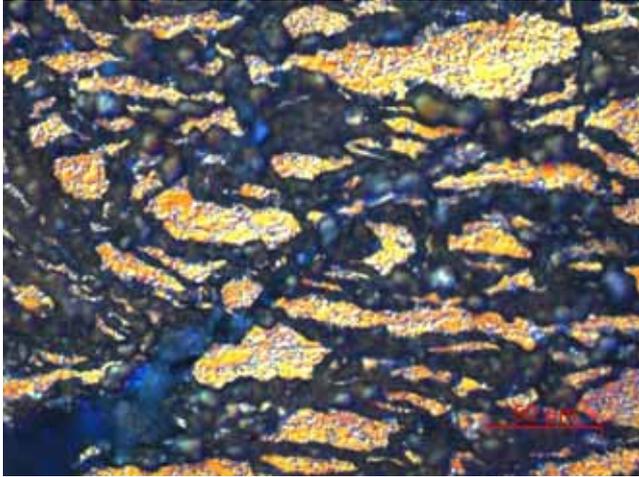


(i) Ti64/SiC/15p: Lieferzustand, geätzt



(j) Ti64/SiC/15p: $\epsilon=4\%$, Raumtemperatur

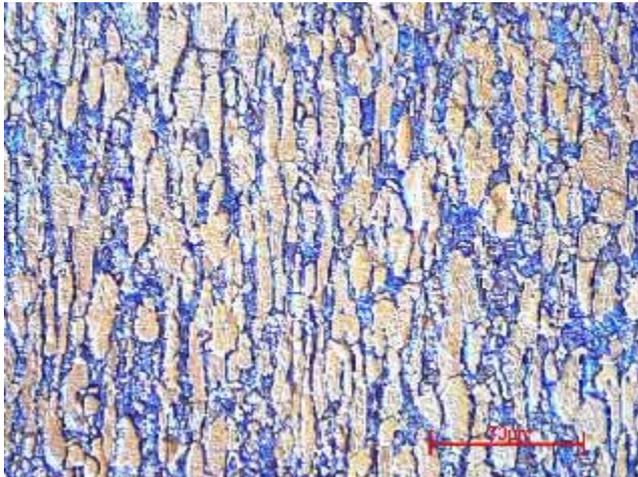
Abbildung 5.3 Metallographie der Ti64-Werkstoffe(2)



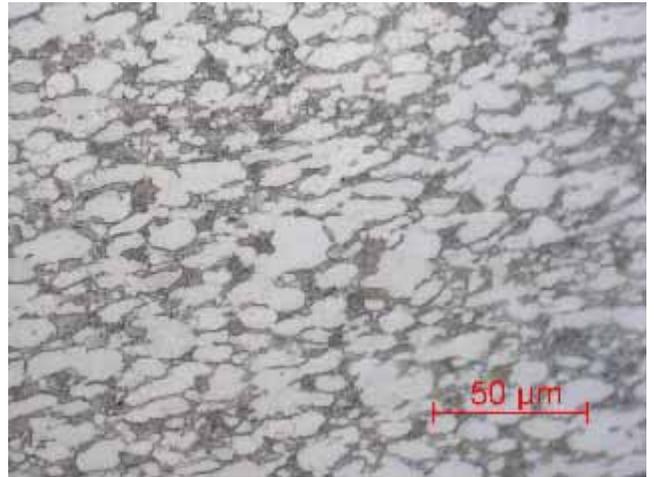
(k) Ti64/SiC/15p: $\epsilon=12\%$, 350°C , geätzt

Abbildung 5.3 Metallographie der Ti64-Werkstoffe(3)

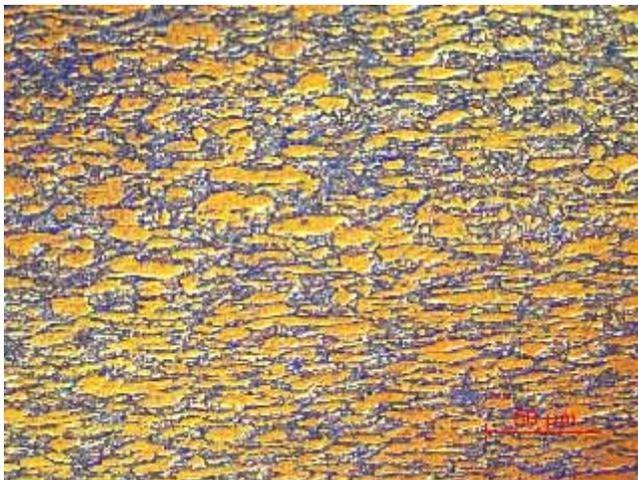
5.1.3 Ti662 Werkstoffe



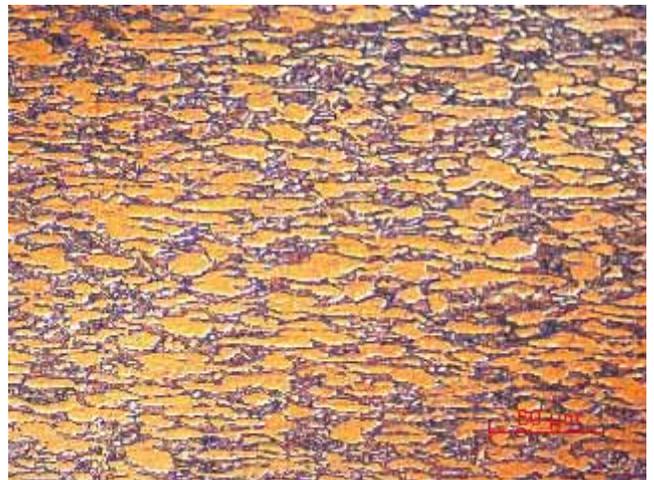
(a) Ti662 Ingot: Lieferzustand, geätzt



(b) Ti662 Ingot: $\epsilon=41\%$, Raumtemperatur, geätzt

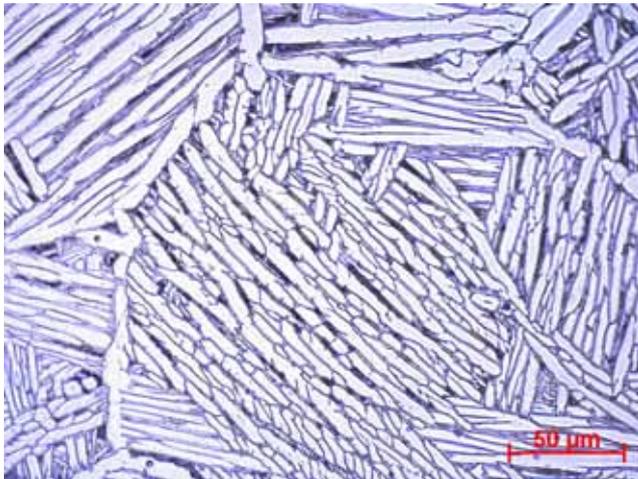


(c) Ti662 Ingot: $\epsilon=27\%$, 300°C, geätzt



(d) Ti662 Ingot: $\epsilon=21\%$, 350°C, geätzt

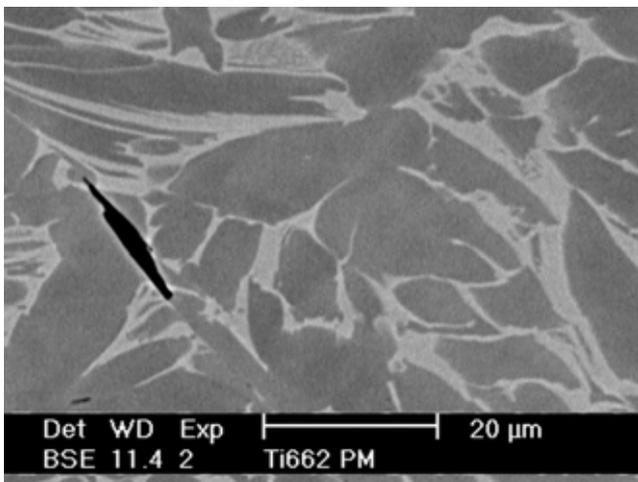
Abbildung 5.4 Metallographie der Ti662-Werkstoffe(1)



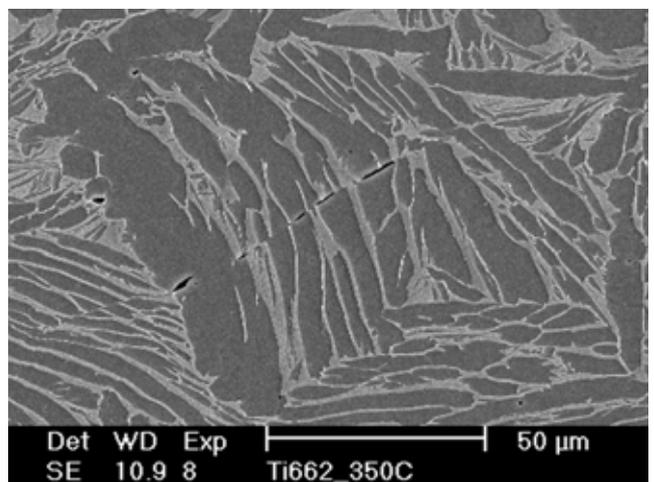
(e) Ti662 PM: Lieferzustand, geätzt



(f) Ti662 PM: $\epsilon=16\%$, Raumtemperatur, geätzt



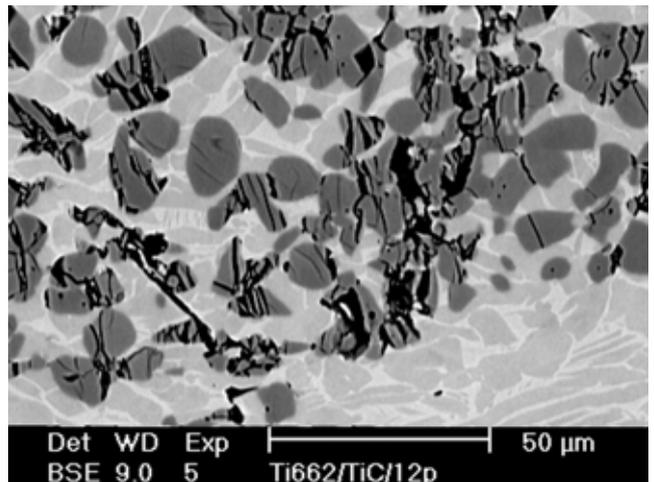
(g) Ti662 PM: $\epsilon=35\%$, Raumtemperatur mit Riss



(h) Ti662 PM: $\epsilon=37\%$, 350°C mit Rissen



(i) Ti662/TiC/12p: Lieferzustand, geätzt

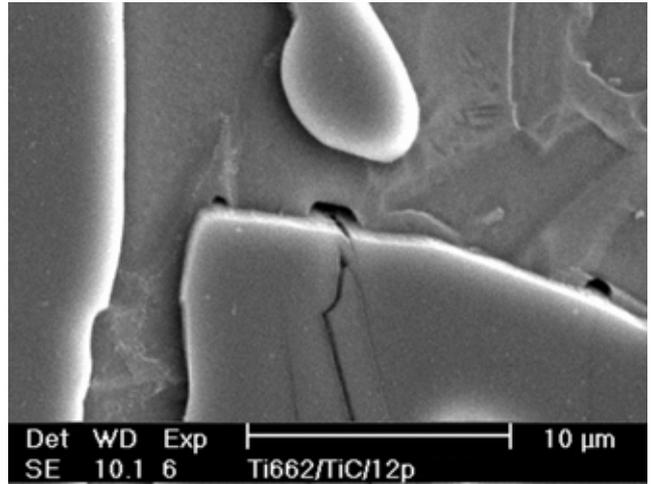


(j) Ti662/TiC/12p: $\epsilon=19\%$, Raumtemperatur mit Rissen in den Partikeln

Abbildung 5.4 Metallographie der Ti662-Werkstoffe(2)



(k) Ti662/TiC/12p: $\epsilon=22\%$, 350°C, geätzt



(l) Ti662/TiC/12p: $\epsilon=22\%$, 350°C, mit Riss am Teilchen



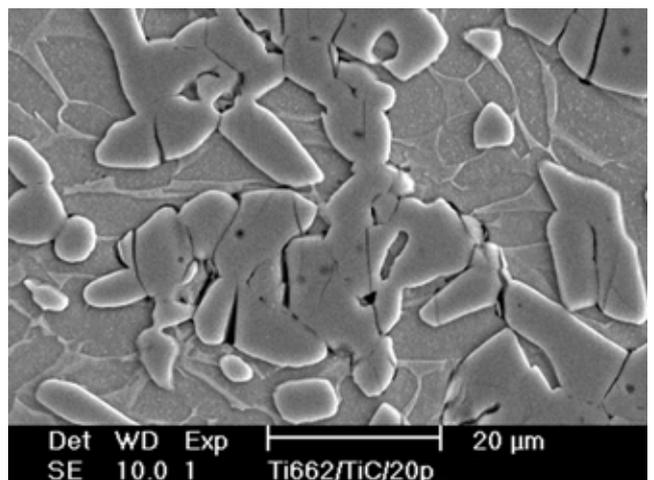
(m) Ti662/TiC/20p: Lieferzustand, geätzt



(n) Ti662/TiC/20p: $\epsilon=9,5\%$, Raumtemperatur, geätzt



(o) Ti662/TiC/20p: $\epsilon=16\%$, 350°C, geätzt



(p) Ti662/TiC/20p: $\epsilon=16\%$, 350°C, mit Rissen in den Teilchen

Abbildung 5.4 Metallographie der Ti662-Werkstoffe(3)

5.2 Härtemessung

5.2.1 Makrohärtemessung

Die Ergebnisse der Makrohärtemessung sind in den Balkendiagrammen Abb.5.5 - Abb.5.7 dargestellt. Bei jedem Material wurden jeweils 10 Eindrücke gemacht und gemittelt.

Material	Mittelwert	Standardabweichung
Ti Grade2	145	8
Ti/SiC/15p/ECAP	225	15
Ti/SiC/15p/ARCS	205	9
Ti/SiC/8p/850	151	5
Ti/SiC/8p/900	231	13
Ti/SiC/15p/950	277	13

Tabelle 5.1 Mittelwerte und Standardabweichungen der Ti-Werkstoff-Makrohärtemessungen

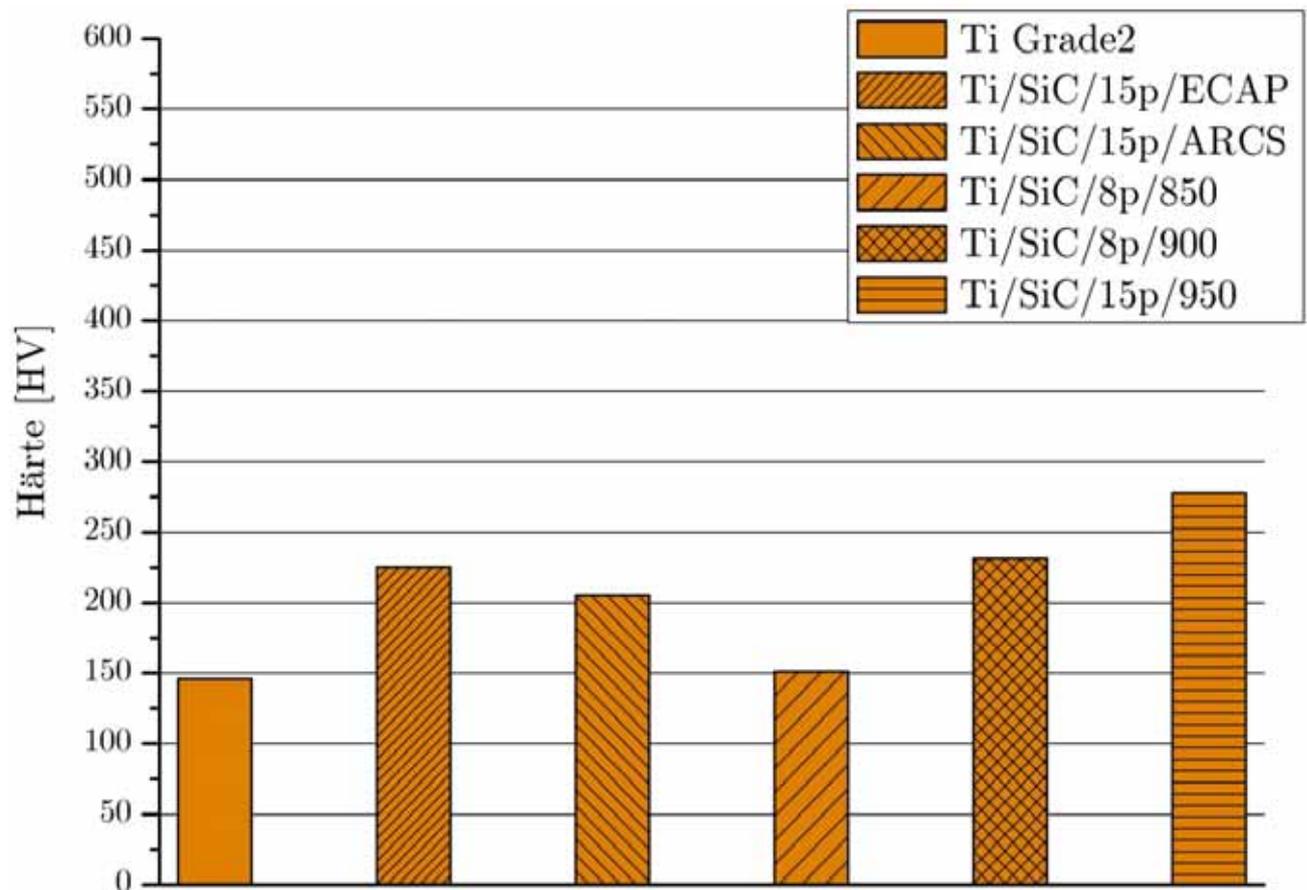


Abbildung 5.5 Makrohärte der Ti-Werkstoffe

Material	Mittelwert	Standardabweichung
Ti64 Ingot	333	6
Ti64/TiB/3w	377	6
Ti64/SiC/15p	556	26

Tabelle 5.2 Mittelwerte und Standardabweichungen der Ti64-Werkstoff-Makrohärtemessungen

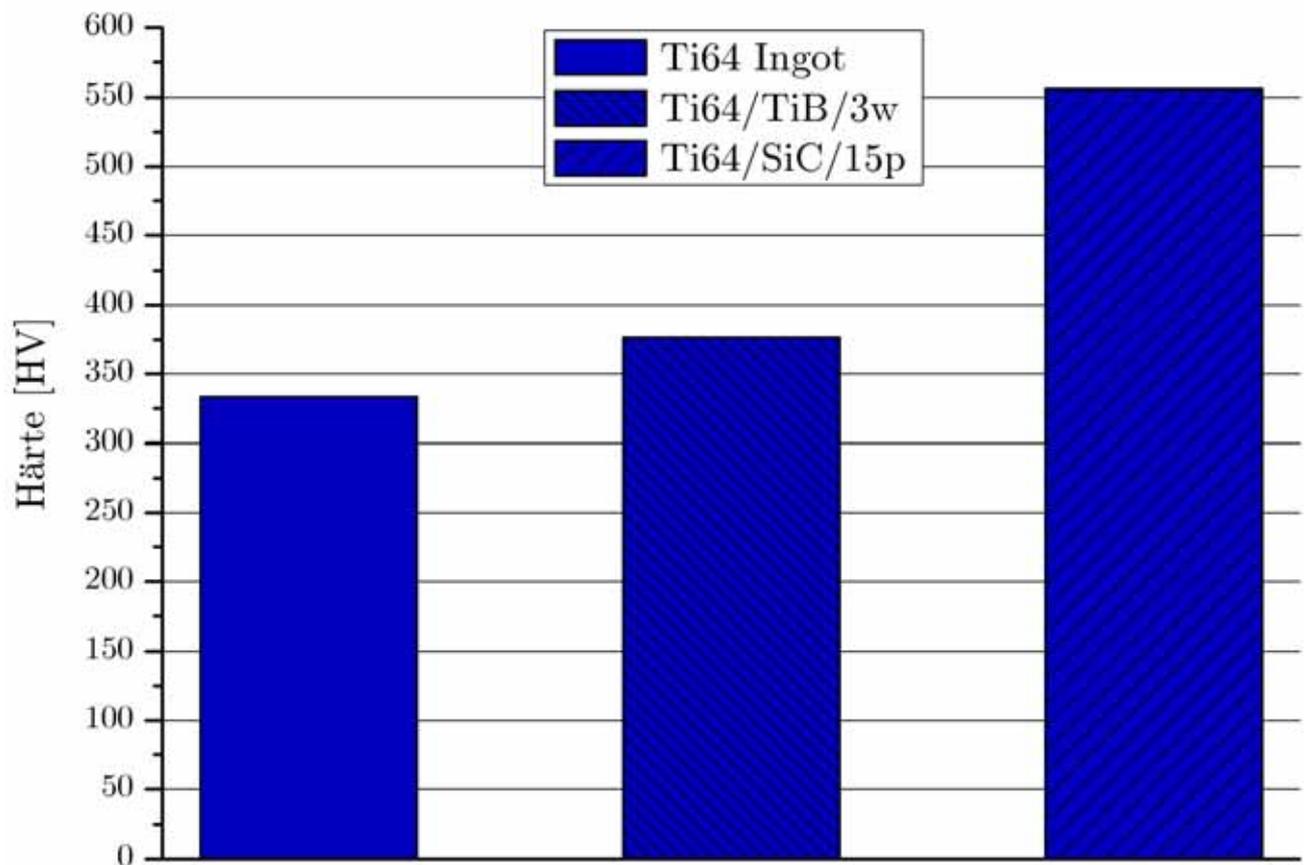


Abbildung 5.6 Makrohärte der Ti64-Werkstoffe

Material	Mittelwert	Standardabweichung
Ti662 Ingot	375	6
Ti662PM	380	25
Ti662/TiC/12p	403	35
Ti662/TiC/20p	440	48

Tabelle 5.3 Mittelwerte und Standardabweichungen der Ti662-Werkstoff- Makrohärtemessungen

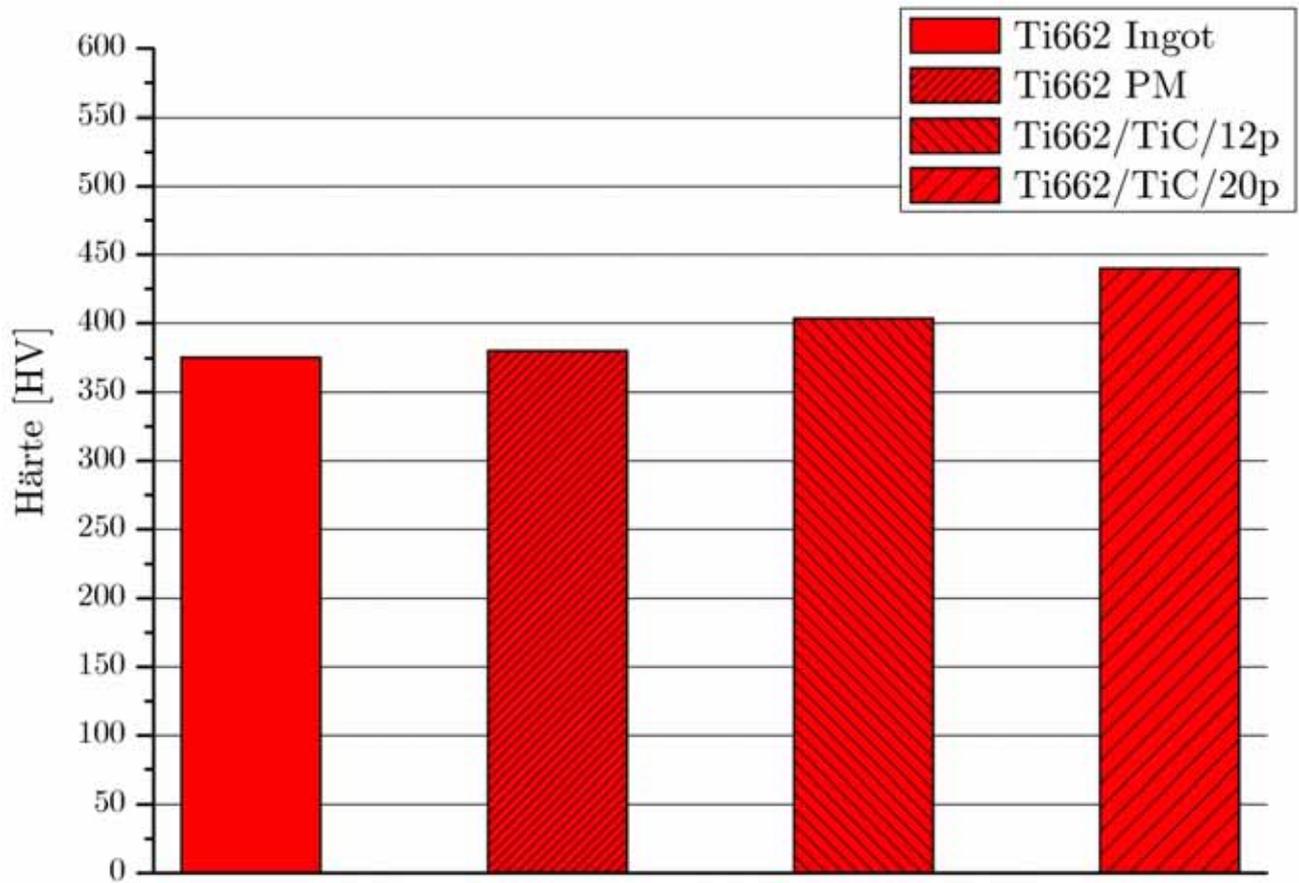


Abbildung 5.7 Makrohärte der Ti662-Werkstoffe

5.2.2 Mikrohärtemessung

Die Ergebnisse der Mikrohärtemessung sind in den Balkendiagrammen Abb.5.8 - Abb.5.10 dargestellt. Bei jedem Material wurden jeweils 10 Eindrücke gemacht und gemittelt.

Material	Mittelwert	Standardabweichung
Ti Grade2	173	16
Ti/SiC/15p/ECAP	234	9
Ti/SiC/15p/ARCS	201	19
Ti/SiC/8p/850	164	8
Ti/SiC/8p/900	227	11
Ti/SiC/15p/950	237	28

Tabelle 5.4 Mittelwerte und Standardabweichungen der Ti-Werkstoff-Mikrohärtemessungen

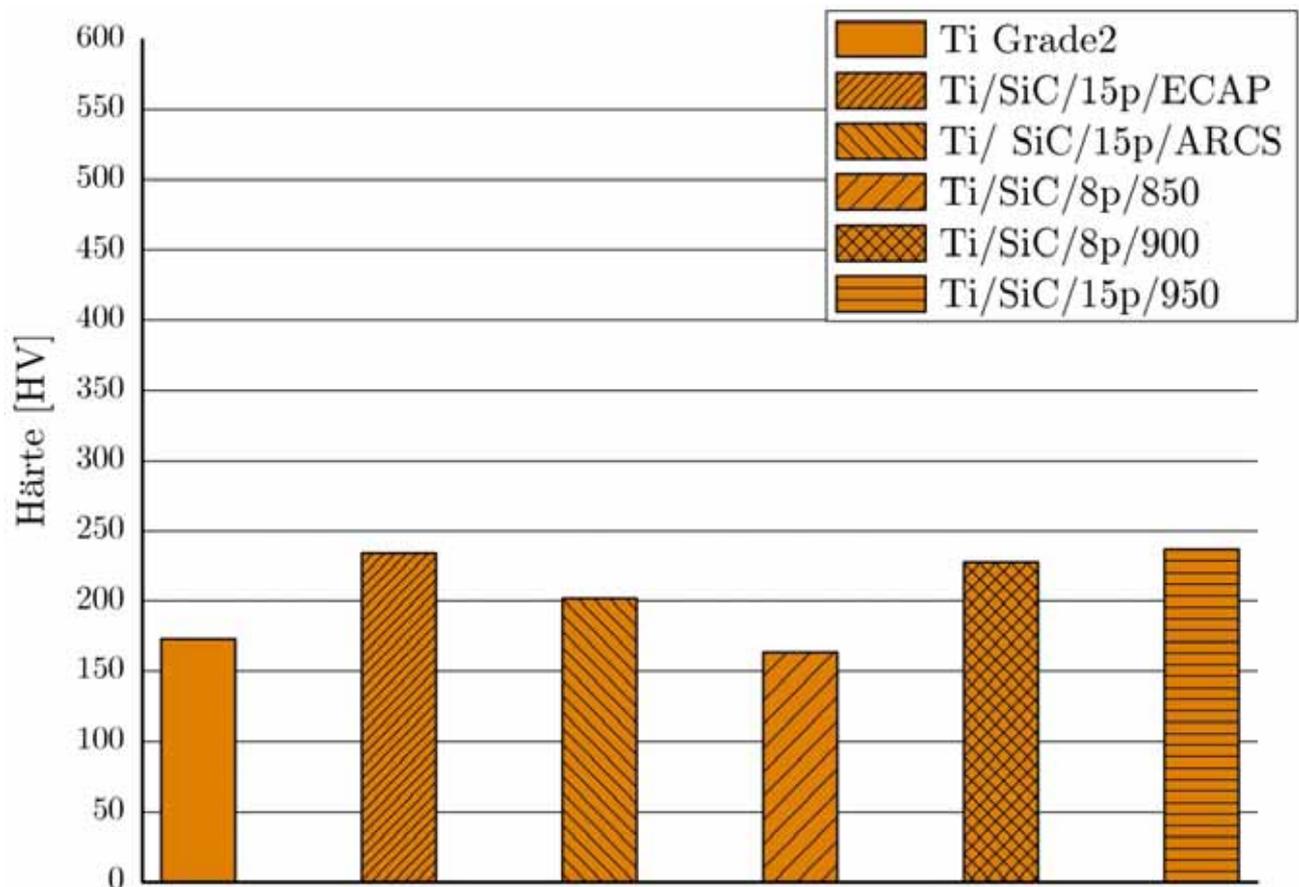


Abbildung 5.8 Mikrohärte der Ti-Werkstoffe

Material	Mittelwert	Standardabweichung
Ti64 Ingot	353	14
Ti64/TiB/3w	405	14
Ti64/SiC/15p	520	27

Tabelle 5.5 Mittelwerte und Standardabweichungen der Ti64-Werkstoff-Mikrohärtemessungen

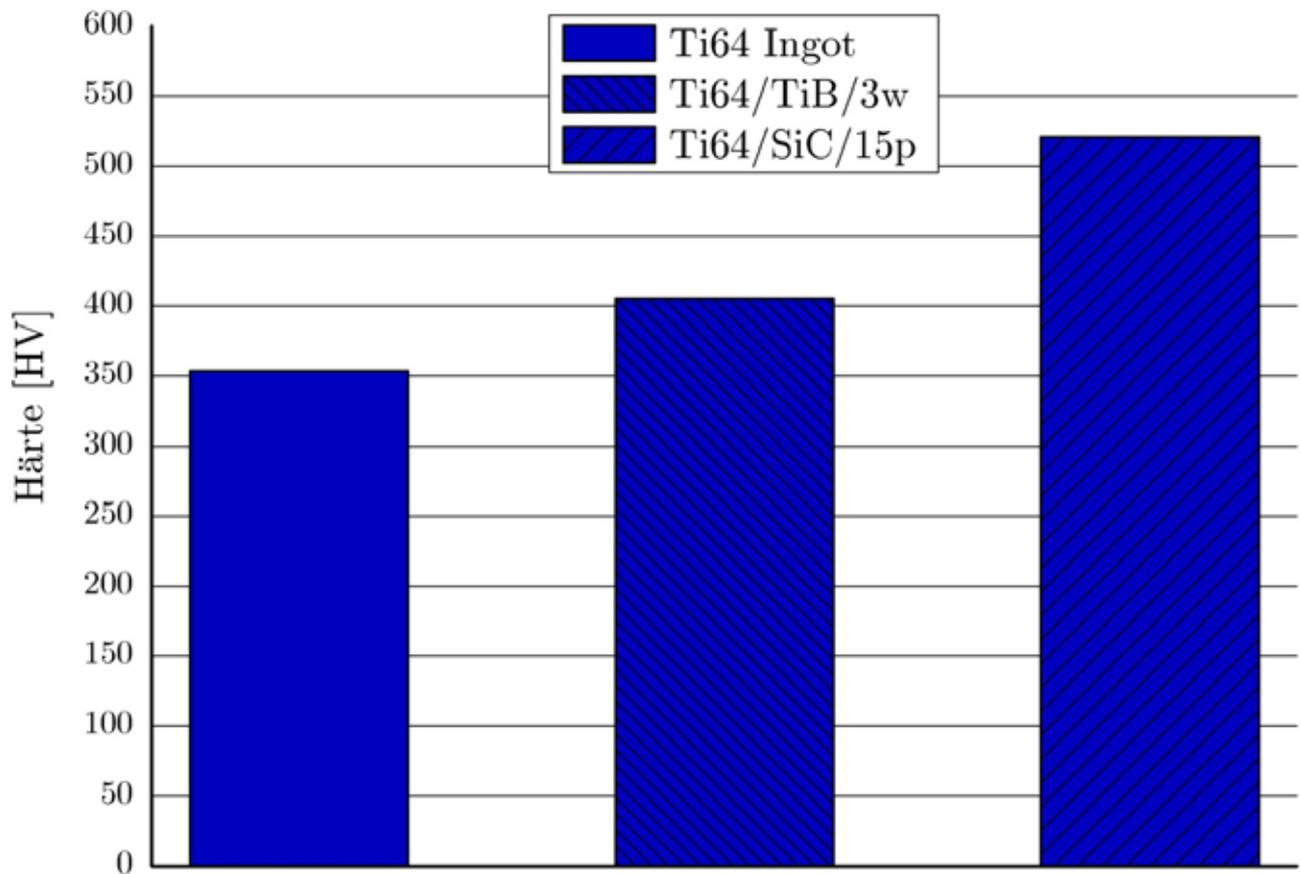


Abbildung 5.9 Mikrohärte der Ti64-Werkstoffe

Material	Mittelwert	Standardabweichung
Ti662 Ingot	389	12
Ti662PM	395	20
Ti662/TiC/12p	360	15
Ti662/TiC/20p	367	21

Tabelle 5.6 Mittelwerte und Standardabweichungen der Ti662-Werkstoff-Mikrohärtemessungen

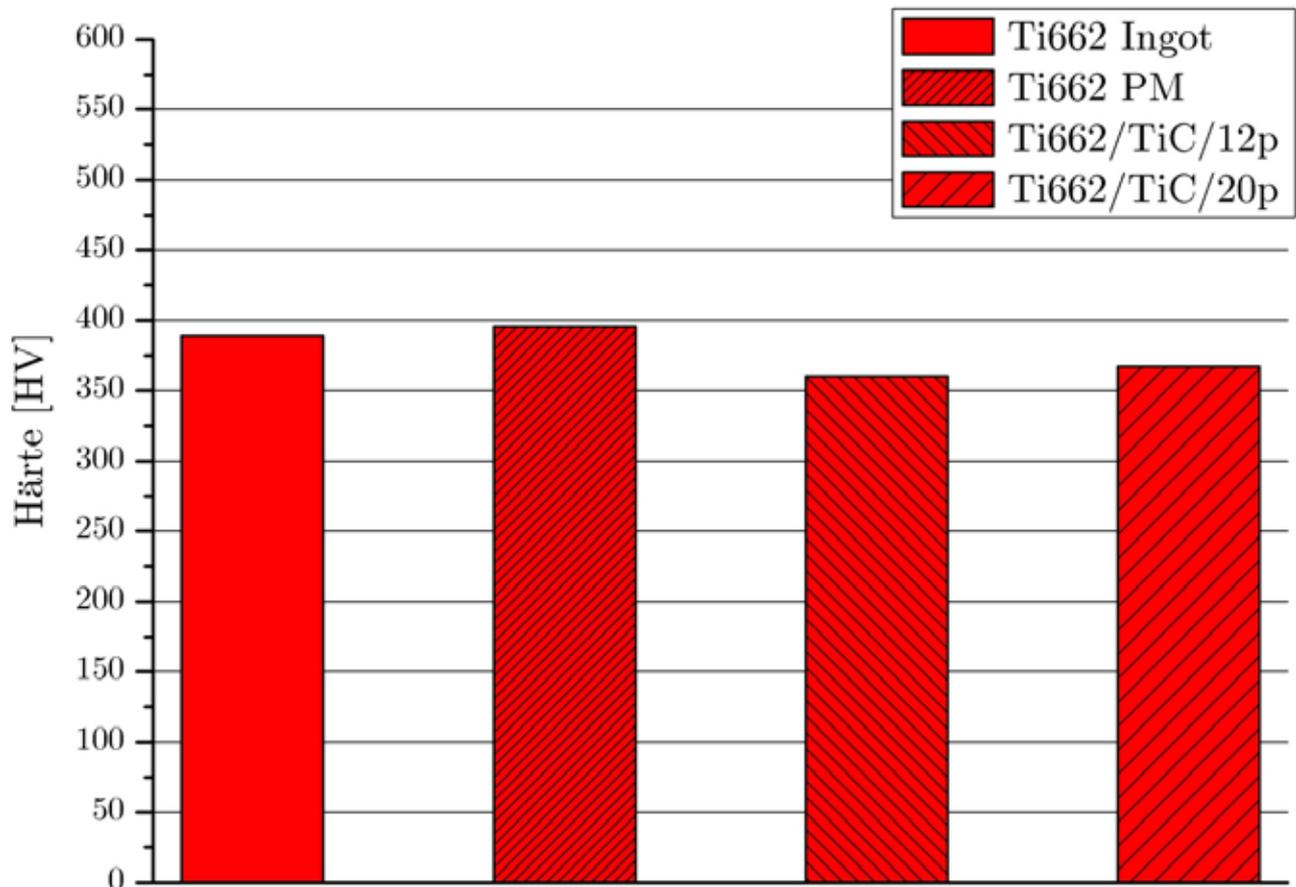


Abbildung 5.10 Mikrohärte der Ti662-Werkstoffe

5.3 Druckversuche

5.3.1 Druckversuche bei Raumtemperatur

In Tab.5.7 sind die Zahlenwerte der wichtigsten mechanischen Kenngrößen aus den σ - ϵ -Kurven eingetragen, die graphisch ermittelt wurden. Das "X" in den σ - ϵ -Kurven kennzeichnet die Stellen an denen die Werkstoffe gebrochen sind. In Abb.5.12 sind zwei verschiedene Kurven für Ti64/SiC/15p dargestellt; im Kapitel "Ergebnisdiskussion" wird darauf näher eingegangen.

Werkstoff	$\sigma_{D0,2}$	$\sigma_{D,max}$	ϵ_{DB}	$\epsilon_{D,\sigma max}$	n	$\frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon}$
Ti Grade2	380	>920	>0,9	>0,9	3,0	44100
Ti64 Ingot	940	1360	0,40	0,34	3,2	78500
Ti64/TiB/3w	1170	1480	0,14	0,10	3,3	86700
Ti64/SiC/15p	1400	1560	-	-	(3,5)	89000
Ti662 Ingot	1100	1360	0,40	0,34	3,2	74900
Ti662 PM	1130	1390	0,33	0,24	3,2	72100
Ti662/TiC/12p	1170	1530	0,18	0,13	3,3	93500
Ti662/TiC/20p	1510	1580	0,08	0,06	3,3	96700

Tabelle 5.7 Mechanische Kennwerte bei Raumtemperatur

- $\sigma_{D0,2}$: 0,2%-Stauchspannung [MPa]
- $\sigma_{D,max}$: Maximalspannung [MPa]
- ϵ_{DB} : bleibende Dehnung bei Bruch
- $\epsilon_{D,\sigma max}$: Gleichmaßdehnung
- n: Verfestigungsexponent mit $\sigma = k \cdot \epsilon^n$
- $\frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon}$: Steigung der Kurve im linearen Anfangsbereich [MPa]

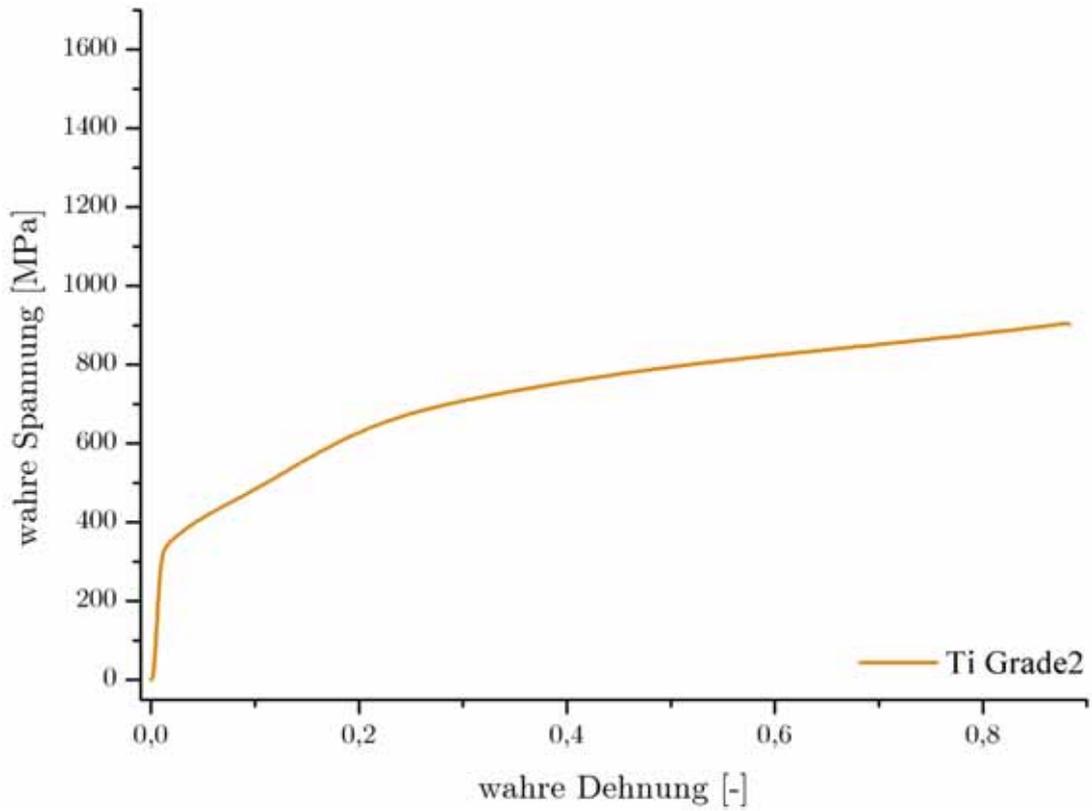


Abbildung 5.11 Stauchkurve bei Raumtemperatur von Ti Grade2

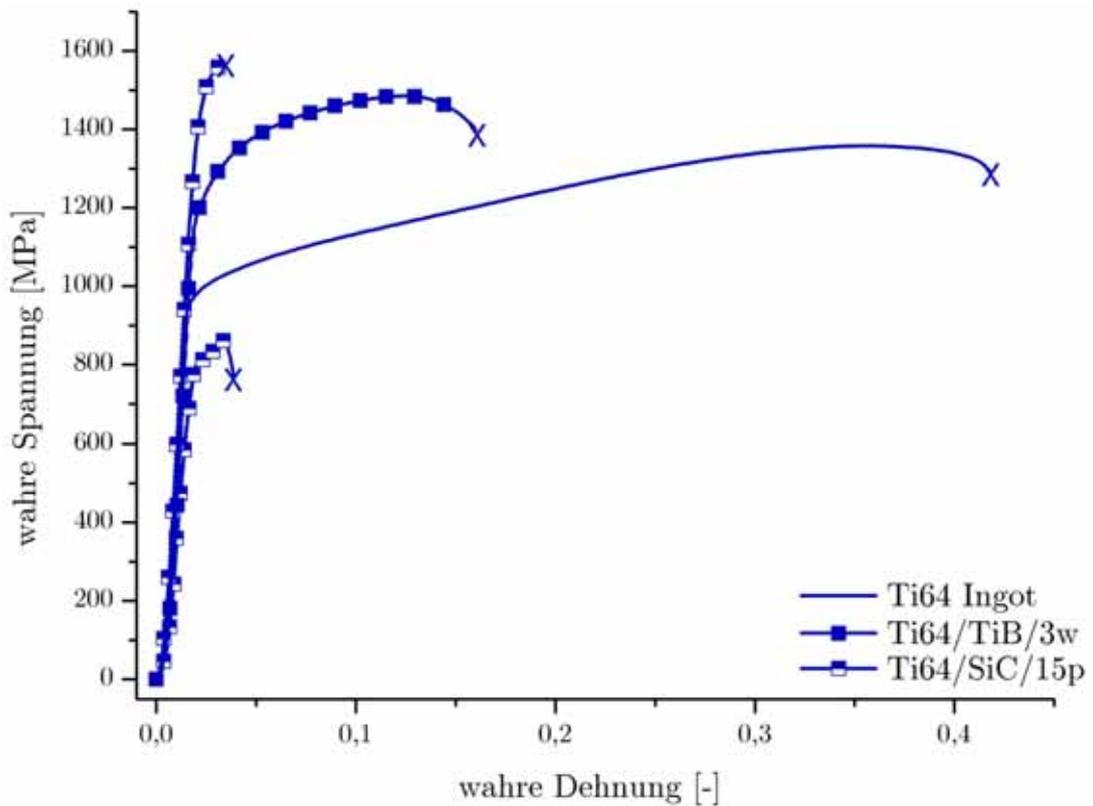


Abbildung 5.12 Stauchkurve bei Raumtemperatur von Ti64-Werkstoffen

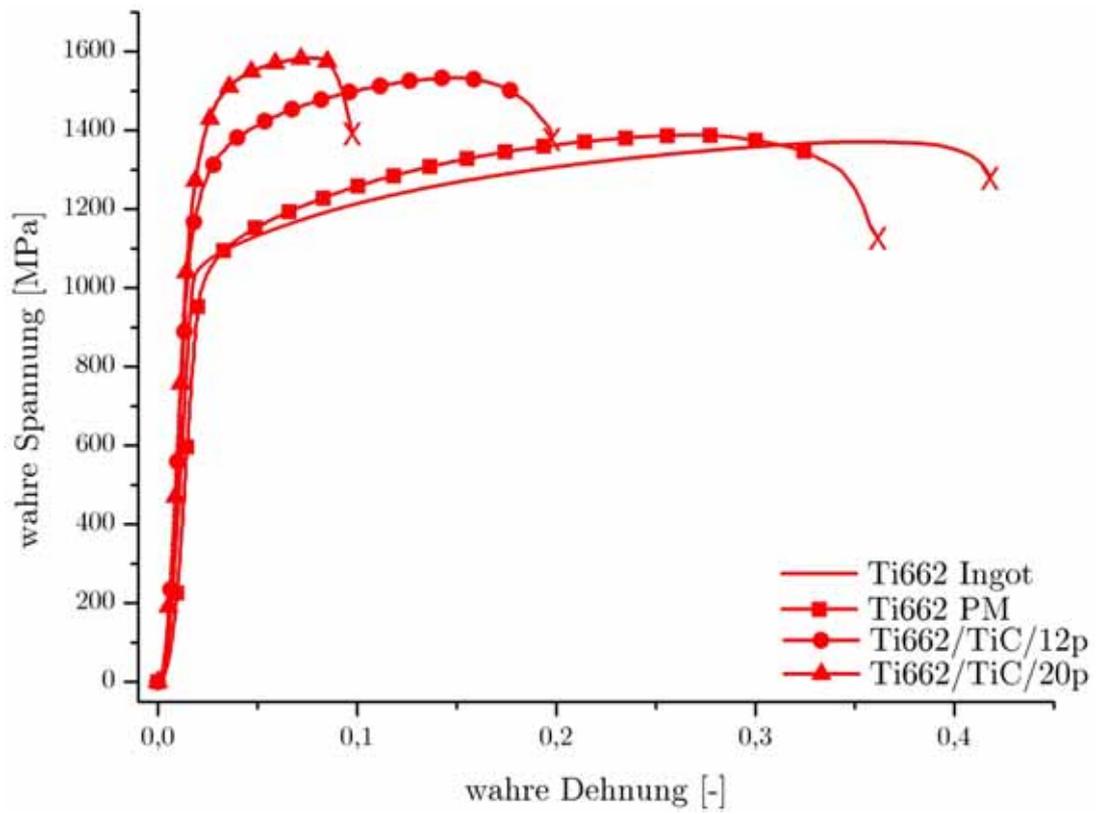


Abbildung 5.13 Stauchkurve bei Raumtemperatur von Ti662-Werkstoffen

5.3.2 Druckversuche bei 300°C

Werkstoff	$\sigma_{D0,2}$	$\sigma_{D,max}$	ϵ_{DB}	$\epsilon_{D,max}$	n	$\frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon}$
Ti Grade2	150	>370	>0,60	>0,60	2,6	13200
Ti64 Ingot	950	1150	0,21	0,21	3,1	41700
Ti662 Ingot	740	1190	0,23	0,23	3,2	30700

Tabelle 5.8 Mechanische Kennwerte bei 300°C

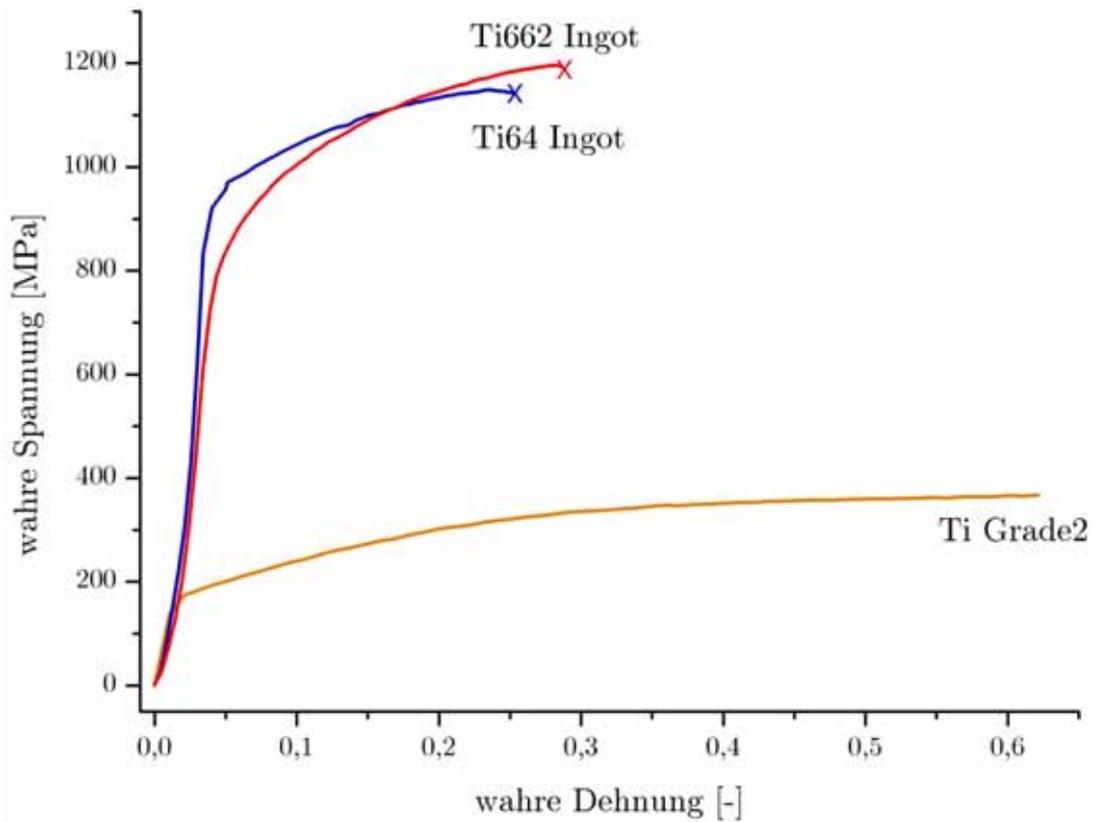


Abbildung 5.14 Fließkurve von Ti, -Ti64 und Ti662-Werkstoffen bei 300°C

5.3.3 Druckversuche bei 350°C

Werkstoff	$\sigma_{D0,2}$	$\sigma_{D,max}$	ϵ_{DB}	$\epsilon_{D,max}$	n	$\frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon}$
Ti Grade2	150	350	>0,69	>0,70	2,6	10000
Ti/SiC15p/ARCS	350	490	>0,70	0,68	2,7	14500
Ti64 Ingot	770	1040	0,19	0,17	3,1	37400
Ti64/TiB/3w	750	1040	0,14	0,11	3,2	34500
Ti64/SiC/15p	900	1150	0,09	0,06	3,1	41000
Ti662 Ingot	740	1150	0,18	0,17	3,2	37300
Ti662 PM	630	1080	0,33	0,30	3,1	32300
Ti662/TiC/12p	850	1200	0,20	0,16	3,2	40900
Ti662/TiC/20p	770	1220	0,14	0,12	3,2	43000

Tabelle 5.9 Mechanische Kennwerte bei 350°C

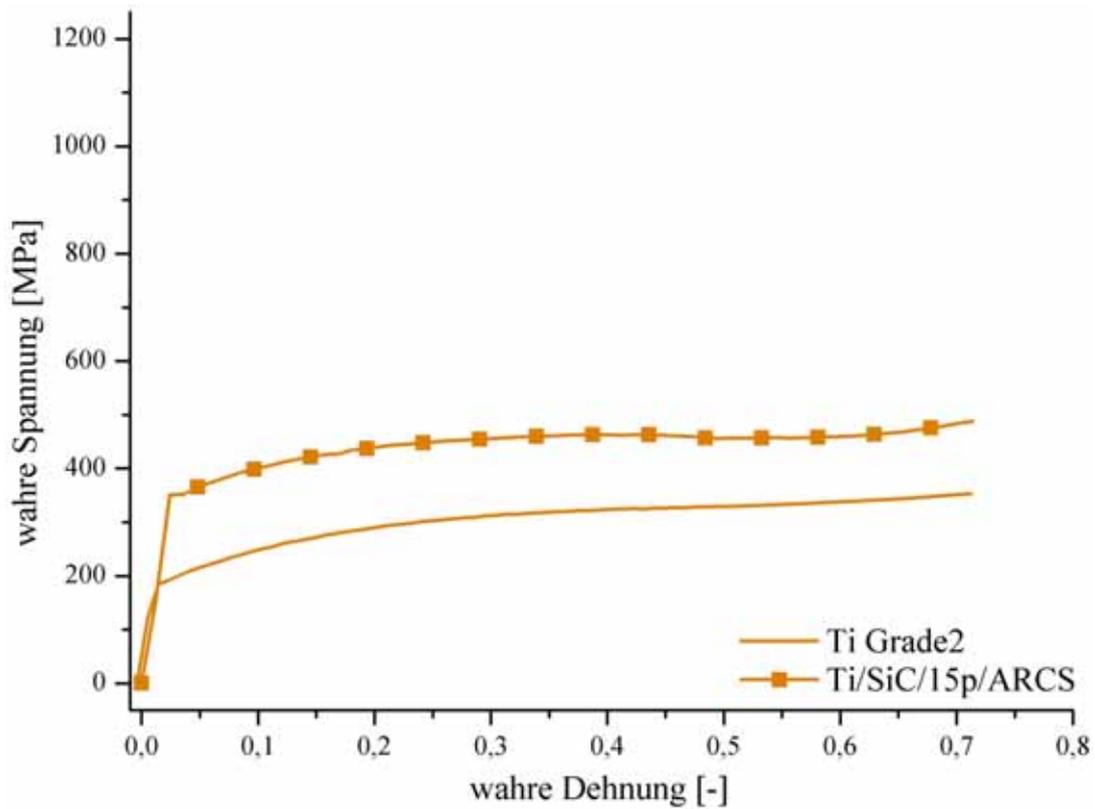


Abbildung 5.15 Fließkurve von Ti-Werkstoffen bei 350°C

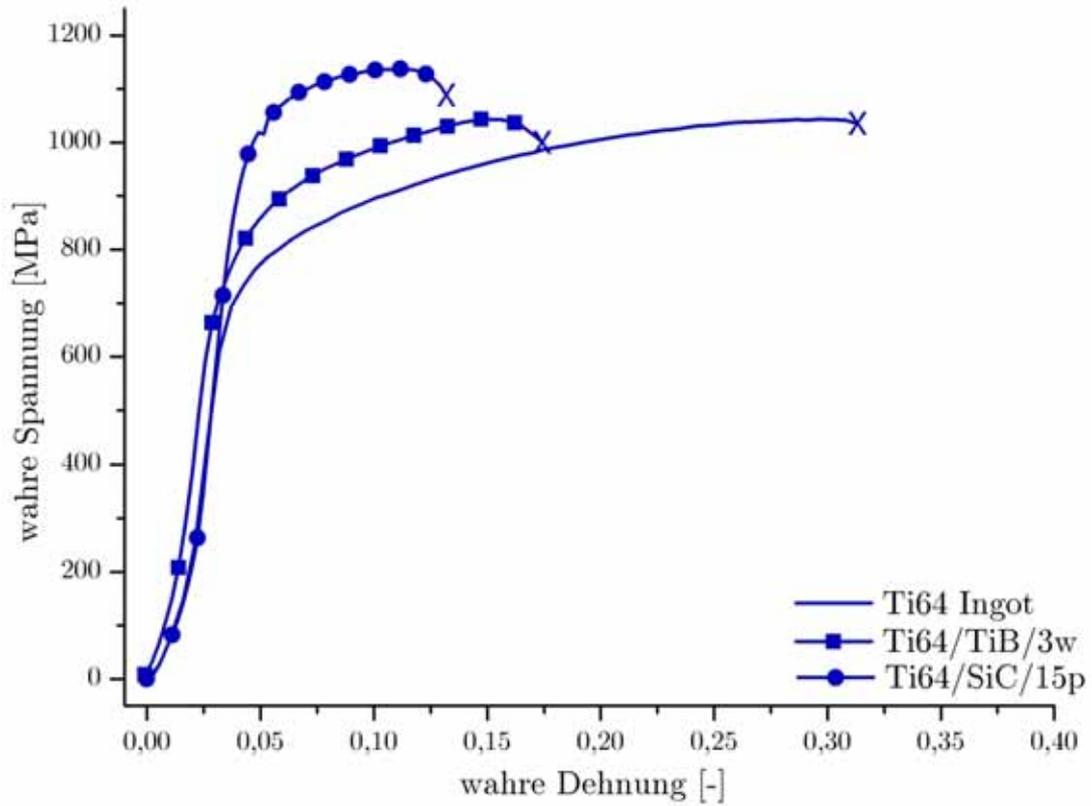


Abbildung 5.16 Fließkurve von Ti64-Werkstoffen bei 350°C

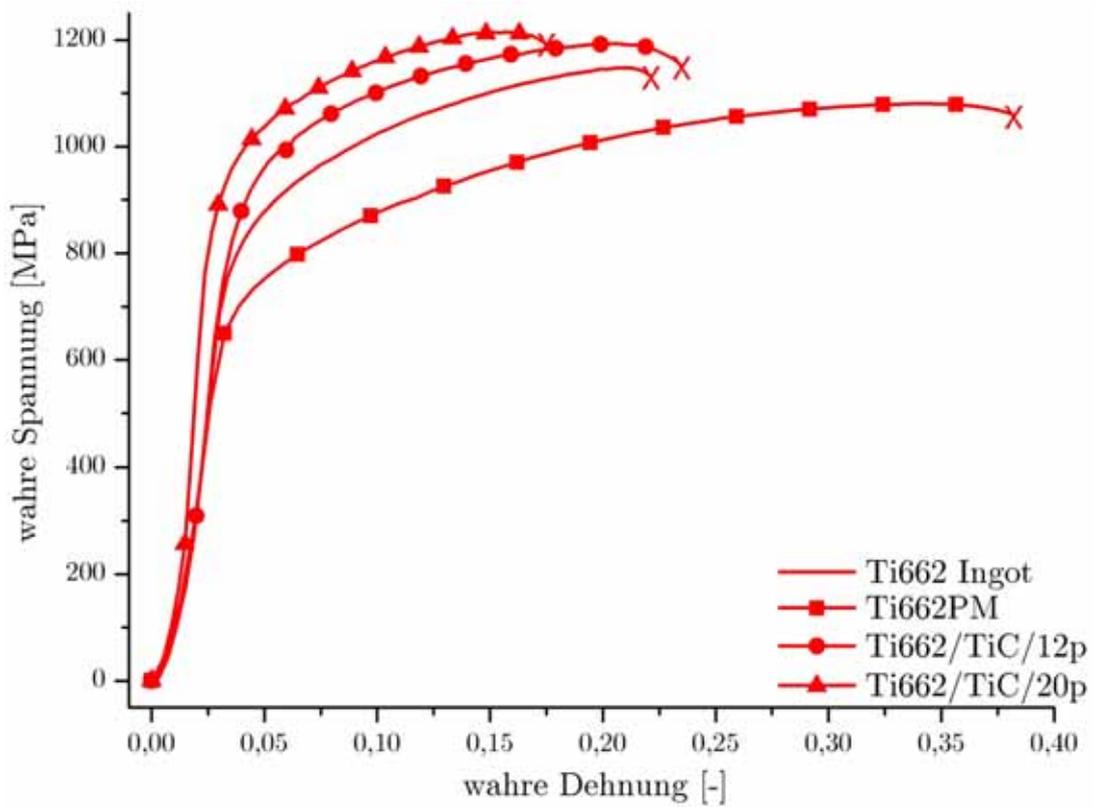


Abbildung 5.17 Fließkurve von Ti662-Werkstoffen bei 350°C

5.4 Dynamischer 3-Punkt-Biegeversuche

Die aufgezeichneten E-Modulverläufe wurden in Richtung steigender Temperatur aufgenommen.

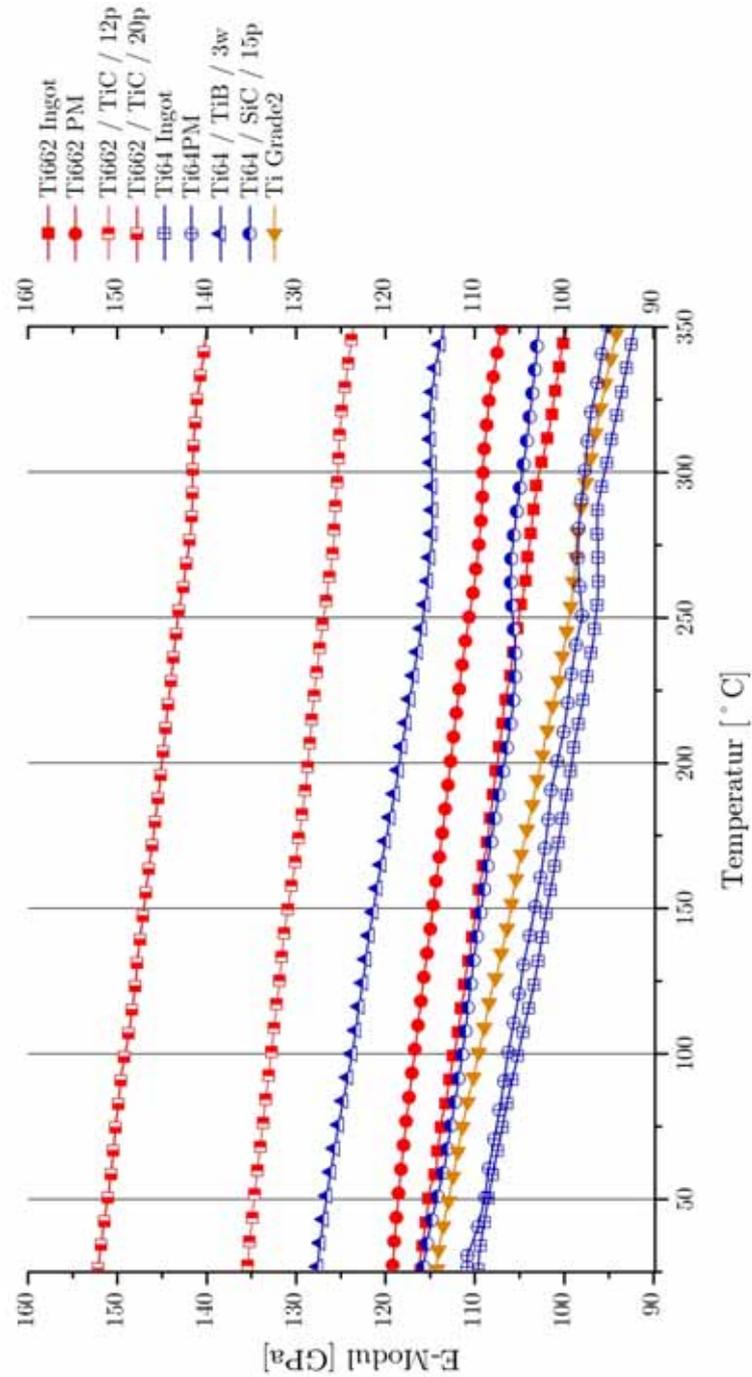


Abbildung 5.18 Vergleich der E-Moduli von 25-350°C

Kapitel 6

Ergebnisdiskussion

6.1 Metallographische Beobachtungen

Die metallographischen Aufnahmen wurden so dargestellt, daß die Druckrichtung immer vertikal zum Bild steht (vgl. Abb.5.1) und sich der Ausschnitt, falls nicht anders angegeben, in der Mitte der Probe befindet, an der Stelle des maximalen Verformungsgrades (Mitte Bereich c, vgl. Abb.4.6).

6.1.1 Ti-Werkstoffe

Im Lieferzustand ist bei Reintitan ein gleichachsiges Korngefüge zu beobachten mit Korndurchmessern von etwa $60\mu\text{m}$. Bei den verformten Proben ist das ursprüngliche Gefüge stark verformt; die Körner gehen in eine längliche Form über und die Korngrenzen verschwimmen. Für $\epsilon \leq 0,7$ sind bei keiner der Proben Risse zu erkennen.

Bei den Ti/SiC-Proben ist ein feineres Anfangsgefüge zu erkennen mit einem Korndurchmesser von etwa $10\text{-}30\mu\text{m}$. Es ist eine leichte Tendenz zur Kornfeinung bei höheren Sinterungstemperaturen gegeben. Genauso wie bei den Reintitan Proben sind auch hier keine Risse oder Anbruchstellen zu erkennen. (vgl. Abb.5.2)

6.1.2 Ti64-Werkstoffe

Das Ti64 Ingot Gefüge hat Körner mit einem Korndurchmesser von etwa $25\mu\text{m}$ für die primär- α -Phase mit dazwischenliegenden, feinen β - und sekundär- α -Phase mit einem Durchmesser von $5\text{-}10\mu\text{m}$. Die leicht längliche Form läßt die Vorverformung erkennen. Bei den verformten Proben ist wieder die Stauchung der Körner zu erkennen. Die Aufnahme bei Raumtemperatur (vgl. Abb.5.3b) zeigt den Rissverlauf im 45° Winkel von der Grenze zwischen den Bereichen a und b (vgl. Abb.4.6). Bei 300°C und 350°C sind die Bruchbilder ähnlich.

Unter dem Lichtmikroskop erkennt man bei den Ti64/TiB/3w sehr gut die TiB-Teilchen, die hier unregelmäßig angeordnet sind. Das Gefüge ist sehr fein mit einem α -Korndurchmesser von $5\text{-}10\mu\text{m}$. Das REM-Bild bei 300°C verdeutlicht das Gefüge sowie die Größe und Anzahl der TiB-Teilchen. Der Bruch beginnt bei allen Temperaturen mit dem Bruch der TiB-Whiskers und läuft von diesen "Kerben" aus durch die α - β -Korngrenzen. Das Bruchbild zeigte ein sprödes Werkstoffverhalten. Es ist jedoch bei keiner Temperatur eine ausgeprägte Veränderung des Gefüges zu bemerken.

Die Ti64/SiC Proben (vgl. Abb.5.3i-k) lassen im Ausgangszustand die SiC-Cluster erkennen, die auf eine schlechtes Mischen zurückzuführen ist. Das Metallpulver hat hier eine sehr grobe Struktur und es sind viele Poren und Reaktionszonen mit Siliziden zu entdecken, was auf

eine unzureichende Kraft, Temperatur und Haltezeit beim Sintern schließen läßt. Bei Raumtemperatur sind die Poren (schwarz) zu erkennen, sowie das aufreißen des Gefüges entlang der SiC-Cluster. Die Abbildung bei 350°C zeigt gestauchte Ti64 Körner sowie Bruchstellen entlang der Verstärkungsteilchen. Diese lösen sich von der Metalmatrix, was auch als "debonding" bezeichnet wird.

6.1.3 Ti662-Werkstoffe

Ti662 Ingot liegt im Lieferzustand ein stark vorverformtes Gefüge. Die Länge der α -Körner beträgt in etwa 20-30 μ m, die Breite 5 μ m. Bei Raumtemperatur wurde ein Bild aus dem Zwischenbereich a-b gemacht. Bei Temperaturen von 300°C und 350°C ist das Gefüge sehr ähnlich zum Ausgangszustand; die Körner wurden stark verformt und liegen nun nicht mehr "senkrecht" sondern "waagrecht". Innerhalb des Gefüges sind keine Risse sichtbar, der Bruch verläuft in einem 45° Winkel durch den Bereich c (vgl. Abb.4.6), der größten Scherbeanspruchung.

Ti662PM liegt im Ausgangszustand mit einem ausgeprägt lamellaren Gefüge vor. Primärkörner und Körner sind sehr deutlich zu erkennen. Bei den Stauchungen wird das Ursprungsgefüge in Druckrichtung verzerrt, bleibt jedoch ähnlich zum Ausgangsgefüge. Bei Raumtemperatur sind Risse nur Elektronenmikroskop zu erkennen (vgl. Abb.5.4g-h). Bei 350°C lassen sich diese quer durch die Körner sowie an den α - β -Phasengrenzen erkennen.

Die TiC verstärkten Materialien haben im Ausgangszustand ebenfalls eine lamellare Struktur des Gefüges. Die TiC-Partikel bilden Cluster, die jedoch homogen im Werkstoff verteilt sind. Die Kräfte werden jedoch vor allem durch die Verstärkungsteilchen aufgenommen, das Gefüge ändert sich nur sehr wenig gegenüber dem Lieferzustand. Bei Materialversagen beginnen die Brüche durch die Partikel zu laufen und laufen dann weiter durch das Gefüge in Richtung der größten Scherbeanspruchung (vgl. Abb.5.4l u. p).

6.2 Verfestigung und Entfestigung

Als Parameter für Ver- und Entfestigungsmechanismen können einerseits die Mikro- und Makrohärtemessungen herangezogen werden und andererseits der n-Wert bzw. Verfestigungsparameter.

6.2.1 Mikro- und Makrohärtemessungen

Die Makrohärtemessungen ergaben für alle Werkstoffe eine Erhöhung gegenüber dem Matrixwerkstoff. Für die SiC-verstärkten Werkstoffe erreicht man eine Härtezunahme um den Faktor 1,6 gegenüber Ti64 Ingot und eine Zunahme um das 1,1-1,9-fache gegenüber Ti Grade2. Die Werte für Ti/SiC/8p/850 liegen hier deutlich unter den anderen verstärkten Ti-Werkstoffen aufgrund der geringeren Dichte [21]. TiB erhöht die Makrohärte um 1,1 gegenüber Ti64 Ingot. Für die TiC-verstärkten Werkstoffe liegt die Erhöhung bei 6% bzw. 14% für 12% bzw. 20% TiC-Partikelanteil. Die Veränderung der Makrohärte ist bei metallischen Verbundwerkstoffen abhängig von der Partikeldichte und dem gewählten Herstellungsverfahren [4].

Im Gegensatz zu den Makrohärtemessungen, wurden die Mikrohärtmessungen so durchgeführt, daß nur die Matrix gemessen wird. Aufgrund der geringen Größe der TiB-Partikel, konnten diese im Lichtmikroskop nicht erkannt werden; diese Härtemessung ist nicht allein auf die Matrix zu beziehen. Es lassen sich somit Rückschlüsse auf die ver- bzw. entfestigende Wirkung der Partikel auf die Matrix machen. Für die SiC-Partikel zeigt sich eine generelle

Verfestigung, die zwischen 15% und 30% ausmacht, außer für Ti/SiC/8p/850, wo eine leichte Entfestigung gemessen wurde, welche auf vorhandene Poren zurückzuführen ist, sowie auf eine erhöhte Aufnahmefähigkeit von Sauerstoff von Ti Grade2 gegenüber Reintitan. TiB verfestigt die Ti64 Matrix um ca. 14%. TiC-Partikel haben auf die Ti662 Matrix hingegen eine entfestigende Wirkung.

6.2.2 Verfestigungsexponent n

Für Druckversuche bei Raumtemperatur ist für alle Werkstoffe eine Verfestigung gegenüber dem Ingotwerkstoff festzustellen. In Abbildung 6.1 sind die maximal auftretenden Druckspannungen gegenüber der Matrix gegen die n-Werte gegenüber der Matrix aufgetragen. Die Maximalspannungen und die Verfestigung kann über Partikelverstärkungen erhöht werden.

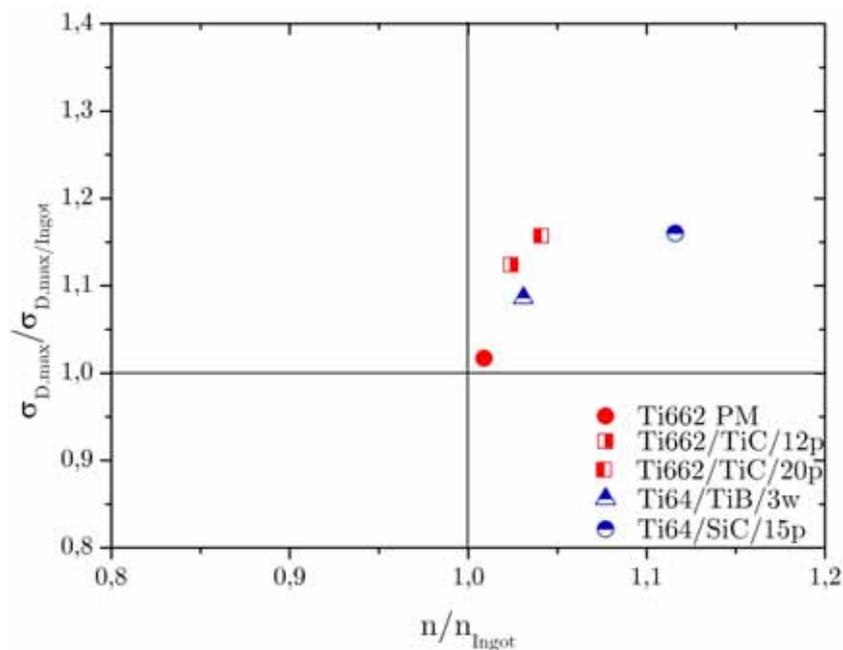


Abbildung 6.1 Relatives σ -n-Diagramm bei Raumtemperatur bezüglich des jeweiligen Ingotwerkstoffes

Bei 350°C lassen sich allerdings keine allgemeingültigen Aussagen treffen. Beim Ti662PM Werkstoff verringert sich sowohl die Maximalspannung als auch der Verfestigungsexponent. Die TiC Verstärkungen erhöhen zwar die maximal erreichbare Druckspannung, die Verfestigung fällt jedoch leicht ab. Mit TiB erreicht man eine leichte Verfestigungssteigerung, die Maximalspannung kann jedoch nicht erhöht werden. Für die SiC-Partikel läßt sich eine starke Erhöhung der maximalen Druckspannungen erreichen, im Falle des Ti/SiC/15p/ARCS Werkstoffes auch eine deutliche Erhöhung des n-Wertes. Der Ti64/SiC/15p Werkstoff verfestigt jedoch gleich wie die Matrix. Über die n-Werte läßt sich auch erklären, daß Werkstoffe wie Ti64 Ingot bei höheren Temperaturen, früher (bei geringerer Verformung) brechen als bei Raumtemperatur.

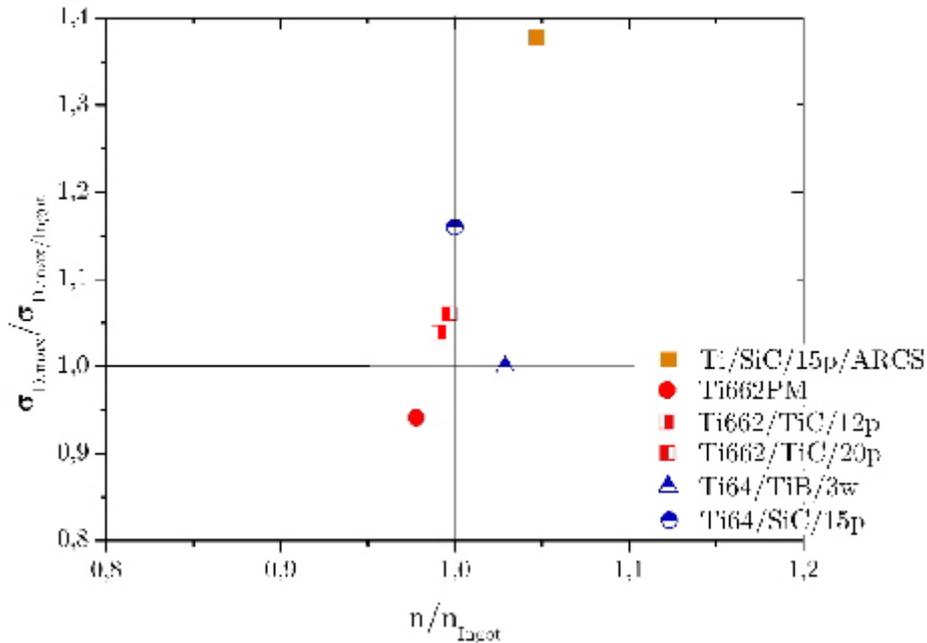


Abbildung 6.2 Relatives σ -n-Diagramm bei 350°C bezüglich des jeweiligen Ingotwerkstoffes

6.3 Vergleich der E-Modul Werte

6.3.1 E-Modul Steigerung

Eines der Ziele, die mit den Verstärkungsteilchen erreicht werden soll, ist die Erhöhung des E-Moduls. Die Abb.6.3 - 6.5 zeigen ausgehend vom Matrixwerkstoff (Ingotwerkstoff) die Steigerung. In allen Temperaturbereichen läßt sich mit der Zugabe von 20% TiC der E-Modul stark steigern und liegt bei Raumtemperatur bei ca. 30% und bei 350°C bei 40%. 12% TiC bewirken eine Zunahme des E-Moduls von 16% bei Raumtemperatur und bis zu 22% bei 350°C. Den gleichen Effekt erreicht man mit nur 3% TiB. SiC hingegen erreicht bei 15% Anteil nur 6-12% Steigerung. Die Absolutwerte der E-Moduli über den Temperaturbereich von 25°C-350°C sind in Abb.5.18 dargestellt.

6.3.2 Experimentelle E-Moduli im Vergleich zu den Modellen

Über das Reuss- (Gl.2.8), das Voigt- (Gl.2.3) und das Halpin-Tsai Modell (Gl.2.9) können wie schon zuvor gesehen, die E-Moduli von Verbundwerkstoffen abgeschätzt werden. Während beim Reuss- (IMR) und VoigtModell (LMR) die Form und Größe der Partikel irrelevant ist, so wird beim Halpin-Tsai Modell der Formfaktor $S = \frac{l}{d}$ eingeführt, der Länge und Durchmesser der Verstärkungsteilchen berücksichtigt. Die LMR gibt hierbei immer die Obergrenzen, die IMR die Untergrenzen der E-Modulbereiche an. Die folgenden Diagramme (vgl.Abb.6.7 - 6.9) zeigen die modelltheoretischen E-Moduli (bei Raumtemperatur) in Abhängigkeit der Partikelvolumina, sowie die über die 3-Punkt-Biegeversuche ermittelten E-Moduli der jeweiligen Werkstoffe. Die E-Moduli der TiMCs mit TiC-Partikel fallen in die theoretischen Grenzen, die SiC und TiB Partikel hingegen nicht. Für die Verstärkungstypen wurden folgende E-Modul Werte [4],[16] angenommen (vgl.Tab.6.1):

Bei Ti64/SiC/15p kommt der Werkstoff deutlich unter das Reuss-Modell zu liegen, was in diesem Fall auf die schlechte Sinterungsqualität und die damit verbundene Porosität zurückzuführen ist. Einerseits wurden Partikel und Metallpulver nicht optimal gemischt und anderer-

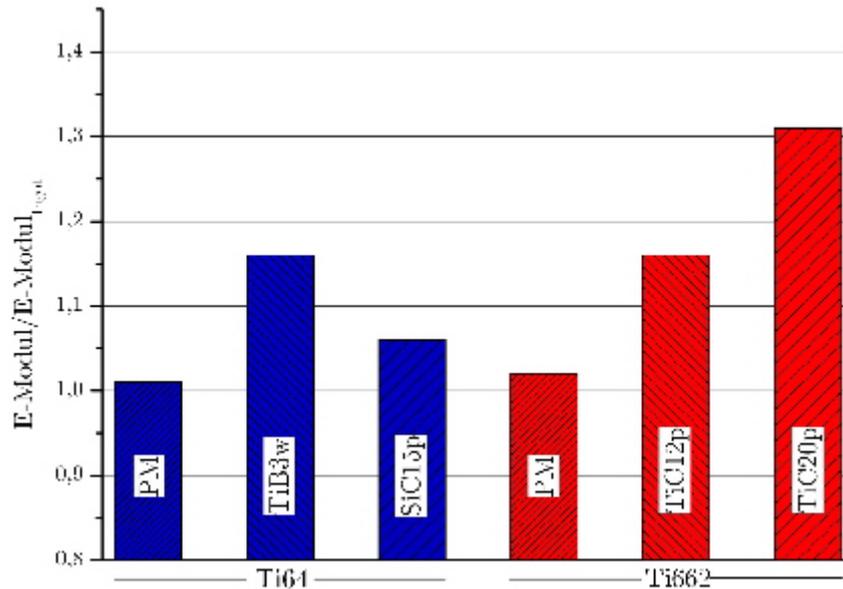


Abbildung 6.3 Erhöhungspotential des E-Moduls bei Raumtemperatur gegenüber Ingotmaterial

Keramik	E-Modul [GPa]
SiC	480
TiB	550
TiC	320

Tabelle 6.1 E-Moduli der Keramiken bei Raumtemperatur [4],[16]

seits waren Druck und/oder Temperatur nicht ausreichend. Abb.6.6 zeigt hier die auftretenden Partikelcluster und Poren. Weiters ist sehr deutlich das nichtkompaktierte Metallpulver zu erkennen. Ein weiteres Indiz liefert hier auch die Druckkurve 5.12 wo zwei Druckversuche von Ti64/SiC/15p sehr unterschiedliche Resultate liefern.

Ti64/TiB/3w kommt hingegen allerdings deutlich über den Modellen zu liegen (vgl. Abb.6.8). Bei einem 3% TiB Anteil berechnet sich der theoretische E-Modul nach der LMR mit 123GPa, was in etwa dem Halpin-Tsai Modell mit $S=100$ entspricht. Der Versuch liegt mit 127GPa etwas darüber, dies wurde auch von Gorsse et. al.[20] beobachtet. Bei den Ti662-Werkstoffen, die mit TiC-Partikeln verstärkt wurden, stimmen die Modellberechnungen sehr gut mit den Resultaten überein (vgl. Abb.6.9). Mit $S \approx 2$ stimmen auch die beobachteten Partikelabmessungen zum Halpin-Tsai Modell.

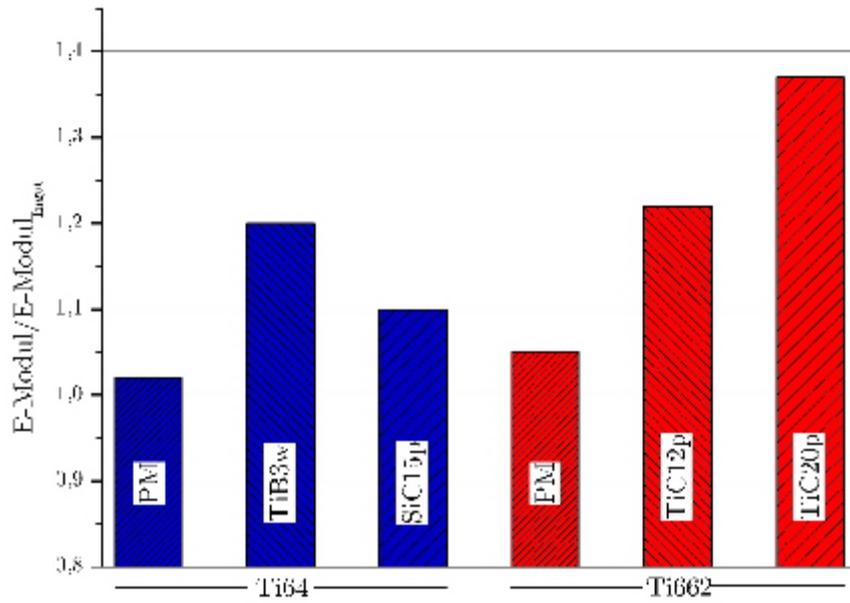


Abbildung 6.4 Erhöhungspotential des E-Moduls bei 300°C gegenüber Ingotmaterial

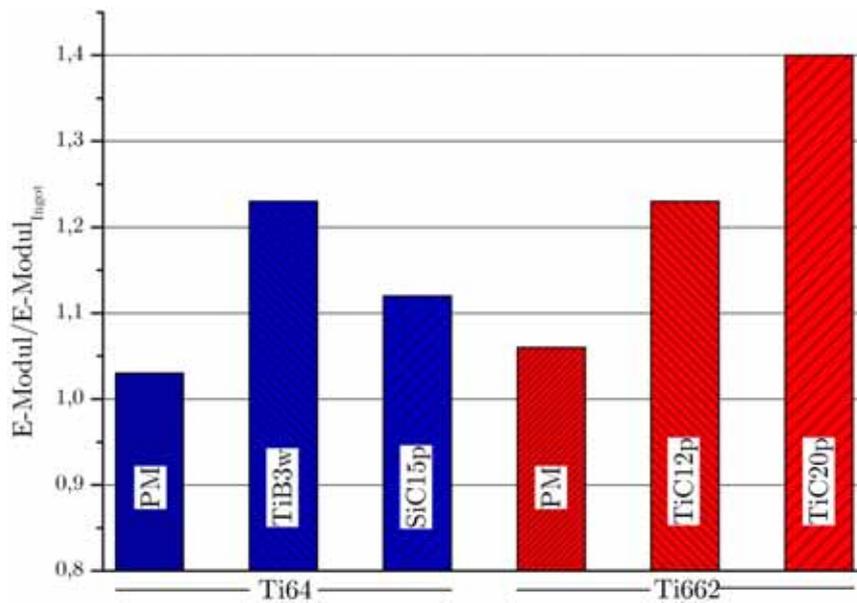


Abbildung 6.5 Erhöhungspotential des E-Moduls bei 350°C gegenüber Ingotmaterial

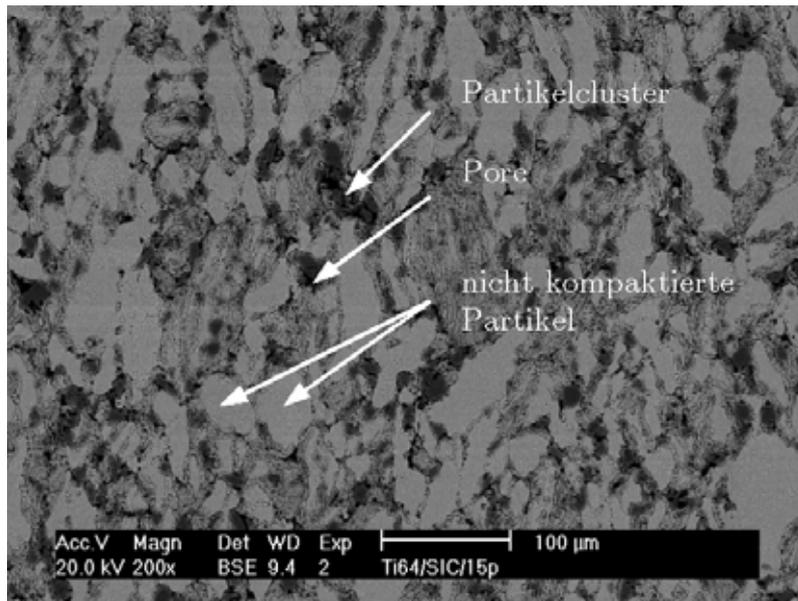


Abbildung 6.6 Ti64/SiC/15p im Lieferzustand mit Poren (schwarz), Partikel (dunkelgrau), nicht vollständig gesintertem Metallpulver (hellgrau) und dazwischen liegenden Siliziden (grau)

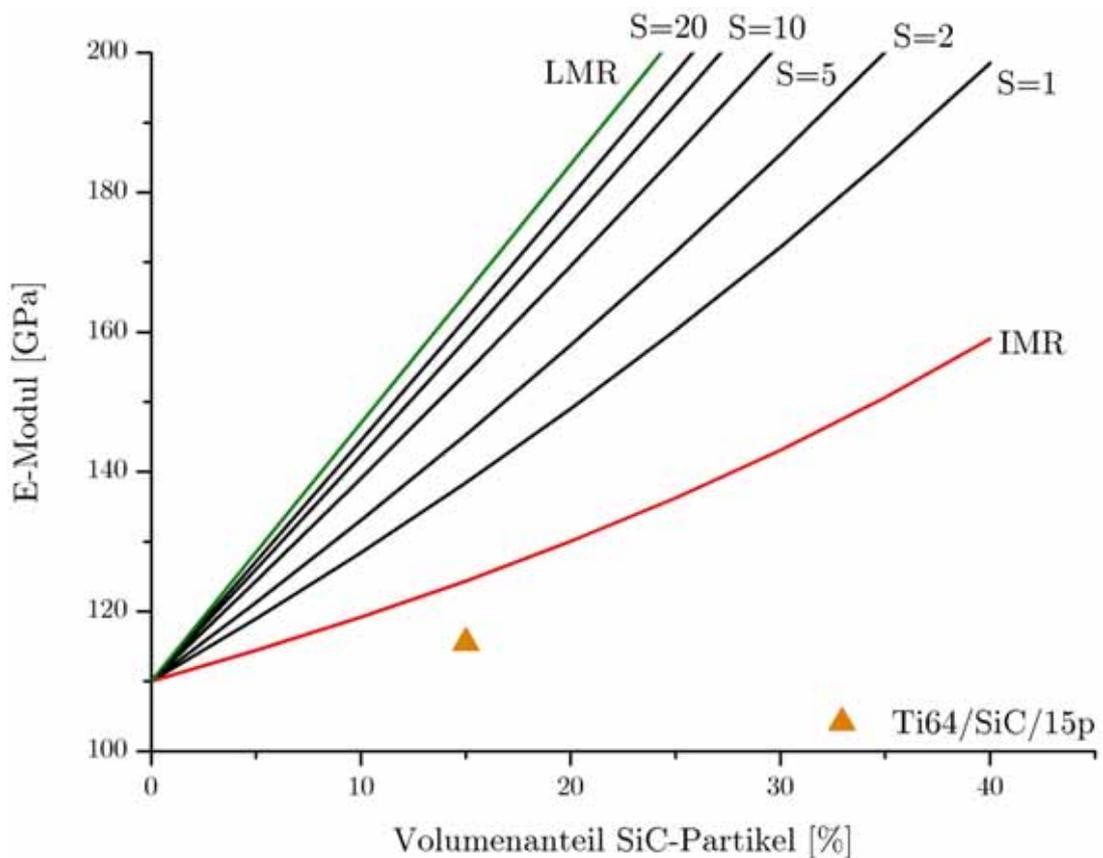


Abbildung 6.7 E-Modul in Abhängigkeit des SiC-Volumengehalts

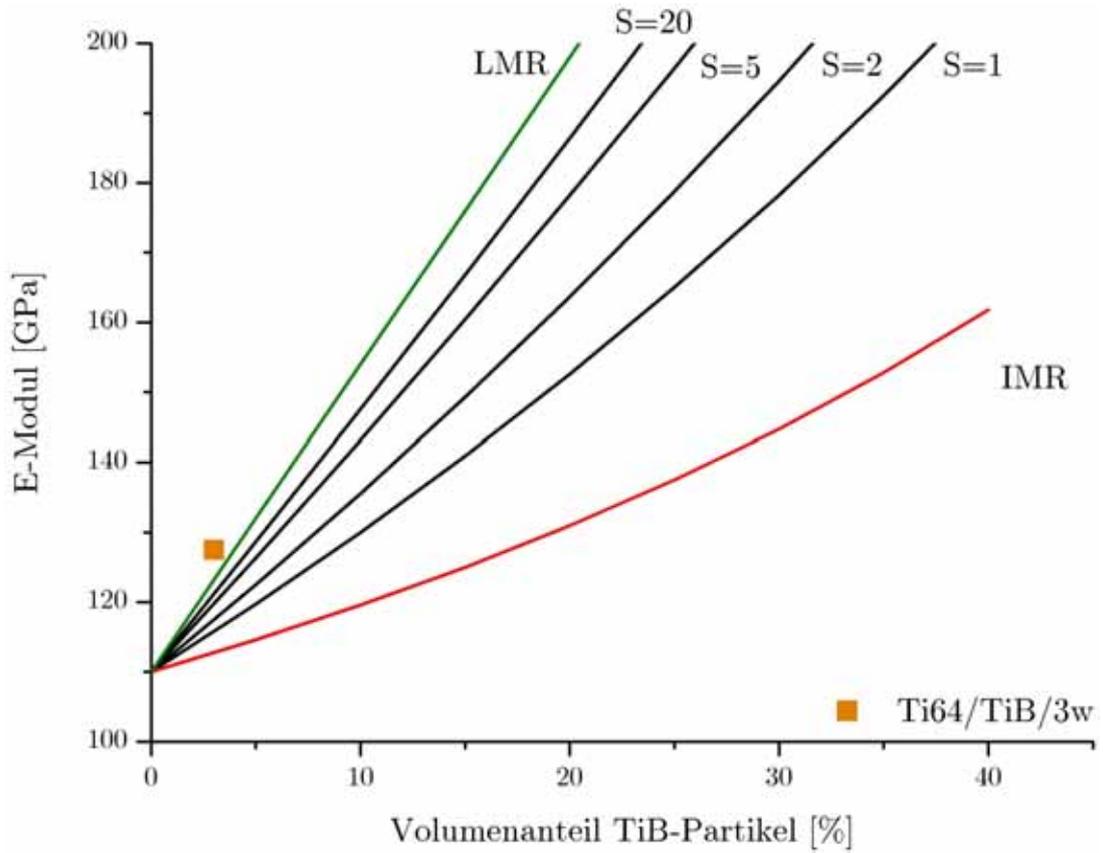


Abbildung 6.8 E-Modul in Abhängigkeit des TiB-Volumengehalts

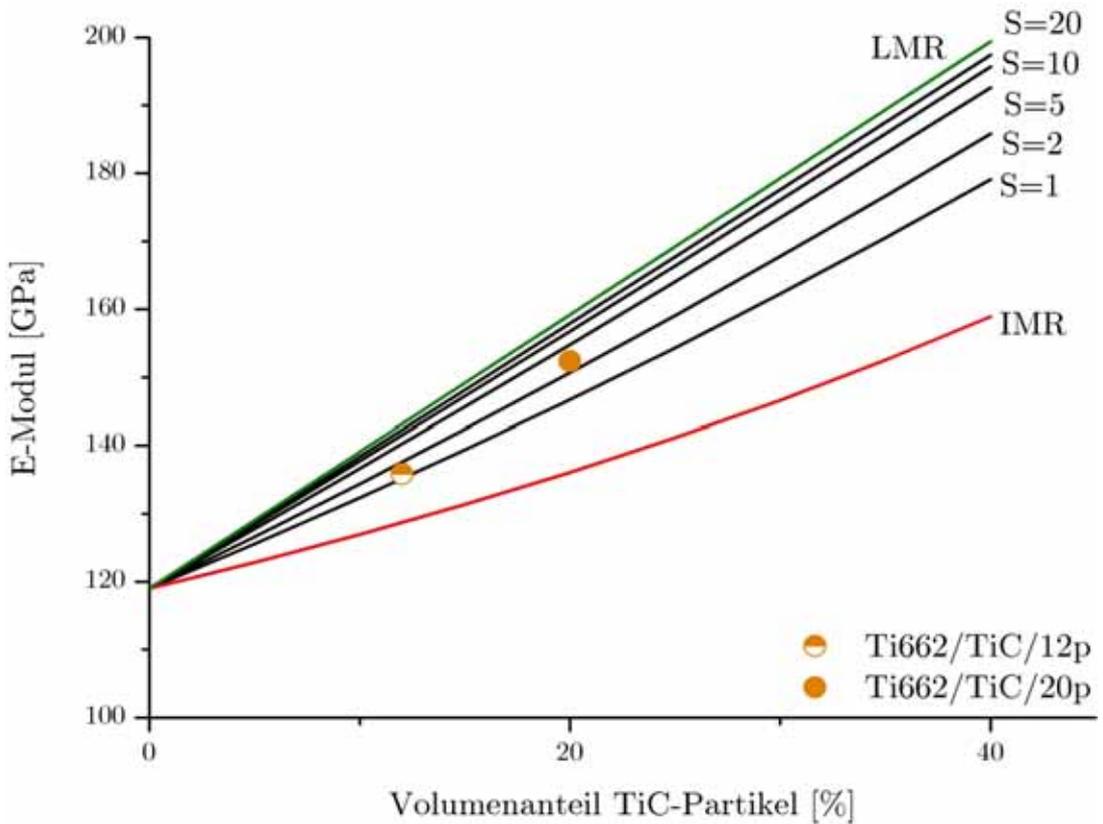


Abbildung 6.9 E-Modul in Abhängigkeit des TiC-Volumengehalts

Kapitel 7

Schlussfolgerungen

7.1 Interpretation der Ergebnisse

7.1.1 Herstellung

Die entscheidenden Faktoren bei den pulvermetallurgisch hergestellten Legierung kann man wie folgt zusammenfassen:

- Partikelgröße- und form.
- Metallpulvergröße- und form im Verhältnis zur Partikelgröße.
- Partikelverteilung (Homogenität, keine Cluster).
- Partikelvolumenanteil.
- Herstellungsverfahren und Kompaktierungsgrad über die Herstellungsparameter (Temperatur, Haltezeit, Druck).

7.1.2 Härtemessungen

Die Härtemessungen ergaben folgende Ergebnisse:

- Erhöhung der Makrohärte durch alle Verstärkungsteilchen bei jeder Matrix.
- TiB und SiC erhöhen die Makrohärte wesentlich mehr als TiC.
- Erhöhung der Mikrohärtigkeit in der Matrix für TiB und SiC Verstärkungen.
- Verminderung der Mikrohärtigkeit von Ti662 Legierungen mit TiC Verstärkung.

7.1.3 Druckversuche

Die einfachen Druckversuche sind für eine vergleichende Auswertung der mechanischen Kennwerte geeignet und ergaben folgende Ergebnisse:

- Erhöhung von $\sigma_{0,2}$, $\sigma_{D,max}$, $\frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon}$ und n bei gleichzeitiger Verringerung der Dehnungswerte bei Raumtemperatur und 350°C durch Teilchenverstärkung.

7.1.4 Dynamischer 3-Punkt-Biegeversuch

Die Messungen des E-Moduls über den dynamischen 3-Punkt-Biegeversuch können wie folgt zusammengefasst werden:

- alle Verstärkungselemente und die pulvermetallurgische Herstellung bringen eine Erhöhung des E-Moduls.
- das höchste Potential ist mit 20% TiC zu erreichen.
- 3% TiB ergeben das gleiche Erhöhungspotential wie 12% TiC.
- Poren vermindern den E-Modul (siehe Ti64/SiC/15p in Abb.5.18).

Allgemein geht aus den Untersuchungen hervor, daß sich die mechanischen Eigenschaften von Titanlegierungen mit Hilfe von Partikelverstärkungen verbessern lassen. SiC und TiB haben insgesamt bei geringerer Partikeldichte ein größeres Potential als TiC, vorausgesetzt die Kompaktierung erreicht ein porenfreies Gefüge.

7.2 Unsicherheiten

Folgende Unsicherheiten traten auf:

- Die Mikrohärtemessungen können bei Ti64/TiB/3w Proben nicht nur auf die Matrix bezogen werden, da die TiB-Partikel im Lichtmikroskop nicht sichtbar sind.
- Bei Druckversuchen wurde aufgrund von Problemen mit der Reibung an den Stempeln kein Schmierstoff verwendet, was zu einem erhöhten barreling (ausbauchen) der Proben führt und somit zu einer leicht unterschiedlichen Spannungsbelastung innerhalb der Probe.
- Aufgrund der geringen Anzahl an Versuchen läßt sich keine statistische Auswertung der Druckversuche durchführen.
- Die $\frac{\Delta\sigma}{\Delta\epsilon}$ -Werte im elastischen Bereich stimmen nicht mit den im 3-Punkt-Biegeversuch ermittelten E-Modul Werten zusammen.
- Im Falle der Proben aus heißgepressten Ti64/SiC/15p streuten wegen der unterschiedlichen Gefüge die Prüfungsergebnisse (vgl. Abb. 5.12).
- Die im 3-Punkt-Biegeversuch ermittelten Werte entstammen von je einer Probe. Es lassen sich auch keine genauen statistischen Aussagen treffen.

7.3 Offene Fragen

Mit dieser Arbeit wurden nur Härtemessungen, Druckversuche und dynamischer 3-Punkt-Biegeversuche durchgeführt. Weiters wurden verschiedene metallographische Schlitte angefertigt, die das Gefüge in den verschiedenen Zuständen zeigen. Über andere wichtige mechanische Eigenschaften wie Verschleißbeständigkeit und Ermüdungsverhalten der MMCs kann somit keine Aussage gemacht werden. Aufgrund der verschiedenen Verstärkungspartikeln, Matrixwerkstoffe und Herstellungsmethoden konnte auch keine systematische Korrelation zwischen

Gefüge und Matrix bezüglich der Erhöhung der mechanischen Eigenschaften aufgezeigt werden.

Eine Absicherung der gemessenen Werte über mehrere Proben sowie durch ergänzende Methoden wie zB. dem Zugversuch, sowie die Korrelation zwischen Partikelanteil- und -größe, Herstellungsverfahren, Matrixwerkstoff und den einzelnen mechanischen Kennwerten könnte hier ein klareres Bild verschaffen.

Literaturverzeichnis

- [1] H.J.Bargel, Günter Schulze, *Werkstoffkunde*, 06.Ausg., 1999, Springer
- [2] Manfred Peters, Christoph Leyens, *Titan- & Titanlegierungen*, 2002, Wiley-VCH
- [3] Manfred Peters, Christoph Leyens, J. Kumpfert, *Titan- & Titanlegierungen*, 2.Ausg., 1998, Werkstoff-Informationsgesellschaft mbH
- [4] K.U.Kainer, *Metallische Verbundwerkstoffe*, 2003, Wiley-VCH
- [5] Karl Schulte, K.U. Kainer, *Verbundwerkstoffe & Werkstoffverbunde*, 1999, Wiley-VCH
- [6] W. Beitz, K.-H. Grote, *Doppel-Taschenbuch für den Maschinenbau*, 19.Ausg., 1997, Springer
- [7] H.P. Degischer, *Werkstoffkunde und Materialprüfung 1*, Skriptum zur Vorlesung Nr. 308.341, IMST TU-Wien
- [8] *CES Selector 4.6*, 2005, Granta Design Limited
- [9] Markus Holz, *European Titanium Market, current and future scenario*, 2006, Thyssen-Krupp Titania Group
- [10] Thyssen-Krupp Titania Group, Homepage, www.deuschetitan.com
- [11] *Rohstoffwirtschaftliche Steckbriefe für Metall- und Nichtmetallrohstoffe*, 01.2007, Bundesanstalt für Geowissenschaften und Rohstoffe
- [12] Emcotest, Homepage, www.emcotest.at
- [13] Zwick-Roell, Homepage, www.zwick.de
- [14] TA Instruments, Homepage, www.tainstruments.com
- [15] Rolls-Royce, Homepage, www.rolls-royce.com
- [16] Tanya M.T. Godfrey, Paul S. Goodwin, C.Malcolm Ward-Close, *Titanium Particulate Metal Matrix Composites, Reinforcement, Production Methods and Mechanical Properties*, Advanced Engineering Materials 2000, 2, No.3
- [17] DIN 17850: *Titan; chemische Zusammenstzung*
- [18] DIN 17860: *Bänder- und Belche aus Titanlegierungen*
- [19] DIN 17862: *Stangen aus Titan und Titanlegierungen*

- [20] S. Gorsse, Y. Le Petitcorps, S. Matar, F. Rebillat, *Investigation of the Young's modulus of TiB needles in-situ produced in titanium matrix composites*, Materials Science and Engineering, A340, (2003), 80-87
- [21] C. Poletti, *Dichtemessungen an Titanlegierungen*, interner Bericht, IMST, TU-Wien