

**Untersuchungen zur Gefügebildung bei der  
Erstarrung von  
 $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen unterschiedlicher  
Konstitution**

**Dissertation**

zur Erlangung des akademischen Grades  
Doktor der Ingenieurwissenschaften  
(Dr.-Ing.)  
der Technischen Fakultät  
der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

**Viola Küstner**

Geesthacht  
2003

1. Gutachter

Prof. Dr. Helmut Clemens,  
Montanuniversität Leoben,  
Österreich

2. Gutachter

Prof. Dr. Franz Faupel,  
Christian-Albrechts-Universität zu Kiel

Datum der mündlichen  
Prüfung

21.11.2003

# Danksagung

Zunächst möchte ich im Besonderen Herrn Prof. Dr. H. Clemens danken, der mir die Möglichkeit gab, diese Arbeit am GKSS-Forschungszentrum anzufertigen. Er hatte die Arbeit veranlasst und war immer offen für Besprechungen, bei denen er mit wertvollen Anregungen zum Gelingen dieser Arbeit beitrug.

Der Fa. GfE Metalle und Materialien in Nürnberg danke ich für die sehr großzügige finanzielle Förderung dieser Arbeit, die Zusendung der gegossenen Proben und den Freiraum, der es ermöglichte, auch grundlegende Fragen anzugehen.

Innerhalb der GfE gilt mein Dank besonders Dr. A. Chatterjee und Dr. V. Güther für deren Unterstützung und konstruktive Tipps.

Auch Herrn Dr. habil. F. Appel möchte ich danken, in dessen Abteilung WFP am GKSS Forschungszentrum die Arbeit entwickelt wurde. Dr. Appel unterstützte mich mit aufmunternden Worten sowie mit Solidarität und tatkräftiger Hilfe bei formellen Angelegenheiten.

Herrn Prof. Dr. F. Faupel der Universität Kiel, Technische Fakultät, gilt mein Dank dafür, dass er sich als Zweitgutachter dieser Arbeit zur Verfügung gestellt hat.

Ganz besonders möchte ich Dr. M. Oehring danken, der mir mit Rat und Tat jederzeit zur Seite stand und von dessen Erfahrung im Bereich Titanaluminide ich profitieren konnte.

Bei folgenden Personen möchte ich mich für deren tatkräftige Hilfe bedanken: Herrn S. Eggert für die Durchführung eines großen Teils der in die Arbeit eingegangenen Zugversuche, Dr. M. Oehring für die angefertigten Härtemessungen, Frau P. Fischer für die Unterstützung im Bereich der Metallographie, Herrn G. Gehrke und Herrn P. Haack für die Untersuchung meiner Proben mittels Röntgendurchstrahlung, Frau G. Müllauer für die Analyse einiger meiner Proben auf deren Sauerstoff- und Stickstoffgehalt hin, Dr. M. Beschliesser für die thermodynamischen Phasenberechnungen, Prof. Dr. H.-G. Brokmeier für die angefertigten Texturanalysen und nicht zuletzt U. Lorenz für seine geduldige Hilfe bei allerlei technischen Problemen.

Ich möchte mich bei allen meinen Kollegen sehr herzlich für die zahlreichen konstruktiven Gespräche und die Unterstützung bedanken. In alphabetischer Reihenfolge: Dr. C. Buque, der auch mein lieber Zimmerkollege war, S. Eggert, Dr. U. Fröbel, R. Hoppe, C. Horstmann, U. Lorenz, Dr. J. Müllauer, Dr. M. Oehring, Dr. J. Paul und E. Tretau.

Dass ich meine Arbeit in der Abteilung WFP so genossen habe ist ebenso meinen Kollegen zu verdanken, die mich als „Henne im Korb“ liebevoll und vor allem mit viel Humor aufgenommen haben.

Meinen neuen und alten Freunden und meiner Verwandtschaft danke ich für alles von ganzem Herzen – gut, dass es Euch gibt. Richard – your support was so valuable to me, thank you for being with me.

Ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern, Gerlinde und Dieter Küstner, deren Gebete und Gedanken immer mit mir waren.

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2. Grundlagen der Legierungsentwicklung</b>	<b>4</b>
<b>3. Experimentelle Methoden</b>	<b>10</b>
<b>3.1. Legierungsherstellung</b>	<b>10</b>
3.1.1. Lichtbogenschmelzen von Legierungsknöpfen	10
3.1.2. Kokillenguss	10
3.1.3. Hergestellte Legierungen und chemische Analysen	11
3.1.4. Wärmebehandlungen	14
<b>3.2. Röntgendiffraktometrie und –durchstrahlung</b>	<b>14</b>
3.2.1. Röntgendiffraktometrie	14
3.2.2. Röntgendurchstrahlung	14
<b>3.3. Probenherstellung und –präparation für lichtmikroskopische Untersuchungen</b>	<b>14</b>
<b>3.4. Rasterelektronenmikroskopie</b>	<b>15</b>
3.4.1. Probenherstellung	15
3.4.2. Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop	15
<b>3.5. Zugversuche</b>	<b>16</b>
<b>3.6. Texturuntersuchungen</b>	<b>16</b>
<b>3.7. Härteprüfung</b>	<b>17</b>
<b>4. Ergebnisse</b>	<b>18</b>
<b>4.1. Röntgendiffraktometrie</b>	<b>18</b>
<b>4.2. Metallographische und mikroanalytische Untersuchungen zum Erstarrungsgefüge</b>	<b>20</b>
4.2.1. Binäre Legierungen	20
4.2.2. Mehrkomponentige Legierungen	32
4.2.3. Abgüsse	50
<b>4.3. Texturuntersuchungen</b>	<b>60</b>
<b>4.4. Härtemessungen</b>	<b>61</b>
<b>4.5. Röntgendurchstrahlung und Zugversuche an Gussproben</b>	<b>62</b>

<b>5. Diskussion</b>	<b>66</b>
<b>5.1. Erstarrungspfade und Festkörperumwandlungen</b>	<b>66</b>
5.1.1. Legierungen, die vollständig über die $\beta$ -Phase erstarren	66
5.1.2. Peritektische Legierungen ( $c_{Al} < 49$ at.%)	68
5.1.3. Legierungen, die primär über die $\alpha$ -Phase erstarren	71
<b>5.2. Gefügebildung bei der Erstarrung</b>	<b>72</b>
<b>5.3. Einfluss dritter und weiterer Legierungselemente auf das Erstarrungsgefüge</b>	<b>78</b>
<b>6. Zusammenfassung</b>	<b>81</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>83</b>



# 1. Einleitung

Die Forschung auf dem Gebiet der Titanaluminide hat seit Anfang der 90er Jahre stark zugenommen, da sich zum einen das außergewöhnliche Potential dieser Legierungsklasse als Strukturwerkstoff abzeichnete, zum anderen eine industrielle Fertigung dieser Werkstoffe realisierbar zu werden schien (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Kim, 1991, Kim, Dimiduk, 1997, Appel, Wagner, 1998, Dimiduk, 1999, Clemens, Kestler, 2000, Yamaguchi et al., 2000, Appel, Oehring, 2002). Hierbei haben sich insbesondere Legierungen als vielversprechend erwiesen, die auf der intermetallischen Phase  $\gamma(\text{TiAl})$  mit tetragonaler  $L1_0$ -Struktur beruhen und immer Minoritätsanteile der intermetallischen Phase  $\alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$  mit hexagonaler  $D0_{19}$ -Struktur enthalten. Diese  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen zeichnen sich durch Eigenschaften aus, die sie in besonderem Maße als Leichtbau-Werkstoff für Hochtemperaturanwendungen tauglich machen. Neben einer Dichte im Bereich von nur 3,85 bis 4,2 g cm<sup>-3</sup> weisen sie sehr hohe elastische Moduln, einen niedrigen Diffusionskoeffizienten sowie hohe Festigkeit und Kriechfestigkeit bis zu 700 °C auf. Durch diese Eigenschaften sind sie zum Beispiel prädestiniert für einen Einsatz in der Luft- und Raumfahrttechnik oder als Werkstoff für bewegte Bauteile in allen Arten von Wärmekraftmaschinen. Einen weiteren Vorteil bietet die gute Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit sowie strukturelle Stabilität dieser Legierungen. Im Gegensatz zu konventionellen Titanlegierungen tritt das gefürchtete Titanfeuer bei  $\gamma$ -TiAl-Legierungen nicht auf. Titanaluminide bieten sich auf Grund dieser Eigenschaften z.B. als möglicher Ersatz für die deutlich schwereren Nickel-Basis-Superlegierungen bei Einsatztemperaturen bis zu 700 °C an (Dimiduk, 1999).

Wie auch andere Legierungen, die aus intermetallischen Phasen bestehen, neigen Titanaluminide aufgrund der kovalenten Bindungsanteile allerdings ebenfalls zu sehr geringer Duktilität und Zähigkeit. Dies liegt zum einen, wie in Kapitel 2 noch erläutert wird, an den durch die Kristallstruktur gegebenen Gleitsystemen der  $\gamma$ -Phase, die den überwiegenden Teil der Verformung trägt. Zum anderen neigt die  $\gamma(\text{TiAl})$ -Phase auch zu Spaltbruch. Diese inhärenten Eigenschaften ließen sich auch durch intensive Legierungsentwicklung nur in beschränktem Maß verbessern (Kim, Dimiduk, 1997, Appel, Wagner, 1998). Weiterhin sind die mechanischen Eigenschaften von  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen aufgrund ihres Verformungs- und Bruchverhaltens, aber auch wegen der Gefügeanisotropie der bevorzugt eingestellten lamellaren Gefüge stark anisotrop (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Appel, Wagner, 1998, Yamaguchi et al., 2000). Dadurch kommt einer gezielten Einstellung von Gefüge und Textur bei der Herstellung von Bauteilen aus Titanaluminiden eine kritische Bedeutung zu. Die inzwischen bis zu unterschiedlichen Reifegraden entwickelten Herstellverfahren umfassen dabei alle für metallische Werkstoffe üblichen Prozesstechniken, wie Gießverfahren, verschiedene pulvermetallurgische und Umform-Verfahren sowie Kombinationen dieser Herstelltechniken (Semiatin, 1995, Clemens, Kestler, 2000, Yamaguchi et al., 2000, Appel, Clemens, Kestler, 2002, Appel, Oehring, 2002, Kestler, Clemens, 2002). Dabei stellen sich für die einzelnen Herstellverfahren spezifische Probleme, die in der Natur der intermetallischen  $\gamma$ -Phase begründet sind, z. B. schränken das schon erwähnte Verformungs- und Bruchverhalten sowie die langsame Rekristallisationskinetik das Umformvermögen stark ein.

Gießtechnische Verfahren wurden relativ frühzeitig erforscht und bis zu erfolgreich bestandenen Flugzeug-Turbinen-Tests und Motorentestprogrammen (Austin, Kelly, 1995, Wagner et al., 1995, Eylon et al., 1998) bzw. zum kommerziellen Einsatz eines Turbolader-Laufrades entwickelt (Tetsui, Ono, 1999). Allerdings wurden mit den verwendeten

Legierungen und Gussverfahren nur mäßig hohe Streckgrenzen und Festigkeiten im Zugversuch erreicht, die z.B. bei Raumtemperatur unter 500 MPa lagen. Demgegenüber lassen sich mit bestimmten umformtechnisch hergestellten Legierungen die doppelten Festigkeiten und überlegene Kriechfestigkeiten erzielen (Liu et al., 1995, Kim, Dimiduk, 1997, Appel et al., 1999, Appel et al., 2003). Diese Eigenschaften sind auch für Bauteile im Automobilmotorenbau von großem Interesse, die wie z.B. Turbolader-Laufräder mit hohen Spannungen bei Temperaturen bis über 800 °C belastet werden. Da für eine Massenfertigung solcher Bauteile ein kostengünstiges umformtechnisches Herstellverfahren derzeit nicht absehbar ist, besteht u.a. bei deutschen Industrieunternehmen weiterhin ein großes Interesse an einer Weiterentwicklung von  $\gamma$ -TiAl-Gusslegierungen und an geeigneten Gießverfahren.

Ein grundlegendes Problem von Gießverfahren für  $\gamma$ -TiAl-Legierungen stellen die oft groben und inhomogenen Gussgefüge dar, die sich durch weitere Bearbeitungsschritte nicht mehr wesentlich verändern lassen. Weiterhin bilden sich bei den konventionellen TiAl-Legierungen oft auch Gusstexturen aus, die die Werkstoffeigenschaften stark von der Belastungsrichtung abhängig machen (DeGraef et al., 1991, Johnson et al., 1997). Zudem weisen die bislang verwendeten TiAl-Gusslegierungen ausgeprägte Mikrosegregation auf, die wegen der empfindlichen Abhängigkeit der Verformungseigenschaften der  $\gamma$ -Phase vom Al-Gehalt besonders problematisch sind (Appel, Wagner, 1998).

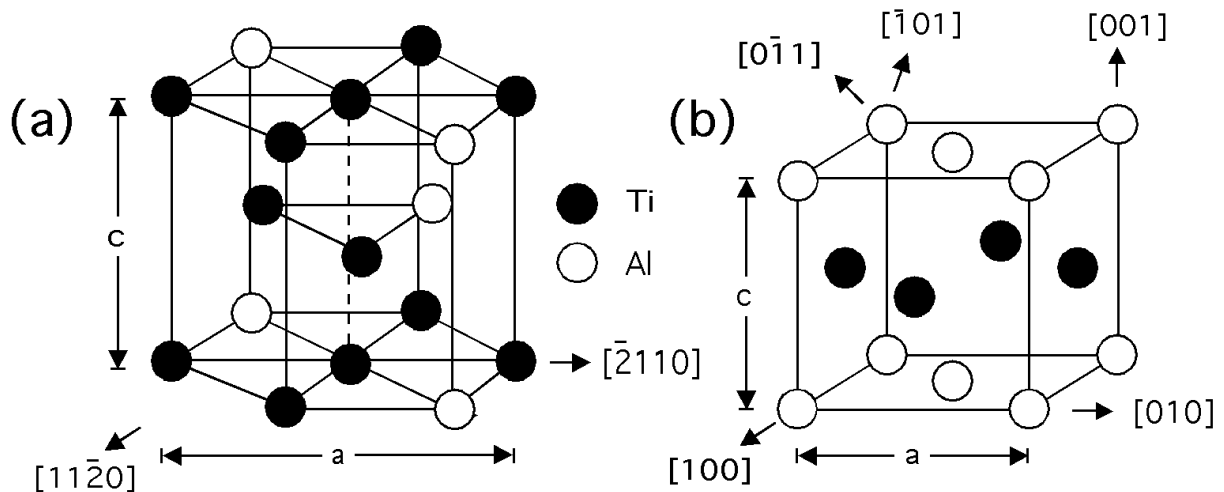
Ziel der vorliegenden Arbeit war es nun, zu einem Verständnis der Gefüge- und Texturbildung bei der Erstarrung von TiAl-Legierungen beizutragen und daraus angesichts der geschilderten Problemlage Richtlinien für das Legierungsdesign von solchen Gusslegierungen abzuleiten, die sich für eine Herstellung über den Permanent-Kokillenguss in metallische Kokillen eignen. Die Arbeiten wurden vorwiegend im Labormaßstab an Legierungsknöpfen durchgeführt, die in einem Lichtbogenofen auf einer gekühlten Cu-Platte hergestellt worden waren und daher unter ähnlichen Bedingungen erstarrt sein sollten wie beim Permanent-Kokillenguss. Zunächst wurde die Abhängigkeit der Gefügebildung vom Erstarrungspfad an binären Legierungen im Bereich der technisch interessanten Al-Gehalte untersucht, für die die Konstitution quantitativ bekannt ist (McCullough et al., 1989, Okamoto, 1993, Ohnuma et al., 2000). Die Analysen des Erstarrungsgefüges umfassten dabei umfangreiche mikroanalytische Untersuchungen, da aufgrund der in  $\gamma$ -TiAl-Legierungen ablaufenden Festkörperumwandlungen die gefügebildenden Prozesse bei der Erstarrung oft schwer aus Gefügeuntersuchungen zu erschließen sind. Im nächsten Schritt wurde systematisch der Einfluss von ternären und höherkomponentigen Legierungselementen untersucht. Dabei wurden im wesentlichen Legierungselemente gewählt, von denen sich aus der Literatur Eigenschaftsverbesserungen erwarten ließen. Hierzu zählten die Elemente Mo und Nb, für die in  $\gamma$ -TiAl-Legierungen Mischkristall-Effekte bekannt sind, die die intrinsischen Eigenschaften der  $\gamma$ -Phase, z.B. den Diffusionskoeffizienten und die Energie planarer Defekte verändern (Appel, Wagner, 1998). Aus der Literatur ist bekannt, dass sich insbesondere durch das Legierungselement Nb, das bis zu Gehalten von 8 at.% in  $\gamma$ -TiAl-Legierungen löslich ist (Chen et al., 1999), eine Reihe von Eigenschaften substantiell verbessern lassen (Huang, 1993, Chen et al., 1993, Nickel et al., 1995, Paul et al., 1998, Appel et al., 2003). Hierzu zählen Festigkeit (Huang, 1993, Chen et al., 1993, Paul et al., 1998), Kriechfestigkeit (Appel et al., 2003) und Oxidationsbeständigkeit (Nickel et al., 1995, Haanappel et al., 2002) aber auch die Duktilität (Paul et al., 1998, Appel et al., 2003). Im Hinblick auf Gusslegierungen stellte sich hier die Frage, wie diese Legierungselemente die Erstarrungsgefüge beeinflussen und welche Legierungszusammensetzung für Gusslegierungen besonders günstig ist. Als weitere Legierungselemente wurden solche ausgewählt, von denen sich eine signifikante Beeinflussung des Erstarrungsgefüges erwarten ließ. Diese umfassten das Element B, das als Kornfeinungsmittel nahezu allen  $\gamma$ -TiAl-



Legierungen zugesetzt wird (Larsen, 1990, Kim, 1994, Wagner et al., 1995, Kim, Dimiduk, 1997), das Element C, das eine zusätzliche Härtung durch Karbid-Ausscheidungen bewirkt (Tian et al., 1993, Christoph et al., 1997), sowie die Elemente Y und Cu. Das Auswahlkriterium für die letzteren Legierungselemente waren einfache Überlegungen zur Atomgröße und Elektronenstruktur, die eine thermodynamische Stabilisierung der Schmelze und damit eventuell ein größeres Erstarrungsintervall vermuten ließen. Abschließend wurden in dieser Arbeit dann von ausgewählten Legierungszusammensetzungen Abgüsse in Metallkokillen hergestellt, um die gezogenen Schlussfolgerungen zu überprüfen.

## 2. Grundlagen der Legierungsentwicklung

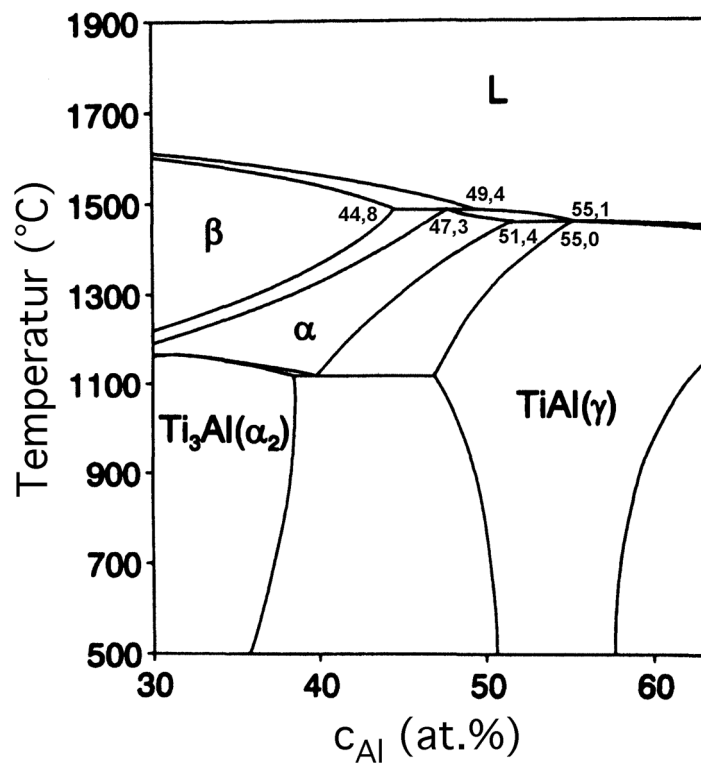
In den zahlreichen in der Literatur dokumentierten Entwicklungsarbeiten an  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen hat sich frühzeitig gezeigt (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Kim 1991), dass lediglich Legierungen, die noch Minoritätsanteile der  $\alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$ -Phase enthalten, gegenüber der stöchiometrischen Zusammensetzung der  $\gamma(\text{TiAl})$ -Phase also Ti-reich sind, brauchbare mechanische Eigenschaften besitzen. Einphasige  $\gamma(\text{TiAl})$ -Legierungen mit Al-Gehalten  $> 50 \text{ at.}\%$  zeigen nur sehr geringe Duktilität und auch niedrige Streckgrenzen (Huang, Hall, 1989, Huang 1993). Abb. 2.1 zeigt die Kristallstrukturen der beiden intermetallischen Phasen,  $\alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$  mit hexagonaler  $\text{D0}_{19}$ -Struktur und  $\gamma(\text{TiAl})$  mit tetragonaler  $\text{L1}_0$ -Struktur, die in allen  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen enthalten sind. Es sei hier darauf hingewiesen, dass das  $c/a$ -Verhältnis der  $\gamma$ -Phase nur geringfügig größer als 1 ist, die Elementarzelle dieser Struktur also abgesehen von ihrer chemischen Ordnung nahezu kubisch-flächenzentriert ist.



**Abb. 2.1** Kristallstrukturen der in  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen vorkommenden intermetallischen Phasen. (a) Hexagonale  $\alpha_2(\text{Ti}_3\text{Al})$ -Phase ( $\text{D0}_{19}$ , Prototyp  $\text{Ni}_3\text{Sn}$ , Pearson-Symbol hP8, Raumgruppe  $\text{P63}/\text{mmc}$ , Gitterparameter  $a = 0,5782 \text{ nm}$ ,  $c = 0,4629 \text{ nm}$ ), (b) tetragonale  $\gamma(\text{TiAl})$ -Phase ( $\text{L1}_0$ , Prototyp  $\text{AuCu}$ , Pearson-Symbol tP2, Raumgruppe  $\text{P4}/\text{mmm}$ , Gitterparameter  $a = 0,4005 \text{ nm}$ ,  $c = 0,4050 \text{ nm}$ ).

## 2. Grundlagen der Legierungsentwicklung

Das binäre Phasendiagramm Ti - Al war lange Zeit umstritten und ist bis heute Gegenstand aktueller Forschung (Ohnuma et al., 2000). Es hat sich jedoch gezeigt, dass das von McCullough et al. (1989) vorgeschlagene Phasendiagramm, das auf umfangreichen Untersuchungen im Hochtemperatur-Bereich beruht, die Phasengleichgewichte im Wesentlichen gut wiedergibt (Kim, Dimiduk, 1997). Im Folgenden soll in dieser Arbeit das mit der CALPHAD-Methode (Kaufman, Bernstein, 1979) berechnete Phasendiagramm von Okamoto (1993) zugrundegelegt werden (Abb. 2.2), das bis auf geringe Abweichungen demjenigen von McCullough et al. (1989) entspricht. Wie man diesem Diagramm entnimmt, treten im technisch wichtigen Bereich von Legierungen mit Aluminium-Gehalten zwischen 45 und 49 at.% beim Erstarren aus der Schmelze und beim nachfolgenden Abkühlen eine Reihe von Phasenumwandlungen auf. Die Erstarrung kann entweder vollständig über den  $\beta$ -Mischkristall mit kubisch-raumzentrierter Struktur (A2) oder in zwei peritektischen Reaktionen erfolgen, an denen noch der  $\alpha$ -Mischkristall mit hexagonaler Struktur (A3) und die  $\gamma$ -Phase beteiligt sind.



**Abb. 2.2** Berechnetes Ti - Al-Phasendiagramm im mittleren Konzentrationsbereich nach Okamoto (1993).

$\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen zeichnen sich in besonderer Weise dadurch aus, dass sie je nach Zusammensetzung ein oder auch zwei Hochtemperatur-Einphasengebiete durchlaufen (Abb. 2.2). Je nach Legierungszusammensetzung und Abkühlrate ist dadurch eine Vielzahl unterschiedlicher Phasenumwandlungen möglich, die u.a. martensitische und massive Umwandlungen einschließen (Zwicker, 1974, Flower, 1990, Yamabe et al., 1995, Sun, 1998, Cheng, Loretto, 1998, Zhang et al., 2001). In jedem Fall durchlaufen alle technischen  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen das  $\alpha$ -Gebiet und zerfallen beim weiteren Abkühlen bei nicht zu großen Abkühlraten entsprechend der Reaktionen  $\alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  oder  $\alpha \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  (Denquin et al., 1992, Kim, 1992). Bei mittleren Abkühlraten, d.h. üblichen Ofen- und Luftabkühlungen bilden sich lamellare Gefüge gemäß dem zuerst genannten Reaktionsschema. Dabei scheiden sich kristallographisch zur  $\alpha$ -Phase orientierte Platten der  $\gamma$ -Phase

## 2. Grundlagen der Legierungsentwicklung

mit sehr großem Aspektverhältnis aus der  $\alpha$ -Phase aus. Die noch verbleibende  $\alpha$ -Phase ordnet sich nachfolgend zur  $\alpha_2$ -Phase. In den entstehenden lamellaren Gefügen weisen die  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Platten dann die von Blackburn (1970) beschriebene Orientierungsbeziehung

$$(0001)_{\alpha_2} \parallel \{111\}_{\gamma} \quad \text{und} \quad \langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha_2} \parallel \langle 1\bar{1}0 \rangle_{\gamma}$$

auf. Die gebildeten Lamellengrenzflächen sind über große Abstände atomar flach (Appel et al., 1993) und liegen parallel zu den Basisebenen der  $\alpha_2$ - bzw. den  $\{111\}$ -Ebenen der  $\gamma$ -Phase (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Appel, Wagner, 1998). Es gibt in diesem Gefüge 6 Varianten an  $\gamma$ -Lamellen, die sich durch Rotationen von  $60^\circ$  um die  $[111]$ -Richtung beschreiben lassen (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Appel, Wagner, 1998). Neben den semikohärenten  $\alpha_2/\gamma$ -Grenzflächen treten also noch unterschiedliche Typen von  $\gamma/\gamma$ -Grenzflächen auf, wobei die wahren Zwillingsgrenzen (Rotation  $180^\circ$  um  $\langle 111 \rangle$ ) mit der geringsten Grenzflächenenergie am häufigsten sind (Zghal et al., 1997). Da das c/a-Verhältnis der  $L1_0$ -Struktur von 1 abweicht, treten auch an  $\gamma/\gamma$ -Grenzflächen Kohärenzspannungen und dichte Netzwerke an Fehlanpassungs-Versetzungen auf (Kad, Hazzledine, 1992, Appel et al., 1993, Appel, Wagner, 1998).

Für  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen erwartet man also für den Gusszustand im Regelfall bei Al-Gehalten im Bereich 45 – 48 at.% vollständig lamellare Gefüge, sofern mittlere Abkühlraten angewendet werden und die Legierungen ausreichend homogen nach dem Erstarren vorliegen, d.h. tatsächlich die gesamte Legierung das  $\alpha$ -Phasengebiet durchlaufen hat. Die dann gebildeten Gefüge können durch Rekristallisation beim Warmumformen vollständig in feinkörnige, globulare Gefüge mit gleichachsigen Körnern der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase umgewandelt werden. Mit nachfolgenden Wärmebehandlungen nahe der  $\alpha$ -Transus-Temperatur lassen sich dann unterschiedliche Anteile an Lamellenkolonien einstellen und es entstehen sogenannte Duplex- oder nahezu lamellare Gefüge (Kim, 1992, Kim, 1994).

In zweiphasigen  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen ist die plastische Verformung vorwiegend in der Majoritätsphase-Phase  $\gamma$  lokalisiert. Dies liegt u.a. an der höheren Fließgrenze der  $\alpha_2$ -Phase (Yamaguchi, Inui, 1993). Die  $\gamma$ -Phase verformt sich durch die Bewegung von gewöhnlichen Versetzungen mit Burgersvektor  $1/2\langle 110 \rangle$  und von Superversetzungen mit den Burgersvektoren  $1/2\langle 112 \rangle$  und  $\langle 101 \rangle$ , wobei die Gleitung auf  $\{111\}$ -Ebenen erfolgt (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Appel, Wagner 1998). Bei sehr hohen Temperaturen treten auch Versetzungen mit  $\langle 100 \rangle$ -Burgersvektoren auf (Whang, Hahn, 1990). Diese in der Literatur übliche Bezeichnungen von Richtungen geht auf Hug et al. (1988) zurück und trägt der Tatsache Rechnung, dass Permutationen von  $\pm h$  und  $\pm k$  kristallographisch gleichwertig sind. Plastische Verformung kann in der  $\gamma$ -Phase weiterhin auch durch mechanische Zwillingsbildung mit  $b = 1/6\langle 11\bar{2} \rangle\{111\}$  erfolgen (Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Appel, Wagner 1998). Im Gegensatz zu ungeordneten kubisch-flächenzentrierten Kristallstrukturen gibt es jedoch auf einer (111)-Ebene nur eine Scherrichtung, bei der die  $L1_0$ -Struktur erhalten bleibt. Die einzelnen Beiträge der hier aufgeführten Verformungsmechanismen hängen vom Al-Gehalt der  $\gamma$ -Phase und von der Temperatur ab (Appel, Wagner, 1998). In zweiphasigen Legierungen sind vermutlich die für die Aktivierung von Superversetzungen erforderlichen Spannungen sehr hoch (Appel, Wagner, 1998). Bei niedrigen Temperaturen erfolgt daher plastische Verformung vermutlich über gewöhnliche Versetzungen und Zwillingsverformung, die  $\gamma$ -Phase ist daher plastisch anisotrop. Bei einer bestimmten, gegebenen Spannung, die für die Gleitung von Superversetzungen nicht ausreicht, sind daher im Sinn des Von-Mises-Kriteriums nicht genügend unabhängige Gleitsysteme vorhanden (Appel, Wagner, 1998).

## 2. Grundlagen der Legierungsentwicklung

Insbesondere in ungünstig orientierten Lamellen und großen Körnern können dann Risse einer Länge entstehen, die unter Zugbelastung zum Versagen der Probe führen.

Der Einfluss des Gefüges zweiphasiger  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen auf die Verformungseigenschaften war Gegenstand umfangreicher Untersuchungen, jüngere Übersichten finden sich bei Appel und Wagner (1998) und Yamaguchi et al. (2000). Die Fließspannung zweiphasiger  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen kann zum überwiegenden Teil durch weitreichende Wechselwirkungen der Versetzungen mit inneren Grenzflächen im Sinn einer Hall-Petch-Beziehung verstanden werden (Vasudevan et al., 1989, Appel et al., 1997, Dimiduk et al., 1998). Durch eine Gefügefeynung, z.B. eine Reduzierung des Lamellenabstands, lässt sich also eine beträchtliche Härtung erzielen. Die parallele Ausrichtung von Lamellengrenzen hat eine ausgeprägte plastische Anisotropie zur Folge, da die Gleitdistanzen auf Gleitebenen parallel und geneigt zu den Grenzflächen sehr unterschiedlich sind (Inui et al., 1992). Weiterhin tragen Hindernisse zur Fließspannung bei, die durch thermische Aktivierung überwunden werden können (Appel et al., 1997). Diese bestehen in der hohen Gitterreibung, Versetzungssprüngen und lokalisierten Gleithindernissen, wie sehr kleinen Oxid-Partikeln (Appel et al., 1997). Bis zu Temperaturen um 700 °C, bei denen der spröde-duktil-Übergang beobachtet wird, nimmt die Fließspannung zweiphasiger  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen nur wenig ab, darüber zeigt sie einen steilen Abfall (Kim, 1991, Appel et al., 1997, Appel, Wagner, 1998). Die Verformungsvorgänge in der Nähe des spröde-duktil-Übergangs sind durch Klettervorgänge von gewöhnlichen Versetzungen gekennzeichnet (Appel, 2001).

Das Bruchverhalten von zweiphasigen  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen ist stark gefügeabhängig. Es wird Spaltbruch auf  $\{111\}$ -Ebenen beobachtet, wobei die Risse an lamellaren Grenzflächen abgelenkt werden (Appel et al., 1995). Das Bruchverhalten lamellarer Legierungen mit einer Vorzugsrichtung der Lamellen ist daher wie das Verformungsverhalten sehr anisotrop, da die Rissausbreitung parallel zu Lamellengrenzflächen sehr viel leichter verläuft als geneigt zu den Grenzflächen. Die Sprödigkeit des Materials bleibt bis zu Temperaturen von ungefähr 700 °C erhalten. Die Übergangstemperatur zu duktilem Verhalten wird dabei von der Verformungsgeschwindigkeit bestimmt. Bei Raumtemperatur werden an lamellaren Legierungen Bruchzähigkeiten von 15 – 35 MPa m<sup>-1/2</sup> gefunden, wohingegen die Werte für Legierungen mit Duplex-Gefüge bei 12 – 15 MPa m<sup>-1/2</sup> liegen (Kim, 1994, Lorenz et al., 1997).

Der Zusammenhang zwischen dem Gefüge und den mechanischen Eigenschaften lässt sich schematisch wie folgt charakterisieren (Kim, 1991, 1994). Legierungen mit lamellaren Gefügen sind in der Streckgrenze, Festigkeit, Bruchzähigkeit und Kriechfestigkeit überlegen, zeigen aber geringe Duktilität. Legierungen mit Duplex-Gefüge weisen höhere Duktilität, aber geringere Bruchzähigkeit und Kriechfestigkeit auf. Daher lässt sich mit lamellaren Gefügen die beste Balance an mechanischen Eigenschaften erreichen, insbesondere, wenn die Koloniegröße gering gehalten wird. Dies wurde durch die Einstellung feiner lamellarer Gefüge durch Strangpressen gezeigt (Liu et al., 1995, Kim, Dimiduk, 1997, Appel et al., 1999). Entsprechende Gefügemorphologien sind demnach auch für Gusslegierungen anzustreben. Zu bedenken ist dabei jedoch, dass sich für Gusslegierungen durch Wärmebehandlungen im Wesentlichen nur eine Vergrößerung der Gefüge erzielen lässt, die Gefügeeinstellung also bei der Erstarrung und dem nachfolgenden Abkühlen in der Gussform festgelegt wird. Überdies ist die Textur von Gusslegierungen deutlich schärfer ausgeprägt (Brokmeier et al., 2003) und spielt daher im Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften eine größere Rolle.

## 2. Grundlagen der Legierungsentwicklung

Der bisherige Stand der Legierungsentwicklung im Bereich der Titanaluminide hat zu technischen Legierungen geführt, deren Zusammensetzung sich verallgemeinert wie folgt beschreiben lässt:



Es sei hier darauf hingewiesen, dass in dieser Arbeit Konzentrationen, wenn nicht anders vermerkt, immer in at.% angegeben werden. Die metallischen Elemente werden den Legierungen vorwiegend zugesetzt, um durch Lösung in der  $\gamma$ -Phase deren Eigenschaften, z.B. die Energien planarer Defekte oder den Diffusionskoeffizienten zu beeinflussen. Durch das Legieren mit den nicht-metallischen Elementen versucht man dagegen, die Eigenschaften über die Bildung dritter (und gegebenenfalls weiterer) Phasen zu verbessern. Trotz intensiver Forschung ist die Rolle der einzelnen Legierungselemente hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften nicht vollständig aufgeklärt, da sich beim Zulegieren unvermeidlich auch die Konstitution und damit die Gefüge der Legierungen ändern. Es lassen sich daher für den Einfluss einiger der oben genannten Legierungselemente nur empirisch gewonnene Regeln wiedergeben. Eine Reduzierung des Al-Gehalts in der oben genannten Spanne führt im Allgemeinen zu einer Erhöhung der Fließspannung und zu einer Verminderung von Duktilität und Oxidationsbeständigkeit (Huang, 1993, Kim, 1994). Das allgemeine Problem der geringen Duktilität von intermetallischen Phasen kann mit der Zugabe von Cr, Mn und V reduziert werden (Huang, 1993, Kim, 1994). Die Kriechfestigkeit wird durch die Elemente W, Mo, Si und C verbessert. Dabei wurde nachgewiesen, dass  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen durch das Legieren mit C und Si durch Ausscheidungen von Karbid- oder Silizid-Phasen gehärtet werden können (Tsuyama et al., 1992, Tian et al., 1993, Christoph et al., 1997), und dass dies die Ursache für eine deutlich erhöhte Kriechfestigkeit ist (Appel et al., 2003). Eine besondere Bedeutung hat das in der  $\gamma$ -Phase nahezu nicht lösliche Element B erlangt (Kim, Dimiduk, 2001), mit dem eine Kornfeinung sowohl im Gusszustand erreicht werden kann (Larsen, 1990, Cheng, 1999) als auch nach dem Umformen und nachfolgenden Wärmebehandlungen im  $\alpha$ -Gebiet (Kim, Dimiduk, 2001). Weiterhin lassen sich mit dem Legierungselement Nb, das bis zu Gehalten von ungefähr 8 at.% in  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen löslich ist (Chen et al., 1999), die Festigkeit (Huang, 1993, Chen et al., 1993, Paul et al., 1998), Kriechfestigkeit (Appel et al., 2003) und Oxidationsbeständigkeit (Nickel et al., 1995) aber auch die Duktilität (Paul et al., 1998, Appel et al., 2003) deutlich verbessern. Die Eigenschaftsverbesserungen lassen sich zum Teil auf eine Reduzierung der Energie planarer, durch Versetzungsaufspaltung entstehender Defekte, auf eine Reduzierung der Aktivierungsenergie der Diffusion, sowie auf eine Verminderung der Lamellenbreite zurückführen (Paul et al., 1998, Appel et al., 2003).

Wie schon dargestellt, ist die Gusstechnologie für  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen in verschiedenen Programmen bereits bis zu Komponententests (Austin, Kelly, 1995, Wagner et al., 1995, Eylon et al., 1998) oder zum kommerziellen Einsatz entwickelt worden (Tetsui, Ono, 1999). Dabei wurden u.a. die weit verbreitete Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb (Huang, 1989) sowie Legierungen eingesetzt, bei denen B-Zusätze zur Kornfeinung eingesetzt worden waren (s. z.B. Wagner et al., 1995). Die gegenwärtigen Probleme liegen in der schon erwähnten, nur mäßigen Festigkeit im Vergleich mit umgeformten Legierungen, in den trotz Kornfeinung immer noch groben und darüber hinaus stark segregierten Gefügen, in einer nicht ausreichenden Kontrolle der Mikrostruktur über das ganze Bauteil und in der Gussporosität, die ein teures, nachfolgendes heiß-isostatisches Verdichten erfordert. Zum Teil lassen sich die genannten Probleme auf die peritektische Erstarrung der verwendeten Legierungen zurückführen, bei der sich große, in Wärmeflussrichtung ausgerichtete Stängelkristalle bilden. Da Legierungen, die vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarren, demgegenüber keine kolumnaren,

## 2. Grundlagen der Legierungsentwicklung

sondern globulare Gefüge beim Erstarren bilden (McCullough et al., 1989, Huang, 1993), richtete sich die Entwicklung von Guss-Legierungen zum einen auch auf diesen Legierungstyp (Naka et al., 1997), zum anderen auf die Abhängigkeit der Erstarrungsprozesse von Legierungszusammensetzung und Abkühlbedingungen (Johnson et al., 1998, Lee et al., 2000). Das Verständnis der gefügebildenden Prozesse während der Erstarrung in Abhängigkeit vom Erstarrungspfad ist aber bislang bei weitem nicht vollständig, was insbesondere im Fall von multikomponentigen Legierungen angesichts der komplexen Problemstellung auch nicht verwunderlich ist.

## 3. Experimentelle Methoden

### 3.1. Legierungsherstellung

#### 3.1.1. Lichtbogenschmelzen von Legierungsknöpfen

Alle Legierungsknöpfe wurden in einem Lichtbogenofen der Fa. Edmund Bühler erschmolzen. Der Vakuumrezipient wurde zunächst auf einen Druck von  $< 10^{-5}$  mbar abgepumpt und dann mit 0,5 bar Argon (99,9999%) gefüllt. Für die Herstellung der B-freien Legierungsvarianten wurden die Reinstmetalle in eine Rinne der wassergekühlten Kupferplatte gelegt und mit Hilfe des Lichtbogens zusammenschmolzen. Im Fall der B-haltigen Legierungen wurde Bor einmal in Form einer Al-4 m.% B-Vorlegierung, zum anderen über den Zusatz von Presslingen einer Pulvermischung aus Ti- und  $TiB_2$ -Pulver zugegeben. Homogenität in den Knöpfen wurde dadurch erreicht, dass der beim ersten Schmelzen erhaltene Stab in einer runden Vertiefung derselben Kupferplatte mindestens fünfmal umgeschmolzen wurde. Für die Nb-haltigen Legierungen war es notwendig, die Knöpfe zehnmal umzuschmelzen, da Niob mit 2468 °C einen relativ hohen Schmelzpunkt besitzt. Zwischen den Schmelzvorgängen wurde der Legierungsknopf umgedreht, um zu vermeiden, dass sich Elemente oder Verbindungen mit einer großen Dichte an dessen Unterseite absetzen.

Nach dem letzten Umschmelzvorgang wurde die Energie des Lichtbogens langsam erniedrigt und der Abstand der Kathode vom Legierungsknopf vergrößert. Dadurch ließ sich die Abkühlgeschwindigkeit an der Knopfoberseite verringern. Es ist also zu erwarten, dass sich im Knopf Bereiche unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeit zeigen.

#### 3.1.2. Kokillenguss

Der Guss der bei der Fa. GfE hergestellten zylindrischen Probenstangen von 10 cm Länge und 10 mm Durchmesser wurde ebenfalls in einem Lichtbogenschmelzofen durchgeführt. In diesen war eine beheizbare Metallkokille eingelassen. Zunächst wurde in einem Tiegel Ingotmaterial geschmolzen und dann durch Kippen des Tiegels in die Kokille abgegossen. Die Gussstücke kühlten bis zur Entnahme aus dem Ofen in der Kokille ab.

Weitere Legierungen wurden an der Universität Hannover in einer Schleudergussanlage im Auftrag der Fa. ALD Vacuum Technologies AG abgegossen. Die Anlage besteht aus einem Kaltwand-Induktionsofen und einem beheizbaren Tiegelrad aus Metallkokillen. Näheres zu der Schmelz- und Gießeinrichtung findet sich bei Vogt (2001). In der Schleudergussanlage wurden ebenfalls zylindrische Stangen mit ungefähr denselben Abmessungen wie beim Schwerkraftguss hergestellt, wobei die genauen Herstellungsbedingungen aber nicht mitgeteilt wurden.



### 3.1.3. Hergestellte Legierungen und chemische Analysen

Die in dieser Arbeit untersuchten Legierungen sind in Tab. 3.1.1 zusammengestellt. Der Gehalt an metallischen Legierungselementen aller Legierungen wurde mit quantitativer Energie-dispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) in einem Rasterelektronenmikroskop analysiert (s. Abschn. 3.4.2). Dazu wurden 2 - 4 Messungen an jeder Probe durchgeführt, wobei die untersuchte Fläche jeweils 0,5 – 1,0 cm<sup>2</sup> betrug. Im Fall der Legierungsknöpfe wurden für die Analysen Schlißproben verwendet, deren Schlißfläche durch die Symmetrieachse der Legierungsknöpfe verlief. Bei den zylindrischen Gussproben wurden Schlißflächen senkrecht zur Mittelachse analysiert. Die Ergebnisse der EDX-Analysen sind ebenfalls in Tab. 3.1.1 aufgeführt. Es zeigte sich, dass für die Legierungsknöpfe die Analysenergebnisse sehr gut mit der jeweiligen Einwaage übereinstimmen, die mittlere Abweichung im Al-Gehalt betrug in diesem Fall 0,24 at.% (s. Tab. 3.1.1, Abb. 3.1.1). Die Analysen der Gussproben ergaben dagegen sehr viel größere Abweichungen, die bis zu 1,6 at.% im Al-Gehalt betragen (Tab. 3.1.1); die Legierung Ti-46Al-1,5Cr-0,2C-0,2B zeigte sogar einen beachtlichen Nb-Gehalt.

Zusätzlich zu den Analysen metallischer Elemente wurden einige Legierungen mit dem Heißgasextraktionsverfahren auf die Elemente Sauerstoff und Stickstoff hin untersucht. Der Sauerstoff-Gehalt hat einen kritischen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften, wenn er 0,1 m.% übersteigt (Yamaguchi, Inui, 1993; Kim, 1994). Die Analysen wurden mit einem Gerät der Fa. LECO (Typ TC 436) durchgeführt. Die Ergebnisse finden sich in Tab. 3.1.1. In keinem Fall überstieg der Sauerstoff-Gehalt 560  $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ .

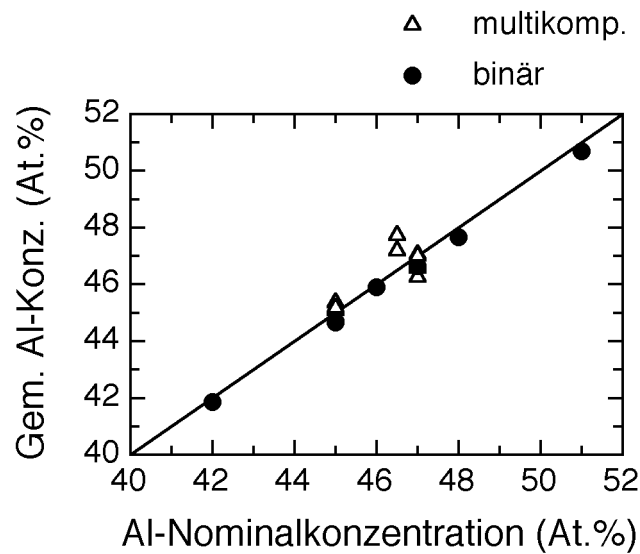
**Tab. 3.1.1** Liste der im Lichtbogenschmelzofen hergestellten Legierungsknöpfe; deren nominale Zusammensetzung, Mittelwerte der vorgenommenen EDX-Analysen und gemessene O<sub>2</sub>- und N<sub>2</sub>-Gehalte. An der Legierung Ti-47Al-2Y konnten keine EDX-Messungen durchgeführt werden, da sich die Probenoberfläche als zu uneben herausstellte. Die Werte für die leichten Elemente Bor und Kohlenstoff konnten nicht ermittelt werden. In diesem Fall wurden die gemessenen Werte der restlichen Elemente auf deren nominale Gesamtzusammensetzung (100% - (c<sub>C, nom.</sub> + c<sub>B, nom.</sub>)) bezogen.

Nominale Zusammensetzung [at.%]	EDX-Analyse [at.%]	O <sub>2</sub> -Analyse [ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ]	N <sub>2</sub> -Analyse [ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ ]
Binäre Legierungsknöpfe			
Ti-42Al	Al: 41,86	372,2	130,2
Ti-45Al	Al: 44,66	267,9	42,5
Ti-46Al	Al: 45,90	231,7	76,4
Ti-47Al	Al: 46,64	232,9	80,6
Ti-48Al	Al: 47,65	237,3	85,3
Ti-51Al	Al: 50,68		

### 3. Experimentelle Methoden

Ternäre und höherkomponentige Legierungsknöpfe			
Ti-45Al-2Mo	Al: 44,88 Ti: 53,34 Mo: 1,78		
Ti-45Al-5Nb	Al: 45,36 Ti: 49,71 Nb: 4,93		
Ti-45Al-5Nb-0,2B	Al: 45,17 Ti: 49,76 Nb: 4,87		
Ti-45Al-5Nb-0,5B	Al: 45,17 Ti: 49,50 Nb: 4,83		
Ti-45Al-5Nb-1,0B	Al: 44,93 Ti: 49,07 Nb: 5,00		
Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B (Bor aus Ti-TiB <sub>2</sub> -Pulvermischung)	Al: 47,19 Ti: 48,66 Si: 0,30 Cr: 1,07 Mn: 0,76 Nb: 1,51		
Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B (Bor aus Al-4 m.%B-Vorlegierung)	Al: 47,73 Ti: 48,23 Si: 0,31 Cr: 1,01 Mn: 0,77 Nb: 1,44		
Ti-47Al-5Nb	Al: 47,05 Ti: 48,18 Nb: 4,77	552,5	125,6
Ti-47Al-2Mo	Al: 46,57 Ti: 51,6 Mo: 1,83	401,6	30,8
Ti-47Al-2Cu	Al: 46,66 Ti: 51,87 Cu: 1,47	296,5	22,4
Ti-47Al-2Y		423,0	49,5

Kokillen-Abgüsse			
Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B Schleuderguss	Al: 47,41 Ti: 49,13 Si: 0,36 Cr: 0,88 Mn: 0,32 Nb: 1,40		
Ti-47Al-5Nb-0,5B Schleuderguss	Al: 46,68 Ti: 48,06 Nb: 4,76		
Ti-46Al-1,5Cr-0,2C-0,2B Schleuderguss	Al: 45,66 Ti: 46,25 Cr: 1,59 Nb: 6,10		
Ti-45Al-5Nb-0,5B Schwerkraftguss	Al: 46,61 Ti: 47,96 Nb: 4,93		
Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C Schwerkraftguss	Al: 45,47 Ti: 48,50 Nb: 4,78		
Ti-45Al-8Nb-0,2C Schwerkraftguss	Al: 46,53 Ti: 45,67 Nb: 7,61		



**Abb. 3.1.1** Vergleich der mit Hilfe von EDX-Messungen ermittelten Al-Gehalte der binären und mehrkomponentigen Legierungsknöpfen mit den jeweiligen nominalen Al-Gehalten. Die Messungen wurden über eine Fläche von 0,5 – 1,0 cm<sup>2</sup> durchgeführt.

### 3.1.4. Wärmebehandlungen

Die Wärmebehandlungen wurden in einem Hochtemperaturofen der Fa. Naber durchgeführt. Der Ofen wurde auf 1000 °C vorgeheizt, die mit einem Thermoelement gemessene Innentemperatur betrug ca. 950 °C. Dann wurde jeweils eine Probe der Legierungen Ti-45Al-5Nb und Ti-45Al-2Mo in den vorgeheizten Ofen gelegt. Die Glühdauer betrug 100 Stunden. Danach wurde der Ofen ausgeschaltet und die Proben darin belassen. Nach etwa 12 Stunden Abkühlung mit einer anfänglichen Abkühlrate von ca. 2 K pro Minute wurden die Proben aus dem Ofen entnommen.

## 3.2. Röntgendiffraktometrie und –durchstrahlung

### 3.2.1. Röntgendiffraktometrie

Zur Analyse der in den Proben vorliegenden Phasen wurde die Kristallstruktur mit Röntgendiffraktometrie identifiziert. Dafür wurde ein Pulverdiffraktometer mit Bragg-Brentano-Geometrie ( $\theta$ - $\theta$ -Aufbau) des Typs Siemens D5000 verwendet. Das Diffraktometer war mit einem Probenwechsler und einem Graphit-Sekundär-Monochromator ausgestattet. In allen Versuchen wurde eine Cu-Röhre als Strahlungsquelle verwendet.

### 3.2.2. Röntgendurchstrahlung

Die aus den abgegosenen Stangen gefertigten Zugproben wurden durchstrahlt, um eventuell auftretende Gussporosität zu detektieren. Hierzu wurde ein stationäres Röntgengerät vom Typ Isovolt 320 der Fa. Richard Seifert & Co. verwendet. Der Brennfleck besaß eine Größe von 1,5 x 1,5 mm<sup>2</sup>. Der benützte Film war ein D4/Pb 10/48 cm von Agfa. Für die durchleuchteten Zugproben betrug die Belichtungszeit 1,9 Minuten, bei einer Röhrenspannung von 30 kV und einem Röhrenstrom von 5,3 mA.

## 3.3. Probenherstellung und –präparation für lichtmikroskopische Untersuchungen

Die Legierungsknöpfe wurden zunächst in Viertel zerteilt. Eine ca. 2 mm dicke Scheibe davon wurde mit einer Säge der Fa. Buehler (Isomet Plus) abgetrennt. Die Probe repräsentiert also alle Bereiche unterschiedlicher Temperaturgradienten und Abkühlraten. Darauf wurden die Proben bis zu einer Papierkörnung von 2400 (FEPA – European P-Series) geschliffen. Das Schleifen wurde von Hand auf einer Schleifmaschine der Fa. Struers (LaboPol-21) durchgeführt. Anschließend wurden die Proben mit einer 50 nm-SiO<sub>2</sub>-Suspension ca. 10 Minuten lang poliert.

Nach der Politur mussten die Proben geätzt werden, um die Makrostruktur deutlicher sichtbar zu machen. Die Ätzlösung setzte sich folgendermaßen zusammen (vol.%): 5% HF + 15% HNO<sub>3</sub> + 80% destilliertes Wasser. Die Ätzdauer hing sehr stark davon ab, wie lange zuvor der Schliff präpariert wurde und eine passivierende Schicht ansetzte. Sie bewegte sich zwischen 15 und 45 Sekunden. Danach war die Makrostruktur sehr deutlich zu erkennen und konnte fotografiert werden.

## **3.4. Rasterelektronenmikroskopie**

### **3.4.1. Probenherstellung**

Zunächst wurde wie unter Punkt 3.3. beschrieben vorgegangen (keine Ätzung).

B-freie Legierungen wurden dann elektropoliert. Hierzu war es notwendig, die Probe auf  $-45\text{ °C}$  zu kühlen. In einem für TiAl-Werkstoffe geeigneten Elektrolyten (600 ml Methanol, 300 ml n-Butanol, 60 ml Perchlorsäure) wurde dann die Probe bei einer Spannung von 19 V ca. 10 Minuten lang elektropoliert. Die Politur wurde mehrfach unterbrochen, damit die Probe und der Elektrolyt wieder auf die vorgegebene niedrige Temperatur abkühlen konnten. Nach dem Ultraschallreinigen in Ethanol war die Probe fertig für eine Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop.

B-haltige Legierungen sind nicht zum Elektropolieren geeignet, da die Boride, die sich an der Oberfläche befinden, herausgelöst werden. Daher muss auf die mechanische Politur zurückgegriffen werden. Dies erfolgte auf einem weichen Tuch mit einer neutralen  $\text{SiO}_2$ -Suspension der Korngröße  $0,05\text{ }\mu\text{m}$ . Um die Probenoberfläche nicht zu beschädigen, wurde nur wenig Druck aufgewendet.

### **3.4.2. Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop**

Das verwendete Rasterelektronenmikroskop war ein Gerät des Typs DSM 962 der Fa. Zeiss mit einer  $\text{LaB}_6$ -Kathode. Die Untersuchungen der Proben wurden bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV und einem Emissionsstrom von  $12\text{ }\mu\text{A}$  durchgeführt. Die Aufnahmen wurden größtenteils im Rückstreu-Modus (BSE) angefertigt, bei einem Arbeitsabstand von ca. 10 mm. Die Proben wurden grundsätzlich in waagrechter Lage untersucht.

Energie-dispersive röntgenspektroskopische (EDX) Analysen der metallischen Legierungselemente wurden am Rasterelektronenmikroskop mit einem Analysensystem Link Oxford Pentafet Modell 6272 durchgeführt, das mit einem  $\text{Si(Li)}$ -Detektor ausgestattet ist. Die Energieauflösung des Systems beträgt  $133\text{ eV}$  bei  $5,9\text{ keV}$ . Das Gerät wurde mit der Software „Isis“ der Fa. Link Oxford betrieben. Alle Messungen wurden bei geschlossenem Be-Fenster vor dem Detektor durchgeführt. Es wurde darauf geachtet, dass die Proben genau horizontal ausgerichtet waren. An dem verwendeten Rasterelektronenmikroskop ist der EDX-Detektor so montiert, dass der Abnahmewinkel  $35\text{ °}$  zu einer horizontalen Ebene beträgt, wenn die Probenhöhe auf einem Arbeitsabstand von 25 mm eingestellt ist. Alle EDX-Messungen wurden bei dieser Probenhöhe durchgeführt. Für integrale Messungen über große Probenflächen wurden Totzeit-korrigierte Messzeiten von mindestens 100 s, für Linienprofile von 30 – 60 s verwendet. Bei einer Totzeit-korrigierten Messdauer von 100 s wurden in den Spektren im analysierten Energiefenster 0 – 15 keV dann mehr als 200 000 Zählereignisse aufgenommen. Für qualitative Analysen wurde das Gerät mit Legierungsstandards kalibriert. Es wurde ein Legierungsstandard Ti-48Al für die binären Legierungen sowie ein ternärer Standard Ti-45Al-10Nb für Nb-haltige Legierungen verwendet. Die weiteren metallischen Legierungselemente wurden mit den zur Software gehörenden Elementstandards analysiert. Die Software berechnet dann nach der ZAF-Methode (Korrektur von Ordnungszahleffekt, Absorption und Fluoreszenz; Goldstein et al. 1979) die Konzentrationen der erfassten Legierungselemente. Für die quantitativen Analysen wurden je nach Legierungszusammensetzung die Al- $\text{K}\alpha$ -, Ti- $\text{K}\alpha$ -, Nb- $\text{L}\alpha$ -, Mo- $\text{L}\alpha$ -, Cr- $\text{K}\alpha$ -, Mn- $\text{K}\alpha$ -, Cu- $\text{K}\alpha$ -, Y- $\text{L}\alpha$ - und Si- $\text{K}\alpha$ -Linien verwendet. Bei den vorliegenden Elementkombinationen in den

untersuchten Legierungen traten dabei keine Probleme aufgrund von Überlappungen der charakteristischen Röntgenlinien auf. Die leichten Elemente O, N und C konnten mit dem Analysensystem nicht zuverlässig analysiert werden, das Element B war bei den vorliegenden Konzentrationen nicht nachweisbar. Die Absolutgenauigkeit der vorgenommenen quantitativen Analysen lässt sich für die Al-Konzentration aus der schon erwähnten mittleren Abweichung des Al-Gehalts von der Nominalkonzentration (0,24 at.%, s. Abschn. 3.1.3. und Abb. 3.1.1) auf  $\leq 0,3$  at.% abschätzen.

#### **3.5. Zugversuche**

Für die Zugversuche wurden zylindrische Zugproben mit einer Länge von 51 mm hergestellt, die einen Durchmesser von 10 mm an den Probenköpfen und von 3,5 mm über die Messlänge von 25 mm aufwiesen. Nach der mechanischen Fertigung wurden die Zugproben im Bereich der Messlänge mit 1 mm-Diamantpaste poliert, um frühzeitiges Versagen durch Oberflächendefekte weit gehend auszuschließen.

Die Zugversuche wurden mit einer digital gesteuerten, servohydraulischen Prüfmaschine des Typs MTS 810 durchgeführt. Die Dehnung wurde dabei direkt an der Probe mit einem Extensometer gemessen, wozu die beiden Extensometerstäbe an die Probe im Bereich der Messlänge gepresst wurden. Die Zugversuche wurden dehnungsgeregelt mit einer Dehngeschwindigkeit von  $0,0014286 \text{ mm min}^{-1}$  entsprechend einer Dehnrates von  $2,38 \cdot 10^{-5} \text{ s}^{-1}$  durchgeführt. Dadurch kann die vorgegebene Dehnrates sehr genau auch beim Übergang von elastischer zu plastischer Verformung eingehalten werden, und es wird eine sehr hohe elastische Steifigkeit der Prüfmaschine erreicht. In den Raumtemperatur-Zugversuchen wurde ein Elastizitätsmodul zwischen 149 GPa und 174 GPa gemessen. Der Mittelwert betrug 160,73 GPa. Dieser Wert stimmt gut mit dem von Schafrik (1977) an Ti-50Al dynamisch bestimmten Elastizitätsmodul von 173 MPa überein und belegt die genaue Messung von Spannung und Dehnung.

Die verwendete Prüfmaschine war mit einer Vakuumkammer und einem Hochtemperaturofen ausgestattet. Für Zugversuche bei 700 °C wurde die Probenkammer evakuiert und die Probe dann mit einer PID-geregelten Drei-Zonen-Heizung aufgeheizt. Die Temperatur der Probe wurde dabei mit Thermoelementen kontrolliert.

#### **3.6. Texturuntersuchungen**

Die Texturuntersuchungen wurden am Neutronen-Diffraktometer TEX-2 des GKSS-Forschungszentrums von Prof. Dr. H.-G. Brokmeier durchgeführt. Dabei wurde die von Tobisch und Bunge (1972) beschriebene Kugelproben-Methode verwendet. Wegen der hohen Eindringtiefe von Neutronen trägt bei dieser Technik das gesamte Volumen einer Probe bis zu einem Durchmesser von einigen Zentimetern zur Streuung bei, und es wird eine vollständige Polfigur erhalten. Die Methode kann auch für würfelförmige oder, wie im vorliegenden Fall, für zylinderförmige Proben ohne Absorptionskorrektur angewendet werden. Die verwendeten Proben hatten dabei einen Durchmesser von 1 cm und eine ungefähr gleiche Höhe und waren zentrisch aus Legierungsknöpfen herausgeschnitten worden. Die Texturuntersuchungen wurden unter den folgenden Messbedingungen durchgeführt: Wellenlänge: 0,134 nm, Cu (111)-Monochromator, Strahlbreite: 22 mm und Abstand Probe - Detektor: 80 cm. Es wurde ein  $^3\text{He}$ -Detektor verwendet. In den Messungen wurde jeweils an der  $\gamma$ -Phase die (001)- und (110)-Polfigur bestimmt. Quantitative Texturen wurden nach der iterativen

Reihenentwicklungsmethode nach Dahms und Bunge (1989) und Dahms (1992) mit einem Reihenentwicklungsgrad  $l_{\max} = 20$  berechnet.

#### **3.7. Härteprüfung**

Härtemessungen wurden mit einer registrierenden Universalhärteprüfmaschine des Typs Fischerscope H100 durchgeführt. Als Eindringkörper wurde ein Vickersdiamant verwendet. Im Gegensatz zur herkömmlichen Vickershärteprüfung wird beim instrumentierten Eindringversuch nicht die Diagonale des Eindrucks nach Entlastung, sondern die Eindringtiefe unter Last gemessen, die elastische Verformung trägt also zum Härtewert bei. Aus dem anfänglichen Kraft-Weg-Verlauf bei Entlastung kann jedoch durch Extrapolation die durch plastische Verformung bedingte Eindringtiefe bestimmt und daraus mittels einer Kalibrierkurve auch die übliche Vickershärte erhalten werden (Bohn, 1999). Für Härtevergleichsplatten aus Stahl weicht die mit dem hier verwendeten Härteprüfer gemessene Härte unter Last (Universalhärte) um 5 - 10% von der herkömmlichen Vickershärte ab. In dieser Arbeit wurde jedoch nur die Härte unter Last bestimmt.

Die Härteprüfung wurde an polierten Schliﬀproben vorgenommen. Es wurde jeweils über die Härtewerte aus 10 Messungen gemittelt. In den einzelnen Eindringversuchen wird die Last computergesteuert aufgebracht und die Eindringtiefe gleichzeitig induktiv gemessen. Geometrische Abweichungen des Vickers-Eindringkörpers von der idealen Form, die sich insbesondere bei sehr kleinen Lasten auswirken, wurden mit Hilfe einer vom Hersteller gelieferten Kalibrierscheibe aus einem Si-Einkristall korrigiert. Für die Versuche war die mögliche Maximallast von 1 N gewählt worden, die in 15 s kontinuierlich aufgebracht wurde. Die so erhaltene korrigierte Universal-Mikrohärte (1 N) wird in MPa angegeben.

## 4. Ergebnisse

### 4.1. Röntgendiffraktometrie

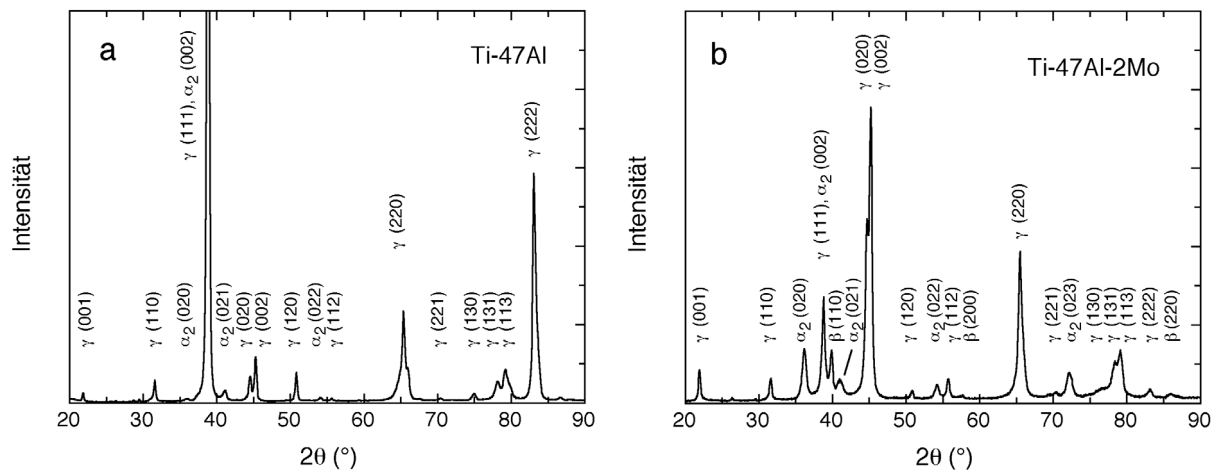
Aus den Legierungsknöpfen wurden Scheiben entnommen, die die Symmetrieachse der Knöpfe enthielten und längs dieser noch getrennt wurden. Von diesen Scheiben wurden dann im Winkelbereich  $2\theta = 5 - 120^\circ$  Röntgendiffraktogramme aufgenommen (s. Abschn. 3.2.1.), um die Kristallstruktur der in den Proben vorliegenden Phasen zu identifizieren. Abb. 4.1 zeigt je für eine binäre und eine ternäre Legierung die erhaltenen Diffraktogramme. Für eine erste Zuordnung der Reflexe wurden die in der JCPDS-Datenbank (JCPDS, 1990) enthaltenen Karten 5-678 ( $\gamma$ -TiAl) und 14-453 ( $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al) verwendet. Anschließend wurden mit Hilfe eines Gitterparameter-Refinement-Programms (Chen, Jacobson, 1990) aus den gemessenen Reflexlagen die Gitterparameter der vorliegenden Phasen berechnet. Diese Vorgehensweise erlaubt eine sichere Zuordnung der einzelnen Reflexe zu den unterschiedlichen Phasen, da für jeden Reflex die Abweichung der Reflexlage von jenem Sollwert berechnet wird, der sich aus allen Reflexen ergibt. Die an den untersuchten Proben auf diese Weise identifizierten Phasen sind in Tab. 4.1 zusammen mit den erhaltenen Gitterparametern zusammengestellt. Bis auf die Legierungen Ti-47Al-5Nb, Ti-47Al-2Mo und Ti-47Al-2Cu wurden in den untersuchten Proben ausschließlich die  $\gamma$ - und die  $\alpha_2$ -Phase gefunden, in der Legierung Ti-51Al nur die  $\gamma$ -Phase. Allerdings lassen sich mit Röntgendiffraktometrie Minoritätsphasen nicht mehr nachweisen, die mit einem Volumenanteil von weniger als einigen Prozent vorliegen. In den Legierungen Ti-47Al-5Nb und Ti-47Al-2Mo wurde zusätzlich zu den genannten Phasen noch eine kubisch-raumzentrierte Phase identifiziert, wobei nicht entschieden werden konnte, ob diese die A2- oder B2-Struktur aufweist, da kein Überstrukturefflex gefunden wurde. Die Legierung Ti-47Al-2Cu wies einige nicht identifizierte Reflexe auf, die möglicherweise auf eine ternäre intermetallische Phase zurückgehen, worauf später nochmals eingegangen werden soll (Abschn. 4.2.2.).

Tab. 4.1 zeigt, dass das  $c/a$ -Verhältnis der  $\gamma$ -Phase in den binären Legierungen kontinuierlich mit dem Al-Gehalt der Legierung zunimmt. Dieses Ergebnis stimmt mit ausführlichen Untersuchungen von Pfullmann (Pfullmann, 1993, Pfullmann, Beaven, 1993) überein, in denen mittels lokaler Analysen des Al-Gehalts der  $\gamma$ -Phase und der Gitterparameter (HOLZ-Linien-Analyse) in einem analytischen Transmissionselektronenmikroskop ein solcher Zusammenhang nachgewiesen werden konnte. Für die hier vorgenommenen globalen Strukturuntersuchungen mittels Röntgenbeugung würde man einen solchen Zusammenhang jedoch nicht erwarten, da zumindest in den zweiphasigen Legierungen die  $\gamma$ -Phase immer denselben Al-Gehalt unabhängig von der Legierungszusammensetzung besitzen sollte. Das Ergebnis lässt sich allerdings mit Nicht-Gleichgewichts-Phasenanteilen der  $\gamma$ -Phase verstehen. Bei höherem Al-Gehalt der Legierung beginnt die  $\alpha \rightarrow \gamma$ -Umwandlung bei höheren Temperaturen, wobei die dann gebildete  $\gamma$ -Phase einen höheren Al-Gehalt besitzt. Für hohe Abkühlraten, die eine vollständige Gleichgewichtseinstellung verhindern, ist dann ein Anstieg des Al-Gehalts der  $\gamma$ -Phase mit zunehmendem Al-Gehalt der Legierung zu erwarten. Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass bis auf die Legierung Ti-51Al die  $\gamma$ - und die  $\alpha_2$ -Phase die Majoritätsphasen in den untersuchten Proben darstellen, wobei diese nicht mit den im thermodynamischen Gleichgewicht zu erwartenden Volumenanteilen vorliegen.



**Tab. 4.1** Ergebnisse der Röntgenbeugungsuntersuchungen an Legierungsknöpfen. Bis auf die Legierung Ti-47Al-2Cu wurden signifikante Reflexe nur von den in der Tabelle aufgeführten Phasen  $\gamma$ (TiAl),  $\alpha_2$ (Ti<sub>3</sub>Al) und einer Phase mit kubisch-raumzentrierter Struktur (A2- oder B2-Struktur) gefunden. Die in der Tabelle angegebenen Gitterparameter sind die Werte, für die die Summe der Fehlerquadrate für alle verwendeten Reflexe minimiert wird. In der Literatur finden sich folgende Vergleichswerte für die Gitterparameter:  $a = 3,99 \text{ \AA}$ ,  $c = 4,08 \text{ \AA}$  für  $\gamma$ (TiAl) (Karte Nr. 5-678, JCPDS, 1990),  $a = 5,77 \text{ \AA}$ ,  $c = 4,62 \text{ \AA}$  für  $\alpha_2$ (Ti<sub>3</sub>Al) (Karte Nr. 14-451, JCPDS, 1990) und  $a = 3,22 - 3,23 \text{ \AA}$  für die B2-Phase einer Zusammensetzung Ti-35Al-11Nb (Hellwig et al., 1998).

Legierung	Gitterparameter [ $\text{\AA}$ ] $\gamma$ (TiAl)	Gitterparameter [ $\text{\AA}$ ] $\alpha_2$ (Ti <sub>3</sub> Al)	Gitterparameter [ $\text{\AA}$ ] kub.-raumzentr. Phase
Ti-45Al	$a = 4,0170 \pm 0,0063$ $c = 4,0558 \pm 0,0057$ $c/a = 1,0097$	$a = 5,7080 \pm 0,0091$ $c = 4,6522 \pm 0,0054$	
Ti-46Al	$a = 4,0053 \pm 0,0031$ $c = 4,0611 \pm 0,0024$ $c/a = 1,0139$	$a = 5,7476 \pm 0,0072$ $c = 4,6247 \pm 0,0047$	
Ti-47Al	$a = 4,0082 \pm 0,0030$ $c = 4,0677 \pm 0,0015$ $c/a = 1,0148$	$a = 5,7692 \pm 0,0081$ $c = 4,6102 \pm 0,0099$	
Ti-48Al	$a = 4,0015 \pm 0,0031$ $c = 4,0644 \pm 0,0027$ $c/a = 1,0165$	$a = 5,7606 \pm 0,0071$ $c = 4,6192 \pm 0,0046$	
Ti-51Al	$a = 3,9956 \pm 0,0030$ $c = 4,0717 \pm 0,0030$ $c/a = 1,0190$		
Ti-47Al-5Nb	$a = 4,0065 \pm 0,0035$ $c = 4,0646 \pm 0,0022$ $c/a = 1,0145$	$a = 5,7672 \pm 0,0068$ $c = 4,6150 \pm 0,0103$	$a = 3,15 \pm 0,03$
Ti-47Al-2Mo	$a = 4,0075 \pm 0,0026$ $c = 4,0523 \pm 0,0015$ $c/a = 1,0112$	$a = 5,7490 \pm 0,0123$ $c = 4,6109 \pm 0,0081$	$a = 3,19 \pm 0,01$
Ti-47Al-2Cu	$a = 3,9942 \pm 0,0016$ $c = 4,0674 \pm 0,0019$ $c/a = 1,0183$	$a = 5,7713 \pm 0,0021$ $c = 4,6050 \pm 0,0013$	



**Abb. 4.1** Mit Cu-Strahlung aufgenommene Röntgendiffraktogramme von Proben aus Legierungsknöpfen. a) Legierung Ti-47Al, b) Legierung Ti-47Al-2Mo. In der binären Legierung wurden nur Reflexe der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase gefunden, während im Diffraktogramm der ternären Legierung auch Reflexe einer kubisch-raumzentrierten Phase ( $\beta$ ) mit A2- oder B2-Struktur auftraten.

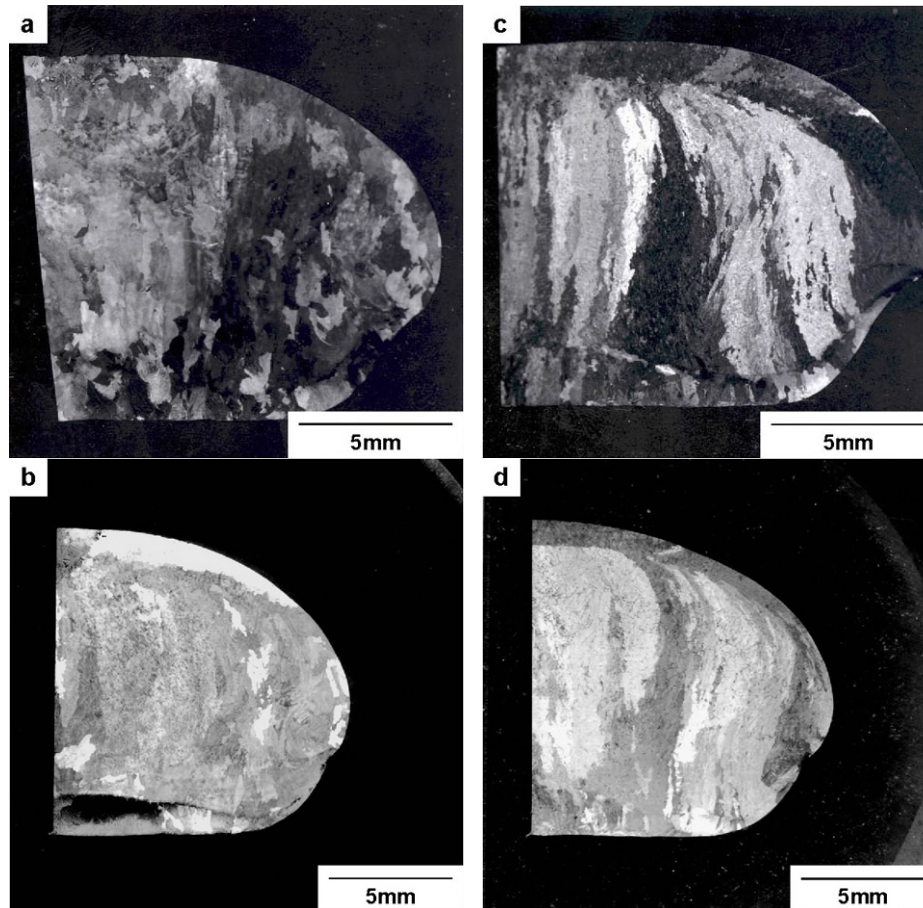
## 4.2. Metallographische und mikroanalytische Untersuchungen zum Erstarrungsgefüge

### 4.2.1. Binäre Legierungen

Zunächst wurden rein binäre TiAl-Legierungen untersucht, deren Al-Gehalt im technisch interessanten Bereich liegt, da für diese die Konstitution quantitativ bekannt ist und dadurch, wie schon dargestellt, eine Analyse der Erstarrungsvorgänge wesentlich erleichtert wird. Von allen Legierungsknöpfen wurden Schiffe durch die Symmetrieachse der Knöpfe hergestellt, die noch zusätzlich längs der Symmetrieachse getrennt wurden. Wegen der Rotations-symmetrie der Knöpfe sollten diese Schiffsproben alle vorkommenden Gefügemorphologien enthalten. Für lichtmikroskopische Untersuchungen und Makroaufnahmen wurden die Schiffe geätzt. Abb. 4.2.1 zeigt Makroaufnahmen aller binärer Legierungen bis auf Ti-42Al, für die mit dem verwendeten Ätzmittel kein Kontrast erreicht werden konnte. Bei einigen Legierungen ist an der Knopfunterseite ein Streifen mit Globuliten zu erkennen (chill-Zone). Ein ähnlicher Bereich zeigt sich häufig auch an der zuletzt abgekühlten Knopfoberseite. Das Auftreten einer Zone gleichachsiger Körner wird an der am schnellsten erstarrenden Außenseite von Schmelzblöcken und Gussstücken der meisten Legierungssysteme beobachtet (Winegard und Chalmers, 1954, Kurz, Fisher, 1984) und spiegelt die Abkühlungsbedingungen in den Knöpfen wider. Diese erstarren an der Knopfunterseite aufgrund von Wärmeleitung in die wassergekühlte Kupferplatte und Wärmestrahlung am schnellsten. Für die Knopfoberseite kann während der Erstarrung gemäß dem Stefan-Boltzmann-Gesetz (Abhängigkeit der abgestrahlten Wärmeleistung proportional zu  $T^4$ ) ebenfalls schnelle Abkühlung erwartet werden, während im Innern der Knöpfe der Temperaturgradient und damit die Abkühlgeschwindigkeit abnehmen werden.

In der Region zwischen den Randbereichen, die den überwiegenden Teil der Knöpfe ausmacht, hängt das Gefüge empfindlich vom Gehalt an Al ab. Für die binäre Legierung mit 45 at.% Al findet man ein Gefüge mit ca. 1 mm großen, ungefähr gleichachsigen Körnern, die

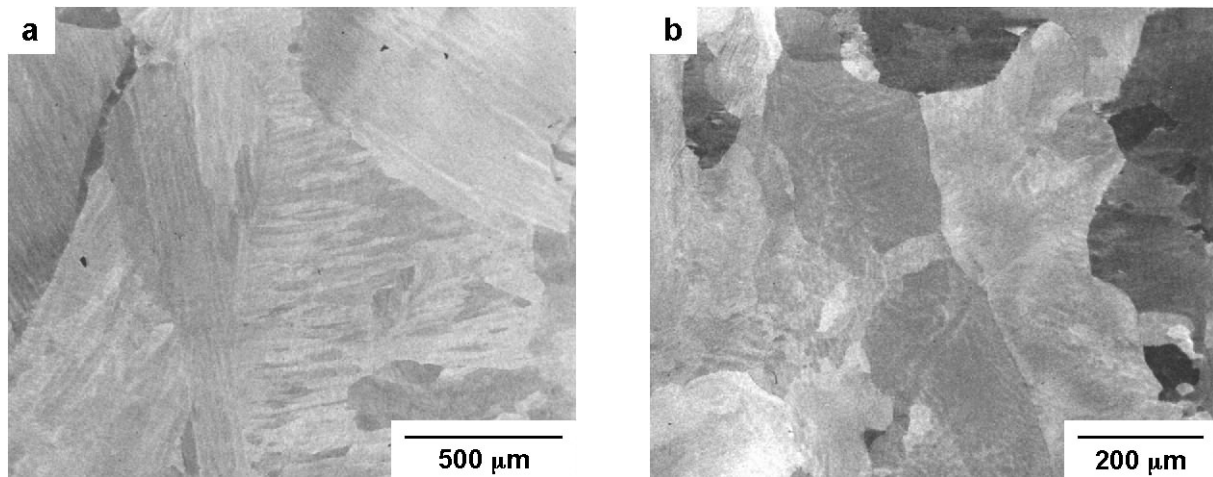
keine deutliche Vorzugsrichtung erkennen lassen, während Legierungen mit  $\geq 47$  at.% Al deutliche Stängelkristalle aufweisen, die in Richtung des Wärmeflusses gewachsen sind. Ti-46Al zeigt eine Art Mischform dieser Morphologien. Dieser auch in der Literatur berichtete Unterschied der Erstarrungsgefüge bei geringen Variationen des Al-Gehalts (McCullough et al., 1989, Naka et al., 1997) muss auf unterschiedliche Mechanismen der Erstarrung zurückgeführt werden und ist Gegenstand der weiteren Gefügeuntersuchungen.



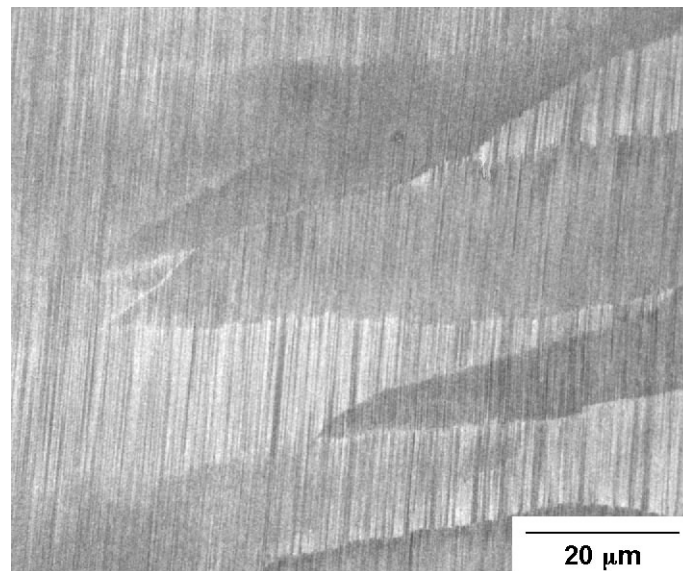
**Abb. 4.2.1** Makroaufnahmen geätzter Proben der Legierungen a) Ti-45Al, b) Ti-46Al, c) Ti-47Al, und d) Ti-48Al. Die Schlitze wurden durch die Symmetrieachse der Knöpfe gelegt und längs dieser getrennt.

Detaillierte Gefügeuntersuchungen wurden vorwiegend im Rasterelektronenmikroskop mithilfe rückgestreuter Elektronen durchgeführt, da sowohl der Elementkontrast (Z-Kontrast) als auch die bessere Auflösung bei der Interpretation der Gefüge hilfreich sind. Es konnte grundsätzlich beobachtet werden, dass sich das Erstarrungsgefüge in der schnell abgekühlten unteren Knopfhälfte von dem der langsamer erstarrten oberen Knopfhälfte unterscheidet. Die Unterkante der im Folgenden aufgeführten Abbildungen liegt immer parallel zur Knopfunterseite, die Erstarrungsrichtung zeigt demnach bei allen Abbildungen nach oben.

Im REM findet man an der binären Ti-45Al-Legierung in der unteren Knopfhälfte ein Gefüge aus gleichachsigen Körnern, das den lamellaren Gefügen von  $\alpha$ -Titanlegierungen ähnelt (Abb. 4.2.2 a). Bei höherer Vergrößerung (Abb. 4.2.3) sieht man jedoch, dass die plattenförmigen Gefügebestandteile wiederum vollständig aus  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen bestehen, das Material also ein für  $\gamma$ -TiAl-Legierungen übliches vollständig lamellares Gefüge aufweist.



**Abb. 4.2.2** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-45Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der schnell abgekühlte Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.3** Aufnahme des Gefüges der Legierung Ti-45Al an der Knopfunterseite bei höherer Vergrößerung. Man beachte die nahezu vertikal ausgerichteten  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen sowie die ungefähr waagrecht liegenden ehemaligen  $\alpha$ -Platten. Obwohl die  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen alle ungefähr gleich ausgerichtet sind, durchschneiden individuelle Lamellen nicht mehrere ehemalige  $\alpha$ -Platten.

An dieser Stelle müssen zunächst zwei Begriffsdefinitionen geklärt werden. Bei den konventionellen Titanlegierungen werden die in Abb. 4.2.3 sichtbaren, ungefähr horizontal liegenden und in der Breite variierenden Platten „Lamellen“ genannt. Diese entstehen beim Abkühlen durch die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung, bei der sich kristallographisch orientierte  $\alpha$ -Platten aus  $\beta$  ausscheiden (Zwicker, 1974). Nach der Burgers-Orientierungsbeziehung (Burgers, 1934)

$$\{110\}_\beta \parallel (0001)_\alpha, \langle 111 \rangle_\beta \parallel \langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha$$

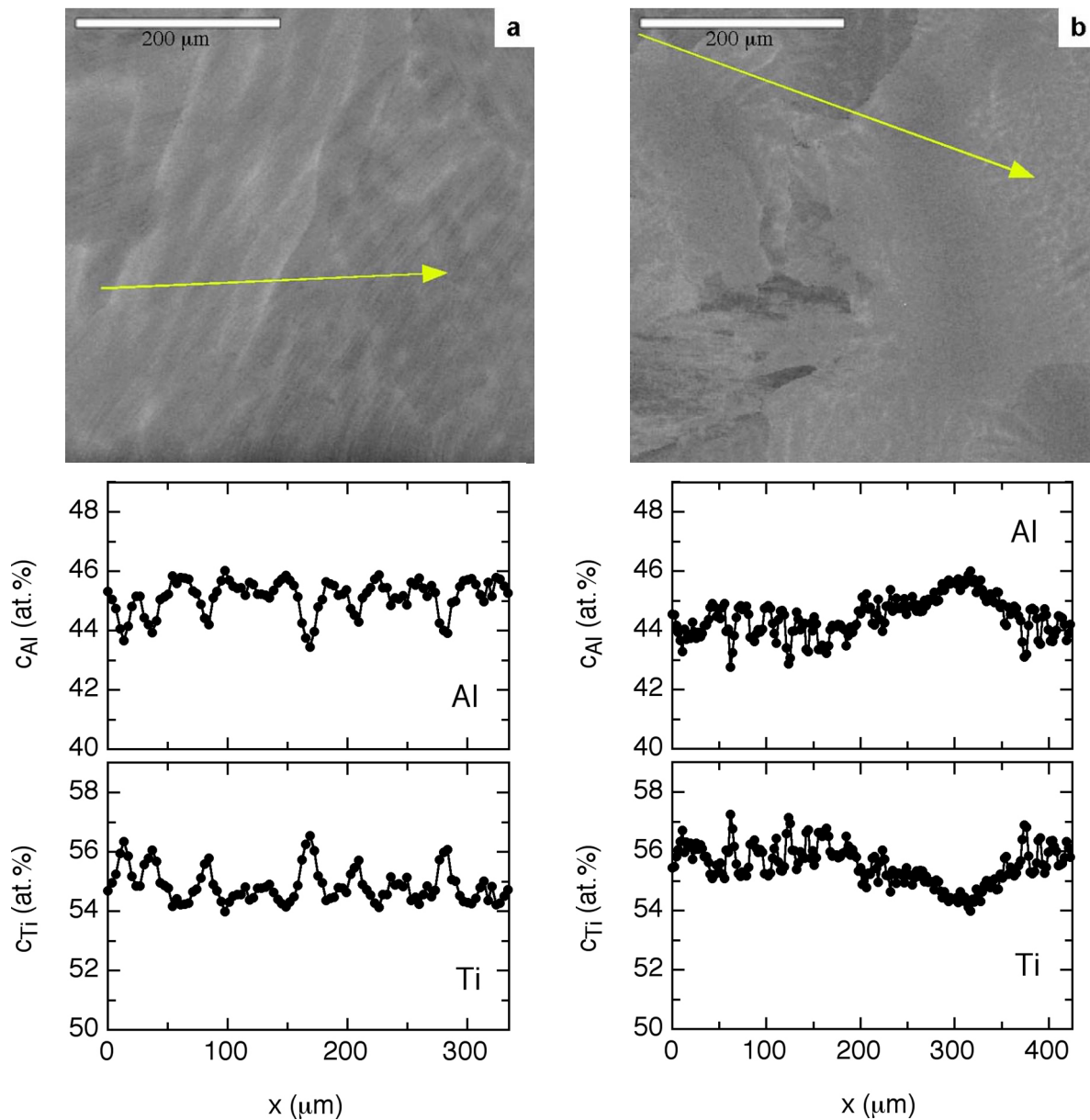
sind dabei 12 Orientierungen der  $\alpha$ -Phase zur  $\beta$ -Mutterphase möglich. Im Gegensatz zu anderen polymorphen Umwandlungen, z.B. der  $\gamma/\alpha$ -Umwandlung in Stählen, führt die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung in "near  $\alpha$ " oder  $\alpha$ -Titanlegierungen auch bei mehrmaligem Durchlaufen zu keiner Änderung des Gefüges und der Textur, solange nicht zu geringe Abkühlraten angewendet werden (Zwicker, 1974). Die Ursache dafür liegt in den geringen mechanischen Spannungen, die bei der  $\beta/\alpha$ -Umwandlung entstehen und eine Bildung von neuen Körnern verhindern (Zwicker, 1974). Die  $\alpha$ -Lamellen, die an Korngrenzen ehemaliger Körner der  $\beta$ -Phase enden, erlauben einen Rückschluss auf das Gefüge der  $\beta$ -Phase. Auf dem Gebiet der  $\gamma$ -TiAl-Legierungen wird der Begriff „Lamellen“ jedoch für die Abfolge von kristallographisch orientierten Platten der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase verwendet, die sich aus dem  $\alpha$ -Mischkristall ausscheiden (s. Kap. 2). Im Folgenden soll an diesem Begriff festgehalten werden. In Abb. 4.2.3 sind diese  $\gamma$ - und  $\alpha_2$ -Lamellen als nahezu senkrecht verlaufende Platten zu erkennen. Zwar wurden in dieser Arbeit die im lamellaren Gefüge vorliegenden Phasenbestandteile nicht individuell identifiziert, was nur mit Transmissionselektronenmikroskopie möglich gewesen wäre, auf das Vorliegen von  $\gamma$ - und  $\alpha_2$ -Lamellen kann trotzdem zweifelsfrei geschlossen werden. Dies läßt sich zum einen mit den Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie begründen, mit der als Phasenbestandteile des vorliegenden Materials nur die  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase identifiziert wurden, zum anderen ist das Auftreten von Lamellenkolonien aus  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen im untersuchten Konzentrationsbereich aus der Literatur bekannt und dort vielfach im Detail beschrieben (Sastry, Lipsitt, 1977, McCullough et al., 1989, Yamaguchi, Umakoshi, 1990, Mahon, Howe, 1990, Appel et al., 1993, Yamabe et al., 1995, Appel, Wagner, 1998). Die Gefügemorphologie läßt sich also mit der Abfolge an Festkörperumwandlungen  $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha + \gamma \rightarrow \alpha_2 + \gamma$  erklären. Demnach läßt sich auf eine Erstarrung dieser Legierung über die  $\beta$ -Phase schließen. Aus der  $\beta$ -Phase scheiden sich dann kristallographisch orientierte  $\alpha$ -Platten aus, die nach dem Phasendiagramm zu Ti-Anreicherungen in den zuletzt umgewandelten Bereichen der  $\beta$ -Phase führen. Im nächsten Schritt wandelt sich dann die  $\alpha$ -Phase mit plattenförmiger Morphologie vollständig in ein zweiphasig lamellares Gefüge aus  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Lamellen um. Unterhalb der eutektoiden Temperatur ordnet sich die  $\alpha$ -Phase zur  $\alpha_2$ -Phase, was zu einer Erhöhung des Anteils an  $\gamma$ -Lamellen führt. Da  $\gamma$ -Lamellen in lamellaren Gefügebestandteilen gemäß der schon erwähnten Blackburn-Beziehung zur ursprünglichen  $\alpha$ -Phase orientiert sind, werden ehemalige  $\alpha$ -Platten gleicher Orientierung nur von einer Schar paralleler  $\gamma$ - und  $\alpha_2$ -Lamellen durchzogen.

Wie schon an den Makroaufnahmen beobachtet, finden sich im gesamten Querschnitt der Ti-45Al-Legierung nur geringe Anzeichen zur Bildung von Stängelkristallen oder Dendriten, lediglich an der Knopfoberseite deutet sich in geringen Kontrastvariationen eine mögliche dendritische Erstarrung an (Abb. 4.2.2 b). Allerdings wurden in dieser Legierung Dendriten tatsächlich in Poren des Knopfes beobachtet. Da die Gefügeuntersuchungen keine eindeutigen Rückschlüsse auf die Gefügebildung bei der Erstarrung erlaubten, wurden im Rasterelektronenmikroskop mit einem EDX-Analysensystem Konzentrationsprofile längs

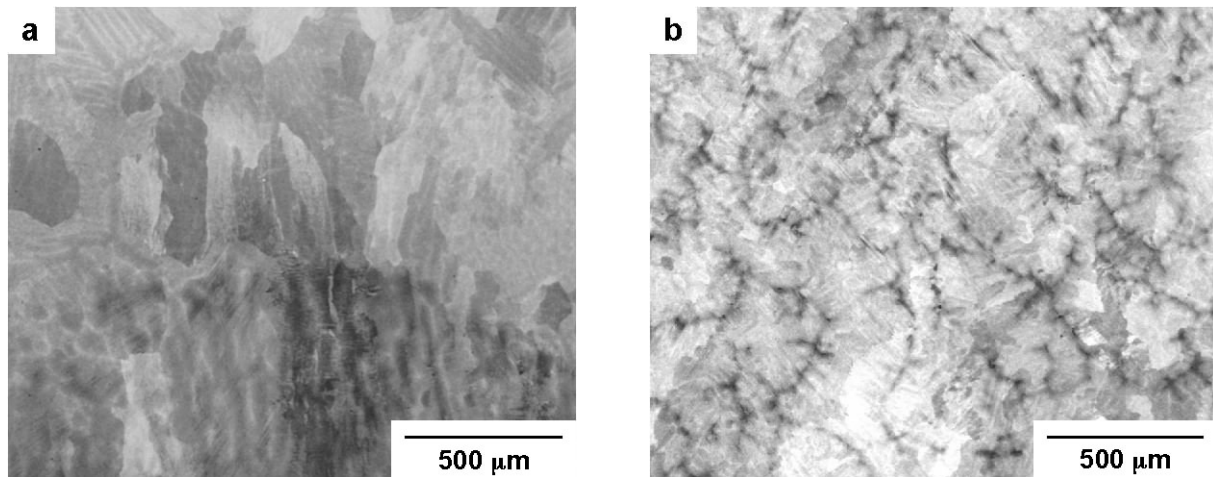
ausgewählter Linien aufgenommen. Abb. 4.2.4 zeigt die Ergebnisse. Wie das an der Knopfunterseite ungefähr senkrecht zur Wärmeflussrichtung aufgenommene Konzentrationsprofil zeigt (Abb. 4.2.4 a), weist das Material hier nur geringe Konzentrationsunterschiede zwischen 43 und 46 at.% Al auf, die mit der erwähnten  $\beta \rightarrow \alpha$ -Umwandlung erklärt werden könnten und demnach nicht auf eine Mikrosegregation bei der Erstarrung zurückgehen müssen. Die in Abb. 4.2.4 a sichtbaren hellen Streifen können gemäß dem zugehörigen Konzentrationsprofil als Ti-Anreicherungen identifiziert werden, die mit 56 – 57 at.% Ti nach dem Phasendiagramm (Abb. 2.2) Streifen der zuletzt umgewandelten  $\beta$ -Phase darstellen. An der Knopfoberseite (Abb. 4.2.2 b) finden sich ebenfalls geringe, jedoch langwellige Konzentrationschwankungen in demselben Konzentrationsbereich, die eine Segregation aufgrund dendritischer Erstarrung anzeigen könnten. Die analytischen Untersuchungen lassen also keinen eindeutigen Schluss auf den Erstarrungsmodus zu, belegen allerdings sicher, dass die Erstarrung dieser Legierung ausschließlich über die  $\beta$ -Phase erfolgte, da Al-Konzentrationen im Konzentrationsbereich der peritektischen  $\alpha$ -Phase nicht gefunden wurden.

Wie schon anhand der Makroaufnahmen festgestellt, ändert sich die Gefügemorphologie der binären Legierungen signifikant mit zunehmendem Al-Gehalt. Gefügeuntersuchungen im Rasterelektronenmikroskop zeigen nun, dass für Al-Gehalte  $> 45$  at.% mit ansteigendem Al-Gehalt sowohl eine zunehmende Tendenz zur Stängelkristallbildung an der Knopfunterseite als auch zur dendritischen Erstarrung an der Knopfoberseite erkennbar ist. Oberhalb von 47 at.% sind beide Gefügezonen deutlich ausgeprägt.

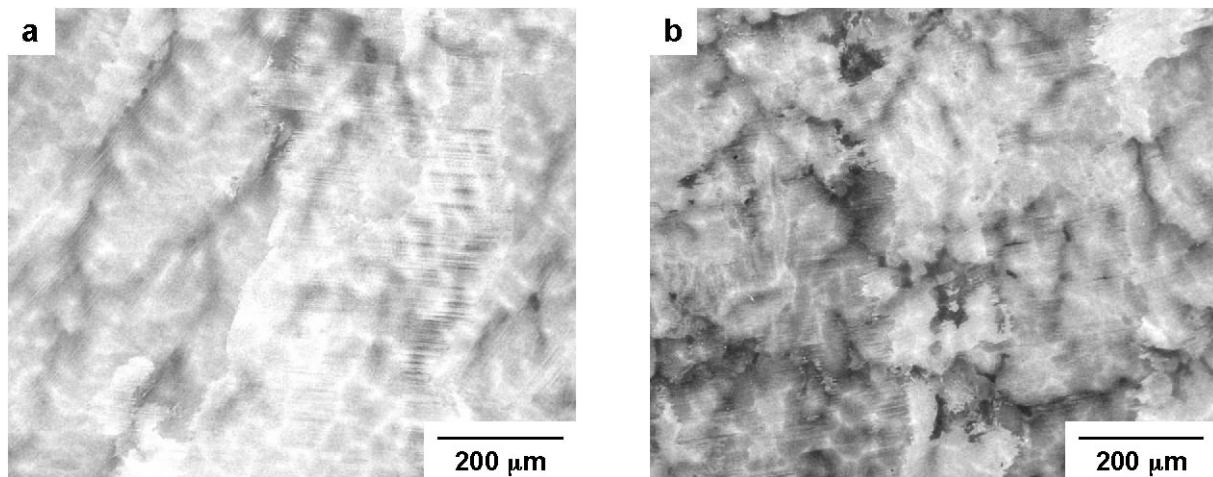
Schon bei einer Al-Konzentration von 46 at.% zeigt sich ein deutlicher Unterschied zwischen Knopfunter- und -oberseite. Während unten ein relativ homogenes Gefüge von kolumnaren Lamellenkolonien mit mäßigen Seigerungen zu erkennen ist (Abb. 4.2.5 a), treten an der Oberseite Dendriten auf (Abb. 4.2.5 b). Die Stängelkristalle an der Knopfunterseite könnten auf eine zellulare oder zellular-dendritische Erstarrung mit geringer Neigung zur Bildung von Seitenarmen zurückgeführt werden. Die Elementkonzentrationen variieren, wie im Rückstreuungsbild zu erkennen, deutlich zwischen den Dendriten und den interdendritischen Bereichen. Auch innerhalb der Dendriten sind Seigerungen zu sehen. Die Dendritenkerne sind, wie an der im Rückstreu-Modus helleren Abbildung zu erkennen ist, titanreich. Gefügebilder der Legierung Ti-47Al zeigen ebenfalls an der Knopfunterseite die Ausbildung von Dendriten, die in der Richtung des Wärmeflusses ausgerichtet sind (Abb. 4.2.6 a). Dabei verlaufen die  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen senkrecht zur Wachstumsrichtung, was darauf schließen lässt, dass die  $\alpha$ -Phase beim Erstarren entlang [0001] wächst. An der Knopfoberseite dieser Legierung sind demgegenüber Dendriten zu beobachten, die keine deutliche Ausrichtung zeigen (Abb. 4.2.6 b).



**Abb. 4.2.4** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-45Al. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.5** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-46Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

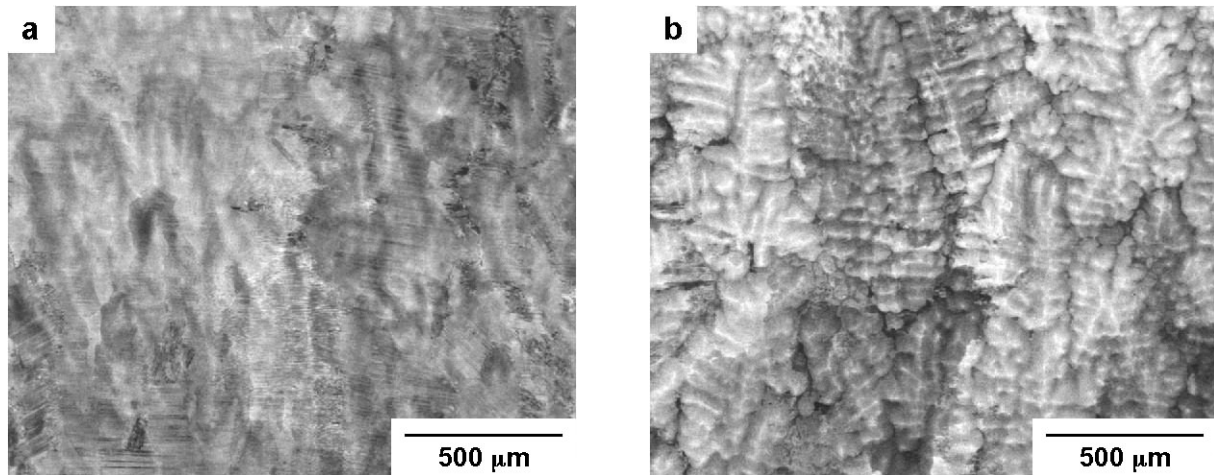


**Abb. 4.2.6** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-47Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

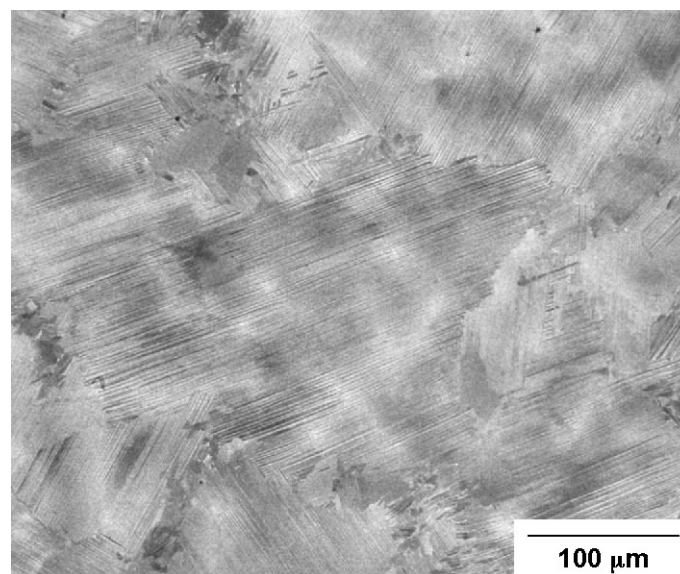
Anhand der Legierung Ti-48Al sollen diese Beobachtungen im Detail beschrieben werden. An der Knopfunterseite findet man für diese Legierung ein nahezu lamellares Gefüge aus in Wärmeflussrichtung ausgestreckten kolumnaren Lamellenkolonien, wobei die Lamellen vorwiegend, aber nicht ausschließlich, senkrecht zur Wärmeflussrichtung ausgerichtet sind (Abb. 4.2.7 a). Da Seitenarme beobachtet werden, wird auf eine zellular-dendritische Erstarrung in Wärmeflussrichtung geschlossen. Dies bestätigt sich auch an Querschliffen senkrecht zur Wärmeflussrichtung an der Knopfunterseite, die ebenfalls Seitenarme zeigen (Abb. 4.2.8). Eine rein zellulare Erstarrung wurde an keiner Legierung beobachtet. Ungefähr ab Knopfmittle findet sich dann ein Übergang zu einem ausgeprägt dendritischen Gefüge (Abb. 4.2.7 b, Abb. 4.2.9). Die Dendriten weisen wieder ein lamellares Gefüge aus  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen auf, wobei die Dendritenkerne hell abgebildet werden, also vermutlich mit Ti angereichert sind. Häufig liegen in den Dendriten Lamellenkoloniegrenzen, wobei die Lamellenrichtung benachbarter Kolonien nur um kleine Winkel gegeneinander verkippt sind. Die interdendritischen Bereiche bestehen aus einphasigen  $\gamma$ -Körnern. Einige der Dendriten



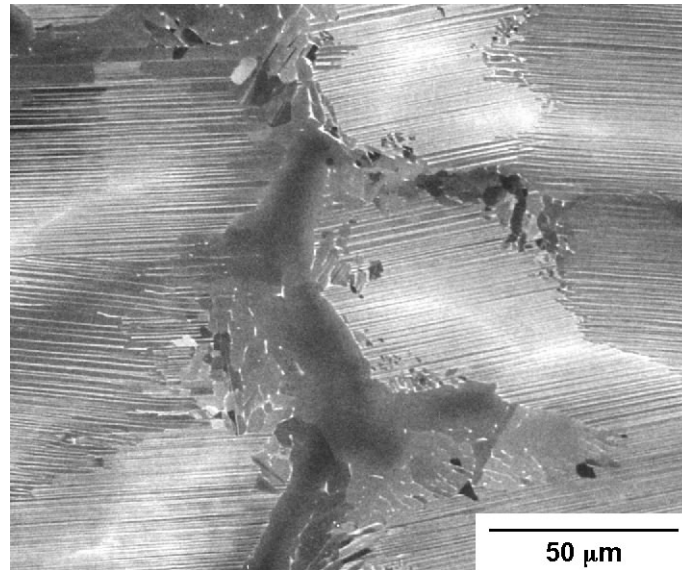
zeigen orthogonale Seitenarme, was eine primäre Erstarrung der kubischen  $\beta$ -Phase nahelegt (Abb. 4.2.7 b). Allerdings ist die Identifizierung der primär erstarrenden Phase aus der Dendritensymmetrie schwierig, da in den Gefügebildungen nur die Projektion auf die Abbildungsebene sichtbar ist und überdies rechte Winkel auch zwischen Seitenarmen und Hauptstamm von  $\alpha$ -Dendriten auftreten können.



**Abb. 4.2.7** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügebildungen der Legierung Ti-48Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.8** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügebildung der Legierung Ti-48Al aus dem unteren Teil des Legierungsknopfes. Im Gegensatz zu allen anderen Gefügebildungen in dieser Arbeit liegt die Abbildungsebene parallel zum Knopfboden, d.h. senkrecht zur Wärmeflussrichtung.

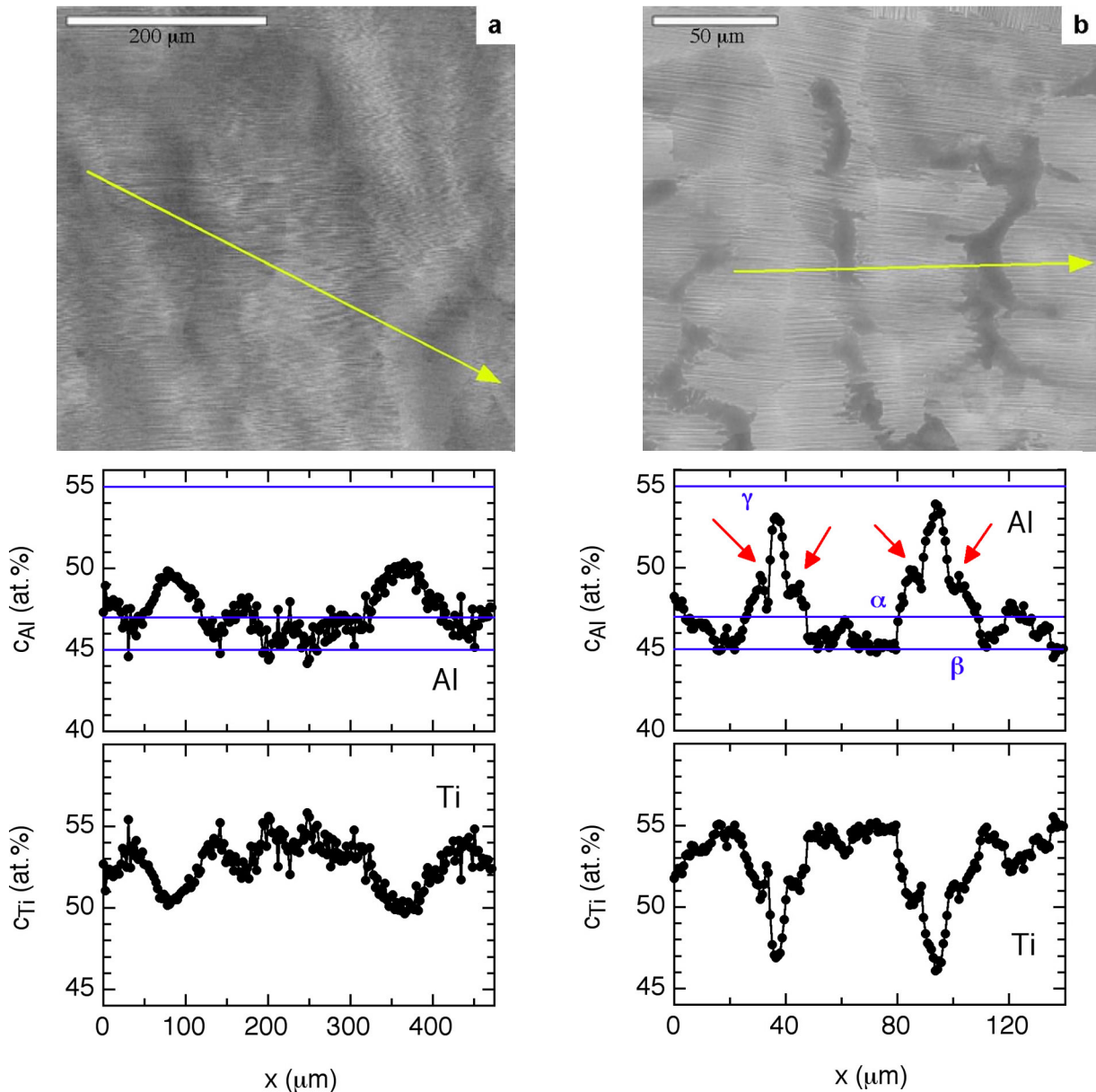


**Abb. 4.2.9** Aufnahme des Gefüges der Legierung Ti-48Al an der Knopfoberseite bei höherer Vergrößerung. Es werden lamellare Dendritenarme mit hellen Dendritenkernen abgebildet, wobei die Dendritenkerne z.T. an Lamellenkoloniegrenzen liegen. Die interdendritischen Bereiche sind einphasig. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahme.

EDX-Untersuchungen an der Knopfunterseite zeigen, dass die Stängelkristalle im Zentrum ungefähr 45 at.% Al aufweisen und damit im Vergleich mit dem Phasendiagramm einer primären Erstarrung über die  $\beta$ -Phase zugeordnet werden können, während Bereiche dazwischen sich bis zu 50 at.% angereichert haben und demnach eine Erstarrung über die  $\alpha$ -Phase erwarten lassen. (Abb. 4.2.10 a). Man könnte hier einwenden, dass aufgrund von Nicht-Gleichgewichtsvorgängen eine sichere Identifizierung der bei der Erstarrung gebildeten Phasen über die Konzentration nicht möglich ist. Allerdings zeigen die in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse, dass das Gleichgewichts-Phasendiagramm den beobachteten Erstarrungsvorgängen zugrunde gelegt werden kann, worauf im Folgenden sowie in Kapitel 5 nochmals eingegangen werden soll.

An der Knopfoberseite des Legierungsknopfes Ti-48Al zeigt ein über drei Dendritenarme aufgenommenes Konzentrationsprofil die Zusammensetzung der primären  $\beta$ -Phase (45 at.% Al) im Dendritenkern, daneben die Zusammensetzung der peritektischen  $\alpha$ -Phase, sowie in interdendritischen Bereichen eine Anreicherung der Restschmelze bis auf ca. 54 at.% (Abb. 4.2.10 b). Insgesamt wird also eine ausgeprägte Mikrosegregation mit Konzentrationschwankungen von 9 at.% über relativ kurze Distanzen festgestellt, die das Durchlaufen beider Peritektika im Phasendiagramm und deutliche Segregation beim Erstarren anzeigen. Die in Abb. 4.2.10 b eingezeichneten blauen Linien markieren die aus dem Phasendiagramm erwarteten Al-Gehalte der drei Phasen  $\beta$ ,  $\alpha$  und  $\gamma$  bei dieser Erstarrungssequenz. Es sei hier außerdem darauf hingewiesen, daß die Maxima der Al-Konzentration jeweils von 2 Nebenmaxima flankiert werden. Diese Nebenmaxima lassen sich durch die Bildung von  $\beta$ -Dendriten mit einer Konzentration von 45 at.% verstehen, die die umgebende Schmelze bis ca. 49 at.% anreichern. Die aus der Restschmelze gebildete  $\alpha$ -Phase reichert wiederum die Schmelze bis auf 54 at.% Al an. An der Grenzfläche  $\alpha/L$  nimmt die  $\alpha$ -Phase im thermodynamischen Gleichgewicht mit der umgebenden Schmelze die peritektische Konzentration von 47 at.% Al an, die an dieser Stelle tatsächlich ungefähr gemessen wird. Da die Anreicherungszone um die  $\beta$ -Phase zu höheren Al-Konzentrationen als 47 at.% geführt hat, entsteht dadurch ein Nebenmaximum im Konzentrationsprofil. Diese Beobachtung belegt

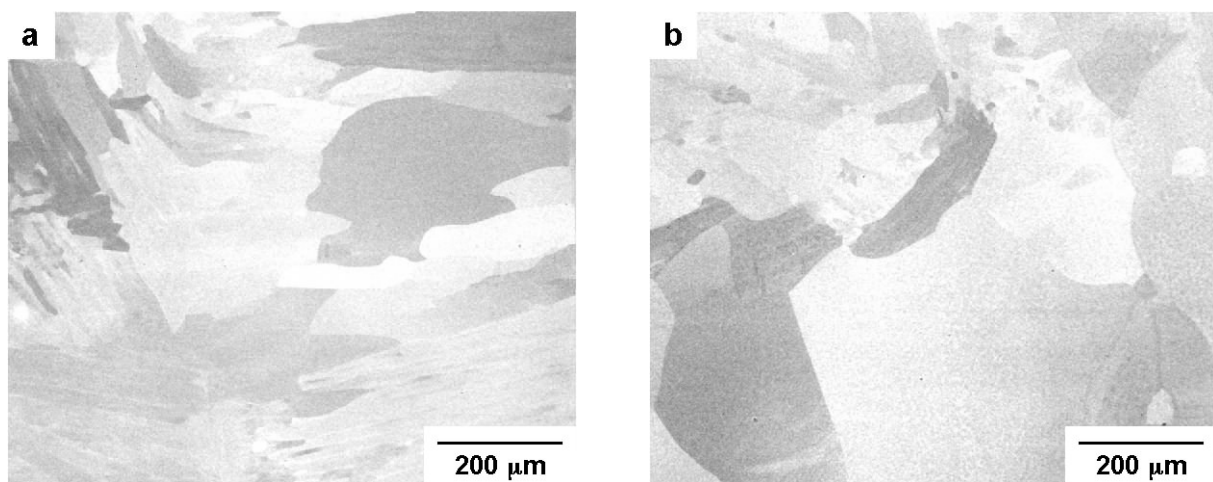
also, dass unter den vorliegenden Erstarrungsbedingungen die Festkörperphase  $\alpha$  im stationären Fall sich mit der Gleichgewichtskonzentration gemäß dem Phasendiagramm bildet, da das Konzentrationsprofil anders nicht zu erklären ist. Auch die gemessenen Konzentrationen der primären  $\beta$ -Phase (45 at.%) sowie die Anreicherung der Restschmelze bis zur peritektischen Konzentration der  $\gamma$ -Phase (55 at.%) stimmen mit dem Gleichgewichtsdiagramm überein.



**Abb. 4.2.10** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-48Al. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Die blauen Linien kennzeichnen die dem Phasendiagramm entnommenen Al-Gehalte der Phasen  $\alpha$ ,  $\beta$  und  $\gamma$ . Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen. Die Pfeile markieren die im Text beschriebenen Nebenmaxima.

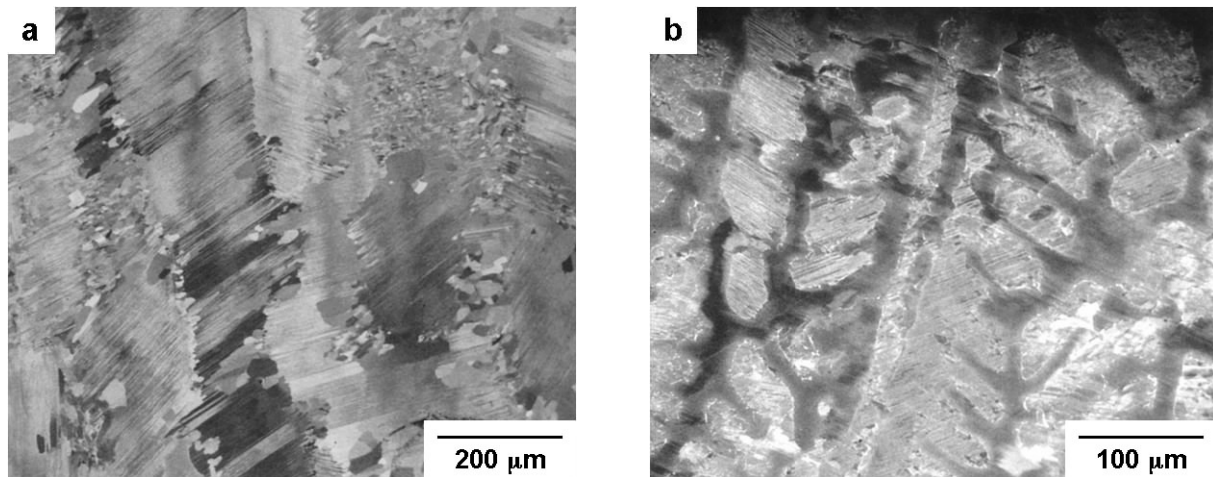
Die bisherigen Untersuchungen zeigten einen deutlichen Unterschied im Erstarrungsgefüge zwischen der Legierung Ti-45Al, die vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrt ist und den Legierungen mit 46 – 48 at.% Al, die die Erstarrungssequenz  $\beta$ ,  $\alpha$  bzw.  $\beta$ ,  $\alpha$ ,  $\gamma$  durchlaufen haben. Im nächsten Schritt wurde eine binäre Legierung mit 42 at.% Al, die mit Sicherheit ausschließlich über die  $\beta$ -Phase erstarrt, sowie die Legierung Ti-51Al untersucht, bei der die  $\alpha$ -Phase als primäre Phase auftreten sollte.

Die Legierung Ti-42Al zeigt ein der Legierung Ti-45Al sehr ähnliches Gefüge aus großen Körnern (Abb. 4.2.11), die wieder die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung andeuten. Im Gefüge sind keine Anzeichen auf Erstarrungssegregation oder überhaupt auf die Vorgänge bei der Erstarrung zu erkennen. Das Gefüge ist vermutlich extrem fein lamellar, die Lamellen lassen sich nicht in den Abbildungen erkennen. Diese vollständig über die  $\beta$ -Phase verlaufende Erstarrung wird später in der Diskussion erörtert.

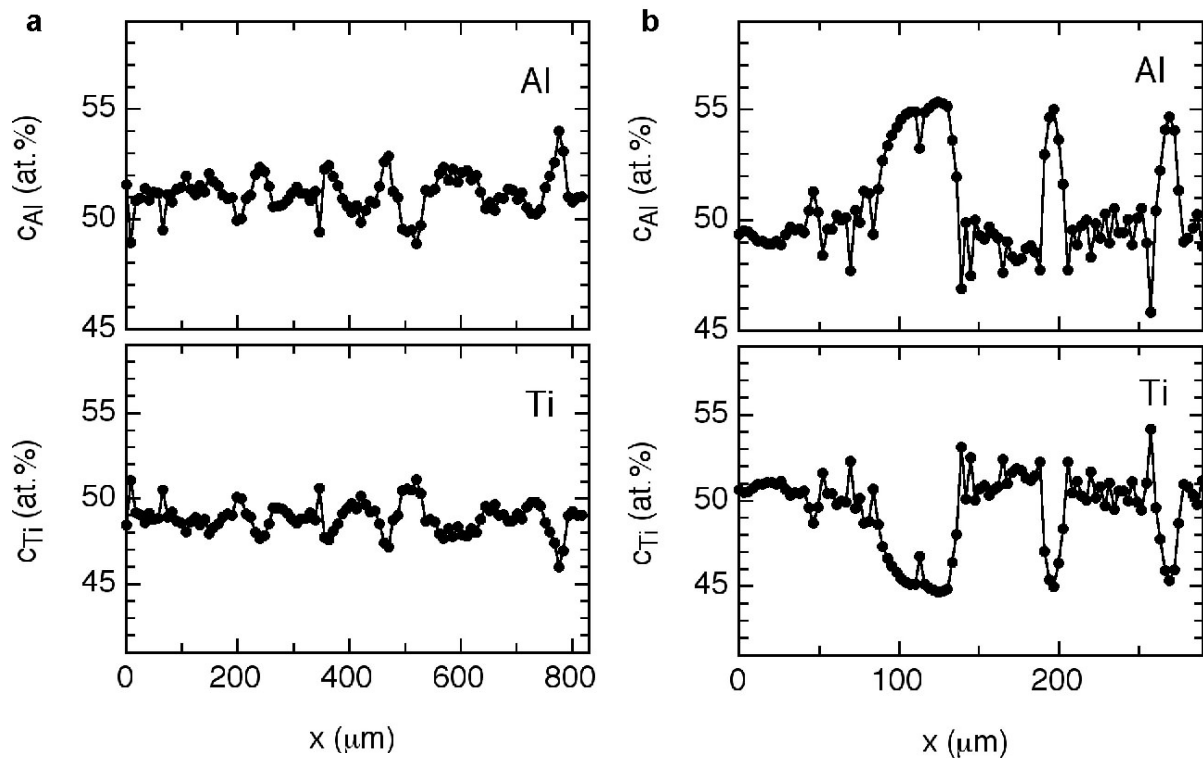


**Abb. 4.2.11** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-42Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Die Legierung Ti-51Al zeigt in der unteren Knopfhälfte in Erstarrungsrichtung ausgestreckte kolumnare Körner, die sich in Lamellenkolonien umgewandelt haben. Zwischen diesen Kolonien finden sich, vorwiegend an Koloniegrenzen, globulare  $\gamma$ -Körner (Abb. 4.2.12 a). In der oberen Knopfhälfte werden lamellare Dendriten und interdendritische  $\gamma$ -Körner beobachtet (Abb. 4.2.12 b). Interessant sind nun die Linienprofile, die in der unteren Knopfhälfte über mehrere der kolumnaren Kolonien (Abb. 4.2.13 a), in der oberen Knopfhälfte über 3 Dendriten bzw. Dendritenseitenarme (Abb. 4.2.13 b) aufgenommen wurden. Diese Profile zeigen, dass die Legierung in der unteren Knopfhälfte nahezu segregationsfrei erstarrt ist, während in der oberen Knopfhälfte die Dendriten ungefähr 50 at.% Al aufweisen und die zuletzt erstarrte Schmelze sich bis zu 55 at.% an Al angereichert hat. Daraus lässt sich schließen, dass die Legierung in der unteren Knopfhälfte relativ homogen über die  $\alpha$ -Phase erstarrt ist, die gemäß Phasendiagramm im Gleichgewicht mit der Schmelze eine maximale Al-Löslichkeit von 51 at.% besitzt. In der oberen Knopfhälfte haben sich offensichtlich Dendriten der  $\alpha$ -Phase mit 50 at.% gebildet, und die Restschmelze hat sich bis 55 at.% angereichert, was der maximalen Al-Konzentration einer binären TiAl-Schmelze im Gleichgewicht mit der  $\alpha$ -Phase entspricht.



**Abb. 4.2.12** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-51Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.13** Konzentrationsprofile von quantitativen EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-51Al. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Das Konzentrationsprofil in a) wurde über mehrere kolumnare Lamellenkolonien, das in b) über 3 Dendritenarme aufgenommen.

Zusammenfassend ergeben die Untersuchungen an binären Legierungen ein unterschiedliches Erstarrungsverhalten für Legierungen, die vollständig über die  $\beta$ -Phase und solchen, die peritektisch erstarren. Erstere weisen ein gleichachsiges Gefüge sowie geringe Segregation auf, während für letztere kolumnares Wachstum sowie ausgeprägte Segregation beobachtet wird.

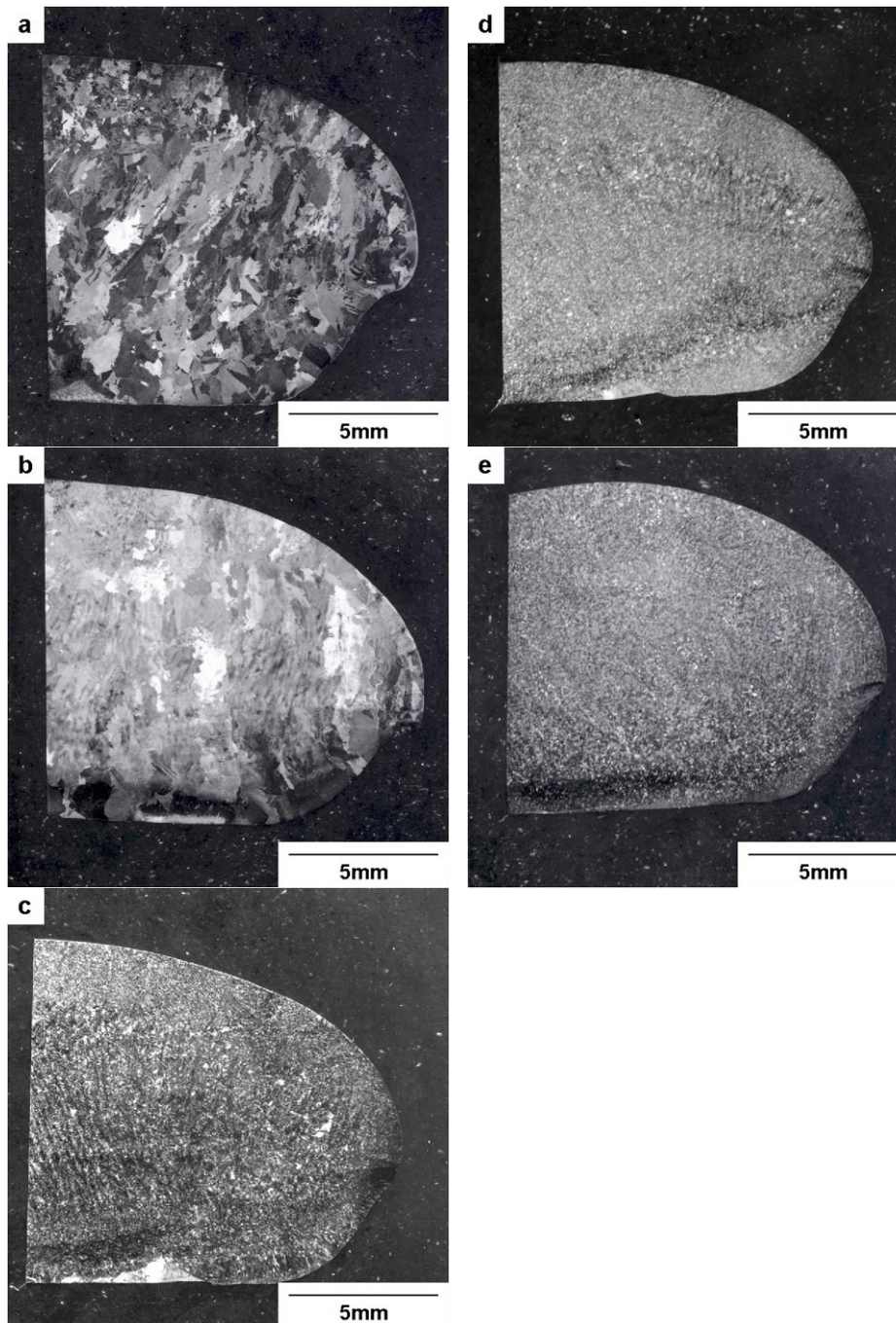
### 4.2.2. Mehrkomponentige Legierungen

Wie schon dargestellt, dienten die Untersuchungen an binären Legierungen dazu, die Abhängigkeit der Gefügebildung beim Erstarren im Bereich technisch interessanter Al-Gehalte in Grundzügen zu verstehen und für die Analyse von mehrkomponentigen Legierungen heranzuziehen. Im Hinblick auf die Entwicklung von Gusslegierungen stellte sich die Frage, ob und wodurch sich die Erstarrungsgefüge von vielkomponentigen Legierungen auszeichnen, von denen bekannt ist, dass sie als Guss- oder Umformlegierung ein attraktives Eigenschaftsspektrum aufweisen. Weiterhin wurde versucht, durch Zulegieren das Erstarrungsintervall zu vergrößern, welches für die Gefügebildung und die Gieß-eigenschaften eine wichtige Einflussgröße darstellt.

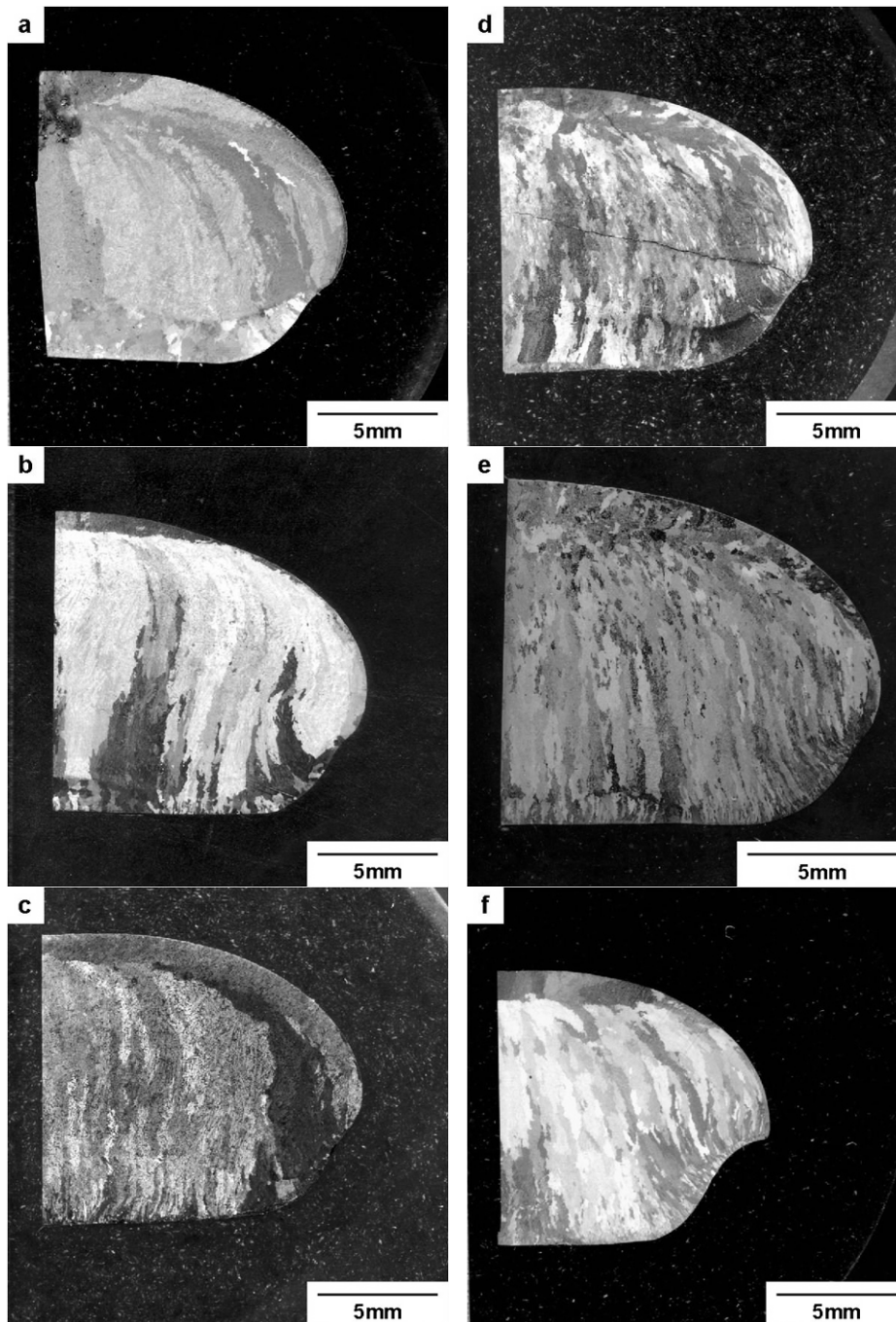
Die Auswahl der hier untersuchten Legierungselemente ist bereits begründet worden. Eine Gruppe von Legierungselementen stellt jene dar, die in den binären, aus der Schmelze gebildeten Phasen in den verwendeten Gehalten löslich sind (Nb, Mo und C; Hellwig et al., 1998, Chen et al., 1999, Singh, Banerjee, 1997 a und b, Johnson, et al., 1998, Lee et al., 2000). Für diese Gruppe stellt sich die Frage, ob sich die Phasenbildungsbereiche bei der Erstarrung im Vergleich zu binären Legierungen hinsichtlich der Al-Konzentration signifikant verschieben, und ob diese Legierungselemente deutlich die Kinetik der Erstarrung beeinflussen. Die zweite Gruppe an Legierungselementen umfasst diejenigen, für die schon bei der Erstarrung weitere, aus dem binären Phasendiagramm nicht bekannte Phasen auftreten, wie dies für B und Y erwartet wird (Hyman et al., 1991, Guzei, 1993). In diesem Fall treten neue Erstarrungspfade auf, die zu unterschiedlichen Erstarrungsgefügen führen können. Ein bekanntes Beispiel stellt das Legierungselement B dar, mit dem bereits bei geringen Zusätzen von ungefähr 0,2 at.% eine signifikante Kornfeinung von Gusslegierungen erreicht wird (Larsen, 1990, Raban et al., 1999, Cheng, 1999).

Für die ternären und höherkomponentigen Legierungen wurden Al-Gehalte von 45 und 47 at.% gewählt. Wie die Ergebnisse an den binären Legierungen Ti-45Al und Ti-47Al gezeigt haben, unterscheiden sich diese Legierungen signifikant im Erstarrungsgefüge und im Entstehungsprozess der Gefüge. Es lag daher nahe zu überprüfen, ob und inwieweit sich dieser Unterschied auch in höherkomponentigen Legierungen findet.

Zunächst wurden wie für die binären Legierungen geätzte Makroschliffe aller höherkomponentigen Legierungen angefertigt. Wie Abb. 4.2.14 und Abb. 4.2.15 zeigen, lässt sich die beobachtete Gefügemorphologie in verschiedene Gruppen unterteilen. Die Legierung Ti-45Al-2Mo zeigt im wesentlichen ein globulares Gefüge, Legierungen auf der Basis Ti-45Al-5Nb, denen verschiedene Gehalte an B zugesetzt wurden, weisen ebenfalls globulare, in einigen Bereichen aber auch kolumnare Bestandteile auf, wobei für B-haltige Legierungen sehr viel feinere Gefüge auftreten. Für die Legierungen auf der Basis Ti-47Al ist andererseits über weite Bereiche der Legierungsknöpfe ein kolumnares Gefüge zu beobachten, dessen Stängelkristalle sich in Richtung des Wärmeflusses erstrecken.



**Abb. 4.2.14** Makroaufnahmen geätzter Proben der Legierungen a) Ti-45Al-2Mo, b) Ti-45Al-5Nb, c) Ti-45Al-5Nb-0,2B, d) Ti-45Al-5Nb-0,5B, und e) Ti-45Al-5Nb-1B. Die Schlitze wurden durch die Symmetrieachse der Knöpfe gelegt und längs dieser getrennt.

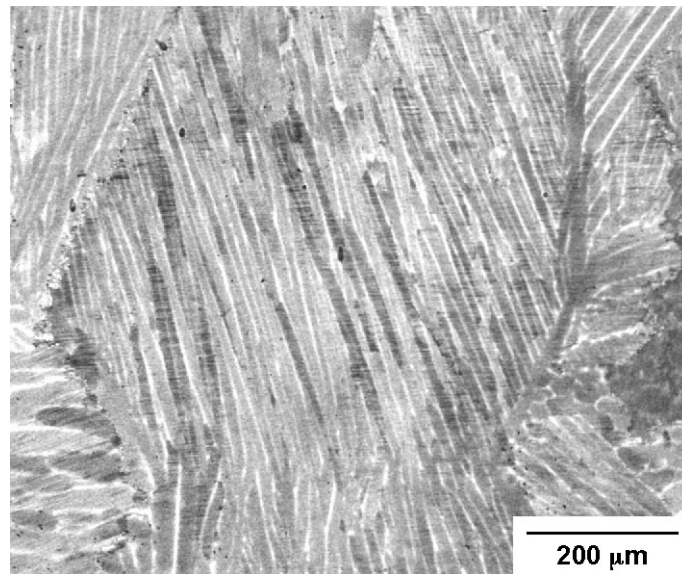


**Abb. 4.2.15** Makroaufnahmen geätzter Proben der Legierungen a) Ti-47Al-2Mo, b) Ti-47Al-5Nb, c) Ti-47Al-2Cu, d) Ti-47Al-2Y, e) Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B, B-Zusatz über Vorlegierung, f) Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B, B-Zusatz über Pulvermischung. Die Schlitze wurden durch die Symmetrieachse der Knöpfe gelegt und längs dieser getrennt.

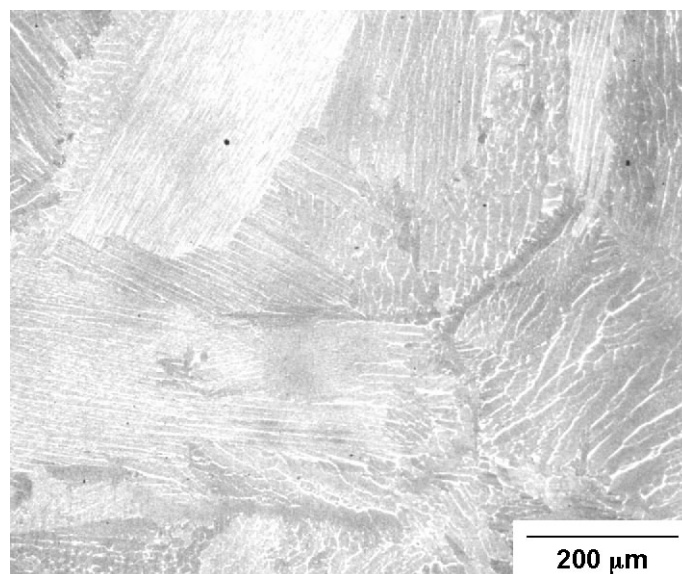
Für die Legierungen Ti-45Al-2Mo und Ti-45Al-5Nb zeigen die Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen eine ähnliche Gefügemorphologie (Abb. 4.2.16 – Abb. 4.2.19), wie sie schon für die Legierung Ti-45Al gefunden wurde. Dabei wird über weite Bereiche der Knöpfe der in Abschn. 4.2.1. beschriebene Gefügetyp beobachtet, der sich auf die  $\beta/\alpha$ -Transformation zurückführen lässt und eine weitgehende Erstarrung über die  $\beta$ -Phase anzeigt. Im Gegensatz zu der Legierung Ti-45Al sind die Gefügaufnahmen sehr viel kontrastreicher, was auf die Anreicherung der schweren



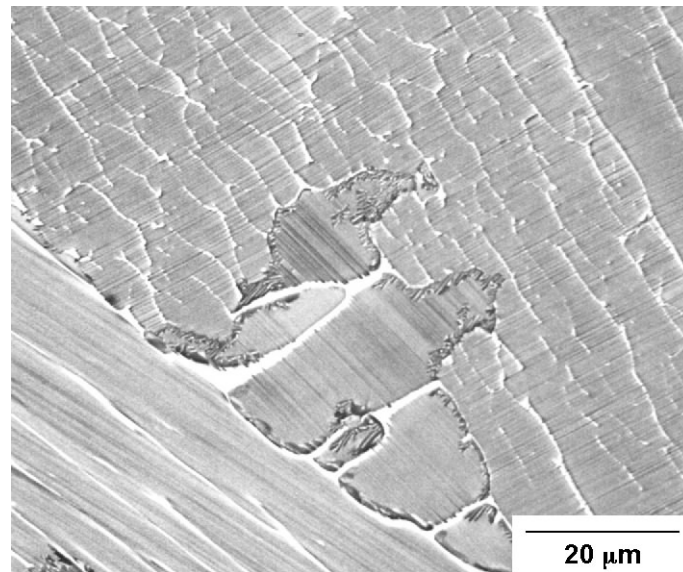
Legierungselemente Mo bzw. Nb zwischen den gebildeten  $\alpha$ -Platten zurückzuführen ist, wobei im Fall der ternären Legierungen nicht nur die Umwandlung  $\beta \rightarrow \alpha$  sondern auch eine mögliche Transformation  $\beta \rightarrow \alpha + \beta$  in Betracht zu ziehen ist, die platten- oder zellwandförmige Gefügebestandteile der  $\beta$ -Phase zurücklässt, welche in den Aufnahmen dann als Streifen erscheinen. Zum Teil wird eine senkrechte Ausrichtung der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen in benachbarten, ehemaligen  $\alpha$ -Kolonien beobachtet (Abb. 4.2.18), was als weiteres Indiz für eine Umwandlungssequenz über die  $\beta$ -Phase zu werten ist. Allerdings konnten aus der Ausrichtung von Lamellen wegen des nicht bekannten Winkels zur Projektionsfläche keine genauen Schlussfolgerungen gezogen werden. Die Gefüge sind weiterhin, wie für Ti-45Al beobachtet, über große Bereiche relativ gleichförmig und zeigen nur geringe Kontrast-schwankungen, die auf eine Seigerung bei der Erstarrung hindeuten (Abb. 4.2.19).



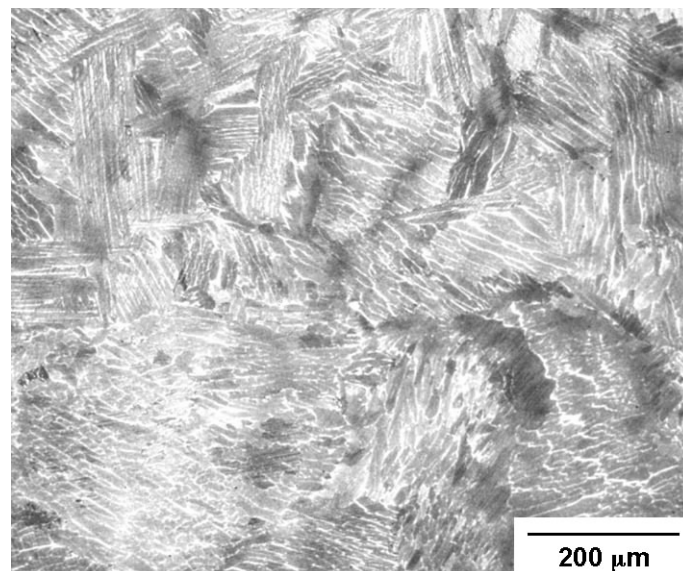
**Abb. 4.2.16** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-5Nb. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.17** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-2Mo. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

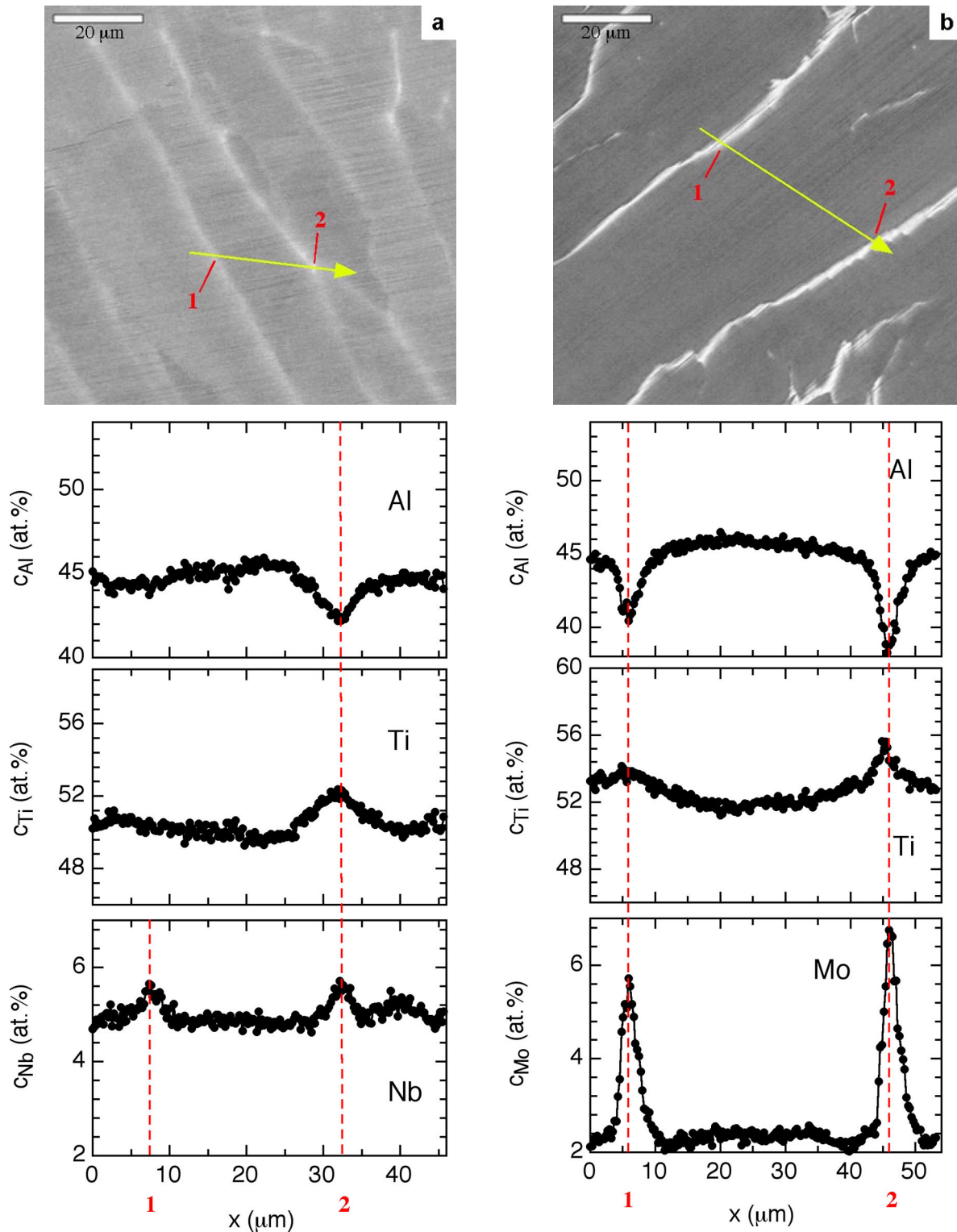


**Abb. 4.2.18** Im Rasterelektronenmikroskop bei höherer Vergrößerung mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-2Mo. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.19** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-2Mo. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Die in den Abb. 4.2.16 – Abb. 4.2.19 gezeigten hellen, streifenförmigen Gefügebestandteile wurden für die Legierungen Ti-45Al-5Nb und Ti-45Al-2Mo mikroanalytisch untersucht. Die erhaltenen Linienprofile (Abb. 4.2.20) zeigen, dass diese Gefügebestandteile ungefähr 42 at.% Al und 5,5 at.% Nb (Ti-45Al-5Nb) bzw. 38 at.% Al und 6 at.% Mo (Ti-45Al-2Mo) enthalten. Da beide ternären Phasendiagramme nicht vollständig bekannt sind, wurden isotherme Schnitte dieser Diagramme für 1300 °C zum Vergleich herangezogen (Kainuma et al., 2000). Aus diesen ist zu entnehmen, daß die gemessenen Zusammensetzungen für beide Legierungen recht gut mit denen übereinstimmen, die für die zuletzt vorhandene  $\beta$ -Phase zu erwarten sind. Demnach handelt es sich bei diesem Gefügebestandteil um Reste der Hochtemperatur- $\beta$ -Phase.

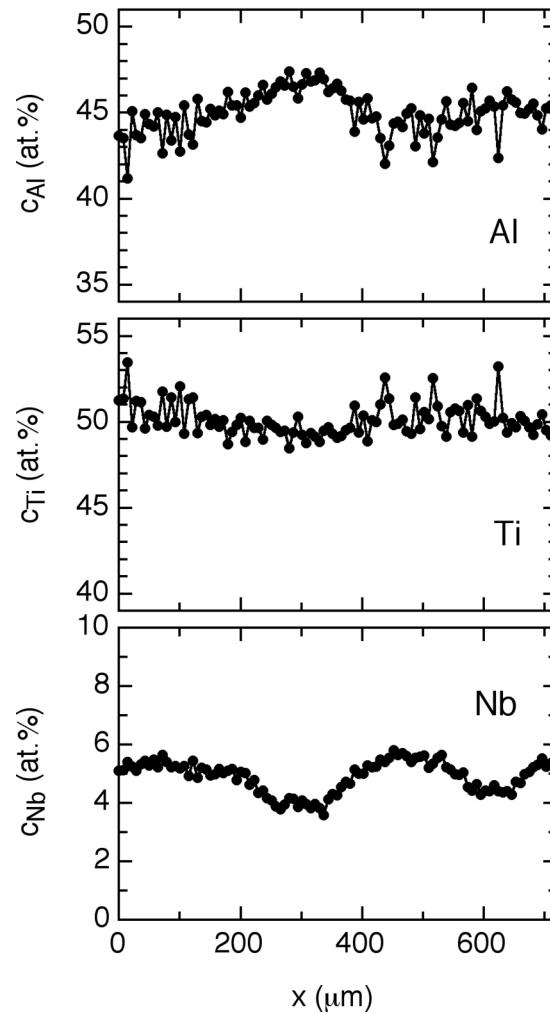


**Abb. 4.2.20** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an den Legierungen a) Ti-45Al-5Nb und b) Ti-45Al-2Mo. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde. Rote Markierungen kennzeichnen die gekreuzten  $\beta$ -Adern. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

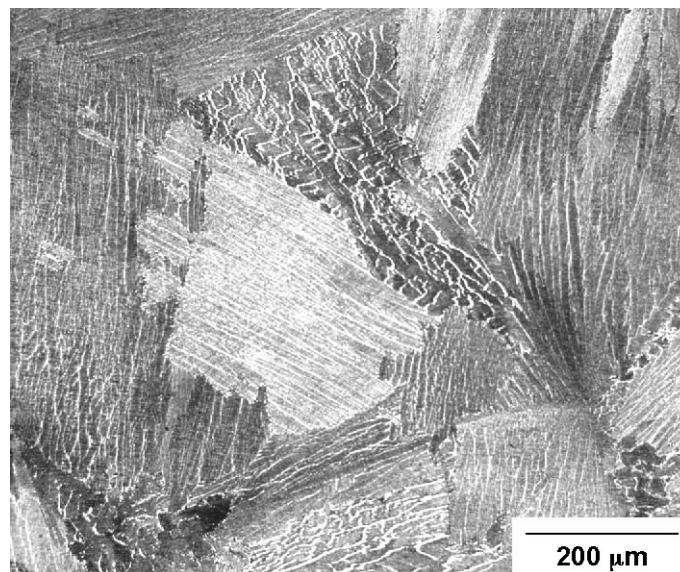
Im Falle der Legierung Ti-45Al-5Nb sollte im thermodynamischen Gleichgewicht bei Temperaturen kleiner 1000 °C weder die ungeordnete  $\beta$ -Phase (A2-Struktur) noch ihre geordnete Variante B2 auftreten (Chen et al., 1999, Kainuma et al., 2000). Dies zeigen auch thermodynamische Rechnungen nach der CALPHAD-Methode (Kaufman und Bernstein, 1970), die mit dem Programm Thermo-Calc (Fa. Thermo-Calc Software, Stockholm, Schweden) von Dr. M. Beschliesser (Montanuniversität Leoben, jetzt PLANSEE AG, Reutte, Österreich) freundlicherweise für diese Arbeit berechnet wurden (Beschliesser, 2002). Die Nb- und Ti-Anreicherungen sollten also thermodynamisch instabil sein. Im Fall der Legierung Ti-45Al-2Mo liegt gemäß dem Phasendiagramm von Kainuma et al. (2000) bei Temperaturen  $\leq 1000$  °C die  $\beta$ -Phase im Gleichgewicht vor, wobei Singh und Banerjee (1997b) diese als geordnete B2-Phase identifiziert haben. Dabei weicht die Zusammensetzung der B2-Phase mit ca. 42 at.% Al und 3 at.% Mo von der hier gemessenen Zusammensetzung deutlich ab und bestätigt die oben gezogene Schlussfolgerung, dass die hell abgebildeten Gefügebestandteile als die Hochtemperatur  $\beta$ -Phase identifiziert werden können.

Insgesamt kann festgehalten werden, dass das an den beiden Legierungen beobachtete Gefüge auf die Umwandlung der  $\beta$ -Phase zurückzuführen ist und diese bei hohen Temperaturen die dominierende, wenn nicht ausschließlich vorliegende Phase gewesen ist. Wie Ti-45Al weisen beide Legierungen nur geringe Segregationen aufgrund der Erstarrung auf, allerdings ist Ti-45Al-5Nb nicht völlig frei davon, wie das Konzentrationsprofil in Abb. 4.2.21 zeigt. Die in diesem Konzentrationsprofil gefundenen, relativ geringen Konzentrationsfluktuationen, die Maxima im Al-Gehalt bis 47 at.% aufweisen, könnten die Bildung der  $\alpha$ -Phase als sekundäre Phase aus der Schmelze in einigen Bereichen des Legierungsknopfes andeuten und die in dieser Legierung am Makroschliff partiell beobachteten kolumnare Bereiche erklären.

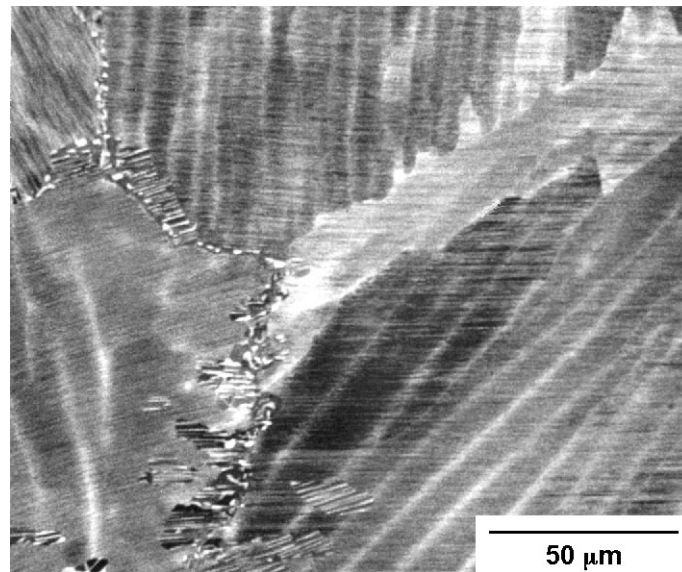
Um die oben getroffenen Schlussfolgerungen bezüglich der Konstitution der beiden betrachteten Legierungen zu überprüfen, wurden Proben dieser Legierungen je 100 h bei 950 °C gegläht und dann im Ofen abgekühlt. Nach den Wärmebehandlungen findet man in beiden Legierungen wieder die hell abgebildeten Streifen (Abb. 4.2.22, Abb. 4.2.23), die im Gusszustand als Nb- bzw. Mo-reich charakterisiert worden waren (Abb. 4.2.20). Im Fall der Legierung Ti-45Al-2Mo sind nach der Glühbehandlung die streifenförmigen Gefügebestandteile jedoch in einzelne Körner zerfallen (Abb. 4.2.24), was mit dem oben erwähnten Übergang in die B2-Phase erklärt werden kann, z.B. durch eine Reaktion  $\beta \rightarrow B2 + \gamma$ . Das bestätigt auch die thermodynamische Stabilität der B2-Phase in dieser Legierung bei einer Temperatur von 950 °C. Für Ti-45Al-5Nb bleibt offen, ob bei Temperaturen  $\leq 1000$  °C die  $\beta$ - oder B2-Phase thermodynamisch stabil ist; alle in der Literatur vorhandenen Informationen sprechen jedoch dagegen (Hellwig et al., 1998, Chen et al., 1999, Kainuma et al., 2000, Beschliesser, 2002).



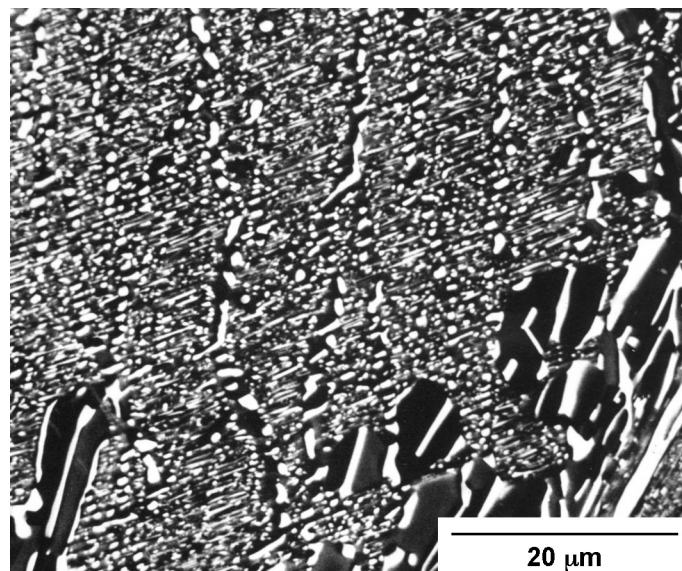
**Abb. 4.2.21** Ergebnis einer quantitativen EDX-Untersuchung an der Legierung Ti-45Al-5Nb.



**Abb. 4.2.22** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-2Mo, gegläht 100 Stunden bei 950 °C. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



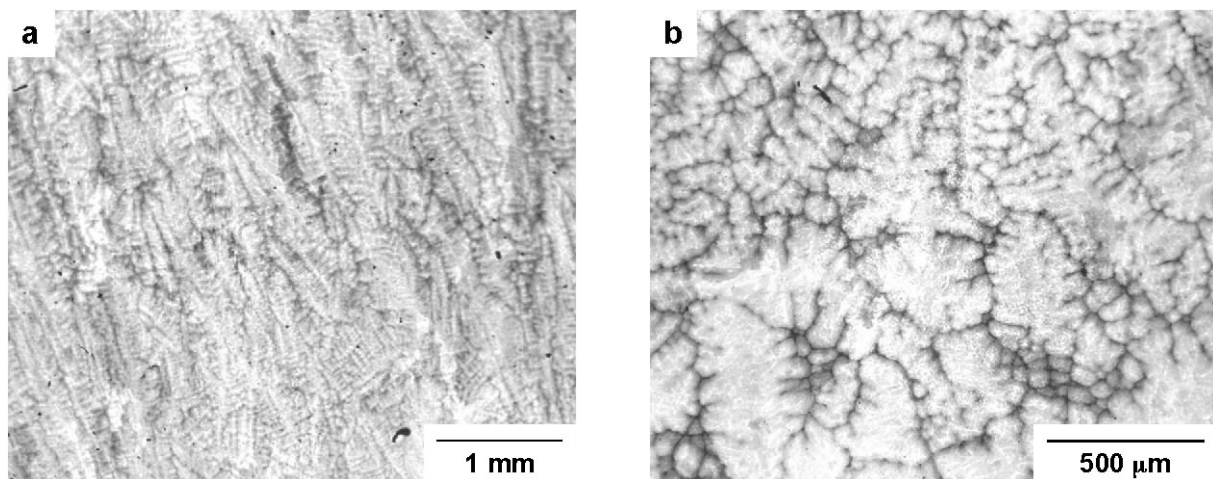
**Abb. 4.2.23** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-5Nb, gegläht 100 Stunden bei 950 °C. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



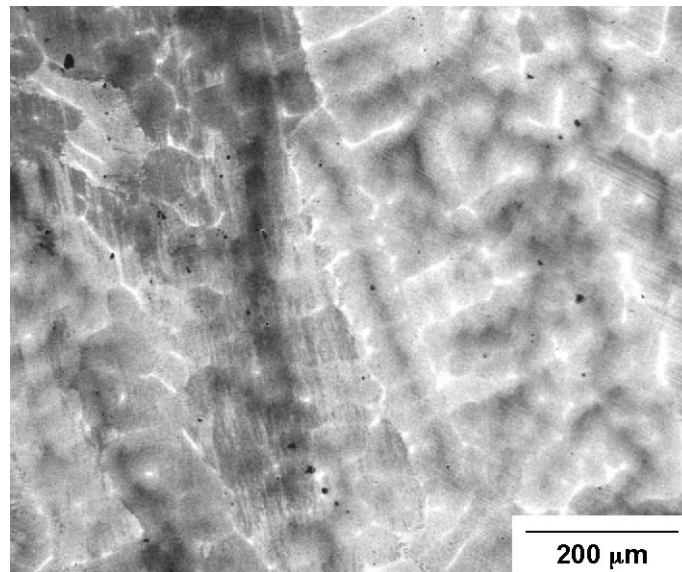
**Abb. 4.2.24** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen bei höherer Vergrößerung aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-2Mo, gegläht 100 Stunden bei 950 °C. Die hell erscheinenden Streifen sind in einzelne Körner zerfallen und haben sich eingestreckt. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Wie schon an den Makroaufnahmen beobachtet, besteht ein signifikanter Unterschied im Erstarrungsgefüge zwischen den untersuchten Legierungen auf der Basis Ti-45Al und Ti-47Al. Dieser bestätigt sich in rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen. In der Legierung Ti-47Al-5Nb beobachtet man in ungefähr den unteren zwei Dritteln des Knopfes ausgestreckte Dendriten (Abb. 4.2.25 a), die in Richtung des Wärmefflusses gewachsen sind. Im oberen Drittel des Knopfes ist das Gefüge hingegen nahezu gleichachsiger dendritisch ohne deutliche Vorzugsrichtung (Abb. 4.2.25 b). Der Legierungsknopf Ti-47Al-2Mo zeigt ein nahezu identisches Gefüge mit ausgestreckten Dendriten im unteren Bereich und gleichachsigen Dendriten nahe der Oberseite. In den Dendriten beider Legierungen sind hell

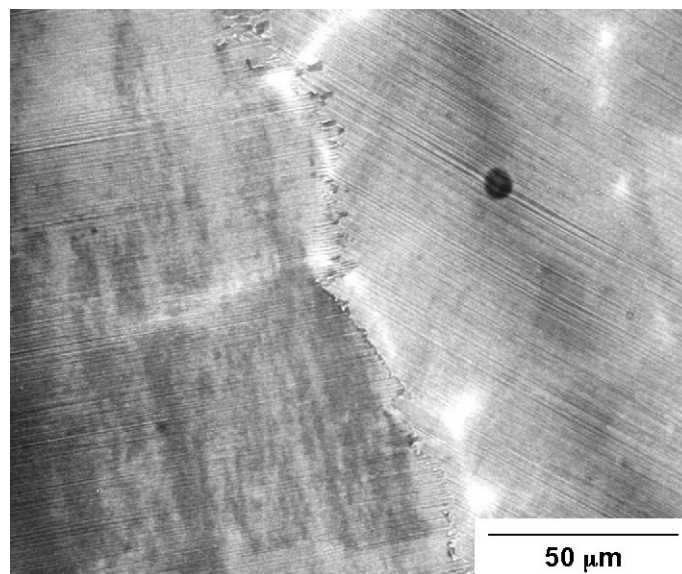
abbildende Kerne sichtbar, die eine Anreicherung der schwereren Legierungselemente Ti und Nb bzw. Mo andeuten (Abb. 4.2.26). Dagegen ist die streifenförmige Morphologie, die in den Legierungen Ti-45Al-5Nb und Ti-45Al-2Mo auftrat und auf die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung zurückgeführt wurde, in beiden Legierungen nur selten zu beobachten. Dieser Befund ist überraschend, da für die Legierungen Ti-47Al-5Nb und Ti-47Al-2Mo die  $\beta$ -Phase als primäre Phase bei der Erstarrung erwartet wird, wie es sich in später noch dargestellten mikroanalytischen Untersuchungen auch bestätigt. Eine weitere mikrostrukturelle Beobachtung könnte allerdings erklären, warum das für die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung typische Gefüge in den untersuchten Legierungen auf der Basis Ti-47Al sowie auch in binären Legierungen Ti-47Al und Ti-48Al nur sehr selten gefunden wurde. Abb. 4.2.27 zeigt eine weitere Gefügebildung der Legierung Ti-47Al-5Nb in höherer Vergrößerung, in der zu erkennen ist, dass die Grenzen lamellarer Kolonien ungefähr an hell abbildenden Dendritenkernen liegen. Dies war in den ternären Legierungen wie auch schon in den binären Legierungen Ti-47Al und Ti-48Al nicht selten zu beobachten. Eine Erklärung dafür könnte sein, dass in peritektisch erstarrenden Legierungen die  $\alpha$ -Phase aus der Schmelze gebildet wird. Bereits vorhandene  $\alpha$ -Körner können beim Abkühlen dann in benachbarte  $\beta$ -Körner wachsen und die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung bewirken, wobei die Bildung von  $\alpha$ -Platten oder -Stäben aus  $\beta$  mit kristallographischer Orientierungsbeziehung zu  $\beta$  unterdrückt würde. Wachsen von allen Seiten  $\alpha$ -Körner in einen  $\beta$ -Dendriten, so wird die an Ti und Nb oder Mo angereicherte, zuletzt umwandelnde  $\beta$ -Phase öfter nahe einer Lamellenkoloniegrenze liegen, in Übereinstimmung mit der Beobachtung. Darauf soll in der Diskussion noch näher eingegangen werden.



**Abb. 4.2.25** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügebildungen der Legierung Ti-47Al-5Nb. a) Knopfunterseite, b) Knopfoberseite. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



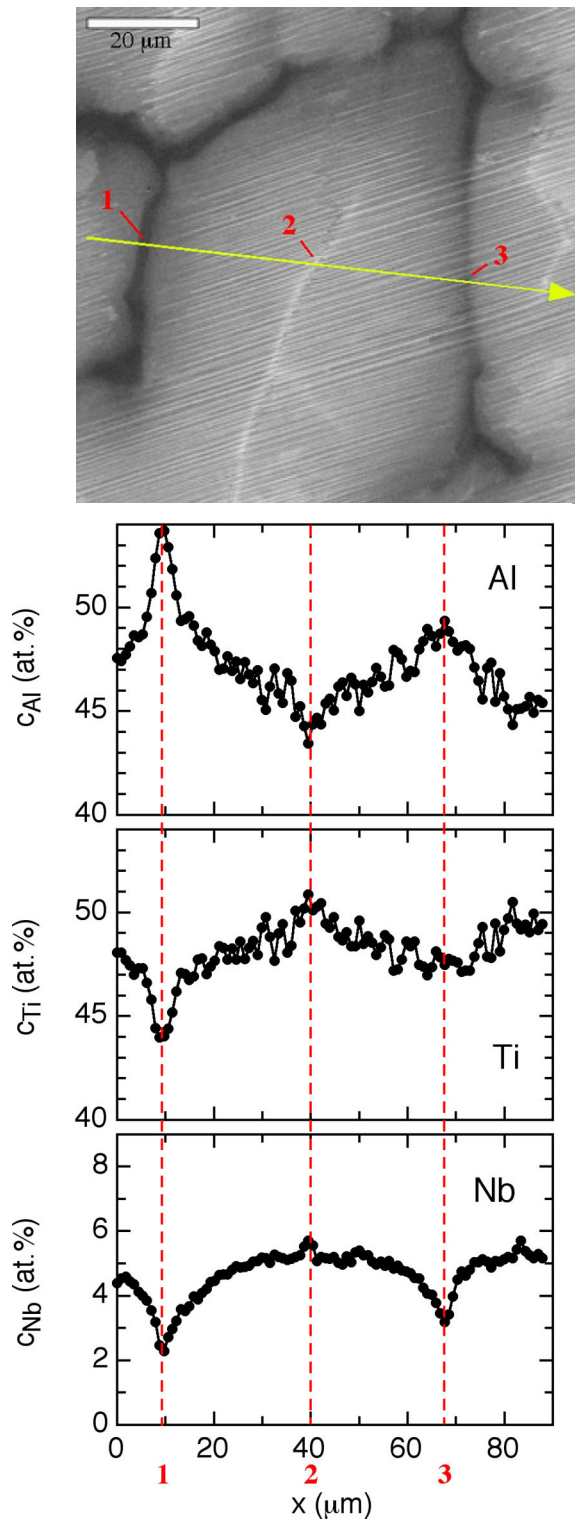
**Abb. 4.2.26** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-47Al-5Nb. Die Dendriten zeigen hell erscheinende Dendritenkerne. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



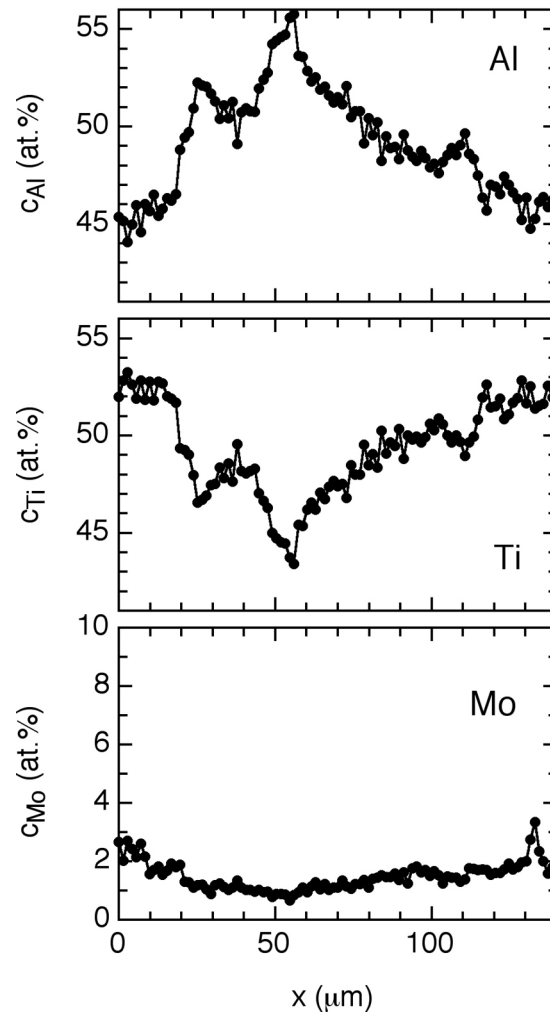
**Abb. 4.2.27** Aufnahme des Gefüges der Legierung Ti-47Al-5Nb bei höherer Vergrößerung.



Abb. 4.2.28 zeigt ein Konzentrationsprofil über 3 Dendritenarme der Legierung Ti-47Al-5Nb. Das Profil ähnelt sehr stark demjenigen, das an der Legierung Ti-48Al aufgenommen wurde (Abb. 4.2.10). Da die bekannten Liquidus-Projektionen (Dziobek et al., 1995) sowie alle weiteren Phasendiagramminformationen belegen (Hellwig et al., 1998, Chen et al., 1999, Kainuma et al., 2000), dass bis zu ungefähr 8 at.% das ternäre Ti-Al-Nb-Diagramm weitgehend dem binären Diagramm ähnlich ist, wird derselbe Erstarrungspfad wie für Ti-47Al und Ti-48Al vermutet. Aus Abb. 4.2.28 ist zu erkennen, dass sich Dendriten mit einem Al-Gehalt von ungefähr 45 at.% und einem Nb-Gehalt von 5 at.% gebildet haben, die sich der  $\beta$ -Phase zuordnen lassen, wobei sich die Restschmelze an Al und an Nb angereichert hat. Aus der Restschmelze hat sich dann je nach erreichter Zusammensetzung die  $\alpha$ -Phase (Stelle 3) oder die  $\gamma$ -Phase (Stelle 1) gebildet. Die Spitze in der Nb- und Ti-Konzentration (Stelle 2) lässt sich einfach damit erklären, daß  $\alpha$ -Körner in die primären  $\beta$ -Dendriten hineingewachsen sind. Stehen die  $\alpha$ -Phase und die  $\beta$ -Phase im Gleichgewicht, so hat die letztere einen höheren Ti- und Nb-Gehalt, die zuletzt vorhandene  $\beta$ -Phase wird also an diesen Elementen angereichert sein. An der Legierung Ti-47Al-2Mo wurden sehr ähnliche Konzentrationsprofile aufgenommen (Abb. 4.2.29), die denselben Ablauf der Erstarrung in dieser Legierung belegen. In diesem Konzentrationsprofil traten außerdem auch Nebenmaxima der Al-Konzentration auf wie schon an der binären Legierung Ti-48Al beobachtet (Abb. 4.2.10) und in Abschnitt 4.2.1 näher diskutiert wurde.



**Abb. 4.2.28** Ergebnisse einer quantitativen EDX-Untersuchung an der Legierung Ti-47Al-5Nb. Gezeigt wird ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde. Die roten Markierungen kennzeichnen die gekreuzten interdendritischen Bereiche (1 und 3) und den Dendritenkern (2). Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.



**Abb. 4.2.29** Ergebnis einer quantitativen EDX-Untersuchung an der Legierung Ti-47Al-2Mo.

Zusammenfassend zeigen die ternären, Nb- und Mo-haltigen Legierungen das gleiche Erstarrungsverhalten wie die entsprechenden binären Basis-Legierungen. Wieder wird festgestellt, dass sich bei vollständiger Erstarrung über die  $\beta$ -Phase gleichachsige, segregationsarme Gefüge bilden, während peritektische Erstarrung zu kolumnarem Wachstum und ausgeprägter Segregation führt. Dieses Ergebnis steht in Übereinstimmung mit einer Arbeit von Inui et al. (2003), in der der Einfluss verschiedener Legierungselemente auf die Phasenbildung von TiAl-Legierungen untersucht wurde. Inui et al. (2003) haben in dieser Arbeit sogenannte „Al-Äquivalente“

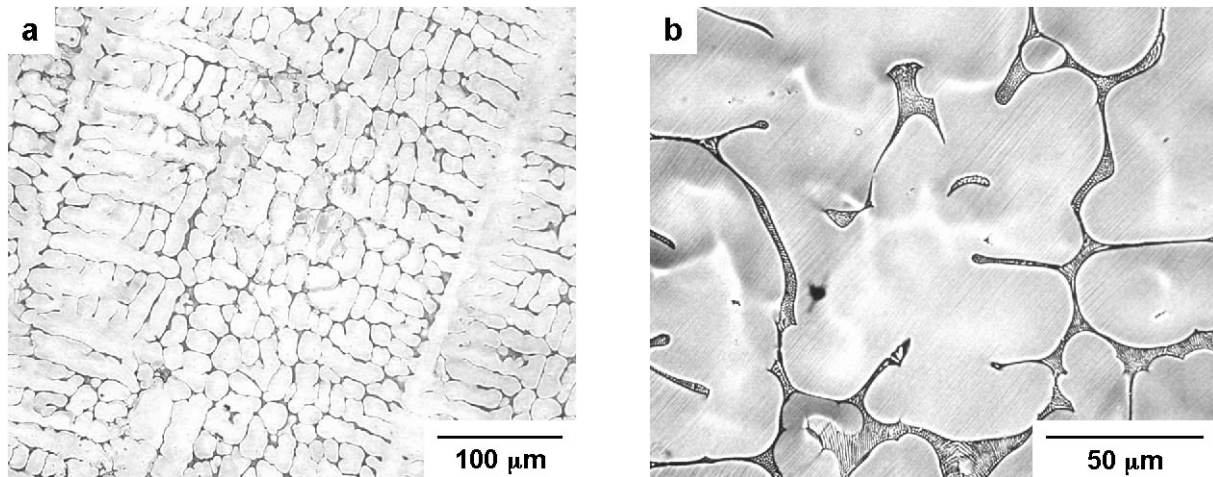
$$c_{Al}^* = c_{Al} + X_i c_i + X_j c_j + \dots$$

bestimmt, die angeben, zu welcher Al-Konzentration sich jener Bereich verschiebt, in dem eine multikomponentige Legierung mit den Konzentrationen  $c_i, c_j, \dots$  an weiteren Legierungselementen primär mit der  $\beta$ -Phase erstarrt.  $c_{Al}$  ist dabei die Grenzkonzentration im binären System. Die Al-Äquivalente können ebenfalls dafür benutzt werden, um die Al-Konzentration abzuschätzen, bis zu der eine multikomponentige Legierung vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrt (Inui et al., 2003). Mit den von Inui et al. (2003) bestimmten Konstanten  $X_{Nb} = +0,25 \text{ at.}\% \text{ Al/at.}\% \text{ Nb}$  und  $X_{Mo} = +0,6 \text{ at.}\% \text{ Al/at.}\% \text{ Mo}$  und einer maximalen Al-Löslichkeit der  $\beta$ -Phase im binären System von  $c_{Al} = 45 \text{ at.}\%$  im Gleichgewicht mit der

Schmelze, erhält man für die Legierung Ti-45Al-5Nb  $c_{Al}^* = 46,25$  at.% und für Ti-45Al-2Mo  $c_{Al}^* = 46,2$  at.%. Das Ergebnis steht also mit den beobachteten Erstarrungspfaden in Übereinstimmung. Offen bleibt dabei jedoch noch die Frage, inwieweit die ternären Legierungselemente die Kinetik der Erstarrung beeinflussen, worauf in der Diskussion noch eingegangen werden soll.

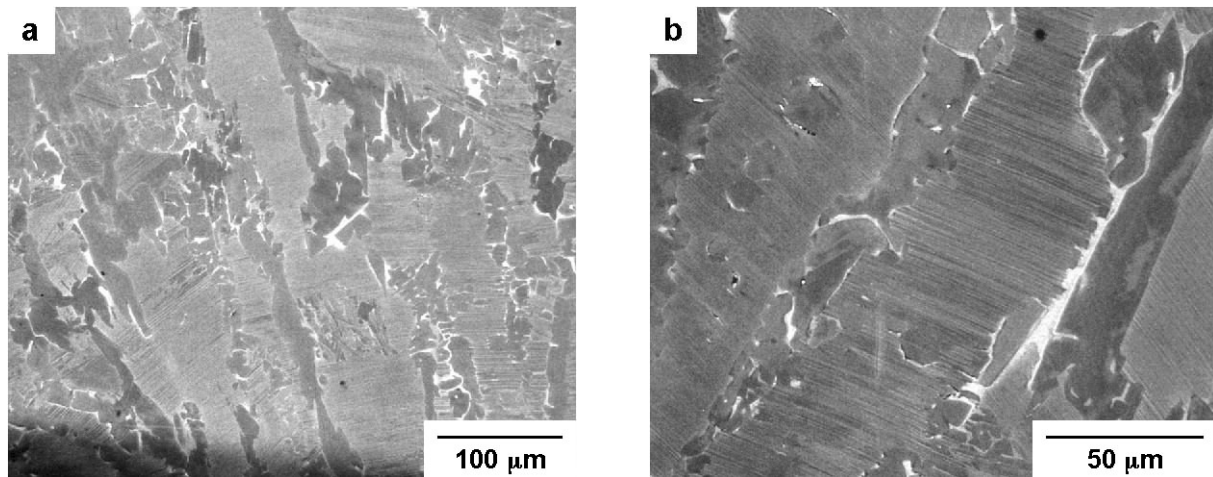
Im Weiteren wurden auf der Basis der Zusammensetzung Ti-47Al noch weitere ternäre Legierungen untersucht, denen jeweils 2 at.% Y oder Cu zugesetzt worden waren. Wie schon dargestellt, war erwartet worden, dass diese Legierungselemente die Schmelze thermodynamisch stabilisieren und damit das Erstarrungsintervall vergrößern. Letzteres beeinflusst u.a. die Bedingungen, unter denen konstitutionelle Unterkühlung und zellulardendritische Erstarrung auftreten, und stellt deshalb hinsichtlich des Erstarrungsgefüges eine wichtige Einflussgröße dar. Es ist bekannt, dass Y in allen binären Phasen nahezu unlöslich ist und auch keine ternären Phasen Ti-Al-Y bildet (Guzei, 1993). Schon aus diesem Grund ist zu vermuten, dass Y die Schmelze relativ zu den Festkörperphasen stabilisiert. Weniger sicher ist dies für das Legierungselement Cu, das in der  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Phase zu ungefähr 1 – 2 at.% löslich ist (Kainuma et al., 2000).

Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen an einem Legierungsknopf Ti-47Al-2Y zeigen ein gleichmäßig dendritisches Gefüge über das ganze Knopfviertel (Abb. 4.2.30). Die Dendriten sind dabei in dieser Legierung besonders gut zu erkennen, da interdendritisch ein eutektisches Gefüge auftritt. Beim Erstarren hat sich in dieser Legierung offenbar die Restschmelze sehr stark angereichert und eine ternäre eutektische Zusammensetzung erreicht. Zum Teil werden in der Legierung große, ungefähr in Wachstumsrichtung ausgerichtete Dendriten beobachtet, wobei die Dendriten immer lamellares Gefüge aufweisen. Die orthogonalen Seitenarme sind mit der Annahme verträglich, dass die  $\beta$ -Phase die primär erstarrende Phase war. Bis auf das Auftreten eutektischer Morphologien in interdendritischen Bereichen ähnelt das Gefüge den Legierungen Ti-47Al-5Nb und Ti-47Al-2Mo. Auch die Abstände der Dendriten-Seitenarmen sind mit diesen Legierungen ungefähr vergleichbar, allerdings weist die Legierung Ti-47Al-2Y eine stärkere Tendenz zur Verzweigung der Seitenarme auf. Das Zulegieren von Y in Mengen bis 2 at.% hat demnach keinen entscheidenden Einfluss auf das Erstarrungsgefüge. Quantitative EDX-Untersuchungen ergaben, dass der Al-Gehalt in den Dendriten 44 – 45 at.% Al betrug und die Y-Konzentration unter 0,3 at.% lag. Y reichert sich also sehr stark in der Restschmelze an. Die Al-Konzentration der Dendriten deutet ebenfalls auf eine primäre Erstarrung über die  $\beta$ -Phase hin, jedoch ist über die Konstitution in diesem System bei hohen Temperaturen nichts bekannt (Guzei, 1993). Die Zusammensetzung der interdendritischen Bereiche konnte mit EDX-Analysen nicht bestimmt werden, da es nicht gelang, glatte Oberflächen in diesen Bereichen zu präparieren. Zusammenfassend läßt sich feststellen, dass die Legierung Ti-47Al-2Y ein vollständig dendritisches Erstarrungsgefüge mit zumindest partiell in Wärmeflussrichtung ausgerichteten Dendriten aufweist.



**Abb. 4.2.30** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-47Al-2Y. a) Knopfunterseite, b) höhere Vergrößerung, ebenfalls an der Knopfunterseite aufgenommen. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Im Gegensatz zur Legierung Ti-47Al-2Y weist der Legierungsknopf Ti-47Al-2Cu in der unteren Knopfhälfte keine Dendriten, sondern in Wachstumsrichtung ausgerichtete Stängelkristalle auf (Abb. 4.2.31), die praktisch keine Seitenarme besitzen. Die Ausrichtung der Lamellen in den Stängelkristallen senkrecht zur Wachstumsrichtung deutet eine zellulardendritische primäre Erstarrung der  $\alpha$ -Phase an. Die interdendritischen Bereiche erscheinen einphasig und bestehen offenbar aus der  $\gamma$ -Phase. Mit quantitativen EDX-Analysen wird in den Dendriten eine Al-Konzentration von 45 at.%, in interdendritischen Bereichen von 48 at.% gefunden. Das Element Cu verteilt sich zu gleichen Anteilen auf Dendriten und interdendritische Bereiche. An der Grenze zwischen den Dendriten und interdendritischen Bereichen werden außerdem hell abbildende Teilchen gefunden, an denen ein Cu-Gehalt bis zu 13 at.% bestimmt wurde. Diese können daher im Vergleich mit den von Kainuma et al. (2000) veröffentlichten isothermen Schnitten des Phasendiagramms Ti-Al-Cu der ternären intermetallischen  $\tau$ -Phase zugeordnet werden. In Bezug auf die mechanischen Eigenschaften ist die starke Cu-Anreicherung vermutlich sehr nachteilig. Da sich in diesem System nach Kainuma et al. (2000) die Phasengrenzen der  $\alpha_2$ - und der  $\gamma$ -Phase zu niedrigeren Al-Gehalten verschieben, erscheint eine primäre Erstarrung der  $\alpha$ -Phase und die Erstarrung der Restschmelze zu  $\gamma$  plausibel. Hinsichtlich der Entwicklung von  $\gamma$ -TiAl-Legierungen erscheint bemerkenswert, dass sich die Neigung zur Bildung von Dendriten-Seitenarmen durch das Legieren mit Cu vermindern lässt. Dies lässt sich möglicherweise nutzen, um die Größe von Lamellenkolonien von  $\gamma$ -TiAl-Gusslegierungen zu reduzieren, da zusammenwachsende Seitenarme zu großen Kolonien führen können.



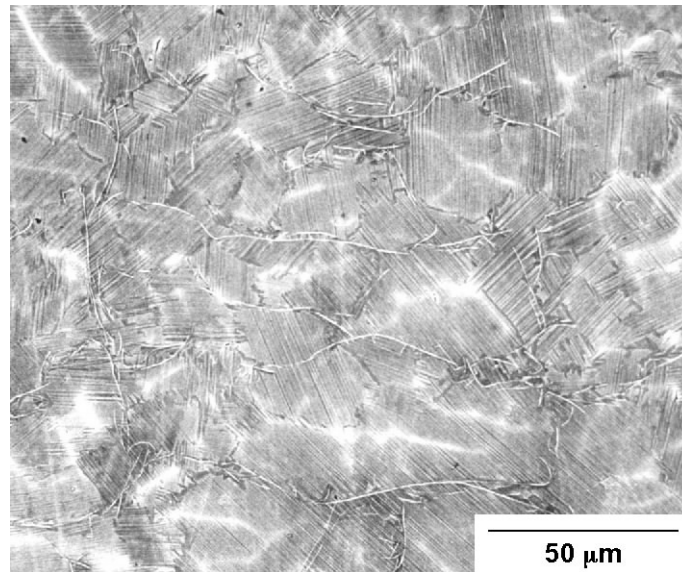
**Abb. 4.2.31** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-47Al-2Cu. a) Knopfunterseite, b) höhere Vergrößerung, ebenfalls an der Knopfunterseite aufgenommen. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Abschließend soll hier auf das Erstarrungsgefüge B-haltiger Legierungen eingegangen werden. Dazu waren Legierungsknöpfe auf der Basis Ti-45Al und Ti-46,5Al hergestellt worden (vgl. Tab. 3.1.1). Das Element B war für alle Legierungszusammensetzungen in Form einer Al-4 m.%B-Vorlegierung zugesetzt worden. Im Fall der Legierung Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Nb-0,2Si-0,5B wurde ein zweiter Legierungsknopf hergestellt, bei dem B als gepresste Pulvermischung aus Ti- und TiB<sub>2</sub>-Pulver eingebracht worden war.

Die Makroaufnahmen der B-haltigen Legierungen zeigten für alle Legierungen auf der Basis Ti-45Al weit gehend globulare Gefüge und eine sehr deutliche Kornfeinung (Abb. 4.2.14). Der Begriff „Kornfeinung“ bezieht sich dabei auf die Größe von Lamellenkolonien und damit auf die Größe ehemaliger  $\alpha$ -Körner oder ehemaliger  $\alpha$ -Platten, die sich aus der  $\beta$ -Phase gebildet haben. Dagegen kann über einen eventuellen Kornfeinungseffekt in den beiden Legierungsknöpfen auf der Basis Ti-46,5Al nichts ausgesagt werden, da in den Makroaufnahmen kein deutlicher Effekt sichtbar ist (Abb. 4.2.15) und die Lamellenkoloniegröße quantitativ nicht bestimmt wurde.

Für rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen konnten die borhaltigen Legierungen nicht elektrolysiert werden, da dabei die Boride aus der Oberfläche herausgelöst werden. Daher sind die Aufnahmen etwas kontrastärmer und es sind noch Schleifspuren zu sehen. Abb. 4.2.32 zeigt das Erstarrungsgefüge der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B. Im Vergleich mit der Legierung Ti-45Al-5Nb ist die Lamellenkoloniegröße ungefähr zehnfach kleiner. Weiterhin ist auch die typische, plattenförmige, auf die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung zurückgehende Morphologie der B-freien Legierung nicht zu beobachten. Vielmehr zeigt die Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B hell abbildende, als Dendritkerne erscheinende Streifen. Außerdem werden gleichfalls hell abgebildete Boride mit einer typischen, in der zweidimensionalen Abbildung fadenförmig erscheinenden Morphologie beobachtet. Dies muss auf eine im Dreidimensionalen flockenförmige Morphologie zurückgeführt werden; bei fadenförmigen Gefügebestandteilen dürfte ein sehr großes Aspektverhältnis nur selten in der zweidimensionalen Abbildung auftreten. Überdies ist auch die grundsätzlich zu beobachtende Krümmung der Boride nur mit einer flockenförmigen Morphologie zu vereinbaren. Die gefundene Morphologie der Boride wird in der Literatur häufig beschrieben (Hyman et al. 1991, Cheng, 1999, Hu, 2001). Wie in Abb. 4.2.32 zu sehen, liegen die Boride vorwiegend an

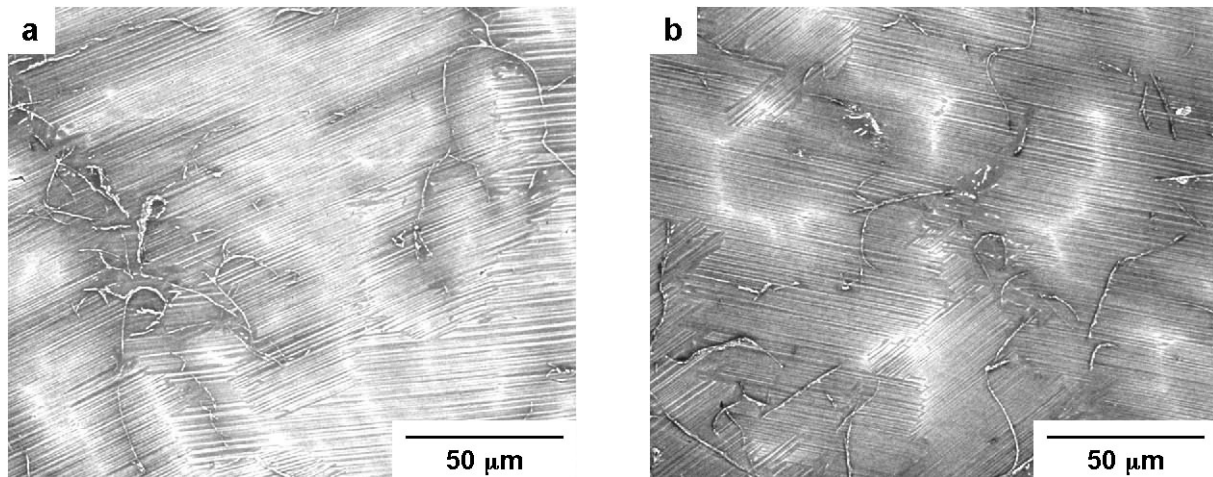
Grenzen von Lamellenkolonien. Ähnliche Gefüge wurden auch für die Legierungen Ti-45Al-5Nb-0,2B und Ti-45Al-5Nb-1B festgestellt. Eine Identifizierung der in den Legierungen vorliegenden Borid-Phase wurde nicht durchgeführt, da dies nur mit Transmissionselektronenmikroskopie möglich ist. Nach Arbeiten von Hyman et al. (1989, 1991) und DeGraef et al. (1992) tritt bei B-Gehalten bis ungefähr 1 at.% in ternären Ti-Al-B-Legierungen bis 44 at.% Al die TiB-Phase (B<sub>27</sub>- und B<sub>r</sub>-Struktur), bei höheren Al-Gehalten die TiB<sub>2</sub>-Phase mit der C32-Struktur auf. Eine „flockenförmige“ Morphologie der TiB<sub>2</sub>-Phase lässt sich dabei nach der Arbeit von Hyman et al. (1991) eindeutig auf eine sekundäre Bildung des Borids in interdendritischen Bereichen zurückführen.



**Abb. 4.2.32** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Ein mit EDX an der Legierung Ti-45Al-5Nb-1B aufgenommenes Konzentrationsprofil zeigte nur geringe Schwankungen des Al-Gehalts um die Nominalkonzentration, ähnlich wie für die Legierung Ti-45Al-5Nb beobachtet (Abb. 4.2.21). Daraus wird wieder auf eine nahezu vollständige Erstarrung über die  $\beta$ -Phase geschlossen. Der Erstarrungspfad der B-haltigen Legierungen auf der Basis Ti-45Al gleicht demnach bis auf die Bildung der Boride der ternären Legierung Ti-45Al-5Nb.

Die beiden B-haltigen Legierungsknöpfe auf der Basis Ti-46,5Al zeigten ein prinzipiell ähnliches, allerdings gröberes Gefüge (Abb. 4.2.33). Ein signifikanter Unterschied im Gefüge der beiden Knöpfe konnte nicht festgestellt werden. In den Gefügaufnahmen dieser Legierungen ist deutlich zu erkennen, dass die Boride vorwiegend in interdendritischen Bereichen auftreten und demnach vermutlich beim Erstarren erst sekundär gebildet werden. Dies ist ein wichtiger Hinweis hinsichtlich der kornfeinenden Wirkung eines B-Legierungszusatzes, da in diesem Fall die kornfeinende Wirkung nicht auf eine Keimbildung an vorhandenen Borid-Partikeln zurückgehen kann. Darauf soll in der Diskussion noch eingegangen werden.



**Abb. 4.2.33** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B. a) B aus Ti-TiB<sub>2</sub>-Pulvermischung, b) B aus Al-4 m.%B-Vorlegierung. Der Boden des Legierungsknopfes liegt parallel zur Unterkante der Aufnahmen.

Als wesentliches Ergebnis der Untersuchungen zum Einfluss des Legierungselementes B auf das Erstarrungsgefüge sei festgehalten, dass die Zugabe von B zu Legierungen auf der Basis Ti-45Al-5Nb schon bei einem Gehalt von 0,2 at.% einen ausgeprägten kornfeinenden Effekt besitzt. Dabei wird eine gleichmäßige Kornfeinung über die ganzen Legierungsknöpfe beobachtet. Wie bei allen Legierungen auf der Basis Ti-45Al sind die Gefüge globular und arm an Seigerungen. Für Legierungen auf der Basis Ti-46,5Al kann eine kornfeinende Wirkung aus den Ergebnissen dieser Arbeit nicht geschlossen werden, für eine sehr ähnliche Zusammensetzung wurde jedoch in der Literatur eine Reduktion der Lamellenkoloniegröße um einen Faktor 3 festgestellt (Wagner et al., 1995).

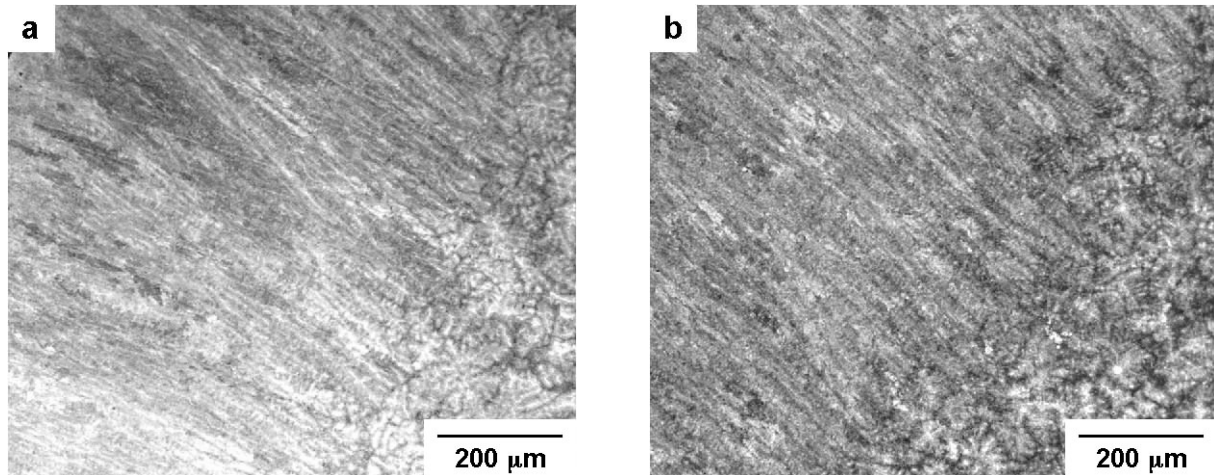
### 4.2.3. Abgüsse

Neben den Lichtbogenknöpfen wurden in dieser Arbeit das Erstarrungsgefüge und die Zugeigenschaften einer Reihe von Gussproben untersucht, die durch Schwerkraftguss oder Schleuderguss in Metallkokillen abgegossen worden waren. Die Kokillen waren dabei zum Teil vor dem Abgießen geheizt worden (s. Abschn. 3.1.2.). Für die Gießversuche waren Legierungen ausgewählt worden, die aufgrund der Untersuchungen an Lichtbogenknöpfen interessant erschienen bzw. solche, die als Gusslegierung (Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B, Wagner et al., 1995) oder als Legierung für Umformrouten entwickelt worden sind (Ti-45Al-8Nb-0,2C, Appel et al., 1999).

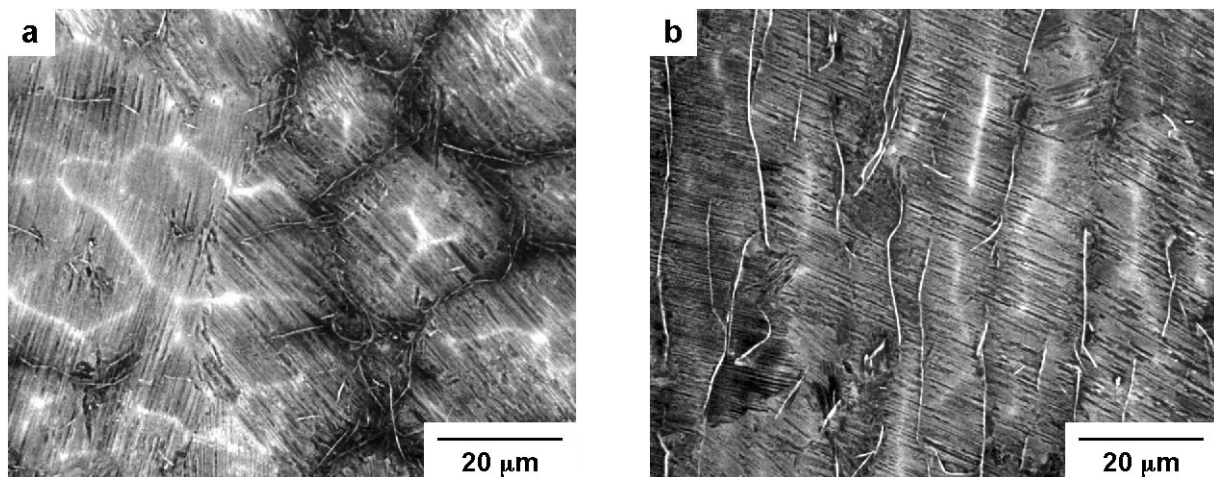
Im Zustand nach dem Abgießen in kalte Kokillen zeigten die Legierungen Ti-45Al-5Nb-0,5B und Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C ähnliche Gefüge. Am Rand der zylindrischen Proben findet man eine ca. 1 mm breite Zone, die ein ausgeprägt kolumnares Gefüge aufweist (Abb. 4.2.34), während im Innern der Proben ein globular-dendritisches Gefüge beobachtet wird (Abb. 4.2.34, Abb. 4.2.35 a). Dabei zeigt der kolumnare Bereich hell abgebildete, langgestreckte Kerne in den Säulenkörnern und keine Anzeichen für Dendriten-Seitenarme (Abb. 4.2.35 b). Beide Legierungen sind demnach außen zellular-dendritisch erstarrt. Zwischen den Säulenkörnern beobachtet man ebenfalls langgestreckte, parallel liegende Borid-Teilchen, die sich offensichtlich in schmalen interdendritischen Zonen gebildet haben. Ein Konzentrationsprofil, das in dieser Zone von der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B aufgenommen wurde, zeigt geringe Schwankungen der Al-Konzentration zwischen 45 und 48 at.% Al, wobei die mittlere Konzentration in diesem Bereich bei 46,5 at.% liegt (Abb. 4.2.36 b). Daraus lässt sich



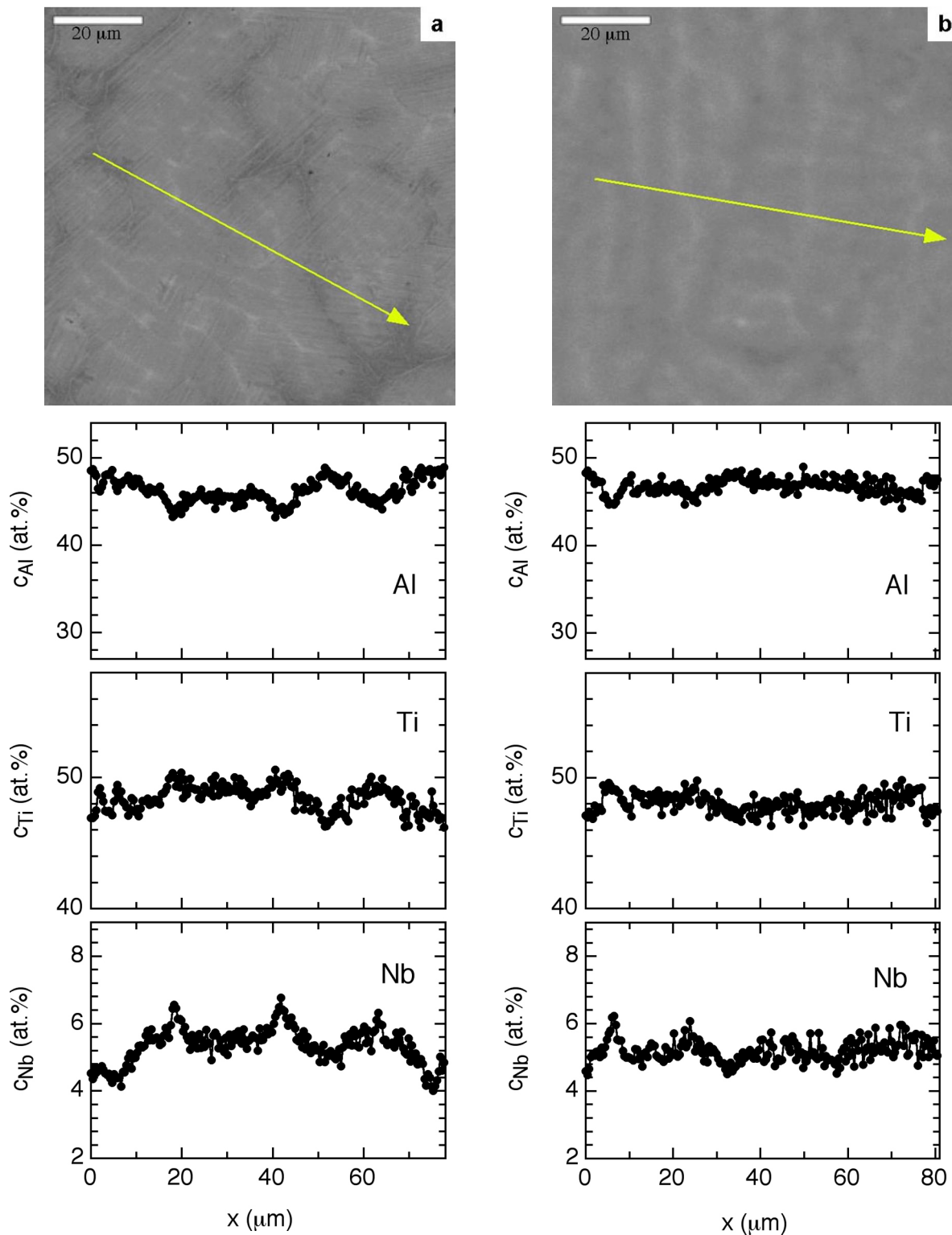
schließen, dass die Legierung weitgehend über die  $\beta$ -Phase erstarrt ist, in der Restschmelze sich allerdings teilweise die  $\alpha$ -Phase gebildet hat. Im Innern der Probe sind die Konzentrationsschwankungen deutlicher ausgeprägt, sie bewegen sich aber in denselben Grenzen (Abb. 4.2.36 a). Insgesamt bleiben für beide Legierungen ein scharfer Übergang von einer kolumnaren zu einer globularen Erstarrungszone sowie insgesamt relativ feine Erstarrungsgefüge festzuhalten.



**Abb. 4.2.34** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierungen a) Ti-45Al-5Nb-0,5B, b) Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C (beide in kalte Kokille abgegossen). Der Probenrand befindet sich links oben im Bild.

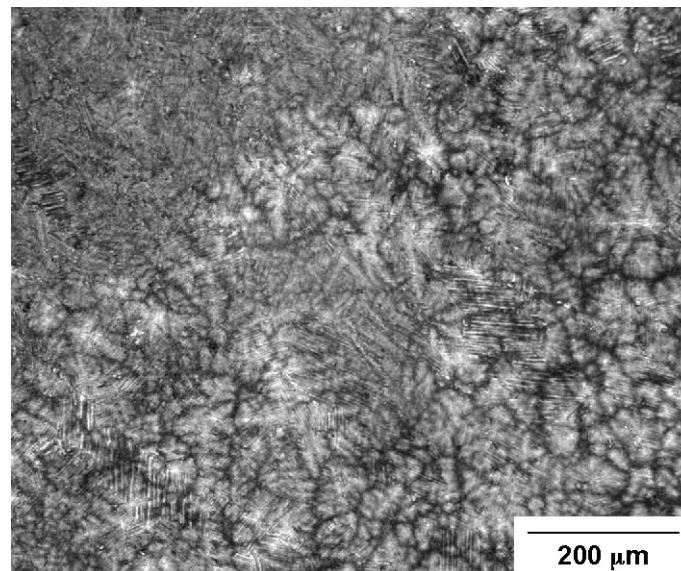


**Abb. 4.2.35** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B (in kalte Kokille abgegossen). a) Mittlerer Bereich des runden Querschnitts, b) schneller abgekühlter Randbereich.

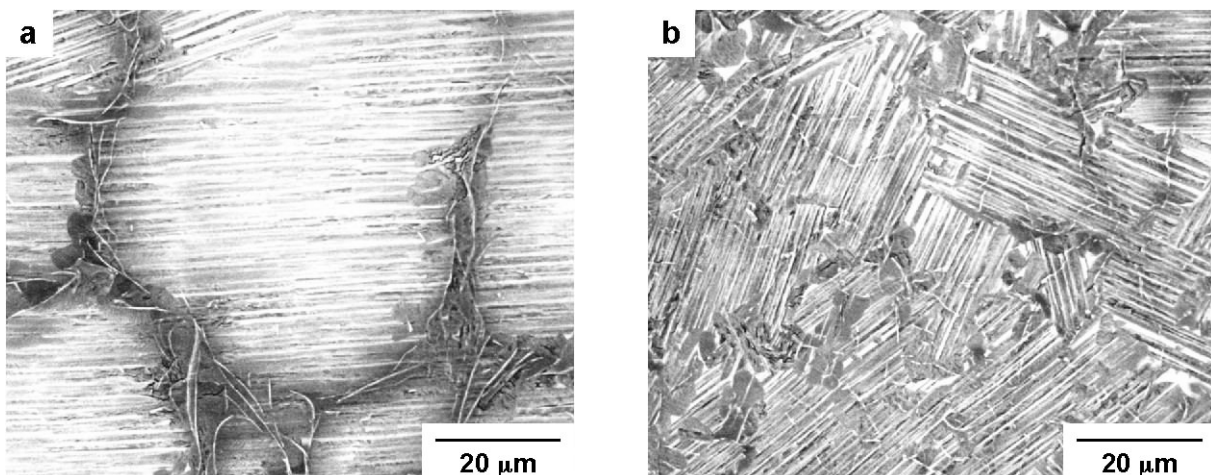


**Abb. 4.2.36** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B (in kalte Kokille abgegossen). a) Mittlerer Bereich, b) schneller abgekühlter Randbereich. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde.

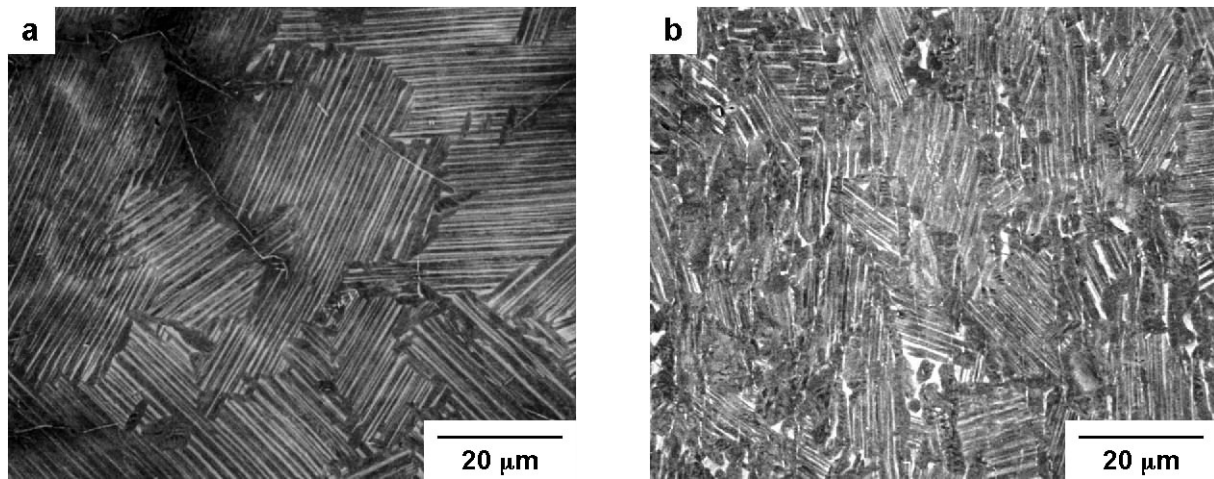
Nach dem Abgießen in Kokillen, die auf 1200 °C vorgeheizt worden waren, wird für beide Legierungen außen eine seigerungsfreie Zone aus kleinen, globularen Lamellenkolonien beobachtet (Abb. 4.2.37 – Abb. 4.2.39), während innen das Gefüge demjenigen der in kalte Kokillen gegossenen Proben gleicht (Abb. 4.2.37 – Abb. 4.2.39). Die in den äußeren Bereichen gemessenen Konzentrationsprofile zeigen, dass beide Legierungen hier segregationsfrei über die  $\beta$ -Phase erstarrt sind (Abb. 4.2.40 b, Abb. 4.2.41 b). Entsprechende Untersuchungen, die weiter innen durchgeführt wurden, ergeben hier wieder die Erstarrung der sekundären  $\alpha$ -Phase in interdendritischen Bereichen (Abb. 4.2.40 a, Abb. 4.2.41 a).



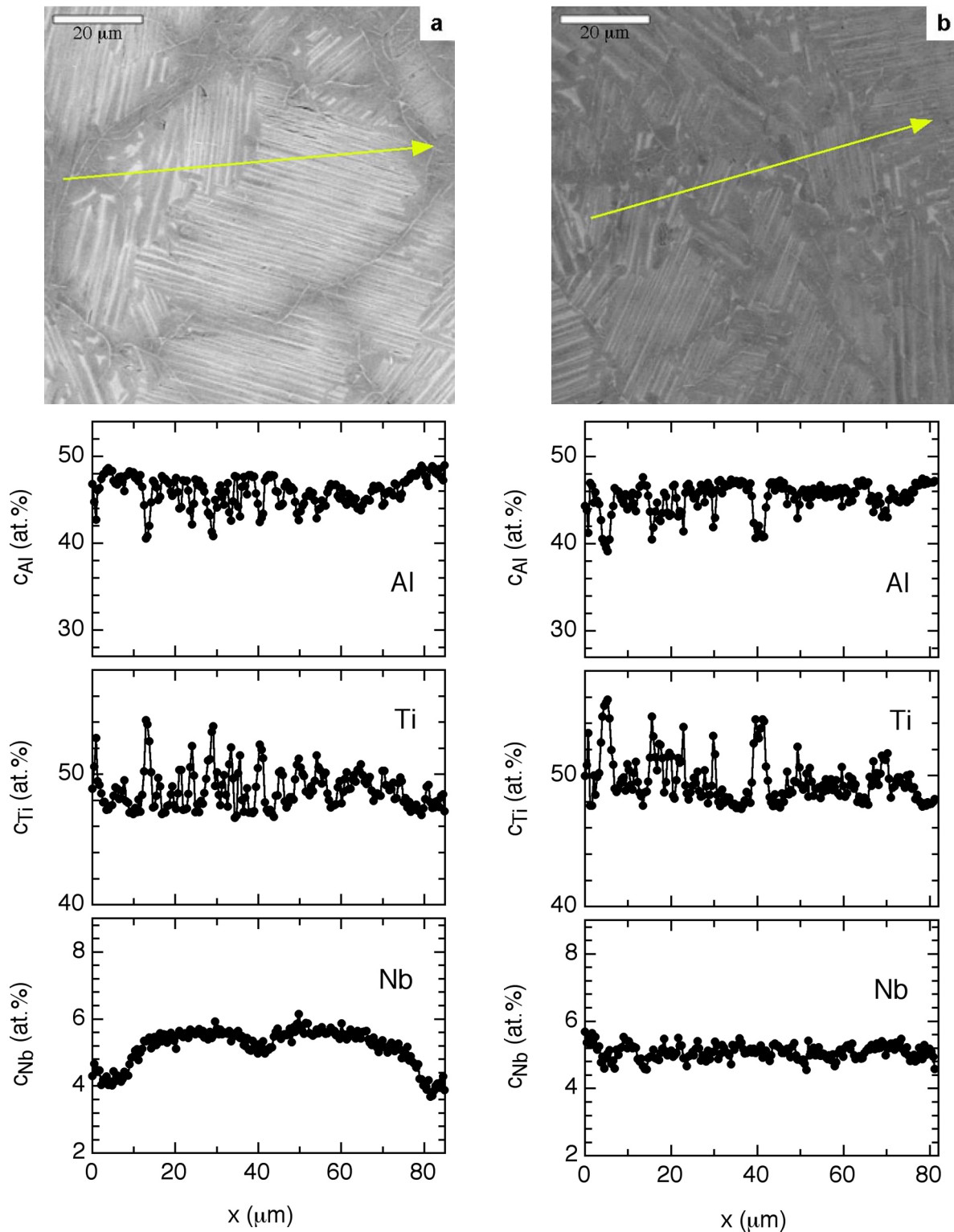
**Abb. 4.2.37** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B (Kokille auf 1200 °C vorgeheizt). Der Probenrand befindet sich links oben im Bild.



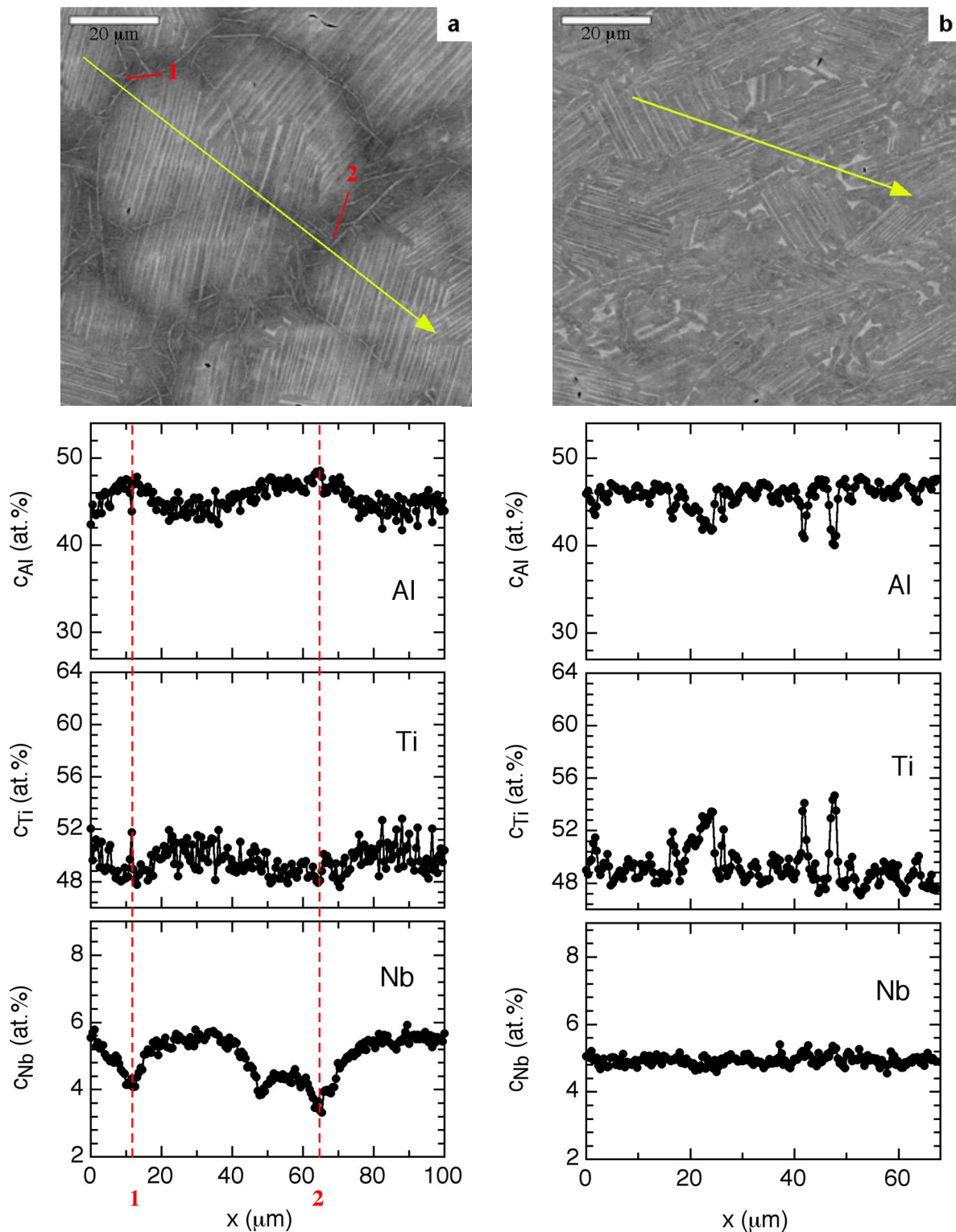
**Abb. 4.2.38** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B (Kokille auf 1200 °C vorgeheizt). a) Mittlerer Bereich des runden Querschnitts, b) Randbereich.



**Abb. 4.2.39** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildungen der Legierung Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C (Kokille auf 1200 °C vorgeheizt). a) Mittlerer Bereich des runden Querschnitts, b) Randbereich.



**Abb. 4.2.40** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-45Al-5Nb-0,5B (Kokille auf 1200 °C vorgeheizt). a) Mittlerer Bereich, b) Randbereich. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde.

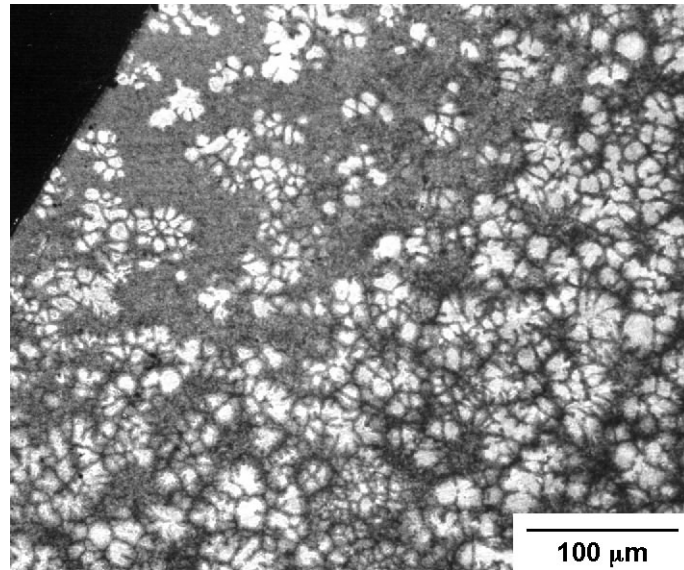


**Abb. 4.2.41** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C (Kokille auf 1200 °C vorgeheizt). a) Mittlerer Bereich, b) Randbereich. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde. 1 und 2 kennzeichnen die interdendritischen Bereiche.

Zusammenfassend sei hier auf drei Ergebnisse hingewiesen. Entgegen den Erwartungen sind die hier untersuchten Abgüsse der Legierungen mit der Sollzusammensetzung 45 at.% nicht vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrt. Dies lässt sich weit gehend mit der tatsächlich in diesen

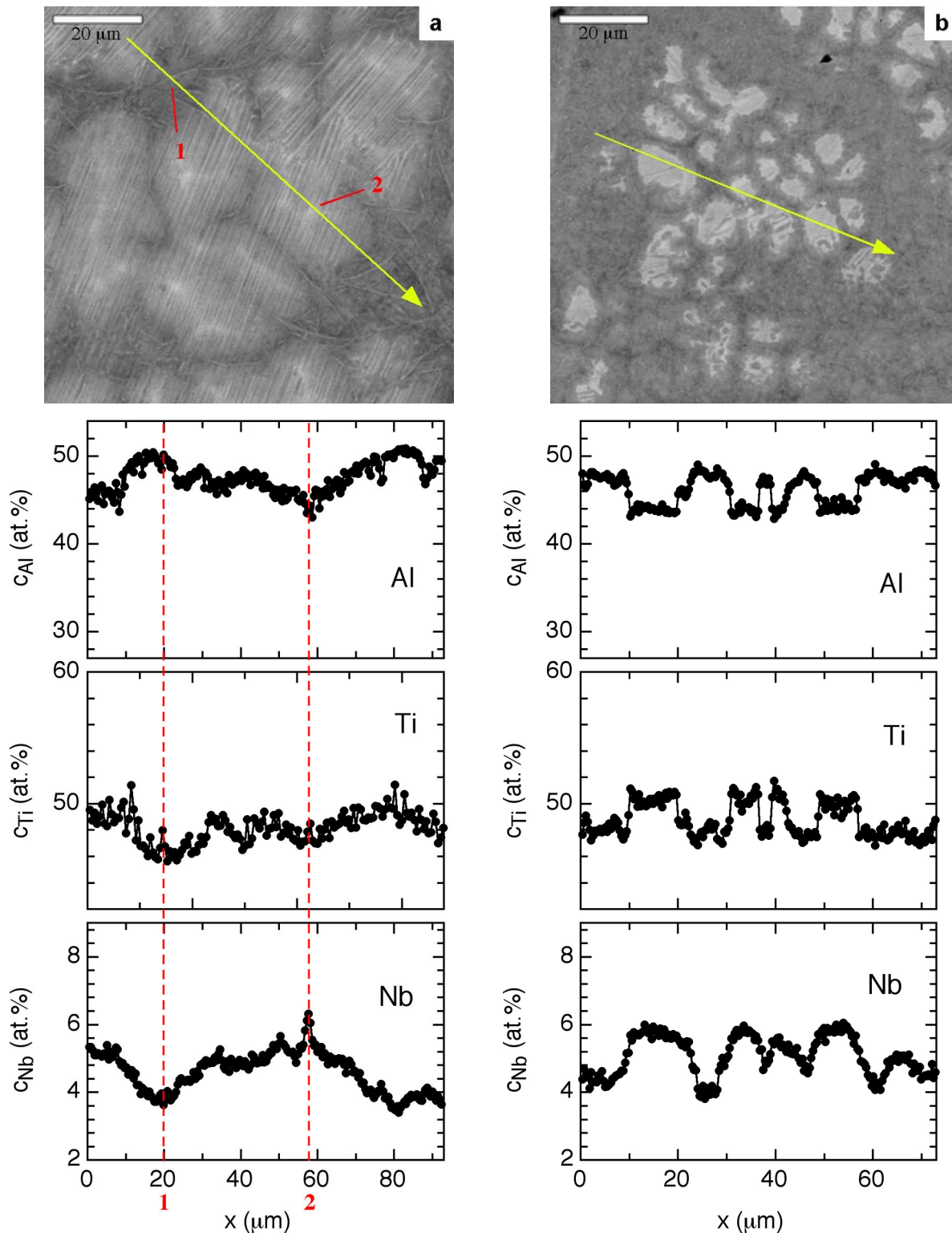
Legierungen vorliegenden Zusammensetzung erklären. Wie Tab. 3.1.1 zeigt, haben EDX-Messungen über makroskopische Probenbereiche für diese beiden Legierungen mittlere Al-Gehalte von 45,5 und 46,6 at.% ergeben. Nimmt man den in Abschn. 4.2.2. diskutierten Grenzgehalt in der Al-Konzentration von 46,25 at.% Al für vollständige Erstarrung über die  $\beta$ -Phase bei Legierungen mit einem Nb-Gehalt von 5 at.%, so ist dieses Ergebnis leicht zu verstehen, berücksichtigt man die Genauigkeit der EDX-Messungen für den Absolutgehalt von Al (0,24 at.%, s. Abschn. 3.4.) und die Tatsache, dass auch der Grenzgehalt an Al durch das Legieren mit B verschoben sein kann. Weiterhin sei auf den Übergang von einer kolumnaren zu einer gleichachsigen Zone beim Abguss in kalte Kokillen hingewiesen, der auch an Legierungsknöpfen für Al-Gehalte  $> 46$  at.% festgestellt wurde. Abschließend sei erwähnt, dass in diesen noch vorwiegend über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen über den gesamten Querschnitt der Gusszylinder recht feine Koloniegrößen im Bereich 20 – 150  $\mu\text{m}$  gefunden wurden, die hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften attraktiv erscheinen.

Aus Gründen, die in Abschn. 4.5. näher ausgeführt werden, wurden an den Gussproben mit höherem Al-Gehalt nur für die Legierung Ti-47Al-5Nb-0,5B detaillierte Gefügeuntersuchungen durchgeführt. Im Gegensatz zu den Gussproben, die 45 at.% Al enthielten, waren die Gusslegierungen mit höherem Al-Gehalt in einer Schleudergussanlage in metallische Kokillen gegossen worden. Wie in Abschn. 4.5. gleichfalls dargestellt wird, ist zu vermuten, dass dabei deutlich unterschiedliche Gießparameter im Vergleich zum Schwerkraftguss angewendet wurden. Dies spiegelt sich auch im Gefüge der Legierung Ti-47Al-5Nb-0,5B wider. Wie Abb. 4.2.42 zeigt, ist diese Legierung nach dem Schleuderguss globular-dendritisch über den ganzen Querschnitt erstarrt, wobei überraschenderweise die Dichte der Dendriten zum Rand der Probe hin abnimmt, während der Anteil der sekundär erstarrenden Phase hier zunimmt. Da Legierungsknöpfe ähnlicher Legierungszusammensetzungen (vgl. Abschn. 4.2.2.) am Knopfboden kolumnar und an der Knopfoberseite globular-dendritisch erstarrt sind, ist zu vermuten, dass die Erstarrung beim Schleuderguss relativ langsam erfolgt ist, wie dies bei den Legierungsknöpfen an der Oberseite der Fall ist. Bei gut wärmeisolierten Kokillen erstarrt eine Schmelze vom Innern der Gussprobe zum Rand und die Erstarrungswärme wird in diesem Fall über die Schmelze abgeführt (Flemings, 1974, Kurz, Fisher, 1984). Am Rand der Gussprobe nimmt dabei der Temperaturgradient im Verlauf der Erstarrung ab, die Schmelze erstarrt dort am langsamsten. EDX-Konzentrationsprofile, die hier über einige Dendriten aufgenommen wurden, bestätigen dieses Bild. Wie Abb. 4.2.43 b zu entnehmen ist, weisen die Dendriten ungefähr 44 at.% Al und 4,5 at.% Nb auf und zeigen einen scharfen Konzentrationssprung beim Übergang zur ehemaligen Restschmelze, die sich mit ca. 48 at.% Al und 6 at.% Nb leicht gegenüber der Nominalzusammensetzung angereichert hat. Dieses Ergebnis lässt sich so deuten, dass Dendriten der  $\beta$ -Phase lange im Kontakt mit der Restschmelze standen, die sich dabei homogen auf die genannte Zusammensetzung angereichert hat, welche der peritektischen Zusammensetzung entspricht. Im Vergleich zu dem hier beschriebenen Konzentrationsprofil vom Rand der Probe zeigten z.B. die Legierungsknöpfe Ti-48Al (Abb. 4.2.10), Ti-47Al-5Nb (Abb. 4.2.28), und Ti-47Al-2Mo (Abb. 4.2.29) sehr viel langwelligere Konzentrationsfluktuationen mit größerer Amplitude, die auf die Segregation bei der sukzessiven Bildung der  $\beta$ - und  $\alpha$ -Phase zurückgeführt wurden (Abschn. 4.2.1. und Abschn. 4.2.2.). Ähnliche Konzentrationsverläufe sind auch im Innern der Schleudergussprobe zu beobachten (Abb. 4.2.43 a). Unklar bleibt bei dieser Deutung der Erstarrungsvorgänge in der untersuchten Schleudergussprobe jedoch, warum die Erstarrung trotz der Verwendung metallischer Kokillen sehr langsam verlief. Da für die Schleudergussproben praktisch keine Informationen über den Gießprozess vorlagen, kann der Erstarrungsprozess nicht näher beschrieben werden.



**Abb. 4.2.42** Im Rasterelektronenmikroskop mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommene Gefügeabbildung der Legierung Ti-47Al-5Nb-0,5B (im Schleuderguss abgegossen). Der Probenrand befindet sich links oben im Bild.



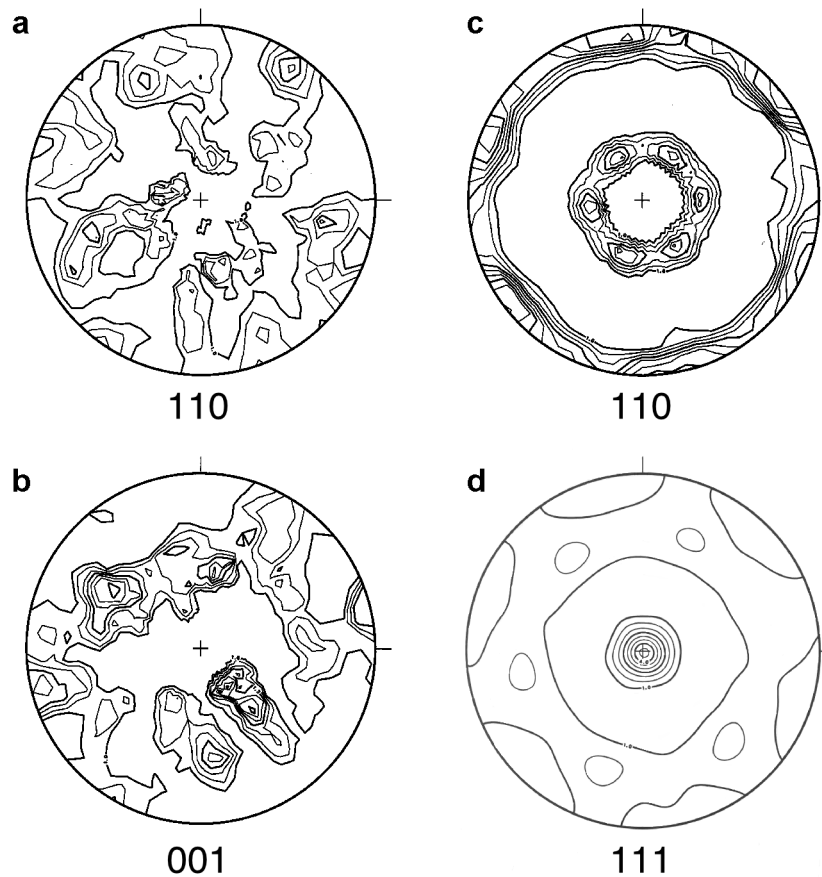


**Abb. 4.2.43** Ergebnisse quantitativer EDX-Untersuchungen an der Legierung Ti-47Al-5Nb-0,5B (im Schleuderguss abgegossen). a) Mittlerer Bereich, b) Randbereich. Gezeigt wird jeweils ein mittels rückgestreuter Elektronen aufgenommenes Gefügebild mit der Linie, längs der das zugehörige Konzentrationsprofil erhalten wurde. 1 kennzeichnet den interdendritischen Bereich, 2 den Dendritenkern.

### **4.3. Texturuntersuchungen**

Die Gefügeuntersuchungen an binären Legierungen in Abschn. 4.2.1. zeigten einen deutlichen Unterschied zwischen Legierungen mit Al-Konzentrationen  $\leq 45$  at.%, die vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarren, und Legierungen mit höheren Al-Gehalten, die peritektisch erstarren. An ersteren wurden über die ganzen Legierungsknöpfe globulare Gefüge ohne Vorzugsrichtung beobachtet, während letztere teilweise Stängelkristalle zeigten, die entgegengesetzt zur Wärmeflussrichtung gewachsen waren. Da dieser Unterschied in der Gefügemorphologie sich auch in unterschiedlichen Texturen der Proben auswirken sollte, wurden an Legierungsknöpfen der Zusammensetzungen Ti-45Al und Ti-48Al Texturuntersuchungen durchgeführt. Da wie in Abschn. 4.2.1. schon beschrieben, die Festkörperumwandlungen in den betrachteten Legierungen kristallographischen Orientierungsbeziehungen unterliegen, sollte sich in einer an der Majoritätsphase  $\gamma$ (TiAl) gemessenen Textur die Textur der bei der Erstarrung gebildeten  $\beta$ - und  $\alpha$ -Phase widerspiegeln. Dabei erschien die am Institut zur Verfügung stehende Möglichkeit, die Textur mit Neutronenstreuung zu ermitteln, besonders attraktiv, da dies die Erfassung der globalen Textur nahezu des gesamten Legierungsknopfes ermöglichte, und damit z.B. Unterschiede im Anteil kolumnarer Gefügebestandteile sichtbar werden sollten.

Auf die Messbedingungen und die Auswertung der Texturbestimmungen, die in der Gruppe von Prof. Dr. H.-G. Brokmeier durchgeführt wurden, ist schon in Abschn. 3.6. eingegangen worden. Bei den Proben handelte es sich um Zylinder eines Durchmessers von 1 cm, die zentrisch aus den Legierungsknöpfen geschnitten worden waren und die volle Höhe der Knöpfe aufwiesen. Abb. 4.3.1 zeigt nun jeweils an der  $\gamma$ -Phase gemessene Polfiguren von beiden untersuchten Legierungen, wobei die Projektionsfläche der Polfiguren parallel zum Knopfboden liegt. Die (111)-Polfigur der  $\gamma$ -Phase kann mit Neutronenstreuung nicht gemessen werden (die Streulängen der Ti- und Al-Atome sind dem Betrag nach fast gleich, aber besitzen unterschiedliches Vorzeichen). Daher wurde die in Abb. 4.3.1 d gezeigte Polfigur aus gemessenen Polfiguren berechnet. Wie aus Abb. 4.3.1 ersichtlich ist, wird für die Legierung Ti-45Al keine statistisch signifikante Textur gefunden, die maximal gemessene Poldichte beträgt für diese Legierung 1,6 im Vergleich mit einer Zufallsverteilung an Orientierungen. Demgegenüber weist die Legierung Ti-48Al eine ausgeprägte Textur der  $\gamma$ -Phase auf. Wie die Polfiguren zeigen, sind in dieser Legierung  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen senkrecht und  $\langle 111 \rangle$ -Richtungen parallel zur Symmetrieachse des Legierungsknopfes ausgerichtet. Die  $\langle 111 \rangle$ -Polfigur dieser Legierung lässt weiterhin eine schwache sechsfache Symmetrie um die Rotationsachse des Legierungsknopfes erkennen. Die beobachtete Textur entspricht jener, die gewöhnlich für  $\gamma$ -Titanaluminid-Gusslegierungen gefunden wird (McCullough et al., 1989, Johnson et al., 1998, DeGraef et al., 1999, Yamaguchi et al., 2000) und kann durch das Wachstum von  $\alpha$ -Kristalliten parallel zur Wärmeflussrichtung erklärt werden. Zwar wird im Allgemeinen für hexagonale Metalle Dendritenwachstum in  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ -Richtung gefunden (Chalmers, 1964), in seltenen Fällen tritt jedoch auch eine [0001]-Orientierung der Dendriten auf (Minkoff, 1986). Zusammenfassend bestätigen die Texturuntersuchungen damit sowohl die unterschiedlichen Erstarrungspfade als auch den Wechsel von einem weitgehend texturfreien, globularen Erstarrungsgefüge für Ti-45Al zu einem kolumnaren Gefüge für die Legierung Ti-48Al. Bemerkenswert ist allerdings, dass beide Legierungen primär über die  $\beta$ -Phase erstarren, wie die analytischen Untersuchungen klar ergeben haben, und demnach im Fall peritektischer Legierungen die sekundäre Phase die Textur und das Gefüge bestimmt. Diese Beobachtung wird noch in der Diskussion näher betrachtet werden.

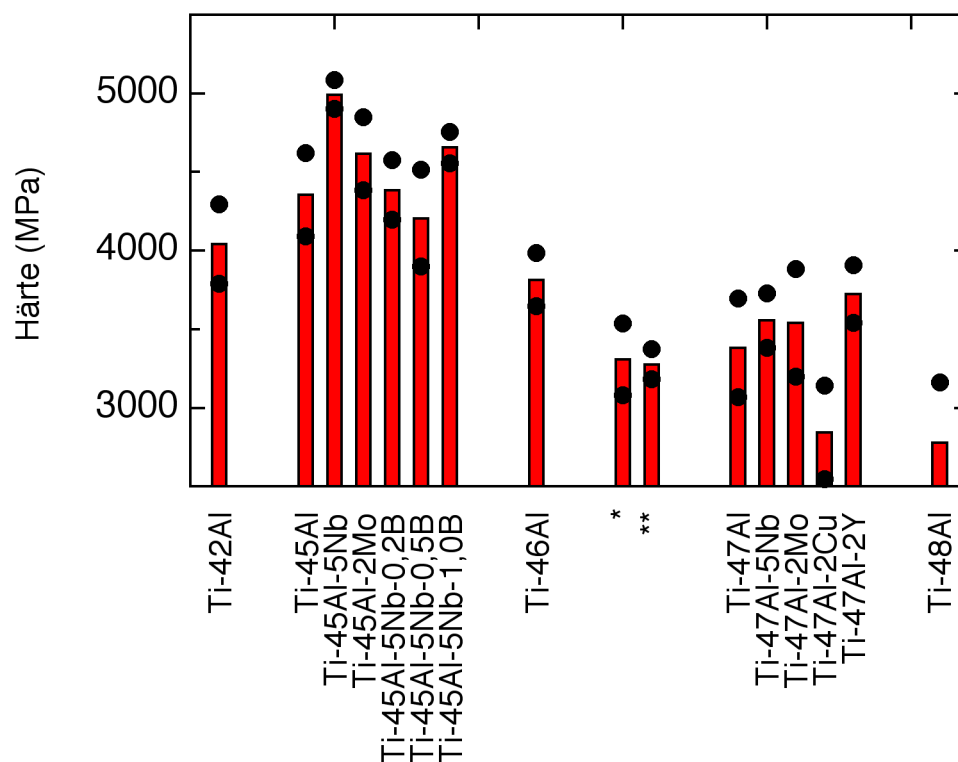


**Abb. 4.3.1** Gemessene Polfiguren der  $\gamma$ -Phase zweier Legierungsknöpfe (a – c) bzw. aus gemessenen Polfiguren berechnete Polfigur (d). Die Projektionsfläche liegt jeweils parallel zum Knopfboden und senkrecht zur Symmetrieachse der Legierungsknöpfe. (a, b): Ti-45Al, (c, d): Ti-48Al.

#### **4.4. Härtemessungen**

Die Legierungsknöpfe waren zu klein, um daraus Zugproben zu fertigen. Daher war es nicht möglich, die mechanischen Eigenschaften durch Zugversuche zu charakterisieren. Um dennoch einen qualitativen Eindruck des Einflusses der Legierungszusammensetzung auf die Festigkeit zu bekommen, wurden Härtemessungen an den Legierungsknöpfen im Gusszustand durchgeführt. Dazu wurde mit einem registrierenden Härteprüfer (Vickers-Eindringkörper) die so genannte Universalhärte an mechanisch polierten Scheiben aus allen Legierungsknöpfen ermittelt. Diese Scheiben waren so aus den Knöpfen geschnitten worden, dass sie die Symmetrieachse der Knöpfe enthielten. An jeder Probe wurden 10 Härtemessungen durchgeführt, wobei die Eindrücke in die untere Knopfhälfte nahe der Symmetrieachse gelegt wurden. Das Ergebnis aller Härtemessungen ist in Abb. 4.4.1 dargestellt. Es zeigt sich, dass der Al-Gehalt einen deutlichen Einfluss auf die Härte hat, während das Legierungselement Nb möglicherweise einen geringen Einfluss besitzt. Jedoch wird kein signifikanter Einfluss der weiteren Legierungselemente gefunden. Aus der Literatur ist bekannt, dass Streckgrenze und Festigkeit von  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen mit abnehmendem Al-Gehalt im Bereich von ca. 49 bis 44 at.% deutlich zunehmen (Huang, 1993, Kim, 1994, Kim, Dimiduk, 1997, Appel, Oehring, 2002), in Übereinstimmung mit den hier erhaltenen Härtemessungen. Diese Abhängigkeit kann zum einen mit der Zunahme des Volumenanteils der  $\alpha_2$ -Phase bei

abnehmendem Al-Gehalt erklärt werden. Aus Untersuchungen an  $\alpha_2$ -Einkristallen ist bekannt, dass diese Phase eine starke plastische Anisotropie und sehr hohe Fließspannungen für bestimmte Orientierungen aufweist (Umakoshi et al., 1993). Weiterhin kann auch angenommen werden, dass mit abnehmendem Al-Gehalt die mittlere Lamellendicke in den weitgehend lamellaren Gefügen abnimmt, diese ist hinsichtlich der Festigkeit der entscheidende Gefügeparameter lamellarer Titanaluminid-Legierungen (Dimiduk et al., 1998). Dies folgt aus der reduzierten Umwandlungstemperatur der  $\alpha \rightarrow \gamma$ -Umwandlung, die ein langsames Wachstum der  $\gamma$ -Lamellen zur Folge haben sollte. Insgesamt bestätigt sich in den Härtemessungen im Hinblick auf den Al-Gehalt der Legierungen auch für den in der Literatur wenig untersuchten Gusszustand also ein gut bekannter Zusammenhang. In Bezug auf den Einfluss der weiteren Legierungselemente lässt sich wegen der großen Streuung der Messwerte nur aussagen, dass ein ähnlich großer Einfluss wie für den Al-Gehalt auszuschließen ist.



**Abb. 4.4.1** Ergebnis der Härteprüfungen an verschiedenen Legierungen (in Knopfform hergestellt; \*: Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B, B aus Vorlegierung; \*\*: Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B, B aus Pulvermischung). Die ermittelten Standardabweichungen sind durch Punkte gekennzeichnet.

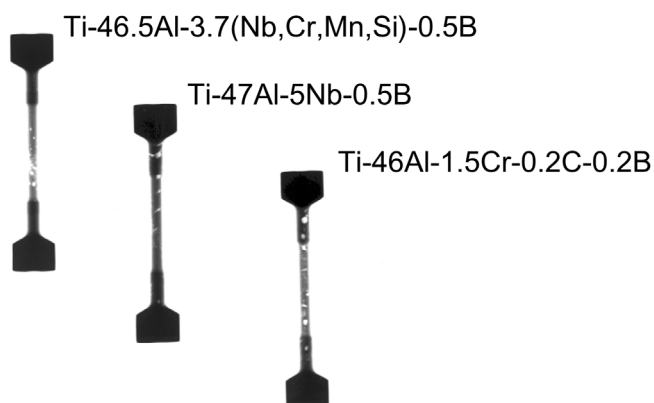
## 4.5. Röntgendurchstrahlung und Zugversuche an Gussproben

Basierend auf den Gefügeuntersuchungen wurden einige Legierungen für Abgüsse ausgewählt, um daran Zugversuche durchführen zu können. Die Legierungsauswahl ist schon in Abschn. 4.2.3. erörtert worden, im Wesentlichen handelte es sich um eine Gruppe von Legierungen auf der Basis Ti-45Al und um Legierungen mit 46 – 47 at.% Al. Für die Gießversuche wurde eine Schleudergussanlage (Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B,

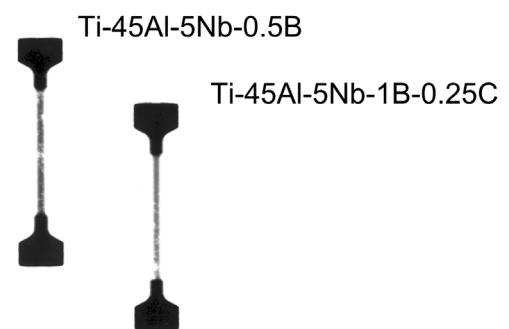
Ti-47Al-5Nb-0,5B und Ti-46Al-1,5Cr-0,2C-0,2B) bzw. Schwerkraftguss (Ti-45Al-5Nb-0,5B, Ti-45Al-5Nb-1B-0,2C und Ti-45Al-8Nb-0,2C) eingesetzt, wobei zylindrische Gussproben einer Länge von ca. 12 cm und eines Durchmessers von 1 cm hergestellt wurden. Aus diesen Gusszylindern wurden dann je zwei Zugproben (Länge 51 mm, Messbereichslänge 25 mm, Durchmesser im Messbereich 3,5 mm) hergestellt.

Da die Zugeigenschaften nicht nur von Legierungszusammensetzung und Gefüge, sondern entscheidend auch von Gussdefekten wie Heißrissen und Poren abhängen, wurden alle Gusszylinder wie auch alle Zugproben mit Röntgendurchstrahlung untersucht. Es zeigte sich, dass die mit der Schleudergussanlage hergestellten Proben eine hohe Dichte z.T. sehr großer Poren enthielten. An den aus diesen Abgüssen hergestellten Zugproben konnten im Bereich der Messlänge die makroskopischen Poren teilweise mit bloßem Auge beobachtet werden. Dagegen war die Porosität der durch Schwerkraftguss hergestellten Abgüsse nach dem Abguss in kalte Kokillen geringfügig und nach dem Abguss in geheizte Kokillen deutlich geringer, obwohl auch an den letzteren Abgüssen noch deutlich sichtbare Porosität festzustellen war. Allerdings konnten von diesen Abgüssen eine größere Zahl weitgehend porenfreier Zugproben hergestellt werden. Dieses Ergebnis weist darauf hin, dass die Gussporosität wesentlich von den Gießbedingungen abhängig ist. Abb. 4.5.1 zeigt beispielhaft Röntgendurchstrahlungsaufnahmen je einer Zugprobe verschiedener Legierungen.

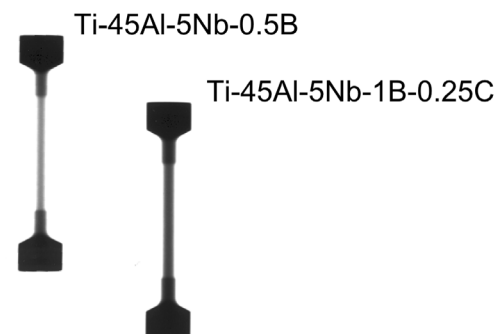
#### Schleuderguss



#### Schwerkraftguss, kalte Kokille



#### Schwerkraftguss, Kokille 1200 °C



**Abb. 4.5.1** Röntgendurchstrahlungsaufnahmen von Zugproben verschiedener gegossener Legierungen.

Das Auftreten von Gussporosität ist in  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen ein häufig beobachtetes Phänomen. In mehreren Arbeiten zur Entwicklung von Gusslegierungen wurde festgestellt, dass die hohe Gussporosität einen anschließenden Verdichtungsprozess (heißisostatisches Pressen, HIP) der Abgüsse erfordert (Austin, Kelly, 1995, Wagner et al., 1995). In dieser Arbeit sollte dagegen in Absprache mit der Fa. GfE Metalle und Materialien in Nürnberg, als Projektpartner und Lieferant der Abgüsse, untersucht werden, ob sich die hergestellten Legierungen auch im Gusszustand für eine Anwendung eignen. Daher wurde auf das Verdichten durch eine HIP-Behandlung bewusst verzichtet.

Die Ergebnisse der Zugversuche sind in Tab. 4.5.1 (nur Mittelwerte) zusammengetragen. Wie erwartet, wurde für keine der Schleudergussproben plastische Verformung im Zugversuch erreicht, vielmehr brachen alle Proben während der elastischen Verformung, zum Teil bei extrem geringen Spannungen (unter 100 MPa). Ein ähnliches Verhalten wurde auch für die durch Schwerkraftguss in kalte Kokillen hergestellten Legierungen Ti-45Al-5Nb-0,5B und Ti-45Al-5Nb-1B-0,2C festgestellt. Ein Teil dieser Abgüsse war noch vor der Zugprobenherstellung einer Wärmebehandlung (8h/1170 °C/Ofenabkühlung) unterzogen worden, die den Zweck hatte, die Festigkeit der Legierung zu reduzieren und damit eventuell die Duktilität zu erhöhen. Auch diese Proben brachen bei ausgesprochen niedrigen Bruchspannungen. Demgegenüber zeigte die durch Schwerkraftguss in kalte Kokillen hergestellte Legierung Ti-45Al-8Nb-0,2C bei Raumtemperatur eine mittlere plastische Bruchdehnung von 0,08% bei einer mittleren Bruchspannung von 493 MPa. Gleichfalls wurde für die in geheizte Kokillen abgegossenen Legierungen Ti-45Al-5Nb-0,5B und Ti-45Al-5Nb-1B-0,2C plastische Bruchdehnungen zwischen 0,1 und 0,3% bei Bruchspannungen im Bereich 630 –670 MPa gemessen.

Aus den Zugversuchen lässt sich zum einen schließen, dass die Zugeigenschaften der untersuchten Abgüsse entscheidend durch den Gießprozess und die vorhandenen Gussdefekte bestimmt sind. Ein Legierungsvergleich anhand der Zugversuchsergebnisse ist daher wenig sinnvoll. Weiterhin zeigte sich, dass für durch Schwerkraftguss hergestellte Legierungen, insbesondere bei der Verwendung geheizter Kokillen, relativ hohe Festigkeiten im Vergleich mit den in der Literatur für Gusslegierungen berichteten Werten im Bereich 350 – 400 MPa erreicht werden, jedoch auch deutlich niedrigere Bruchdehnungen. Es sei allerdings darauf hingewiesen, dass die hier untersuchten Proben keiner HIP-Behandlung unterzogen worden waren und die geringe Duktilität deshalb z.B. auf Porosität zurückgehen kann, die bei der Röntgendurchstrahlung nicht sichtbar war. Für die Legierung Ti-45Al-8Nb-0,2C können die Ergebnisse auch mit stranggepresstem Material verglichen werden, wobei eine mittlere plastische Bruchdehnung von 0,7% und eine Streckgrenze bei 0,2% plastischer Dehnung von 895 MPa gefunden wurde (Paul et al., 2003). Hierbei fällt insbesondere die geringe Streckgrenze des Gussmaterials auf, die möglicherweise auf Gefügeinhomogenitäten zurückzuführen ist. Wie schon festgestellt, lässt sich mit den vorliegenden Ergebnissen noch kein Legierungsvergleich hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften vornehmen. Mögliche Schlussfolgerungen für die Entwicklung von Gusslegierungen sollen im nächsten Kapitel diskutiert werden.

**Tab. 4.5.1** Ergebnisse der Zugversuche an verschiedenen Legierungen, abgegossen in Kokillen unterschiedlicher Temperaturen. Die Legierungen Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B, Ti-47Al-5Nb-0,5B und Ti-46Al-1,5Cr-0,2C-0,2B wurden im Schleuderguss abgegossen, alle anderen im Schwerkraftguss.

Legierung	Versuchstemperatur	Bruchspannung $\sigma_B$ [MPa]	Bruchdehnung $\epsilon_{pl}$ [%]	$\sigma_{0,2}$ [MPa]
Ti-45Al-5Nb-0,5B Kokille 1200 °C	RT	664	0,11	-
Ti-45Al-5Nb-0,5B wärmebehandelt	RT	148	-	-
Ti-45Al-5Nb-0,5B kalte Kokille	RT	225	-	-
Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C Kokille 1200 °C	RT	628	0,29	590
Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C wärmebehandelt	RT	191	-	-
Ti-45Al-5Nb-1B-0,25C kalte Kokille	RT	154	-	-
Ti-46,5Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B	RT	127	-	-
Ti-47Al-5Nb-0,5B	RT	129	-	-
Ti-46Al-1,5Cr-0,2C-0,2B	RT	415	-	-
Ti-45Al-8Nb-0,2C	RT	493	0,08	-
Ti-45Al-8Nb-0,2C	700 °C	502	0,56	408
Ti-45Al-8Nb-0,2C	900 °C	304	> 4,00	298
Ti-45Al-8Nb-0,2C Kokille 800 °C	RT	462	-	-
Ti-45Al-8Nb-0,2C Kokille 900 °C	RT	463	-	-

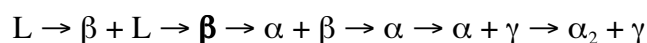
## 5. Diskussion

Ziel dieser Arbeit war es, die Bildung von Erstarrungsgefügen in  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen zu verstehen, deren Zusammensetzung gegenwärtig als relevant für eine Anwendung als Hochtemperaturwerkstoff angesehen wird. Die Legierungen waren dabei unter Bedingungen erstarrt, die denjenigen beim Gießen in kleinere Metallkokillen ähnlich sind. Die Ergebnisse zeigten, dass sich die Erstarrungsgefüge von binären und verschiedenen multikomponentigen Legierungen mit Al-Gehalten  $\leq 45$  at.% wesentlich von solchen mit Al-Konzentrationen  $\geq 46$  at.% Al unterscheiden. Erstere zeigten eine globulare Morphologie, keine signifikante Erstarrungstextur und nur schwach ausgeprägte Mikroseggregation, während letztere kolumnar und ausgeprägt texturiert erstarrten und deutliche Mikroseggregation mit Konzentrationsunterschieden bis zu ungefähr 10 at.% in der Al-Konzentration aufwiesen. Ein entsprechender Wechsel im Erstarrungsgefüge wurde auch schon von McCullough et al. (1989) an binären sowie von Naka et al. (1997), Singh und Banerjee (1997a) sowie Johnson et al. (1998) an verschiedenen multikomponentigen Legierungen beobachtet. Mit EDX-Mikroanalysen konnte in dieser Arbeit gezeigt werden, dass dieser Unterschied auf unterschiedliche Erstarrungspfade zurückzuführen ist. An Legierungen mit Al-Gehalten  $\leq 45$  at.% wurden keine Zusammensetzungen identifiziert, die auf die Bildung der  $\alpha$ - oder  $\gamma$ -Phase während der Erstarrung schließen ließen, wohingegen Legierungen mit Al-Konzentrationen von 46,5 – 48 at.% die Bildung der primären  $\beta$ -Phase mit 45 at.% Al, eine dadurch bewirkte Anreicherung der Schmelze bis ungefähr 49 at.% Al, die Bildung der  $\alpha$ -Phase mit 47 at.% Al sowie die Bildung der  $\gamma$ -Phase aus der zuletzt erstarrenden Schmelze mit bis zu 55 at.% Al zeigen (vgl. Abschn. 4.2.1., Abb. 4.2.4 und Abb. 4.2.10 sowie Abschn. 4.2.2., Abb. 4.2.21 und Abb. 4.2.29). Für binäre Legierungen stimmen diese gemessenen Konzentrationen sehr gut mit neueren, nach der CALPHAD-Methode berechneten Varianten des Ti-Al-Phasendiagramms überein (Abb. 2.2, Okamoto, 1993, sowie z.B. Ohnuma et al., 2000). Erstere Legierungen erstarren demnach vollständig über die  $\beta$ -Phase, während letztere eine oder auch beide peritektische Reaktionen durchlaufen. Diese Schlussfolgerung wird auch durch vielfältige Gefügebeobachtungen unterstützt. Da alle untersuchten Legierungen nach dem Erstarren noch Festkörperumwandlungen durchlaufen und die Gefügebildung dadurch kompliziert wird, sollen nun zunächst - in Abhängigkeit vom Al-Gehalt - verschiedene Umwandlungssequenzen betrachtet werden, bevor dann die unterschiedlichen Erstarrungsprozesse diskutiert werden.

### 5.1. Erstarrungspfade und Festkörperumwandlungen

#### 5.1.1. Legierungen, die vollständig über die $\beta$ -Phase erstarren

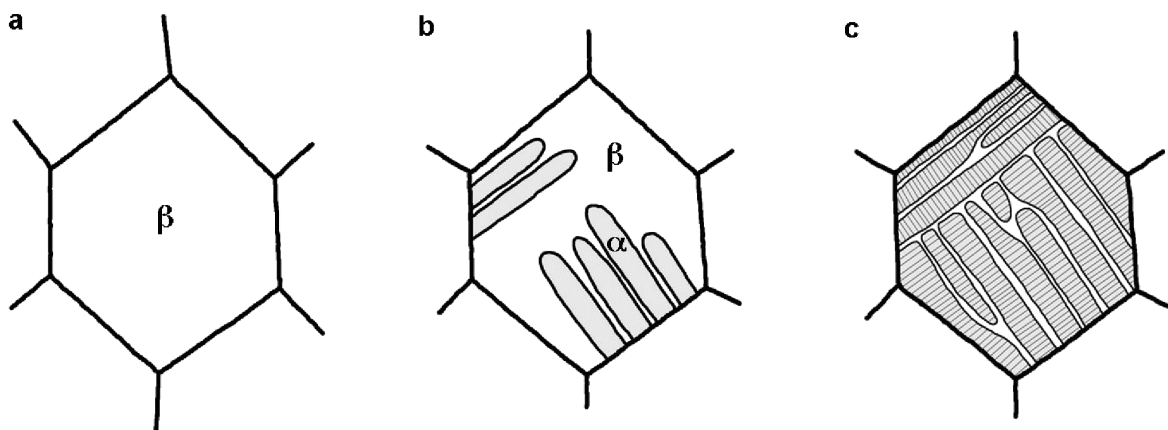
Nach dem in Kap. 2 gezeigten Phasendiagramm von Okamoto (1993) erstarren binäre Ti-Al-Legierungen bis zu einem Al-Gehalt von 44,8 at.% vollständig über die  $\beta$ -Phase. Solche Legierungen durchlaufen also bis zur Abkühlung auf Raumtemperatur die Umwandlungssequenz



Die Gefüge sind dann globular. Ehemalige Körner der  $\beta$ -Phase zeigen die typische Morphologie lamellarer „near- $\alpha$ “-Ti-Legierungen, die dadurch entsteht, dass an den



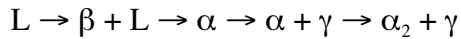
Korngrenzen der  $\beta$ -Phase Platten der  $\alpha$ -Phase mit einer kristallographischen Orientierung entsprechend der Burgers-Beziehung (Abschn. 4.2.1.) gebildet werden, die in die  $\beta$ -Phase wachsen (Abb. 5.1.1) und in einem Korn der  $\beta$ -Phase unterschiedliche Kolonien der  $\alpha$ -Phase bilden (Zwicker, 1974, Flowers, 1990). Die zuletzt umwandelnden Bereiche der  $\beta$ -Phase zwischen den  $\alpha$ -Platten reichern sich entsprechend dem Phasendiagramm in binären Legierungen an Ti sowie in multikomponentigen Legierungen an Nb und Mo an und bilden ein typisches Streifenmuster, das z.B. im Fall der Legierung Ti-45Al-2Mo aus Körnern der B2-Phase besteht (Abschn. 4.2.2.). Die gebildeten Kolonien der  $\alpha$ -Phase wandeln sich in einem späteren Stadium dann in  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellenpakete um. Dabei kann sich aus einer Kolonie der  $\alpha$ -Phase mit einheitlicher Orientierung gemäß der Blackburn-Orientierungsbeziehung nur eine Schar an  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen bilden. Die endgültige Morphologie zeigt also eindeutig, dass die Legierungen ehemals vollständig aus der  $\beta$ -Phase bestanden. Vorzugsrichtungen der  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellen wurden in Übereinstimmung mit den Texturmessungen nicht festgestellt. Bei kolumnarer Erstarrung der  $\beta$ -Phase müssten  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellen jedoch bevorzugt mit Winkeln von  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  und  $90^\circ$  zur Knopfunterseite bei der gewählten Orientierung an der Oberfläche der Schlifffproben erscheinen, da Dendritenwachstum für kubisch-raumzentrierte Phasen in  $\langle 100 \rangle$ -Richtungen erfolgt (Chalmers, 1964), wie für die  $\beta$ -(TiAl)-Phase in Experimenten zur gerichteten Erstarrung bestätigt wurde (Johnson et al., 1997). Dendritenkerne oder andere Anzeichen für Dendriten wurden im Gefüge solcher Legierungen nicht gefunden, die Mikroseggregation ist in diesen Legierungen gering ausgeprägt und zum Teil auf die  $\beta/\alpha$ -Umwandlung zurückzuführen. Allerdings wurden Dendriten an der Oberseite dieser Legierungsknöpfe in Poren beobachtet. Aus den Beobachtungen ist also zu schließen, dass die Erstarrung entweder über eine planare Front ohne konstitutionelle Unterkühlung ablief, wobei sich ein segregationsfreies  $\beta$ -Korngefüge gebildet hat, oder sich Dendriten der  $\beta$ -Phase mit beliebiger Ausrichtung der  $\langle 100 \rangle$ -Wachstumsrichtung zur Wärmeflussrichtung gebildet haben. Letztere müssten dann ebenfalls zu einem texturfreien  $\beta$ -Korngefüge zusammengewachsen sein, wobei allerdings Erstarrungssegregation auftreten sollte. Diesen Fragen soll später noch nachgegangen werden.



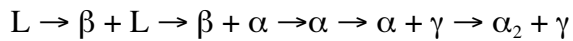
**Abb. 5.1.1** Schematischer Verlauf der Festkörperumwandlungen in vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen. Nach der Bildung eines einphasigen Korngefüges der  $\beta$ -Phase (a) wachsen von den Korngrenzen her Platten der  $\alpha$ -Phase ins  $\beta$ -Korn (b). Dabei können sich unterschiedlich orientierte Kolonien von  $\alpha$ -Platten bilden. Zwischen den sich bildenden  $\alpha$ -Platten reichert sich die  $\beta$ -Phase an Ti und gegebenenfalls weiteren Legierungselementen an. In einem späteren Stadium scheiden sich in den  $\alpha$ -Platten  $\gamma$ -Lamellen aus.

### 5.1.2. Peritektische Legierungen ( $c_{Al} < 49 \text{ at.}\%$ )

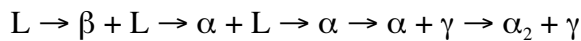
Prinzipiell durchläuft eine Legierung mit genau der peritektischen Zusammensetzung von 47,3 at.% Al (Okamoto, 1993) die folgenden Umwandlungen:



Bei abweichenden Zusammensetzungen treten die Varianten



bzw.



auf, die sich in der Gefügebildung im Prinzip jedoch wenig unterscheiden, da immer  $\beta$  primär aus der Schmelze gebildet wird und nachfolgend  $\alpha$  auf Kosten der  $\beta$ -Phase wächst. Ebenso wie vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende Legierungen durchlaufen auch peritektische Legierungen das Einphasengebiet des  $\alpha$ -Mischkristalls und daher die gleichen nachfolgenden Phasenumwandlungen. Ein entscheidender Unterschied zu den ersteren Legierungen liegt aber darin begründet, dass die  $\alpha$ -Phase aus der Schmelze gebildet wird, und daher sich sowohl in der Kristallorientierung als auch in der Morphologie von der aus der  $\beta$ -Phase gebildeten  $\alpha$ -Phase unterscheidet.

In peritektischen Legierungen kann im Allgemeinen eine Vielzahl von Erstarrungsmorphologien auftreten, die in Abhängigkeit von den Erstarrungsbedingungen zelluläre und dendritische Morphologien sowie verschiedene Formen eines sogenannten „banding“ umfassen können (Biloni, Boettinger, 1996, Kerr, Kurz, 1996, Hunziker et al., 1998, Vandyoussefi et al., 2000, Lo et al., 2003). Da in allen in dieser Arbeit untersuchten peritektischen Legierungen mit Al-Gehalten von mehr als 45 at.% dendritische Strukturen beobachtet wurden, soll die Gefügebildung bei den Festkörperumwandlungen hier für dendritisch erstarrte Legierungen diskutiert werden. Auf die weiteren möglichen Erstarrungsmorphologien soll später eingegangen werden.

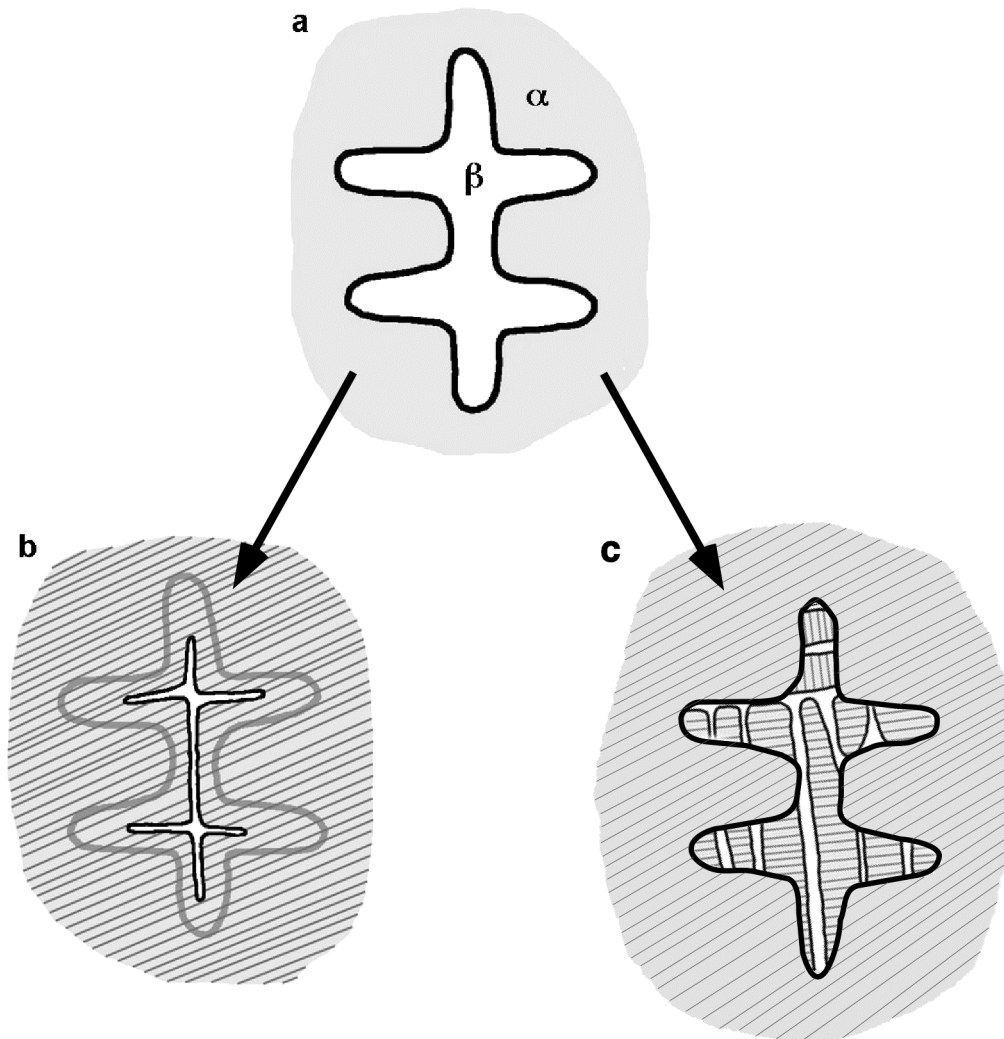
In allen Fällen waren die Gefüge in Legierungsknöpfen peritektischer Legierungen durch Stängelkristalle oder längs der Wärmeflussrichtung ausgerichtete Dendriten im unteren Knopfteil und globulare Dendriten beliebiger Ausrichtung im oberen Knopfteil gekennzeichnet (s. z.B. Abb. 4.2.25). Sowohl die Stängelkristalle als auch die Dendriten wiesen hell abbildende Dendritenkerne auf (Abb. 4.2.7 und Abb. 4.2.25 – Abb. 4.2.27). Zum Teil wurde eine orthogonale Ausrichtung von Dendriten-Seitenarmen beobachtet, die mit der primären Bildung von Dendriten der  $\beta$ -Phase verträglich ist.

Die zunächst erstarrten  $\beta$ -Dendriten können sich nun auf zwei Weisen in das vollständig lamellare Gefüge umwandeln, wie schematisch in Abb. 5.1.2 dargestellt wird. Abb. 5.1.2 a zeigt die primär erstarrten  $\beta$ -Dendriten. Die Dendritenarme dieser kubischen Phase liegen entlang der  $\langle 100 \rangle$ -Richtungen. Die Dendriten werden von der sekundär erstarrten  $\alpha$ -Phase umgeben.

Eine Möglichkeit der Gefügeentwicklung bei weiterem Abkühlverlauf wird in Abb. 5.1.2 b gezeigt. Die schon bestehende  $\alpha$ -Phase wächst in den  $\beta$ -Dendriten hinein und zehrt ihn auf.

Somit wird die kristallographische Richtung des  $\alpha$ -Korns beibehalten, hier durch die Lamellenausrichtung verdeutlicht und die Textur der Legierung wird durch die sekundäre  $\alpha$ -Phase bestimmt. Zur Veranschaulichung ist der ursprüngliche  $\beta$ -Dendrit ebenfalls noch im Bild angedeutet. Bei dieser Variante der  $\beta/\alpha$ -Umwandlung wandelt sich der Dendritenkern zuletzt um und wird daher an Ti sowie gegebenenfalls an weiteren Legierungselementen wie Nb und Mo angereichert. Die Bildung des Dendritenkerns ist in diesem Fall also eine Folge der Festkörperumwandlung und nicht der Segregation bei der Erstarrung. Abb. 4.2.28 zeigt den entsprechenden Fall, bei dem  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen den interdendritischen Bereich durchschneiden und im Dendritenkern zusammentreffen. Dies lässt sich nur so erklären, dass ein  $\alpha$ -Korn aus dem interdendritischen Bereich auf Kosten des Dendriten gewachsen ist. Falls bei diesem Ablauf der Gefügebildung unterschiedlich orientierte Körner der  $\alpha$ -Phase von verschiedenen Seiten in den Dendriten hineinwachsen, wird eine spätere Grenze zwischen  $\alpha_2/\gamma$ -Lamellenkolonien in der Nähe des Dendritenkerns liegen. Dies wurde tatsächlich öfter beobachtet (Abb. 4.2.27).

Abb. 5.1.2 c stellt die zweite denkbare Möglichkeit dar. Hier wandelt sich der  $\beta$ -Dendrit unabhängig von den schon vorhandenen  $\alpha$ -Bereichen in die hexagonale  $\alpha$ -Phase um. In diesem Fall ist die kristallographische Orientierung nach der Umwandlung in die  $\alpha$ -Phase durch die Orientierung des  $\beta$ -Dendriten bestimmt und aus dem  $\beta$ -Dendrit sollte sich das gleiche Gefüge bilden, wie für vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende Legierungen beobachtet (Abb. 5.1.1). Es sei hier angemerkt, dass die  $\beta$ -Dendriten in peritektischen Legierungen die gleiche Zusammensetzung aufweisen wie in vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen.



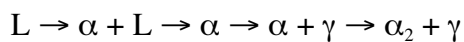
**Abb. 5.1.2** Schematische Darstellung der Festkörperumwandlungen bis zum voll-lamellaren Gefüge in peritektischen Legierungen mit  $c_{Al} \leq 49$  at.%. a)  $\beta$ -Dendrit, umgeben von sekundärem  $\alpha$ ; b) erste Möglichkeit der  $\beta/\alpha$ -Umwandlung, bei der die  $\alpha$ -Phase auf Kosten des  $\beta$ -Dendriten wächst und Dendritenkerne übrig lässt; c) zweite Möglichkeit der  $\beta/\alpha$ -Umwandlung, bei der sich die  $\alpha$ -Phase aus dem  $\beta$ -Dendriten analog zu Abb. 5.1.1 ausscheidet. Die  $\alpha$ -Phase wandelt sich dann in einem späteren Stadium in ein lamellares  $\alpha_2/\gamma$ -Gefüge um.

Für die erstgenannte Möglichkeit spricht sehr stark, dass im realen Gefüge Dendritenkerne zu erkennen sind (Abb. 4.2.7 b, Abb. 4.2.9, Abb. 4.2.26 - Abb. 4.2.28). Außerdem wurde in peritektischen Legierung nie das für „near- $\alpha$ “ Ti-Legierungen typische, in Abb. 5.1.1 gezeigte Gefüge gefunden. Die Gefügebildung in peritektischen Legierungen unterscheidet sich also von vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen unter anderem dadurch, dass die Keimbildung der  $\alpha$ -Phase in der Schmelze erfolgt. Daraus folgt, dass die sekundär gebildete  $\alpha$ -Phase in peritektischen Legierungen die Textur bestimmt, was in Übereinstimmung mit den Texturmessungen steht.

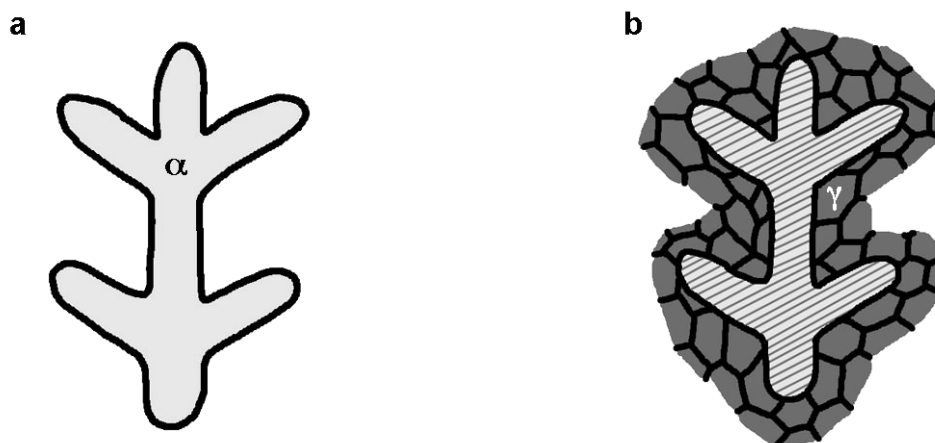
Die hier vorgestellten Prozesse zur Gefügebildung peritektischer Legierungen sind unabhängig von der detaillierten Gestalt der Dendriten. An der Unterseite der Legierungsknöpfe, wo Stängelkristalle mit nur wenigen Dendritenseitenarmen auftreten, können analoge Vorgänge ablaufen. Entsprechende Gefüge mit wenig verzweigten Dendritenkernen wurden auch beobachtet (Abb. 4.2.7). In diesem Zusammenhang soll bemerkt werden, dass an der Legierung Ti-47Al-2Cu im Gegensatz zu den anderen Legierungen auf der Basis Ti-47Al keine Dendritkerne gefunden wurden. Diese Beobachtung bestätigt die in Abschn. 4.2.2. gezogene Schlussfolgerung, dass in dieser Legierung primär die  $\alpha$ -Phase und nicht die  $\beta$ -Phase erstarrt.

### 5.1.3. Legierungen, die primär über die $\alpha$ -Phase erstarren

Für Al-Gehalte  $> 49$  at.% durchlaufen Ti-Al-Legierungen gemäß dem Phasendiagramm die folgenden Phasenumwandlungen:

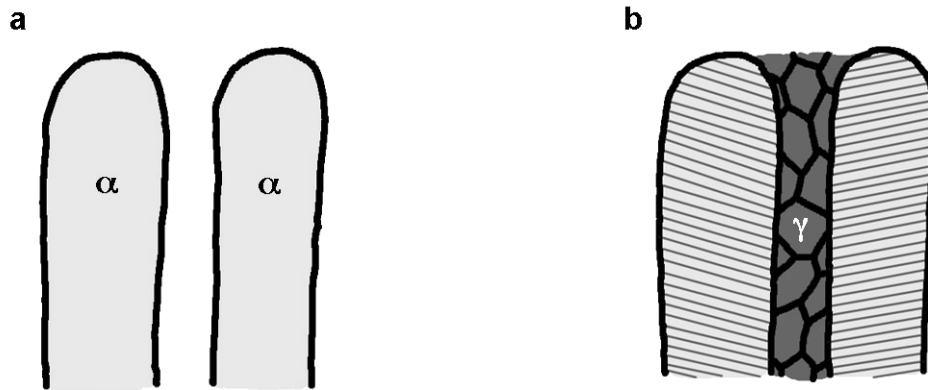


Das daraus resultierende Gefüge ist in Abb. 4.2.12 zu sehen. Die sich ergebenden Phasenumwandlungen werden für die Knopfoberseite bzw. die Knopfunterseite in Abb. 5.1.3 bzw. Abb. 5.1.4 illustriert.



**Abb. 5.1.3** Schematische Darstellung der Festkörperumwandlungen bei Legierungen mit  $c_{Al} > 49$  at.%; a) Seitenarm eines primär ausgeschiedenen  $\alpha$ -Dendriten, b)  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen im ursprünglichen Dendriten und interdendritisches  $\gamma$ .

An der Knopfoberseite bilden sich primär  $\alpha$ -Dendriten. Nach McCullough et al. (1989) wächst der Dendritenhauptstamm in Richtung der  $c$ -Achse  $[0001]$  und die Seitenarme in die  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ -Richtungen der Basisebene. Für hexagonale Kristalle wird gewöhnlich jedoch Dendritenwachstum in  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ -Richtung berichtet (Chalmers, 1964), allerdings wurde in seltenen Fällen auch Wachstum in die  $c$ -Achse gefunden (Minkoff, 1986). Die Dendritenarme schließen also Winkel von  $60^\circ$  bzw.  $90^\circ$  zueinander ein. Die Restschmelze bildet den interdendritischen Bereich aus  $\gamma$ -Körnern. Wenn die peritektische Temperatur unterschritten wird, findet wie zuvor gezeigt die lamellare Ausscheidung von  $\gamma$  statt (Abb. 5.1.3 b). Das sich daraus ergebende Gefüge ist in Abb. 4.2.12 b im realen Gefügebild zu sehen.



**Abb. 5.1.4** Schematische Darstellung der Festkörperumwandlungen bei Legierungen mit  $c_{Al} > 49$  at.% an der Knopfunterseite; a) primär ausgeschiedene  $\alpha$ -Säulenkörner, b)  $\alpha_2$ - und  $\gamma$ -Lamellen in den ursprünglichen Körnern und interdendritisches  $\gamma$ .

An der Knopfunterseite treten wiederum Säulenkörner statt der Dendriten auf (Abb. 5.1.4, Abb. 4.2.12 a). Die folgenden Umwandlungsprozesse entsprechen denen der oben dargestellten Knopfoberseite.

An Legierungen, die primär über die  $\alpha$ -Phase statt über die  $\beta$ -Phase erstarren, wurden keine Dendritenkerne beobachtet, obwohl an ihnen gleichfalls ausgeprägte Erstarrungseggregationen nachgewiesen wurden. Die Bildung von Dendritenkernen ist also nicht auf Segregation bei der Erstarrung zurückzuführen, sondern vielmehr, wie in Abschn. 5.1.2 dargelegt, eine Folge der  $\beta/\alpha$ -Umwandlung. Entsprechend kann das Fehlen von Dendritenkernen auch als Anzeichen einer primären Erstarrung über die  $\alpha$ -Phase gewertet werden.

## **5.2. Gefügebildung bei der Erstarrung**

Wie schon erwähnt, liegt bei oberflächlicher Betrachtung der rein über die  $\beta$ -Phase erstarrten Legierungen die Vermutung nahe, dass kein dendritisches Wachstum dieser Phase vorlag. Die Gefüge erscheinen globular, wie es bei der Erstarrung über eine ebene Erstarrungsfront erwartet wird. Außerdem sind nur recht geringe Seigerungen zu erkennen. Die Tatsache allerdings, dass auch in diesen Legierungsknopfen Poren zu erkennen sind, in denen Dendriten beobachtet werden, legt nahe, das Erstarrungsverhalten der verschiedenen über  $\beta$  erstarrten Legierungen auf eventuelle Unterschiede oder Gemeinsamkeiten hin zu untersuchen.

Die Legierungen mit Al-Gehalten ab 46 at.% wiesen zellular-dendritisches bzw. dendritisches Gefüge auf. Diese Form der Erstarrung, bei der die Flüssig-Fest-Grenzfläche instabil ist und damit eine kleine Ausbauchung zu Zell- bzw. Dendritenwachstum führt, erfolgt, sofern konstitutionelle Unterkühlung vorliegt. Interessant hierbei ist der Vergleich der beiden möglichen primären Phasen  $\beta$  und  $\alpha$ . Konstitutionelle Unterkühlung tritt dann auf, wenn das Verhältnis des Temperaturgradienten  $G$  zur Geschwindigkeit der Erstarrungsfront  $v$  in binären Legierungen folgende Bedingung erfüllt (Tiller et al., 1953, Chalmers, 1964):

$$\frac{G}{v} \leq \frac{m_L \cdot c_0 \cdot (k_0 - 1)}{k_0 \cdot D_L} \quad [1]$$

$G$  ist hier positiv definiert. Weiterhin ist  $m_L < 0$  die Steigung der Liquiduslinie,  $c_0$  die Al-Konzentration,  $k_0 < 1$  der Verteilungskoeffizient und  $D_L$  der Diffusionskoeffizient in der Schmelze.  $k_0$  berechnet sich aus dem Verhältnis der Konzentration des gelösten Elementes an der Solidus- bzw. Liquiduslinie:  $k_0 = c_s/c_L$ . Gleichung [1] liegt ein Phasendiagramm mit gerader Solidus- und Liquiduslinie zugrunde, woraus sich dann ein konstanter Wert für  $k_0$  in Abhängigkeit vom Al-Gehalt ergibt. Um Gleichung [1] auf ein reales Phasendiagramm anzuwenden, müssen also die Liquidus- und Soliduslinien im interessierenden Konzentrationsbereich linear so angenähert werden, dass sie sich für  $c_0 = 0$  in einem scheinbaren Schmelzpunkt der reinen Komponente schneiden. Im Folgenden wurde nun der Fall angenommen, dass die  $\beta$ -Phase mit 45 at.% erstarrt, die  $\alpha$ -Phase mit 47 at.%. Legt man das Phasendiagramm von Ohnuma et al. zugrunde, erhält man für die  $\beta$ -Phase  $m_L = -6,09$  K/at.% und  $k_0 = 0,896$  und für die  $\alpha$ -Phase  $m_L = -4,94$  K/at.% und  $k_0 = 0,904$ . Für den Diffusionskoeffizienten der Schmelze wurde für beide betrachtete Fälle der Wert  $D_L = 2,8 \cdot 10^{-9} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  einer Arbeit von Liu et al. (2002) entnommen, wobei die geringen Unterschiede in der Erstarrungstemperatur von 18 K sowie eine eventuelle Abhängigkeit vom Al-Gehalt nicht berücksichtigt wurden. Die kritischen Werte für  $G/v$  berechnen sich dann zu  $1,1 \cdot 10^{10} \text{ K s m}^{-2}$  für die  $\beta$ -Phase und  $8,9 \cdot 10^9 \text{ K s m}^{-2}$  für die  $\alpha$ -Phase. Die Abkühlbedingungen innerhalb eines Knopfes variieren jedoch so stark, dass der Unterschied dieser beiden Werte für die verschiedenen Phasen vernachlässigt werden kann. Dabei kann davon ausgegangen werden, dass das Verhältnis  $G/v$  bei der Herstellung der Legierungsknöpfe direkt an der gekühlten Cu-Platte deutlich größer ist als weiter oben im Knopf, wie es auch beim Kokillenguss von außen nach innen abnimmt (Kurz, Fisher, 1984). Es lässt sich also schließen, dass beide Phasen, d.h. alle Legierungen im betrachteten Bereich, konstitutioneller Unterkühlung unterliegen und zellular bzw. zellular-dendritisch erstarren, wie dies für Legierungen mit einem Al-Gehalt  $> 46$  at.% auch über den ganzen Querschnitt der Legierungsknöpfe beobachtet wurde. Außerdem war die  $\beta$ -Phase für Legierungen bis zu Al-Konzentrationen von 49 at.% grundsätzlich die primär erstarrende Phase. Da sich die rechte Seite der Gleichung [1] im interessierenden Konzentrationsbereich mit dem Al-Gehalt nur wenig ändert, wäre ein Übergang zu konstitutioneller Unterkühlung für die  $\beta$ -Phase nicht verständlich. Die an Legierungen mit  $c_{Al} \leq 45$  at.% gefundenen globularen Gefüge lassen sich also, wie in Abschn. 5.1.1. schon beschrieben, durch das Zusammenwachsen regellos orientierter  $\beta$ -Dendriten verstehen. Es stellt sich dann allerdings die Frage, warum die Mikrosegregation im Vergleich zu peritektisch erstarrenden Legierungen deutlich weniger ausgeprägt ist. Darauf soll später noch eingegangen werden.

Eine andere Möglichkeit für ein widerspruchsfreies Bild der beobachteten Erstarrungsgefüge könnte darin bestehen, für die Gefüge der peritektischen Legierungen eine Entstehung durch gekoppeltes Wachstum der beiden erstarrenden Phasen in Betracht zu ziehen. Die Existenz eines solchen gekoppelten Wachstums zweier fester Phasen, wie es in eutektischen Systemen auftritt, war lange Zeit für peritektische Legierungssysteme umstritten (Kurz, Fisher 1984, Kerr, Kurz 1996), wurde kürzlich aber eindeutig im System Fe-Ni nachgewiesen (Lo et al., 2003). Es tritt bei  $G/v$ -Verhältnissen oberhalb des Übergangs zur konstitutionellen Unterkühlung auf (Lo et al. 2003). Demnach wäre dann für vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende Legierungen planares Wachstum denkbar, für peritektische Legierungen unter gleichen Bedingungen gekoppeltes Wachstum. Die dabei entstehenden Bänder der  $\beta$ - und der  $\alpha$ -Phase in Wachstumsrichtung gaben ein ähnliches Bild wie die an der Knopfunterseite für diese Legierungen beobachteten Gefüge ab (vgl. Lo et al., 2003). Dem steht entgegen, dass an den meisten hier untersuchten peritektischen Legierungen Dendriten-Seitenarme beobachtet wurden, also tatsächlich konstitutionelle Unterkühlung vorgelegen hat. Überdies dürfte dann senkrecht zur Wachstumsrichtung auch keine Erstarrungssegregation beobachtet werden, da

beim gekoppelten Wachstum in binären Legierungen Bänder der  $\beta$ -Phase mit 45 at.% in Kontakt mit Bändern der  $\alpha$ -Phase mit 47 at.% in die Schmelze wachsen sollten, ohne dass sich Al dazwischen anreichert. Ein solcher Erstarrungsmodus ist also auszuschließen.

Wird das in Gleichung [1] festgelegte kritische Verhältnis  $G/v$  für konstitutionelle Unterkühlung unterschritten, tritt im Allgemeinen zunächst zelluläres Wachstum auf, bei dem sich ausgestreckte Kristalle der primären Phase ohne kristallographische Vorzugsrichtung in Richtung des thermischen Gradienten bilden und die angereicherte Restschmelze interzellulär erstarrt. Bei noch geringeren  $G/v$ -Verhältnissen findet dann ein Übergang zu zellulär-dendritischem Wachstum statt, wobei die primären Kristalle mit einer kristallographischen Vorzugsrichtung parallel zur Wärmeflussrichtung wachsen, bzw. es tritt dendritisches Wachstum mit der Entwicklung von Seitenarmen auf (Chalmers, 1964, Biloni, Boettinger, 1996). Nach Kurz und Fisher (1981) lässt sich für den Übergang von zellulären zu dendritischen Erstarrungsformen die folgende Bedingung angeben:

$$\frac{G}{v} \leq \frac{m_L \cdot c_0 \cdot (k_0 - 1)}{D_L} \quad [2]$$

Wie leicht zu erkennen ist, unterscheidet sich diese Gleichung von Gleichung [1] nur durch den Faktor  $k_0$  im Nenner. Da aber für binäre Titanaluminid-Legierungen, wie oben gezeigt,  $k_0$  im betrachteten Konzentrationsbereich ungefähr gleich 1 ist, lässt sich somit leicht erklären, dass in keiner Legierung eine rein zelluläre Zone im Gefüge auftrat. Auch an der Knopfunterseite sind tatsächlich in den Gefügebildern praktisch immer Ansätze von Seitenarmen der erstarrten Körner zu erkennen gewesen (Abschn. 4.2.). Binäre  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen wie auch überhaupt intermetallische Phasen sind in dieser Hinsicht ausgezeichnet, da  $k_0$ -Werte nahe 1 besonders für Phasen mit beschränktem Existenzbereich im mittleren Konzentrationsbereich zu erwarten sind.

Die bisherigen Betrachtungen lassen den Schluss zu, dass Titanaluminid-Legierungen unter den angewandten Bedingungen unabhängig von der primär erstarrenden Phase zellulär-dendritisch oder dendritisch erstarren. Es ist also zu erklären, warum vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende Legierungen in den Legierungsknöpfen im Gegensatz zu peritektischen Legierungen globular dendritisch erstarren, d.h. gleichachsige, zur Wärmeflussrichtung regellos orientierte Dendriten bilden, und warum diese Legierungen nur geringe Mikroseggregation aufweisen.

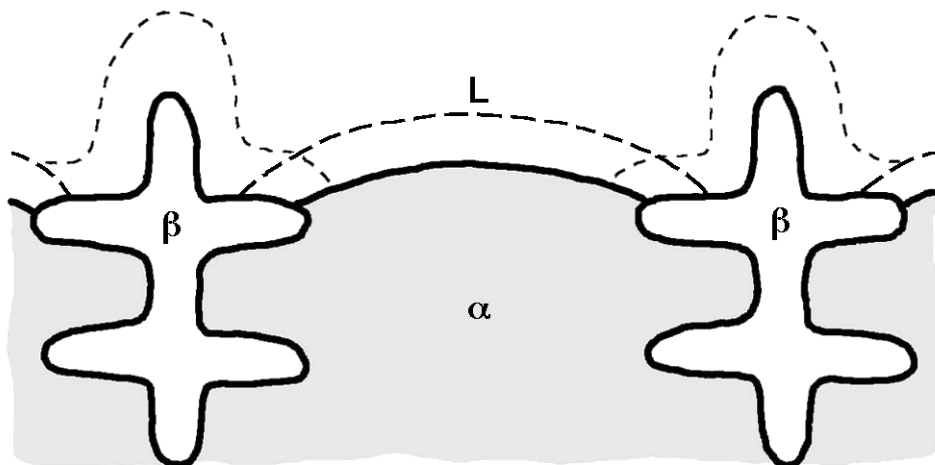
Gussblöcke oder Gussteile weisen häufig ganz außen eine dünne globuläre Zone („chill zone“), dann eine kolumnare Zone und innen wieder eine globuläre Zone auf (Chalmers 1964, Flemings 1974). Kolumnare Erstarrung tritt allgemein dann auf, wenn in der unterkühlten Schmelze vor der Erstarrungsfront keine Keimbildung von Kristalliten möglich ist bzw. gebildete Keime nicht ausreichend schnell wachsen und dann von der kolumnaren Zone überwachsen werden (Chalmers, 1964, Hunt, 1984). Dies ist der Fall, wenn die Ausdehnung der unterkühlten Zone gering ist, d.h. für große Temperaturgradienten und kleine Unterkühlung  $\Delta T_c$  an der Erstarrungsfront. Da sich  $\Delta T_c$  proportional zur Quadratwurzel der Geschwindigkeit  $v$  der Erstarrungsfront verhält (Hunt, 1984), ist kolumnare Erstarrung also bei niedrigen Geschwindigkeiten der Front zu erwarten. Die Bedingung für den Übergang von kolumnarer zu globulärer Erstarrung wurde erstmalig von Hunt (1984) berechnet und lautet:

$$G < 0,617N_0^{1/3}(1 - \Delta T_N^3/\Delta T_C^3)\Delta T_C \quad [3]$$



Dabei ist  $N_0$  die Dichte der Keimstellen für heterogene Keimbildung,  $\Delta T_N$  die Unterkühlung für heterogene Keimbildung, und  $\Delta T_C$  die Unterkühlung an der Erstarrungsfront, die wie gesagt, proportional zur Quadratwurzel der Geschwindigkeit  $v$  der Erstarrungsfront ist. Johnson et al. (1998) haben erstmalig diesen Übergang für Titanaluminid-Legierungen betrachtet und kommen zu dem Schluss, dass der Übergang kolumnar-globular für die  $\beta$ -Phase in jedem Fall früher erfolgt als für die  $\alpha$ -Phase, d.h. bei kleineren Erstarrungsgeschwindigkeiten und/oder größeren Temperaturgradienten. Dies liegt daran, dass die  $\beta$ -Phase ein größeres Erstarrungsintervall aufweist, woraus eine größere Unterkühlung an der Erstarrungsfront folgt (Johnson et al., 1998). Hierbei wurde die gleiche Dichte  $N_0$  an wirksamen Keimstellen sowie die gleiche erforderliche Unterkühlung für heterogene Keimbildung für beide betrachtete Phasen,  $\beta$  und  $\alpha$ , angenommen. Zieht man weiterhin in Betracht, dass nach einer Arbeit von Valencia et al. (1989) die heterogene Keimbildung der  $\beta$ -im Vergleich mit der  $\alpha$ -Phase bevorzugt ist, so bilden sich für Legierungen, die über die  $\beta$ -Phase erstarren, noch in einem weiteren Feld an Bedingungen ( $G, v$ ) globular-dendritische Gefüge. Die experimentelle Beobachtung von globular-dendritischen Gefügen in Legierungen, die vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarren, hat also höchstwahrscheinlich ihren Grund im größeren Erstarrungsintervall und der leichteren heterogenen Keimbildung.

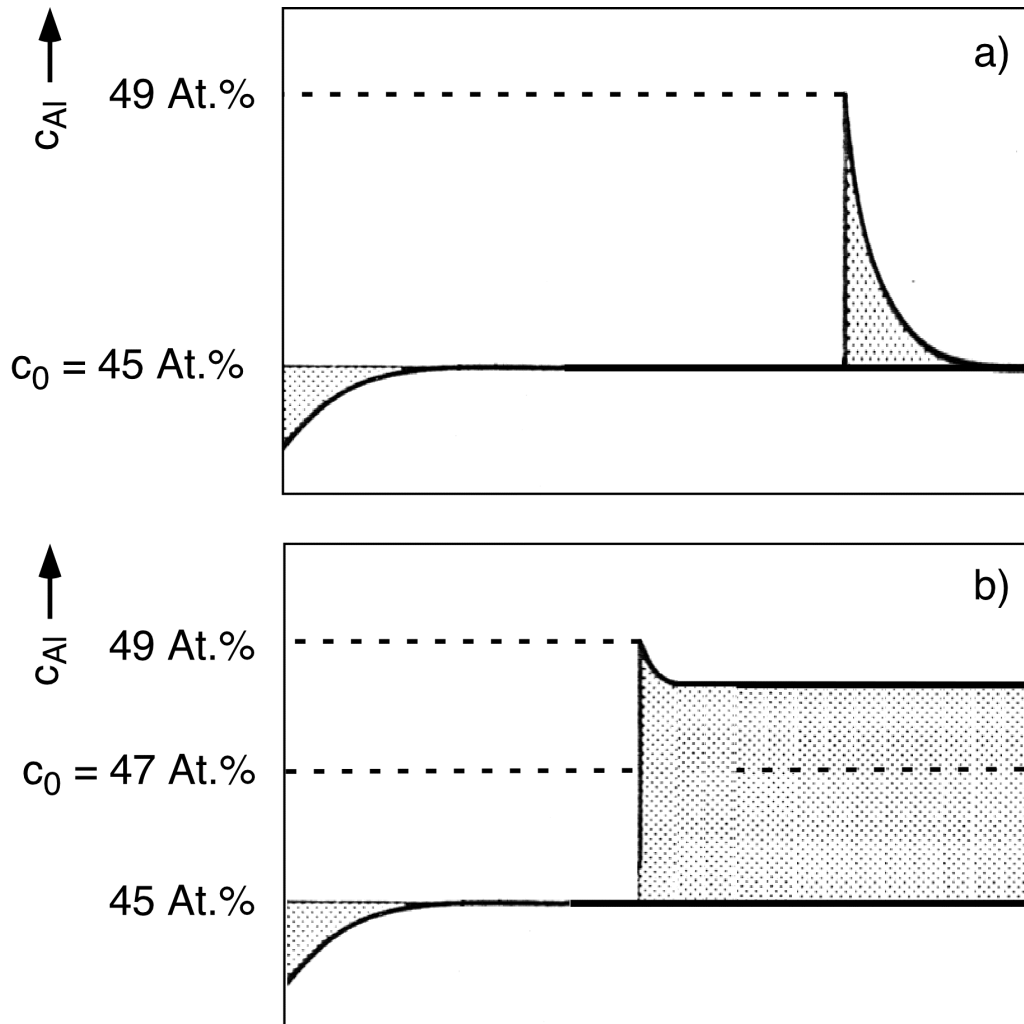
Zunächst kann auf diese Weise aber nicht erklärt werden, warum peritektische Legierungen, die ebenfalls primär über die  $\beta$ -Phase erstarren, kolumnare Gefüge aufweisen. Man würde in diesem Fall ebenfalls Gefüge erwarten, die sich aus regellos orientierten, gleichachsigen Dendriten gebildet haben. Aus den EDX-Untersuchungen an peritektischen Legierungen in dieser Arbeit folgt, dass nach der Bildung primärer  $\beta$ -Dendriten sich die umgebende Schmelze bis zu 49 at.% angereichert hat. Sekundär bildet sich dann in dieser Zone interdendritisch  $\alpha$ . An der Grenzfläche zwischen der  $\alpha$ -Phase und der Schmelze besitzt  $\alpha$  die peritektische Zusammensetzung. Die Erstarrung dieser Phase reichert die Restschmelze vor der Erstarrungsfront weiter an Aluminium bis zu einer Konzentration von 55 at.% an. Bei diesen Al-Gehalten kann sich aus der Schmelze aber die  $\beta$ -Phase nicht mehr bilden, d.h. vorhandene  $\beta$ -Dendriten können lediglich noch in jenem engen Bereich entgegengesetzt der Wärmeflussrichtung wachsen, wo direkt vor ihnen die Al-Anreicherung geringer ist, was zwangsläufig zu kolumnarem Wachstum führt (Abb. 5.2.1). Die Bildung der sekundären Phase  $\alpha$  verursacht also einen Übergang von globularem zu kolumnarem Wachstum der primären  $\beta$ -Phase. Bei weiterem Abkühlen wachsen dann die  $\alpha$ -Körner in die  $\beta$ -Dendriten, wie in Abschn. 5.1.2. beschrieben; das Gefüge und die Textur solcher Legierungen ist bis auf die Dendritenkerne also vollständig durch die Erstarrungsprozesse und Festkörperumwandlungen der sekundären  $\alpha$ -Phase bestimmt.



**Abb. 5.2.1** Erstarrung der Legierungen mit  $c_{Al}$  zwischen 45 und 49 at.% (schematische Darstellung). Die Wärme fließt hier senkrecht nach unten ab. Sowohl primäre  $\beta$ -Dendriten als auch sekundäres interdendritisches  $\alpha$  besitzen eine Al-Anreicherungszone in der Schmelze, die im Bild jeweils gestrichelt angedeutet ist. Die  $\alpha$ -Anreicherungszone kann Al-Gehalte bis zu 55 at.% Al aufweisen, Keimbildung der  $\beta$ -Phase ist hier also unmöglich. Vorhandene  $\beta$ -Dendriten können jedoch weiter in Wärmeflussrichtung wachsen, da vor ihnen die Al-Anreicherung geringer ist. Dies führt zu kolumnarem Wachstum der  $\beta$ -Phase.

Abschließend sei hier noch auf die Erstarrungssegregationen von vollständig über die  $\beta$ -Phase sowie peritektisch erstarrender Legierungen eingegangen. Im Folgenden sei dazu der einfachste Fall herangezogen, nämlich eine in die Schmelze wandernde planare Erstarrungsfront, wobei nur Diffusion in der Schmelze und nicht in der Solidus-Phase berücksichtigt und überdies Konvektion vernachlässigt wird (Chalmers, 1964, Haasen, 1985, Biloni, Boettinger, 1996). Hier wird wieder, wie bei Erstarrungsphänomenen üblich, ein vereinfachtes binäres Phasendiagramm mit linearen Liquidus- und Soliduslinien zugrunde gelegt. Das Problem führt auf eine eindimensionale Differentialgleichung, aus der man das Konzentrationsprofil in Erstarrungsrichtung erhält. Die Solidus-Phase bildet sich anfänglich mit einer Konzentration  $c_0/k_0$ , nach einer bestimmten Wegstrecke wird der stationäre Fall erreicht, in dem die Solidus-Phase dann die Konzentration  $c_0$  annimmt, die zuletzt erstarrende Schmelze ist mit Fremdatomen angereichert (Chalmers, 1964, Haasen, 1985, Biloni, Boettinger, 1996). Im Falle einer vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierung mit einer Al-Konzentration von 45 at.% werden die  $\beta$ -Dendriten im stationären Fall über weite Strecken also auch 45 at.% aufweisen (Abb. 5.2.2), das erstarrte Material ist also bis auf die anfängliche Verarmungszone und die Anreicherungszone der zuletzt erstarrenden Schmelze segregationsfrei. Für peritektische Legierungen, z.B. Ti-47Al liegt dagegen ein völlig anderer Fall vor. Wieder bilden sich  $\beta$ -Dendriten, die im stationären Fall die maximal mögliche Al-Konzentration von 45 at.% aufweisen, welche von der Legierungszusammensetzung abweicht (Abb. 5.2.2). Schon aufgrund des Hebelgesetzes muss dadurch die Restschmelze an Al angereichert werden. Liegt z.B. der nach dem Phasendiagramm von Okamoto (1993) maximal mögliche Volumenanteil der  $\beta$ -Phase von 50% im Gleichgewicht mit der Schmelze vor, beträgt der mittlere Al-Gehalt der Restschmelze 49 at.%. Die Bildung der  $\alpha$ -Phase führt dann zu weiterer Segregation. Insgesamt liegen also im erstarrten Material beträchtliche Volumenanteile vor, die von der mittleren Konzentration abweichende Al-Gehalte besitzen.

Diese Volumenanteile übersteigen deutlich jene der anfänglichen Verarmungszone und der zuletzt gebildeten Anreicherungszone. Die ausgeprägte Segregation in peritektischen Legierungen ist demnach zum einen auf die Tatsache zurückzuführen, dass die primär erstarrende Phase im stationären Fall nicht die mittlere Zusammensetzung der Legierung annehmen kann. Zum anderen reichert die sekundäre Phase die Schmelze weiter an, wodurch dann die gefundenen maximalen Konzentrationsunterschiede bis zu 10 at.% entstehen.



**Abb. 5.2.2** Schematische Konzentrationsprofile im Verlauf der Erstarrung. In beiden Fällen ist eine planare Erstarrungsfront von links nach rechts bis zu dem Konzentrationsprung gewandert, der die Segregation an der Solidus/Liquidus-Grenzfläche zeigt. Es wird jeweils Diffusion in der Schmelze, aber weder Diffusion in der Solidus-Phase noch Konvektion angenommen. a) In der vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierung Ti-45Al wächst die  $\beta$ -Phase im stationären Fall mit einem Al-Gehalt von 45 at.%. b) In der peritektischen Legierung Ti-47Al wächst die primär gebildete  $\beta$ -Phase im stationären Fall gleichfalls mit einem Al-Gehalt von 45 at.%. Dadurch reichert sich die gesamte Restschmelze auf Al-Gehalte an, die die Einwaage übersteigen. Obwohl im thermodynamischen Gleichgewicht die Schmelze sich in beiden Fällen auf die gleiche Al-Konzentration von 49 at.% anreichert, unterscheidet sich die Segregation der beiden Legierungen beträchtlich.

### **5.3. Einfluss dritter und weiterer Legierungselemente auf das Erstarrungsgefüge**

Die Makroschliffe der Legierungen Ti-45Al-5Nb und Ti-45Al-2Mo (Abb. 4.2.14) zeigten wie die Legierungen Ti-47Al-5Nb und Ti-47Al-2Mo (Abb. 4.2.25) keinen entscheidenden Unterschied zu den entsprechenden binären Legierungen mit demselben Gehalt an Al. Auch die Gefügeuntersuchungen und EDX-Analysen zeigten, dass in diesen ternären Legierungen ähnliche gefügebildende Prozesse bei der Erstarrung abgelaufen sind wie in den binären Vergleichsuntersuchungen, was in Abschn. 4.2.2. auf die identischen Erstarrungspfade zurückgeführt worden war. Demgegenüber war beobachtet worden, dass das Legierungselement Y die Tendenz zur Bildung von Seitenarmen erhöht, während das Legierungselement Cu diese deutlich reduziert. Abgesehen vom Erstarrungspfad, der sich für das Legierungselement Cu tatsächlich gegenüber der Vergleichslegierung gleichen Al-Gehalts geändert hat, könnte ein Einfluss auf die Gefügebildung bei der Erstarrung durch eine veränderte Keimbildungskinetik, durch eine Verschiebung des Übergangs von planarer Erstarrung zu konstitutioneller Unterkühlung, von zellulärer zu zellulär-dendritischer Erstarrung oder von der Bildung einer kolumnaren zu einer globularen Erstarrungszone erwartet werden. Für ternäre Legierungselemente, die in den binären Phasen des TiAl-Phasendiagramms nahezu unlöslich sind, wie dies für Y und B der Fall ist, kann sich der Verteilungskoeffizient  $k_{0X} = c_{SX}/c_{LX}$  dieses Elements im Vergleich zum Verteilungskoeffizienten des binären Systems leicht um ein bis zwei Größenordnungen ändern. Allerdings gelten z.B. die Gleichungen [1] und [2] für ternäre Legierungen nicht mehr. Vielmehr nimmt schon das Kriterium für konstitutionelle Unterkühlung im ternären Fall eine sehr komplexe Form an (Coates et al., 1968), da der Diffusionskoeffizient durch eine Diffusionsmatrix zu ersetzen ist und zwei Verteilungskoeffizienten wie auch die Steigung der Liquidusfläche in zwei Richtungen zu berücksichtigen sind. Wegen der Vielzahl der unbekanntenen Einflussgrößen kann daher höchstens qualitativ beurteilt werden, wie ein Legierungselement auf die Bildung des Erstarrungsgefüges wirkt. Aus diesem Grund kann über den Einfluss der Legierungselemente Y und Cu auf die Bildung des Gefüges während der Erstarrung nichts Konkretes ausgesagt werden.

Eine besondere Rolle als Legierungselement spielt in diesem Zusammenhang das Element B, für das aus der Literatur eine signifikante Kornfeinung von Gusslegierungen bekannt ist (Larsen, 1990, Raban et al., 1999, Cheng, 1999, Hu, 2001). Ein deutlicher Kornfeinungseffekt war auch in dieser Arbeit für Legierungen auf der Basis Ti-45Al schon bei einem B-Gehalt von 0,2 at.% gefunden worden, während für Legierungen auf der Basis Ti-46,5Al über eine Kornfeinung nichts ausgesagt werden kann, der Effekt in jedem Fall deutlich kleiner war. Die in der Literatur vorgeschlagenen Mechanismen eines kornfeinenden Effekts wurden von Cheng (1999) zusammengefasst. Diese umfassen die heterogene Keimbildung an in der Schmelze nicht aufgelösten Ti-Boriden (Larsen, 1990), die primäre Bildung von Ti-Boriden aus der Schmelze (Inkson et al., 1993), sowie die Tendenz zu dünnen Dendritenarmen gefolgt vom Abbrechen dieser Arme (Godfrey, 1996), wobei in den beiden letzteren Fällen ebenfalls eine heterogene Keimbildung die Kornfeinung bewirkt. Experimente von Cheng (1999), bei denen B in Form des Borids  $AlB_{12}$  zugegeben wurde, sowie die Ergebnisse dieser Arbeit, bei denen eine Al-4 m.% B-Vorlegierung verwendet wurde, belegen jedoch, dass der erste Vorschlag nicht zutreffen kann, da in beiden Fällen ein deutlicher kornfeinender Effekt beobachtet wurde, obwohl kein Ti-Borid der Legierung zugegeben worden war. Der Vorschlag von Inkson et al. (1993) steht dagegen im Widerspruch zu den von Hyman et al. (1991) und DeGraef et al. (1992) ermittelten Schmelzflächenprojektionen des Systems Ti-Al-

B, aus denen zu schließen ist, dass bis zu B-Gehalten von ungefähr 1 at.% je nach Al-Gehalt entweder die  $\beta$ - oder die  $\alpha$ -Phase primär erstarrt. Cheng (1999) schlug daher vor, dass der kornfeinende Effekt auf eine extreme konstitutionelle Unterkühlung zurückzuführen ist, die durch das Element B bewirkt wird. B ist in  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen nur in sehr kleinen Gehalten löslich, z.B. berichten Kim und Dimiduk (2001) das Auftreten von Borid-Teilchen schon für eine B-Konzentration von 0,03 at.%. Während der Erstarrung segregiert das Element B daher in sehr starkem Maße in die Schmelze vor der Erstarrungsfront. In der konstitutionell unterkühlten Zone liegt dann eine so hohe Unterkühlung vor, dass sie eine Keimbildung der  $\beta$ - oder  $\alpha$ -Phase in dieser Zone ermöglichen könnte (Cheng, 1999). Mit diesem Mechanismus ließe sich auch die in dieser Arbeit gefundene, geringer ausgeprägte Kornfeinung in peritektischen im Vergleich mit vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen verstehen. Da nach der schon zitierten Arbeit von Valencia et al. (1989) die Keimbildung der  $\alpha$ -Phase schwieriger ist als die der  $\beta$ -Phase, und in der Anreicherungszone vor der  $\alpha$ -Phase die  $\beta$ -Phase nicht gebildet werden kann, wie in Abschn. 5.2. dargelegt wurde, ist ein geringerer Kornfeinungseffekt für peritektische Legierungen verständlich. Der Vorschlag von Cheng (1999) steht also mit den Ergebnissen dieser Arbeit in Übereinstimmung.

Abschließend sollen einige Schlussfolgerungen hinsichtlich einer möglichen Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Gusslegierungen durch eine Variation der Legierungszusammensetzung gezogen werden. Das Ziel dieser Arbeit war allerdings nicht, eine optimale Gusslegierung zu identifizieren, was aufgrund der vielfältigen Legierungskombinationen und der nicht berücksichtigten Gießeigenschaften auch nicht möglich gewesen wäre. Zudem hätte die Identifizierung einer verbesserten Gusslegierung auch eine umfangreiche Erprobung einer größeren Zahl von Gusslegierungen erfordert. Vielmehr zielte die Arbeit darauf ab, durch ein Verständnis der Gefügebildung die Möglichkeiten der Gefügebbeeinflussung durch die Legierungszusammensetzung einzugrenzen. Es konnte in dieser Arbeit nicht entschieden werden, ob vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende oder peritektische Legierungen bessere mechanische Eigenschaften zeigen oder erwarten lassen. Die durchgeführten Zugversuche erlaubten einen solchen Vergleich leider nicht, da die Legierungen sich in der Porosität unterschieden. Vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende Legierungen weisen wegen des reduzierten Al-Gehalts sicher die höhere Festigkeit auf, wie die Härtemessungen in Übereinstimmung mit der Literatur gezeigt haben. Ausserdem ist die Textur solcher Legierungen vermutlich nur schwach ausgeprägt und es lässt sich in ihnen eine starke Kornfeinung durch das Legieren mit B erzielen. Demgegenüber sollten peritektische Legierungen zumindest bei schlanken Gussteilen eine Textur besitzen, bei der die Lamellen parallel zur langen Richtung der Bauteile ausgerichtet sind. Dies könnte günstig sein, da dann der ungünstige Fall einer Ausrichtung von Lamellen senkrecht zur Hauptbelastungsrichtung seltener ist. Außerdem ist zu erwarten, dass sich die geringere Festigkeit hinsichtlich der Duktilität als vorteilhaft erweist. Eine Entscheidung in dieser Frage kann also nur durch Zugversuche an Gussproben vergleichbarer Porosität beider Legierungstypen getroffen werden.

Die verwendeten Legierungselemente zeigten bis auf B, Y und Cu keine signifikanten Effekte auf die Legierungsbildung direkt bei der Erstarrung. Diese Aussage bezieht sich allerdings nicht auf die Gefüge in Gusslegierungen, da die verwendeten Legierungselemente durchaus Einfluss auf die Gefügebildung beim weiteren Abkühlen, zum Beispiel auf den Lamellenabstand haben können. In jedem Fall erscheint das Zulegieren von Nb, z.B. im in dieser Arbeit gewählten Gehalt von 5 at.% als vorteilhaft, da dadurch die Festigkeit, die Hochtemperatur- und Kriechfestigkeit, der Oxidationswiderstand und vermutlich die Duktilität erhöht werden können (Huang, 1993, Chen et al., 1993, Paul et al., 1998, Appel et al., 1999). Das Element Mo lässt sich im Vergleich zu Nb nur in viel geringeren Gehalten

zulegen, ohne den Erstarrungspfad oder die Konstitution im festen Zustand zu ändern. Zudem ist an vorteilhaften Mischkristalleffekten nur eine höhere Kriechfestigkeit zu erwarten (Beddoes et al., 1995). Allerdings kann das Element Mo genutzt werden, um eine vollständige Erstarrung über die  $\beta$ -Phase sicherzustellen. Dies lässt sich zwar auch durch eine Reduzierung des Al-Gehalts erreichen, jedoch nimmt dann der Anteil der  $\alpha_2$ -Phase zu, mit möglicherweise nachteiligen Folgen für die Duktilität. Ein möglicher Nutzen der weiteren Legierungselemente bis auf das Element B ist sehr fraglich, auf jeden Fall müssen die verwendeten Gehalte deutlich unter 2 at.% liegen, da sonst bereits aus der Schmelze weitere intermetallische Phasen gebildet werden. B ist als Legierungselement für Gusslegierungen zur Kornfeinung unverzichtbar, wobei für vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrende Legierungen der Kornfeinungseffekt größer ist. Bei der Festlegung eines geeigneten B-Gehalts muss berücksichtigt werden, dass dieser von den Abkühlbedingungen abhängig ist, wie dies der von Cheng (1999) vorgeschlagene Kornfeinungsmechanismus sowie experimentelle Arbeiten von Raban et al. (1999) zeigen. Um ausreichende Kornfeinung im gesamten Gussteil zu erreichen, empfehlen sich daher höhere B-Gehalte, z.B. 0,5 at.%. Die Zugversuchsergebnisse zeigten sogar, dass bei einem Bor-Gehalt von 1 at.% die höchste plastische Dehnung erzielt wurde. Fasst man diese Schlussfolgerungen zusammen, lassen sich im Rahmen dieser Arbeit 2 Legierungszusammensetzungen nennen, die für weitere vergleichende Gießversuche interessant erscheinen, nämlich Ti-(44-45)Al-5Nb-(0-1)Mo-(0,5-1,0)B und Ti-47Al-5Nb-(0,5-1,0)B.

Zusammenfassend sei hier festgehalten, dass bis auf den schon bekannten Kornfeinungseffekt durch B und die ausgeprägte Abhängigkeit vom Al-Gehalt keine massiven Effekte der Legierungszusammensetzung auf die Gefügebildung bei der Erstarrung von  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen gefunden wurde. Andererseits lässt sich daher auch das in vieler Hinsicht attraktive Legierungselement Nb ohne nachteilige Wirkung auf das Erstarrungsgefüge in denselben Gehalten wie für Umformlegierungen einsetzen. Ob bislang nicht erforschte, durch weitere Legierungselemente erzielbare Änderungen des Erstarrungspfades zu besseren Erstarrungsgefügen führen, lässt sich nicht voraussagen. Bevor diese Frage angegangen wird, wäre allerdings zu klären, ob die Erstarrungsgefüge von vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften gegenüber peritektischen Legierungen zur Folge haben.

## 6. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden Gefüge und Textur verschiedener  $\gamma$ -Titanaluminid-Legierungen untersucht. Ziel war es, die gefügebildenden Vorgänge bei der Erstarrung dieser Legierungen zu verstehen und mit Hilfe der daraus gezogenen Schlussfolgerungen Legierungen zu entwickeln, die sich für den Permanent-Kokillenguss eignen. Dazu wurden zunächst eine Reihe binärer Legierungen mit Al-Gehalten zwischen 42 at.% und 51 at.% in Form von Lichtbogenknöpfen charakterisiert. Ausgehend von den hier gewonnenen Erkenntnissen konnten die Untersuchungen auf ternäre und höherkomponentige Legierungen (ebenfalls Legierungsknöpfe) ausgeweitet werden. Da eine Analyse der gefügebildenden Vorgänge beim Erstarren von  $\gamma$ -TiAl-Legierungen durch die nachfolgenden Festkörperumwandlungen erschwert ist, wurden neben Gefügeanalysen auch umfangreiche mikroanalytische Arbeiten mit einem EDX-System am Rasterelektronenmikroskop sowie Texturuntersuchungen durchgeführt. Die Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- 1) Die in der Literatur vorliegenden Angaben zur Konstitution wurden bestätigt. Es konnte gezeigt werden, dass binäre Legierungen mit Al-Gehalten bis 45 at.% vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarren, während Legierungen mit höheren Al-Gehalten peritektisch erstarren. Dabei wurden bei Al-Gehalten ab 47 at.% beide Peritektika des binären Phasendiagramms durchlaufen. Auch der Einfluss der ternären Legierungselemente Nb und Mo auf die Konstitution beim Erstarren steht in Übereinstimmung mit der Literatur. Alle untersuchten Legierungen mit einem Al-Gehalt von 45 at.% erstarrten vollständig oder nahezu vollständig über die  $\beta$ -Phase, alle Legierungen mit einem Al-Gehalt von 47 at.% peritektisch, wobei die Legierung Ti-47Al-2Cu primär über die  $\alpha$ -Phase erstarrte.
- 2) Die Gefüge der untersuchten Legierungsknöpfe wiesen deutliche Unterschiede auf, je nach dem, ob sie vollständig über die  $\beta$ -Phase oder peritektisch erstarrt waren. Die ersteren zeigten auffallend homogene, globulare Gefüge mit nur minimalen Seigerungen. Auch wiesen sie keine nennenswerte Textur auf. Die peritektisch erstarrenden Legierungen hingegen zeigten offensichtlich dendritische bzw. zellular-dendritische Gefüge. Mit Hilfe von analytischen EDX-Untersuchungen wurde in diesem Fall eine Erstarrungssequenz von der  $\beta$ - über die  $\alpha$ - zur  $\gamma$ -Phase nachgewiesen, die Ursache der starken Seigerungen ist. Auch wiesen sie eine ausgeprägte Textur auf, die von der sekundär erstarrenden  $\alpha$ -Phase bestimmt wurde.
- 3) Aus den Ergebnissen dieser Arbeit kann geschlossen werden, dass alle im Lichtbogenofen hergestellten Legierungen unter Bedingungen der konstitutionellen Unterkühlung erstarrt sind. In keinem Fall wurde eine rein zellulare Erstarrung gefunden, was sich für binäre Legierungen mit einem Verteilungskoeffizienten von  $k_0$  nahe 1 erklären lässt.
- 4) Wie schon unter Punkt 2) erwähnt, konnten bei den vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrten Legierungen praktisch ausschließlich globulare Gefüge gefunden werden. Dies steht wieder im Gegensatz zu den Legierungen mit höheren Al-Gehalten. Nach der Literatur ist der Übergang zwischen kolumnarer und globularer Erstarrung durch den Temperaturgradienten  $G$  und die Geschwindigkeit der Erstarrungsfront  $v$  bestimmt. So tendiert eine Legierung zu globularer Erstarrung bei größerem  $G$  und kleinerem  $v$ . Im Fall der Titanaluminide ist der Bereich, in dem sich globulare Gefüge bilden, bei der Erstarrung der  $\beta$ - gegenüber der  $\alpha$ -Phase erweitert. Dies kann damit erklärt werden, dass

die  $\beta$ -Phase im Gegensatz zur  $\alpha$ -Phase das größere Erstarrungsintervall und erleichterte heterogene Keimbildung besitzt. Die Ausbildung der kolumnaren Gefüge bei einem Al-Gehalt ab 45 at.% lässt sich dadurch verstehen, dass die durch die Erstarrung der sekundären  $\alpha$ -Phase entstehende Al-Anreicherungszone in der Schmelze die Keimbildung von  $\beta$ -Dendriten vor der  $\alpha$ -Front unterdrückt, nicht aber das Weiterwachsen der Dendriten entgegen der Wärmeflussrichtung behindert.

- 5) In Übereinstimmung mit der Literatur wurde ein kornfeinender Effekt durch das Legieren mit B gefunden, der für vollständig über die  $\beta$ -Phase erstarrenden Legierungen besonders ausgeprägt war. Die diesen Beobachtungen zugrunde liegenden Mechanismen wurden nicht untersucht, eine Ursache könnte aber in der leichteren Keimbildung der  $\beta$ -Phase in der Schmelze im Vergleich mit der  $\alpha$ -Phase liegen.
- 6) Das Gefüge, das die jeweilige Legierung direkt am Punkt vollständig abgeschlossener Erstarrung aufweist, beeinflusst die Art der nachfolgenden Festkörperumwandlungen. Die Legierungen mit einem Al-Gehalt von maximal 45 at.% bestehen zunächst aus einphasigem  $\beta$ . Kristallographisch zu den vorliegenden  $\beta$ -Körnern orientiert erfolgt zum Zeitpunkt der  $\beta/\alpha$ -Umwandlung die Keimbildung der  $\alpha$ -Phase. Es gibt hierfür eine Vielzahl von Orientierungsmöglichkeiten. Die Keimbildung der  $\alpha$ -Phase erfolgt bei den peritektisch erstarrenden Legierungen hingegen in der Schmelze, orientiert zur Wärmeflussrichtung. Bei weiter fortlaufender Erstarrung wachsen die  $\alpha$ -Körner auf Kosten der primär erstarrten  $\beta$ -Phase, was dazu führt, dass sich im Endeffekt die Textur der sekundär erstarrten  $\alpha$ -Phase durchsetzt.



# Literaturverzeichnis

- Appel, F., Beaven, P.A., Wagner, R., *Acta metall. mater.* 41 (1993), 1721.
- Appel, F., Christoph, U., Wagner, R., *Phil. Mag.* A72 (1995), 241.
- Appel, F., Lorenz, U., Oehring, M., Sparka, U., Wagner, R., *Mater. Sci. Eng.* A233 (1997), 1.,
- Appel, F., Wagner, R., *Mater. Sci. Eng.* R22 (1998), 187.
- Appel, F., Lorenz, U., Paul, J.D.H., Oehring, M., in: *Gamma Titanium Aluminides 1999*, eds. Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto, TMS (Warrendale, PA, 1999), 382.
- Appel, F., *Mater. Sci. Eng.* A317 (2001), 115.
- Appel, F., Clemens, H., Kestler, H., in: *Intermetallic Compounds, Vol. 3, Principles and Practice*, eds. J.H. Westbrook, L. Fleischer, Wiley-VCH, Weinheim (2002), 617.
- Appel, F., Oehring, M., in: *Titan und Titanlegierungen*, eds. M. Peters, C. Leyens, Wiley-VCH, Weinheim (2002), 39.
- Appel, F., Paul, J.D.H., Oehring, M., Fröbel, U., Lorenz, U., *Metall. Mater. Trans.* 30 A (2003), 2149.
- Austin, C.M., Kelly, T.J., in: *Gamma Titanium Aluminides*, eds. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi (TMS, Warrendale, PA, 1995), 21.
- Beddoes, J., Wallace, W., Zhao, L., *Intern. Mater. Rev.* 40 (1995), 197.
- Beschliesser, M. (2002), Montanuniversität Leoben, unveröffentlicht.
- Biloni, H., Boettinger, W.J., in: *Physical Metallurgy, Vol. 1*, eds. R.W. Cahn, P. Haasen, Elsevier Science, Amsterdam (1996), 670.
- Blackburn, M.J., in: *The Science, Technology and Application of Titanium*, eds. R.I. Jaffe, N.E. Promisel (Pergamon Press, Oxford, 1970), 663.
- Bohn, R., *Herstellung und mechanische Eigenschaften silizidhaltiger TiAl-Werkstoffe mit Korngrößen im Submikronbereich*, Dissertation, TU Hamburg-Harburg (1999).
- Brokmeier, H.-G., Oehring, M., Lorenz, U., Clemens, H., Appel, F., *Metall. Mater. Trans.* A (2003), im Druck.
- Burgers, W.G., *Physica* 1 (1934), 561.
- Chalmers, B., *Principles of Solidification*, J. Wiley and Sons, New York, NY (1964).
- Chen, B.H., Jacobson, R.A., *Powder Diffr.* 5 (1990), 144.

- Chen, G.L., Zhang, W.J., Wang, Y., Wang, J., Sun, Z., Wu, Y., Zhou, L., in: Structural Intermetallics, eds. R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, M.V. Nathal (TMS, Warrendale, PA, 1993), 319.
- Chen, G.L., Zhang, W.J., Liu, Z.C., Li, S.J., Kim, Y.-W., in: Gamma Titanium Aluminides 1999, eds. Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto, TMS (Warrendale, PA, 1999), 371.
- Cheng, T.T., in: Gamma Titanium Aluminides 1999, eds. Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto, TMS (Warrendale, PA, 1999), 389.
- Cheng, T.T., Loretto, M., *Acta mater.* 13 (1998), 4801.
- Clemens, H., Kestler, H., *Adv. Eng. Mater.* 2 (2000), 551.
- Christoph, U., Appel, F., Wagner, R., *Mater. Sci. Eng A239-240* (1997), 39.
- Coates, D.E., Subramanian, S.V., Purdy, G.R., *Trans. Metall. Soc. AIME* 242 (1968), 801.
- Dahms, M., *J. Appl. Cryst.* 25 (1992), 258.
- Dahms, M., Bunge, H.J., *J. Appl. Cryst.* 22 (1989), 439.
- DeGraef, M., Löfvander, J.P.A., McCullough, C., Levi, C.G., *Acta mater.* 40 (1992), 3395 .
- DeGraef, M., Biery, N., Rishel, L., Pollock, T.M., Cramb, A., in: Gamma Titanium Aluminides 1999, eds. Y.-W. Kim, D.M. Dimiduk, M.H. Loretto, TMS (Warrendale, PA, 1999), 247.
- Denquin, A., Naka, S., Khan, T., in: Titanium '92, Science and Technology, eds. F.H. Froes, I.L. Caplan (TMS, Warrendale, PA, 1992), 1017.
- Dimiduk, D.M., Hazzledine, P.M., Parthasarathy, T.A., Seshagiri, S., Mendiratta, M.G., *Metall. Mater. Trans.* 29A (1998), 37.
- Dimiduk, D.M., *Mater. Sci. Eng. A263*, (1999), 281.
- Dziobek, A., Durand-Charre, M., Driole, J., Durand, F., *Z. Metallkd.* 86 (1995), 5.
- Eylon, D., Keller, M.M., Jones, P.E., *Intermetallics* 6 (1998), 703.
- Flemings, M.C., *Solidification Processing*, McGraw-Hill, New York, NY (1974).
- Flower, H.M., *Mater. Sci. Techn.* 6 (1990), 1082.
- Guzei, L., in: Ternary Alloys, Vol. 8, eds. G. Petzow, G. Effenberg, VCH, Weinheim (1993), 452.
- Godfrey, A.B., Ph. D. Thesis, The University of Birmingham, 1996.

- Goldstein, J.J., Newbury, D.E., Echlin, P., Joy, D.C., Fiori, Ch., Lifshin, E., Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Plenum, New York und London (1979).
- Haanappel, V.A.C., Clemens, H., Stroosnijder, M.F., Intermetallics 10 (2002), 293.
- Haasen, P., Physikalische Metallkunde, Akademie-Verlag, Berlin (1985).
- Hellwig, A., Palm, M., Inden, G., Intermetallics 6 (1998), 79.
- Hu, D., Intermetallics 9 (2001), 1037.
- Huang, S.C., US Patent 4,879,092 (1989).
- Huang, S.C., Hall, E.L., in: High-Temperature Ordered Intermetallic Alloys, eds. C.T. Liu, A.I. Taub, N.S. Stoloff, C.C. Koch, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 133 (MRS, Pittsburgh, PA, 1989), 373.
- Huang, S.C., in: Structural Intermetallics, eds. R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, M.V. Nathal (TMS, Warrendale, PA, 1993), 299.
- Hug, G., Loiseau, A., Veyssi re, P., Phil. Mag. A57 (1990), 499.
- Hunt J.D., Mater. Sci. Eng. 65 (1984), 75.
- Hunziker, O., Vandyoussefi, M., Kurz, W., Acta mater. 46 (1998), 6325.
- Hyman, M.E., McCullough, C., Valencia, J.J., Levi, C.G., Mehrabian, R., Metall. Trans. 20A (1989), 1847.
- Hyman, M.E., McCullough, C., Levi, C.G., Mehrabian, R., Metall. Trans. 22A (1991), 1647.
- Inkson, B.J., Boothroyd, C.B., Humphreys, C.J., J. Physique IV, 3 (1993), 397.
- Inui, H., Oh, M.H., Nakamura, A., Yamaguchi, M., Acta metall. mater. 40 (1992), 3095.
- Inui, H., Johnson, D.R., Yamaguchi, M., in: Proceedings THERMEC 2003, International Conf. on Processing and Manufacturing of Advanced Materials, eds. T. Chandra, J.M. Toralba, T. Sakai, Materials Science Forum, Vols. 426 - 433 (2003), 1733.
- JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards), International Center for Diffraction Data, Swarthmore, PA (1990).
- Johnson, D.R., Masuda, Y., Shimada, Y., Inui, H., Yamaguchi, M., in: Structural Intermetallics 1997, eds. M.V. Nathal, R. Darolia, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, R. Wagner, M. Yamaguchi (TMS, Warrendale, PA, 1997), 287.
- Johnson, D.R., Chihara, K., Inui, H., Yamaguchi, M., Acta mater. 46 (1998), 6529.
- Kad, B.K., Hazzledine, Phil. Mag. Lett. 66 (1992), 133.

- Kaufman, L. und Bernstein, H., *Computer Calculation of Phase Diagrams*, Academic, New York, NY (1970).
- Kainuma, R., Fujita, Y., Mitsui, H., Ohnuma, I., Ishida, K., *Intermetallics* 8 (2000), 855.
- Kerr, H.W., Kurz, W., *Solidification of Peritectic Alloys*, *Intern. Mater. Rev.* 41 (1996), 129.
- Kestler, H., Clemens, H., in: *Titan und Titanlegierungen*, eds. M. Peters, C. Leyens, Wiley-VCH, Weinheim (2002), 369.
- Kim, Y.-W., *JOM (J. Metals)* 43 (1991), 40.
- Kim, Y.-W., *Acta metall. mater.* 40 (1992), 1121.
- Kim, Y.-W., *JOM (J. Metals)* 46 (1994), 30.
- Kim, Y.-W., Dimiduk, D.M., in: *Structural Intermetallics 1997*, eds. M.V. Nathal, R. Darolia, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, R. Wagner, M. Yamaguchi (TMS, Warrendale, PA, 1997), 531.
- Kim, Y.-W., Dimiduk, D.M., in: *Structural Intermetallics 2001*, eds. K.J. Hemker, D.M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J.M. Larsen, V.K. Sikka, M. Thomas, J.D. Whittenberger (TMS, Warrendale, PA, 2001), 625.
- Kurz, W., Fisher, D.J., *Acta metall.* 29 (1981), 11.
- Kurz, W., Fisher, D.J., *Fundamentals of Solidification*, Transtech Publications, Aedermannsdorf, Schweiz (1984).
- Larsen, D.E., in: *Intermetallic Matrix Composites*, eds. D.L. Anton, R. McMeeking, D. Miracle, P. Martin, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 194* (Mater. Res. Soc., Pittsburgh, PA, 1990), 285.
- Lee, H.N., Johnson, D.R., Inui, H., Oh, M.H., Wee, D.M., Yamaguchi, M., *Acta mater.* 48 (2000), 3221.
- Liu, C.T., Maziasz, C.J., Clemens, D.R., Schneibel, J.H., Sikka, V.K., Nieh, T.G., Wright, J., Walker, L.R., in: *Gamma Titanium Aluminides*, eds. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi, (TMS, Warrendale, PA, 1995), 679
- Liu, Y., Yang, G., Zhou, Y., *J. Cryst. Growth* 240 (2002), 603.
- Lo, T.S., Dobler, S., Plapp, M., Karma, A., Kurz, W., *Acta mater.* 51 (2003), 599.
- Lorenz, U., Appel, F., Wagner, R., *Mater. Sci. Eng.* A234-236, (1997), 846.
- Mahon, G.J., Howe, J.M., *Metall. Trans.* 21A (1990), 1655.
- McCullough, C., Valencia, J.J., Levi, C.G., Mehrabian, R., *Acta metall.* 37 (1989), 1321.
- Minkoff, I., *Solidification and Cast Structures*, John Wiley and Sons, New York, NY (1986).

- Naka, S., Thomas, M., Sanchez, C., Khan, T., in: Structural Intermetallics 1997, eds. M.V. Nathal, R. Darolia, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, R. Wagner, M. Yamaguchi (TMS, Warrendale, PA, 1997), 313.
- Nickel, H., Zheng, A., Elschner, A., Quadackers, W., *Microchim. Acta* 119 (1995), 846.
- Okamoto, H., *J. Phase Equilibria* 14 (1993), 120.
- Ohnuma, I., Fujita, Y., Mitsui, H., Ishikawa, K., Kainuma, R., Ishida, K., *Acta mater.* 48 (2000), 3113.
- Paul, J.D.H., Appel, F., Wagner, R., *Acta mater.* 46 (1998), 1075.
- Paul, J.D.H., Oehring, M., Hoppe, R., Appel, F., in: Gamma Titanium Aluminides 2003, eds. Y.-W. Kim, H. Clemens, A.H. Rosenberger (TMS, Warrendale, PA, 2003), im Druck.
- Pfullmann, Th., Lokale quantitative Phasenanalyse an zweiphasigen TiAl(Cr)-Legierungen mittels analytischer Transmissionselektronenmikroskopie, Dissertation, TU Hamburg-Harburg (1993).
- Pfullmann, Th., Beaven, P.A., *Scripta metall. mater.* 28 (1993), 275.
- Raban, R., Rishel, L.L., Pollock, T.M., in: High-Temperature Intermetallic Alloys VIII, eds. E.P. George, M.J. Mills, M. Yamaguchi, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 552 (Mater. Res. Soc., Warrendale, PA, 1999)*, S. KK2.1.1.
- Sastry, S.M.L., Lipsitt, H.A., *Metall. Trans.* 8A (1977), 299.
- Schaffrik, R.E., *Metall. Trans.* 8A (1977), 1003.
- Semiatin, S.L., in: Gamma Titanium Aluminides, eds. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi (TMS, Warrendale, PA, 1995), 509.
- Singh, A.K., Banerjee, D., *Metall. Mater. Trans.* 28A (1997a), 1735.
- Singh, A.K., Banerjee, D., *Metall. Mater. Trans.* 28A (1997b), 1745.
- Sun, Y., *Phil. Mag. Lett.* 78 (1998), 305.
- Tetsui, T., Ono, S., *Intermetallics*, 7 (1999), 689.
- Tian, W.H., Sano, T., Nemoto, M., *Phil. Mag. A* 68 (1993), 965.
- Tiller, W.A., Jackson, K.A., Rutter, J.W., Chalmers, B., *Acta metall.* 1 (1953), 428.
- Tobisch, J., Bunge, H.J., *Textures* 1 (1972), 125.
- Tsuyama, S., Mitao, S., Minakawa, K., *Mater. Sci. Eng.* A153 (1992), 451.

- Umakoshi, Y., Nakano, T., Takenaka, T., Sumimoto, K., Yamane, T., *Acta metall. mater.* 41 (1993), 1149.
- Vasudevan, V.K., Stucke, S.A., Court, M.A., Fraser, H.L., *Phil. Mag. Lett.* 59 (1989), 299.
- Valencia, J.J., McCullough, C., Levi, C.G., Mehrabian, R., *Acta metall.* 37 (1989), 2517.
- Vandyoussefi, M., Kerr, H.W., Kurz, W., *Acta mater.* 48 (2000), 2297.
- Vogt, M., Einsatz des Kaltwand-Induktionsofens zum Schmelzen und Gießen von TiAl-Legierungen, Dissertation, Universität Hannover (2001).
- Wagner, R., Appel, F., Dogan, B., Ennis, P.J., Lorenz, U., Müllauer, J., Nicolai, H.P., Quadakkers, W., Singheiser, L., Smarsly, W., Vaidya, W., Wurzwallner, K., in: *Gamma Titanium Aluminides*, eds. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi (TMS, Warrendale, PA, 1995), 387.
- Whang, S.H., Hahn, Y.D., *Scripta metall. mater.* 23 (1990), 1679.
- Winegard, W.C., Chalmers, B., *Trans. Amer. Soc. Met.* 46 (1954), 1214.
- Yamabe, Y., Takeyama, M., Kikuchi, M., in: *Gamma Titanium Aluminides*, eds. Y.-W. Kim, R. Wagner, M. Yamaguchi, (TMS, Warrendale, PA, 1995), 111.
- Yamaguchi, M., Umakoshi, Y., *Progr. in Materials Science* 34 (1990), 1.
- Yamaguchi, M., Inui, H., in: *Structural Intermetallics*, eds. R. Darolia, J.J. Lewandowski, C.T. Liu, P.L. Martin, D.B. Miracle, M.V. Nathal (TMS, Warrendale, PA, 1993), 127.
- Yamaguchi, M., Inui, H., Ito, K., *Acta mater.* 48 (2000), 307.
- Zhang, Z., Leonard, K.J., Dimiduk, D.M., Vasudevan, V.K., in: *Structural Intermetallics 2001*, eds. K.J. Hemker, D.M. Dimiduk, H. Clemens, R. Darolia, H. Inui, J.M. Larsen, V.K. Sikka, M. Thomas, J.D. Whittenberger (TMS, Warrendale, PA, 2001), 515.
- Zghal, S., Naka, S., Couret, A., *Acta mater.* 45 (1997), 3005.
- Zwicker, U., Titan und Titanlegierungen, Bd. 21 der Serie Reine und angewandte Metallkunde in Einzeldarstellung, hrsg. von W. Köster, Springer-Verlag, Berlin (1974).