Dipl.-Ing. Bernd Koch

Zum Ermüdungsverhalten der metastabilen β-Titanlegierung Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al (Timetal LCB): mechanische und mikrostrukturelle Untersuchungen

BAM-Dissertationsreihe • Band 28 Berlin 2007 Die vorliegende Arbeit entstand an der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM).

Impressum

Zum Ermüdungsverhalten der metastabilen β -Titanlegierung Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5AI (Timetal LCB): mechanische und mikrostrukturelle Untersuchungen

2007

Herausgeber: Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM) Unter den Eichen 87 12205 Berlin Telefon: +49 30 8104-0 Telefax: +49 30 8112029 E-Mail: info@bam.de Internet: www.bam.de

Copyright © 2007 by Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)

Layout: BAM-Arbeitsgruppe Z.64

ISSN 1613-4249 ISBN 978-3-9811655-7-9

Zum Ermüdungsverhalten der metastabilen β-Titanlegierung Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5AI (Timetal LCB): mechanische und mikrostrukturelle Untersuchungen

Dissertation zur Erlangung des Grades Doktor-Ingenieur

der Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum

von

Bernd Koch

aus Neunkirchen-Seelscheid

Bochum 2007

Dissertation eingereicht am: 6. Juni 2007 Tag der mündlichen Prüfung: 10. August 2007 Erste Referentin: Priv.-Doz. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki Zweiter Referent: Prof. Dr.-Ing. Gunther Eggeler

Zusammenfassung

Bedingt durch die allgegenwärtige Notwendigkeit der Einsparung fossiler Brennstoffe steigt auch in der Kraftfahrzeugindustrie der Druck zur verstärkten Anwendung von intelligentem Leichtbau. Um dafür die bisher vornehmlich in der Luftfahrtindustrie eingesetzten, hochfesten β -Titanlegierungen für kostensensiblere Bereiche attraktiver zu machen, wurde die metastabile Legierung Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5AI (Handelsname: Timetal LCB) entwickelt. Ihr Einsatzschwerpunkt sind Strukturbauteile im Fahrwerksbereich von Kraftfahrzeugen.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit mechanischen Eigenschaften von Timetal LCB und sucht Hinweise für deren mikrostrukturelle Ursachen. Zu diesem Zweck wurden Proben aus für die Herstellung von Kraftfahrzeug-Fahrwerksfedern bestimmtem Draht dieses Materials entnommen und uniaxialen Zug- und Ermüdungsversuchen unterzogen. Dabei wurden sowohl Proben im Lieferzustand (gerollt im $\alpha+\beta$ -Gebiet und lösungsgeglüht) als auch im endwärmebehandelten Zustand (wie vor, plus 4 Stunden Laborwärmebehandlung bei 540°C) untersucht. Das mechanische Versuchsprogramm umfasste Zugversuche, uniaxiale Ermüdungsversuche im Zugschwellbereich (R = 0,1) in Spannungskontrolle und, erstmalig für dieses Material, gesamtdehnungsgeregelte uniaxiale Ermüdungsversuche, ebenfalls mit R = 0,1. Dabei wurden Versuche in Laboratmosphäre sowohl bei Raumtemperatur als auch unter 200°C bis zum Bruch durchgeführt und die erhaltenen Versuchsdaten ausgewertet. Zur Begutachtung der mikrostrukturellen Vorgänge wurden neben den üblichen licht- und rasterelektronenmikroskopischen Verfahren in größerem Umfang TEM-Untersuchungen unternommen.

Die Auswertung der Zugversuchsdaten ergab ein nahezu ideal-plastisches Verhalten sowohl des lösungsgeglühten als auch des endwärmebehandelten Zustands. Bei 200°C Temperatur zeigte der endwärmebehandelte Zustand ein leichtes Verfestigungsverhalten bei reduzierter Steifigkeit und Zugfestigkeit. Die spannungsgeregelten Ermüdungsversuche ergaben leichtes zyklisches Entfestigungsverhalten ohne Sättigung und ausgeprägtes zyklisches Kriechen der endwärmebehandelten Proben bei Raumtemperatur. Versuche in Gesamtdehnungskontrolle hingegen zeigten nach kurzer Verfestigung Sättigung und konstantes Verhalten über die Rest-Versuchsdauer sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 200°C bis hin zu Gesamt-Oberdehnungen von 2,5%, erst darüber zeigte sich kontinuierliche Entfestigung. Auffälligkeiten zeigten sich bei den Proben im Lieferzustand bei Raumtemperatur in Gesamtdehnungsregelung, wo das Verhalten der Spannungsantwort wie auch das Bruchverhalten für Versuche mit Gesamt-Oberdehnung von 3...4% stark von den übrigen Zuständen abwich. Als Ursache hierfür wird verformungsinduzierte α -Phasenausscheidung in Nanostruktur vorgeschlagen. Alle dehnungsgeregelten Versuche unterlagen ausgeprägter zyklischer Relaxation.

Mit Hilfe der TEM wurden lamellare Substrukturen innerhalb der β -Phase des lösungsgeglühten Lieferzustands beobachtet. Ermüdungsbelastung führt zu weiterer Segmentierung dieser Lamellenstruktur. Im wärmebehandelten Zustand trägt die α -Phase den größten Teil der Verformung, erkennbar an ausgeprägten α -Subkornstrukturen in den ermüdeten Zuständen. Es wurden Hinweise auf Subkornrotation gefunden. Der Einfluss der Temperatur von 200°C bei der Versuchsführung ist mikrostrukturell minimal.

Abstract

Due to the common necessity of saving fossile combustibles, pressure rises for the automotive industry to employ lightweight constructions. To encourage the usage of high-strength β -titanium alloys, which have been predominantly used in the aerospace industry up to now, the metastable alloy Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al (brand name: Timetal LCB) has been developed for more cost sensitive branches. Its targeted main areas of application are structural parts in automobile suspensions.

The present work deals with the mechanical behaviour of Timetal LCB and looks out for hints on its microstructural reasons. To accomplish this goal, specimens were taken out of LCB wire made for automotive suspension spring manufacturing. Uniaxial tensile and fatigue tests were carried out. Two different heat treatments were investigated, an asdelivered state (hot rolled in (α + β)-regime and solution treated) as well as an additionally aged state (likewise, plus 4h laboratory heat treatment at 540°C). Mechanical test programme comprised tensile tests, uniaxial fatigue tests in tensile swelling mode (R = 0.1) and force control and, for the first time regarding this material, uniaxial fatigue tests in total strain control with R = 0.1. Tests were made in laboratory atmosphere at room temperature and at 200°C constant temperature until specimen fracture occurred. Mechanical test data was recorded and evaluated. To analyse microstructural developments, extensive TEM investigations were done additionally to usual light- and scanning electron microscopy.

The evaluation of tensile test data showed near perfect ideal-plastic behaviour of the asdelivered as well as the aged material state. At 200°C, aged material showed slight strengthening behaviour combined with reduced overall strength and stiffness. Fatigue tests in force control resulted in mild cyclic softening behaviour without saturation and markedly appearing cyclic creep of aged specimens at room temperature. Total strain controlled fatigue tests, however, showed short cyclic strengthening followed by constant force response at room temperature as well as 200°C up to 2.5% total strain. Above this value, cyclic softening occurred. Tests with as-delivered specimens at 3% and 4% total strain had a distinctive force response differing from all other total strain controlled tests; the same statement applies for their fracture behaviour. A deformation induced precipitation of nanostructure α -Phase is assumed to be responsible for these findings. All tests in total strain control were subject to pronounced cyclic relaxation.

By TEM investigations lamellar substructures were found inside β -phase areas of the asdelivered states. Fatigue loading led to additional segmentation of these substructures. In aged state, α -phase carries the major part of deformation work, noticeable by distinct α substructures in fatigued specimen states. Hints were found for rotation of generated subgrains. Influence of 200°C test temperature on microstructural developments was found to be minimal.

Inhalt

Zusamme	enfassung	v
Abstract		VII
Inhalt		IX
Formelzei	ichen und Abkürzungen	XIII
1 Einlei	itung	1
1.1 T	itan und seine Legierungen	1
1.1.1	Vorkommen und Herstellung	1
1.1.2	Metallkunde	2
1.2 β	-Titanlegierungen	5
1.2.1	Eigenschaftsprofil und spezielle Metallkunde	5
1.2.2	Die Legierung Timetal "Low-Cost Beta" (LCB)	7
1.2.3	Anwendungen	9
1.3 E	Ermüdung metallischer Werkstoffe	11
1.3.1	Bereiche des Ermüdungsverhaltens	12
1.3.2	Ermüdungsversuche	13
1.3.3	Ermüdung von Titanlegierungen	19
1.4 Z	liel der Arbeit	22
2 Expe	rimentelle Methoden	23
2.1 U	Intersuchte Werkstoffzustände	23
2.1.1	Material	23
2.1.2	Wärmebehandlung	23
2.1.3	Ermüdungsproben	24
2.2 N	lechanische Prüfungen	26
2.2.1	Quasistatische Versuche	27
2.2.2	Ermüdungsversuche	28
2.2.3	Sonstige Prüfungen	29
2.3 N	/likroskopie	29
2.3.1	Methoden	29

	2.3.2	Probenpräparation	30
3	Ergebn	isse	32
	3.1 Au	sgangszustände	32
	3.1.1	Gefüge (LiMi und REM)	32
	3.1.2	Makrohärte	36
	3.1.3	EDX-Analysen	36
	3.2 Me	chanische Versuchsdaten	40
	3.2.1	Zugversuche	40
	3.2.2	Spannungskontrollierte Ermüdungsversuche	42
	3.2.3	Gesamtdehnungskontrollierte Ermüdungsversuche	47
	3.3 Fra	ktographie	62
	3.3.1	Spannungskontrollierte Ermüdungsversuche	62
	3.3.2	Gesamtdehnungskontrollierte Ermüdungsversuche, Zugversuche	64
	3.4 Ge	fügeuntersuchungen im TEM	69
	3.4.1	Ausgangszustände	69
	3.4.2	Versuchsreihe: Dehnungskontrolle, Lieferzustand, RT	76
	3.4.3	Versuchsreihe: Spannungskontrolle, wärmebehandelte Proben, RT	82
	3.4.4	Versuchsreihe: Dehnungskontrolle, wärmebehandelte Proben, RT	86
	3.4.5	Versuchsreihe: Dehnungskontrolle, wärmebehandelte Proben, 200°C	91
4	Diskus	sion	97
	4.1 Ver	formung von Titanlegierungen	97
	4.1.1	Verformungssysteme	97
	4.1.2	Einfluss der ω-Phase	99
	4.2 Zur	Ermüdung von Timetal LCB	99
	4.2.1	Zyklische Entfestigung, Verfestigung und Sättigung	99
	4.2.2	Verhalten der Spannungs-Dehnungs-Hysteresen	100
	4.2.3	Mikrostruktur und Verformung	102
	4.2.4	Weitere Phänomene	104
	4.3 Scł	nlussbemerkungen und Ausblick	105
5	Literatu	ırverzeichnis	106

Anhang 1: Tabellarische Zusammenfassung der Versuche	112
Anhang 2: Verzeichnis der Abbildungen	114
Anhang 3: Verzeichnis der Tabellen	119
Lebenslauf des Autors	120
Danksagung	122

Formelzeichen und Abkürzungen

Symbole und Formelzeichen:

Zeichen	Einheit	Bedeutung	
α		Alpha-Phase, hexagonal dichtest gepackte Struktur in Titan	
α'		Martensit in Titan (hexagonale Modifikation)	
α"		Martensit in Titan (orthogonale Modifikation)	
α_{P}		Primär-α-Phase in Titan	
$\alpha_{\rm S}$		Sekundär-α-Phase in Titan	
α_{Th}	[1/K]	Thermischer Ausdehnungskoeffizient	
β		Beta-Phase, kubisch-raumzentrierte Struktur in Titan	
Δσ	[MPa]	Schwingungsbreite der Spannung (= σ_o - σ_u)	
Δε	[%]	Schwingungsbreite der Dehnung (= ϵ_o - ϵ_u)	
3	[%]	mechanische Dehnung	
٤ _A	[%]	Dehnungsamplitude (= $\Delta\epsilon/2$)	
٤ _{el}	[%]	elastischer Dehnungsanteil an der Gesamtdehnung	
εο	[%]	Oberdehnung im Schwingversuch (betragsmäßig)	
ε _{max}	[%]	absolut größte Dehnung im Ermüdungsversuch	
٤ _{min}	[%]	absolut kleinste Dehnung im Ermüdungsversuch	
ε _{pl}	[%]	plastischer Dehnungsanteil an der Gesamtdehnung	
ε _{pl, res}	[%]	durch Ratchetting akkumulierte plastische Dehnung	
٤s	[%]	Sättigungsdehnung der Wechselverformungskurve	
٤ _t	[%]	Gesamtdehnung	
٤u	[%]	Unterdehnung im Schwingversuch (betragsmäßig)	
λ_{T}	[W/mK]	thermische Leitfähigkeit	
ρ	[g/cm³]	physikalische Dichte	
σ	[MPa]	technische mechanische Normalspannung	
σ ^ι	[MPa]	Eigenspannung 1. Art (makroskopisch)	
σa	[MPa]	Spannungsamplitude (=Δσ/2)	
σ_{o}	[MPa]	Oberspannung im Schwingversuch (betragsmäßig)	
σ_{m}	[MPa]	Mittelspannung im Schwingversuch	
σ_{max}	[MPa]	absolut größte Spannung im Schwingversuch	
σ_{min}	[MPa]	absolut kleinste Spannung im Schwingversuch	
σ_{u}	[MPa]	Unterspannung im Schwingversuch (betragsmäßig)	
σ_{s}	[MPa]	Sättigungsspannung der Wechselverformungskurve	
T _f	[MPa]	Ermüdungsfestigkeit unter Schubspannung	

ω		Omega-Phase in Titan
ω_{iso}		Isothermisch ausgeschiedene ω -Modifikation, kubisch
ω_{ath}		Athermisch ausgeschiedene ω -Modifikation
а	[nm]	Gitterparameter
А	[%]	Bruchdehnung
AI_{Eq}	[-]	Aluminium-Äquivalent von Titanlegierungen
С	[nm]	Gitterparameter
С	[N/mm]	Federkonstante
D _m	[µm]	mittlerer Korndurchmesser
E	[GPa]	quasistatischer Elastizitätsmodul
Ec	[GPa]	=E _D (engl. "compression")
ED	[GPa]	dynamischer Elastizitätsmodul bei Druckentlastung
Eτ	[GPa]	=E _Z (engl. "tension")
Ez	[GPa]	dynamischer Elastizitätsmodul bei Zugentlastung
F	[kN]	mechanische Kraft
G	[GPa]	Schubmodul
Kı	[MPa√m]	Spannungsintensitätsfaktor für Modus I
K _{IC}	[MPa√m]	kritischer Spannungsintensitätsfaktor
I	[mm]	Länge
I ₀	[mm]	Anfangsmesslänge
L		Längsschliff (parallel zur Drahthauptachse)
M _f	[°C]	Martensit-Endtemperatur ("finish")
Ms	[°C]	Martensit-Starttemperatur
Mo_{Eq}	[-]	Molybdän-Äquivalent von Titanlegierungen
n	[Hz]	Frequenz, hier: Zyklen pro Sekunde
Ν	[-]	Zyklenzahl im Ermüdungsversuch
Q		Querschliff (senkrecht zur Drahtlängsachse)
N _B	[-]	Bruchzyklenzahl
R	[-]	Spannungs- oder Dehnungsverhältnis (= σ_u/σ_o bzw. = ϵ_u/ϵ_o)
R _m	[MPa]	maximale Zugfestigkeit
R _{p 0.2}	[MPa]	Dehngrenze
t	[s]	Zeit
т	[°C]	Temperatur
T _β	[°C]	β-Transustemperatur
Ts	[°C]	Schmelztemperatur
Z	[%]	Brucheinschnürung

Abkürzungen:

Al	chemisches Element Aluminium
AZ	nicht ermüdeter Ausgangszustand
CBED	Konvergenz-Elektronenbeugung ("convergent beam electron diffraction")
CP	kommerzieller Reinheitsgrad von Titan ("commercially pure")
СТ	"compact tension" Bruchmechanikprobe
DF	mikroskopische Darstellung im Dunkelfeld
EBSD	"electron backscatter diffraction", orientierungsabbildende Mikroskopie
EDX	energiedispersive Röntgenanalyse
FC	Spannungskontrollierter Versuch ("force control")
Fe	chemisches Element Eisen
HCF	"high-cycle fatigue", N > 10^4
hdp	hexagonal dichtest gepackte Kristallstruktur
krz	kubisch-raumzentrierte Kristallstruktur
LCB	"Iow-cost beta", Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al
LCF	"low-cycle fatigue", N < 10^4
LiMi	Lichtmikroskopie
LZ	Proben im Lieferzustand
Мо	chemisches Element Molybdän
mp	Messlänge mechanisch poliert
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RT	Raumtemperatur / Laboratmosphäre
SC	Gesamtdehnungskontrollierter Versuch ("strain control")
STEM	Raster-Transmissionselektronenmikroskopie ("scanning TEM")
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
Ti	chemisches Element Titan
WB	Proben im endwärmebehandelten Zustand (4h 540°C, Luftabkühlung)
ZSD	zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve
ZV	Zugversuch

1.1 Titan und seine Legierungen

Titan, Ordnungsnummer 22 im Periodensystem der Elemente, zählt mit einer Dichte von 4,51 g/cm³ zur Gruppe der Leichtmetalle [1, 2]. Obwohl damit das Schwerste der Leichtmetalle, bietet es doch ein sehr gutes Verhältnis von Festigkeit zu Dichte, welches je nach Legierung deutlich über dem von Aluminium oder Magnesium liegt und auch das der niedrig legierten Stähle um etwa das Doppelte übertrifft. Eine Einordnung von Titan und seinen Legierungen in Bezug auf Dichte und Festigkeit gängiger Konstruktionsmaterialien kann einer Auftragung nach Ashby entnommen werden, *Bild 1.1*. Die erzielbaren absoluten Festigkeiten wie auch die Warmfestigkeit liegen erheblich höher als bei anderen Leichtmetallen und sind teilweise mit denen der Stähle vergleichbar, weshalb sich Titanlegierungen in



Bild 1.1: Auftragung von Zugfestigkeit über Dichte gängiger Konstruktionsmaterialien (nach Ashby [3]).

Bezug auf ihre mechanischen Eigenschaften als Leichtbau-Strukturwerkstoffe empfehlen. Als weitere herausragende Eigenschaft ist die exzellente Korrosionsbeständigkeit in oxidierenden Umgebungen bei niedrigen Temperaturen zu nennen, die auf der Ausbildung einer dichten und sehr stabilen Oxidschicht auf der Oberfläche beruht.

1.1.1 Vorkommen und Herstellung

Titan liegt in der Natur nicht in reiner, metallischer Form, sondern hauptsächlich als Titandioxid (TiO₂, Rutil) vor. Dieses Oxid ist hochweiß und wird als Farbstoffpigment in Farben aller Art, wegen seiner toxikologischen Unbedenklichkeit auch als E171 in Lebensmitteln, eingesetzt; der Anteil des metallischen Titans am Welt-Titanverbrauch liegt nur bei ca. 10%. Die Gewinnung metallischen Titans erfordert einen aufwendigen, mehrstufigen elektrochemischen Prozess (Kroll- oder Hunter-Prozess); genaueres hierzu in [2]. Bedingt durch die sehr hohe Reaktivität sowie Löslichkeit für interstitielle Elemente wie Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff muss das Erschmelzen des entstehenden Titanschwamms unter Schutzgasatmosphäre im Lichtbogenofen mit Abbrandelektrode erfolgen, wodurch die Prozesskosten deutlich höher als bei anderen Leichtmetallen anzusetzen sind. Die üblicherweise verwendeten, teuren Legierungselemente wie Vanadium, Molybdän oder Zirkon tragen einen weiteren Teil zu den generell hohen Kosten für Titanlegierungen bei. Hinzu kommen Erschwernisse wie die Tatsache, dass es zurzeit weltweit keine reine Titan-Walzstraße zur Erzeugung von Halbzeugen gibt; die Titanhersteller müssen relativ kostspielig Zeit in Stahlwalzwerken mieten, was zudem einer tiefer reichenden Prozessoptimierung im Wege steht [4].

Das traditionelle technische Einsatzgebiet der Titanlegierungen ist deshalb die Luft- und Raumfahrt, da in diesen Bereichen sehr viel höhere Kosten pro eingespartem kg Strukturmasse akzeptabel sind als z. B. im Automotive-Bereich. Seit einigen Jahren jedoch werden verstärkt Anstrengungen unternommen, die Kosten von Titanlegierungen zu senken und diese Werkstoffe in kostensensibleren Bereichen zu etablieren [5, 6], da man sich hierdurch einen Quantensprung in der weltweiten Titanverwendung erhofft. Eine flächendeckende Anwendung im Automotive-Bereich mit nur einigen kg pro produziertem Fahrzeug könnte die derzeitige Titan-Weltproduktion von ca. 50.000 Tonnen/Jahr vervielfachen. Maßnahmen zur Kostenreduktion umspannen sowohl den Bereich des Processing (z.B. durch Etablierung neuer Erschmelzungs- und Umformverfahren) wie auch die Legierungsentwicklung. Ein Produkt dieser Bemühungen ist auch die in dieser Arbeit behandelte Legierung Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5AI (Timetal[®] LCB), die in Kapitel 1.2.2 näher beschrieben wird.

1.1.2 Metallkunde

Reines Titan liegt bei Raumtemperatur in einer hexagonal - dichtest gepackten Gitterstruktur ("hdp", hexagonal dichteste Packung) des Mg-Typs vor, der Alpha (α)-Phase. Beim Aufheizen über eine Transustemperatur von 882°C erfolgt eine allotrope Gitterumwandlung in die Beta (β)-Phase, eine kubisch-raumzentrierte Struktur ("krz"). *Bild 1.2* zeigt eine schematische Darstellung beider Modifikationen. Die β -Transustemperatur kann durch Legieren mit anderen Elementen in weiten Grenzen verändert werden; auf diese Weise können bei Raumtemperatur stabile β -Legierungen erzeugt wie auch die Beständigkeit der α -Phase zu höheren Temperaturen hin verschoben werden. *Tabelle 1.1* listet den Einfluss der jeweiligen Elemente auf die α - β -Phasenumwandlung auf.

	neutral	α-stabilisierend	β-stabilisierend (isomorph)	β-stabilisierend (eutektoid)
Elemente	Sn, Zr	AI, O, N, C	Mo, V, Ta, Nb	Fe, Mn, Cr, Co, Ni, Cu, Si, H

Tabelle 1.1: Einfluss von Legierungselementen auf Phasengebiete in Titan [1].



Bild 1.2: Kristallstruktur von Titan und zugehörige Gitterparameter [1]. Links die Niedrigtemperatur-Modifikation α (hdp), rechts die Hochtemperaturphase β (krz). Markiert sind die Ebenen dichtester Atombelegung.

Die kontinuierliche Umwandlung $\beta \rightarrow \alpha$ erfolgt in Legierungen isomorph oder eutektoid, wobei die dichtest gepackten krz-Gleitebenen der β -Phase {110} in die hdp-Basalebenen {0001} der α -Phase übergehen. Diese Art der krz-hdp Umwandlung ist typisch und wurde zuerst von *Burgers* an Zirkonkristallen beobachtet [7]. Die Orientierungsbeziehungen

 $\{0001\}_{\alpha}$ // $\{110\}_{\beta}$ <1120> $_{\alpha}$ // <111> $_{\beta}$

für die ineinander übergehenden Gleitebenen bzw. –richtungen werden deshalb als "Burgers-Beziehung" bezeichnet. Für Titan konnte dieser grundlegende Zusammenhang schon früh bestätigt werden [8, 9]. Zusätzlich kann die Umwandlung auch unter anderen Orientierungsbeziehungen stattfinden; diese können sehr komplex sein und sind bis heute nicht vollständig erforscht. Man spricht von "freiem" bzw. "Nicht-Burgers" α . Manche Autoren [10, 11] sind der Auffassung, dass in einigen Legierungen das "Burgers- α " als Vorstufe zum "Nicht-Burgers- α " dient und letzteres die thermodynamisch stabilere Variante sei.

Diffusionslose martensitische Umwandlung des krz- β -Gitters in das hdp- α -Gitter ist bei ausreichend schnellen Abkühlgeschwindigkeiten möglich. Im Gegensatz zu Eisenwerkstoffen tritt jedoch keine deutliche Abnahme der Duktilität des Materials ein, lediglich eine leichte Festigkeitssteigerung wird erzielt. Es können zwei unterschiedliche Martensitformen entstehen: das hexagonale α' und die orthorhombische Modifikation α'' , wobei letztere in der Regel beim Abkühlen aus relativ niedrigen Temperaturen entsteht (<900°C) und eine gute Verformbarkeit aufweist [12, 13].

Auf eine weitere athermische Phase, die ω -Phase, die zu Versprödung führen kann, wird in Kapitel 1.2.1 näher eingegangen.

Die durch Legieren erzeugten Titanwerkstoffe werden wie folgt klassifiziert:

 Reintitan (α): unlegiert, Einstellung der Festigkeit über den Sauerstoffgehalt ("CP"-Grade = "commercial purity")

- α- und near-α-Legierungen: ausschließlich α- bzw. geringe Anteile an βstabilisierenden Elementen
- (α+β)-Legierungen: β-Phasen-Volumenanteil von ca. 5...40%, kommerziell wichtigste Legierungsgruppe (Ti-6Al-4V)
- metastabile β-Legierungen: Bildung von α-Martensit wird bei Raumtemperatur unterdrückt, jedoch Durchlaufen des (α+β)-Zweiphasengebiets (*Bild 1.3,* Beispiel der β-isomorphen Umwandlung)
- stabile β-Legierungen: einphasig, keine Ausscheidung von α-Phase beim Abkühlen.



Bild 1.3: ß-isomorphe Umwandlung von Titan in Abhängigkeit von zulegierten β -stabilisierenden Elementen (schematisch). M_s und M_f kennzeichnen α -Martensitbildung.

Das Umwandlungsverhalten kann anhand zweier Äquivalenz-Kennzahlen eingeordnet werden: das Molybdän-Äquivalent Mo_{Eq} [14] und das Aluminium-Äquivalent Al_{Eq} [2]:

$$\begin{split} & \mathsf{Mo}_{\mathsf{Eq}} = \underbrace{1,0(\% \ \mathsf{Mo}) + 0,67(\% \ \mathsf{V}) + 0,44(\% \ \mathsf{W}) + 0,28(\% \ \mathsf{Nb})}_{+ \ 0,22(\% \ \mathsf{Ta}) + 2,9(\% \ \mathsf{Fe}) + 1,6(\% \ \mathsf{Cr}) - 1,0(\% \ \mathsf{Al})} & \textit{Gl. 1.1} \\ & \mathsf{Al}_{\mathsf{Eq}} = \underbrace{1,0(\% \ \mathsf{Al}) + 10,0(\% \ \mathsf{O}) + 20,0(\% \ \mathsf{N}) + 10,0(\% \ \mathsf{C})}_{+ \ 0,17(\% \ \mathsf{Zr}) + 0,33(\% \ \mathsf{Sn})} & \textit{Gl. 1.2} \end{split}$$

(alle Angaben in Gewichts-Prozent)

Hierbei stellt Mo_{Eq} ein Maß für die Auswirkung der β -stabilisierenden Elemente dar; metastabile β -Legierungen verfügen in der Regel über ein Mo_{Eq} > 10%, stabile > 30%. Das Al_{Eq} dient in erster Linie der Abschätzung der Gefahr der Legierungsversprödung durch Ausbildung geordneter intermetallischer Phasen (Ti_xAI); diese ist gegeben bei Al_{Eq} > 9%. Bedingt durch die hdp-Struktur verfügt die α -Phase des Titans über eine ausgeprägte mechanische Anisotropie, durch welche die Texturen des Materials über die thermomechanische Behandlung in weiten Grenzen gesteuert werden können. Entscheidenden Einfluss nehmen hierbei die Lage der Basalebenen der α -Phase relativ zur Umformung sowie Modi, Grade und Temperaturen der Umformung. Die Einstellung der Textur kann hierbei weitgehend unabhängig von der des Gefüges, welches primär durch die Lösungsglühtemperaturen beeinflusst wird, erfolgen [1].

Reintitan findet in erster Linie Anwendung in Bereichen, in denen Korrosionsbeständigkeit und / oder Biokompatibilität, Optik oder auch die im Vergleich zu anderen Leichtmetallen höhere Warmfestigkeit im Vordergrund stehen; so z.B. in der chemischen Industrie (Resistenz gegen aggressive oxidative Medien), in der Architektur (Optik, Widerstand gegen atmosphärische Einflüsse), im Offshore-Bereich (Salzwasser-Resistenz) und in der Medizin (Biokompatibilität). Near- α und (α + β)- Legierungen machen den bei weitem größten Teil der Welt-Titanlegierungsproduktion aus; so entfallen mehr als 50% alleine auf die Legierung Ti-6AI-4V. Mit ihnen sind höhere Festigkeiten als mit Reintitan zu erzielen, und ihre Eigenschaften lassen sich durch Variation der thermomechanischen Behandlungen in weiten Grenzen einstellen [2].

Auf weitere, für die vorliegende Arbeit interessierende metallkundliche Aspekte wird in den folgenden Kapiteln näher eingegangen, insbesondere in Bezug auf β-Titanlegierungen. Für weiterführende, allgemeine Informationen zu Titan und seinen Legierungen sei auf die in diesem Kapitel zitierte Literatur verwiesen.

1.2 β-Titanlegierungen

Werden an die Kombination von Festigkeit, Zähigkeit und Ermüdungsresistenz höchste Anforderungen gestellt, können β -Titanlegierungen ihre besonderen Vorzüge ausspielen. Diese werden aber im Vergleich zu (α + β)-Legierungen durch ein höheres spezifisches Gewicht und in der Regel einen hohen Anteil teurer Legierungselemente erkauft. Der Marktanteil der β -Legierungen ist noch sehr klein, im einstelligen Prozentbereich [14]. Durch zunehmender Einsatz dieser Legierungsklasse in der Luftfahrt zeigt die Tendenz jedoch deutlich nach oben. Die weiteren Ausführungen konzentrieren sich auf die metastabilen Varianten, die den weitaus größten Anteil der kommerziell gefertigten β -Legierungen ausmachen.

1.2.1 Eigenschaftsprofil und spezielle Metallkunde

In metastabilen β -Titanlegierungen wird beim Abkühlen das (α + β)-Feld im Zustandsdiagramm durchlaufen. Dadurch besteht die Möglichkeit der Ausscheidungshärtung durch in einer β -Matrix dispergierte α -Phase, welche sehr effektiv ist und zu Festigkeiten bis zu 1400MPa führen kann. Man unterscheidet prinzipiell zwischen zwei Formen der ausgeschiedenen α -Phase:

Primär-α (α_P): Nach einer Lösungsglühung und/oder thermomechanischen Umformung (vgl. *Bild 1.4*) im β- oder (α+β)-Phasengebiet und anschließendem Abschrecken entstehend. Legierungen mit einem hohen Anteil an β-Stabilisatoren werden bevorzugt im β-Phasengebiet umgeformt, solche mit geringem

β-Stabilisatoren-Anteil in der Regel im (α+β)-Gebiet. Je nach Legierung und Prozessführung kann sich die Primär-α-Phase nadelig in der Matrix, auf den Korngrenzen oder globular ausscheiden, was erheblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften hat [10, 15, 16]. So wird ein dominierender Anteil an Korngrenzen-α, unter Umständen zu einem durchgehenden "Film" verbunden, für bestimmte Legierungen als verheerend für Bruchzähigkeit und Ermüdungsfestigkeit angesehen [17, 18]. Als Grund hierfür wird die im Vergleich zur im finalen Wärmebehandlungsschritt ausgehärteten Matrix geringe Festigkeit der α-Phase angenommen, die als Ort der Rissinitiierung und/oder bevorzugter Pfad der Rissausbreitung dient ("soft zones" entlang der β-Korngrenzen).

Sekundär-α (α_S): Im letzten Schritt der thermomechanischen Behandlung, der Auslagerungs- oder Aushärtungsglühung bei deutlich niedrigerer Temperatur als die der Lösungsglühung, wird fein dispergiertes Sekundär-α in der β-Matrix ausgeschieden, das in der Regel die Form von kleinen Scheibchen, sog. Platelets, annimmt. Die Dicke solcher Platelets liegt oft nur im Bereich unter 100nm. Mit zunehmender Aushärtung steigt die Festigkeit der Legierung, jedoch in der Regel verbunden mit einem drastischen Rückgang der Bruchzähigkeit [17, 19]. Die Ausscheidung von Sekundär-α kann durch der Auslagerungsbehandlung vorangehende Kaltverformung oder gezielte Einlagerung interstitieller Elemente beeinflusst werden [20, 21].



Bild 1.4: Wärmeführung bei der thermomechanischen Behandlung von β-Titanlegierungen und resultierende α-Phasenausscheidungen.

Bei einer Umformbehandlung oder Lösungsglühung im β -Gebiet (gestrichelte Linien in *Bild 1.4*) besteht die Gefahr eines rapiden Wachstums der β -Korngröße, verbunden mit einem Rückgang der Bruchzähigkeit und Ermüdungsfestigkeit. Aus diesem Grund wird bei solchen Prozessen die Temperatur in der Regel nur knapp oberhalb des β -Transus eingestellt und die Glühzeit kurz gehalten. Für weitere Informationen zur thermomechanischen Behandlung von β -Titanlegierungen siehe [22-24].

Als weiterer Ausscheidungstyp kann die ω -Phase auftreten, zum einen athermisch beim Abschrecken nach der Lösungsglühung (ω_{ath}) oder isotherm bei der Auslagerungsbehandlung (ω_{iso}). Erstere ist extrem klein (Partikelgrößen <3nm) und kann daher keiner bestimm-

ten Morphologie zugeordnet werden, letztere kann in kubischer oder ellipsoider Modifikation auftreten, abhängig von der Gitterfehlpassung zur umgebenden β -Matrix [25]. Durch passende Wahl der Prozessparameter bei der thermomechanischen Behandlung kann die Bildung der ω -Phasen unterdrückt oder ihre Umwandlung in α - oder β -Phase befördert werden [26], was in industrieller Fertigung Standard ist, da die ω -Phasen starke Versprödung verursachen können. Neuere Untersuchungen beschäftigen sich mit der Rolle der ω -Phasen als Keimbildungsorte für α -Phase zur Gefügeoptimierung [27, 28]; eine Anwendung ist aber aufgrund der komplexen Prozessführung noch nicht in Sicht. Die Rolle der ω -Phase bei der β - α -Umwandlung ist nach wie vor Gegenstand der Forschung.

Das krz- β -Kristallgitter verfügt über 12 Gleitsysteme, die durch dichteste Atombelegung für plastische Verformung besonders günstig sind (6 Ebenen {110} mit je 2 Richtungen <111>). Hingegen weist das hdp- α -Gitter nur 3 Gleitsysteme mit dichtester Packung auf. Aus diesem Grund ist die Umformbarkeit der β -Phase erheblich einfacher als die der α -Phase, weswegen β -Legierungen mit ihrem hohen β -Phasenanteil Vorteile bei der Umformung bei niedrigen Temperaturen besitzen. Demgegenüber steht jedoch eine große Rückfederung der verformten Bauteile, was eine near-net-shape-Produktion erschwert.

Abschließend sei erwähnt, dass β -Titanlegierungen schlechter schweißbar als α -Legierungen sind, was in ihrer nochmals höheren Affinität zu atmosphärischen Elementen wie Wasserstoff und Sauerstoff begründet ist, die Versprödung verursachen können. Die Diffusionsgeschwindigkeit in der β -Phase ist um mehr als zwei Größenordnungen höher als in der α -Phase [1], womit gleichzeitig eine Erklärung für ihren schlechteren Kriechwiderstand gegeben werden kann. Das Einsatzgebiet der β -Titanlegierungen sind deshalb Bereiche, in denen höchste Festigkeit bei relativ geringem Gewicht und bei niedrigen Temperaturen verlangt werden. Zur für diese Arbeit besonders bedeutenden Ermüdungsresistenz sei auf das Kapitel 1.3.3 verwiesen.

1.2.2 Die Legierung Timetal "Low-Cost Beta" (LCB)

Konventionelle β -Legierungen enthalten größere Anteile β -stabilisierender Elemente wie Vanadin, Molybdän oder Niob, die durch ihren hohen Preis einen erheblichen Anteil an der ungünstigen Kostenbilanz der β -Legierungen im Vergleich zu (α + β)-Legierungen wie Ti-6Al-4V haben. Um hochfeste β -Legierungen in kostensensibleren Bereichen als der Luftund Raumfahrt zu etablieren, wurde nach alternativen Konzepten gesucht. Betrachtet man den Molybdän-Äquivalent (*Gleichung 1.1*), so fällt auf, dass Eisen mit 2,9 den höchsten β -Stabilisierungsfaktor pro Gewichts-Prozent aufweist. Die US-amerikanische Firma Timet[®], Henderson, Nevada, verfolgte dieses Konzept und stellte 1990 die Legierung "Low-Cost Beta", abgekürzt "LCB", mit der Zusammensetzung Ti-6,8Mo-4,5Fe-1,5Al vor. Hierbei wurde zusätzlich die Tatsache ausgenutzt, dass Eisen-Molybdän-Vorlegierungen in der Stahlindustrie breiten Einsatz finden und dementsprechend günstig erhältlich sind.

Die Problematik bei der Verwendung von Eisen in Titanlegierungen besteht in der entstehenden Seigerungsneigung der Schmelze und den damit verbundenen Inhomogenitäten in den Materialeigenschaften. Durch eine Optimierung der Prozessführung muss diesem entgegengewirkt werden; die Herstellung von Guss- und Schmiedeteilen ist deutlich erschwert. Hier liegt ein Grund, warum die Verwendung von Eisen als β -Stabilisator bisher keine größere Verbreitung gefunden hat. Die bevorzugte Produktion von LCB umfasst

daher auch in erster Linie gewalzte oder gerollte Halbzeuge in Form von Stangen, Platten oder Draht.

Hauptsächliche Zielsetzung bei der Entwicklung von Timetal LCB war die Bereitstellung einer preisgünstigen, hochfesten Legierung für Strukturbauteile im Bereich der straßengebundenen Kraftfahrzeuge. Hier ist der Kostendruck deutlich höher als in der Luft- und Raumfahrt – der potenzielle finanzielle Einsatz pro gespartem Kilogramm Gewicht fällt um eine Größenordnung geringer aus. Ein wirtschaftlicher Einsatz von β -Titanlegierungen ist daher meist nur über durch ihre Verwendung bewirkte Sekundäreffekte zu rechtfertigen. Solche wären beispielsweise Umdimensionierung weiterer Bauteile durch das gesparte Gewicht, funktionelle Vorteile oder Ausnutzung mehrerer anwendungsbezogen vorteilhafter Eigenschaften zusätzlich zum Gewichtsvorteil; hier sei der ausgezeichnete Korrosionswiderstand und der niedrige E-Modul angeführt. Über die ersten erfolgreichen Anwendungen von LCB im Automobilsektor wird im folgenden Kapitel berichtet.

Obwohl seit Einführung der Legierung LCB nunmehr über 15 Jahre vergangen sind, zählt sie zusammen mit einigen anderen β -Legierungen (Beta-CEZ, SP700) zu den relativ neuen Werkstoffklassen. Dementsprechend ist die Anzahl der verfügbaren Daten über den wissenschaftlichen Bereich hinaus begrenzt; selbst der Hersteller Timet bietet kein standardisiertes Datenblatt an. Die in *Tabelle 1.2* und *Tabelle 1.3* aufgezeigten Daten wurden deshalb aus einem Informationsmedium der Titanindustrie sowie Forschungsdaten zusammengetragen.

Flomont	т	Mo	E C		<u> </u>	0	N	<u>ц</u>
Element	11	IVIO	ге	AI	C	0	IN	п
Gew%	bal.	6,51	4,29	1,44	0,017	0,085	0,004	37ppm

Tabelle 1.2: Chemische	Zusammensetzung von	Timetal LCB [26].
------------------------	---------------------	-------------------

Eigenschaft	Einheit	Wert
Dichte $ ho$	g/cm³	4,8
Schmelzpunkt T_{S}	°C	1650 ±15
β -Transustemperatur T_{β}	°C	795 ±10
Thermische Leitfähigkeit λ_{Th}	W/mK	9,2
Thermischer Ausdehnungskoeffizient a_{Th}	1/K	4,5x10 ⁻⁶
E-Modul (typisch) <i>E</i>	GPa	110117
Zugfestigkeit <i>R_m</i>	MPa	10301500
Brucheinschnürung Z	%	1444

Tabelle 1.3: Typische Eigenschaften von Timetal LCB [26, 29, 30].

Das Molybdän-Äquivalent für diese Legierung liegt bei $Mo_{Eq} = 18,4$. Trotz dieses relativ hohen Wertes für eine metastabile β -Legierung zählt LCB zu den "solute-lean"-Legierungen, dem geringen Anteil an zulegierten Elementen Rechnung tragend. Entsprechend erfolgen die Umformung und die Lösungsglühung bevorzugt im (α + β)-Gebiet (typische Werte 750...760°C für 2...8h), gefolgt von Wasserabschreckung. Neuere Untersuchungen [31] beschäftigen sich mit der Abhängigkeit der α -Phasen-Ausscheidung von der Abkühlrate, wenn LCB aus dem β -Gebiet abgeschreckt wird; es zeigte sich, dass bei Raten unter 8 K/s heterogene α -Ausscheidung an β -Korngrenzen, abhängig von der lokalen Abkühlrate, auftritt. Der Hintergrund hierfür ist in dem Bestreben zu sehen, größere Bereiche an als schädlich für die Ermüdungsfestigkeit betrachtetem primärem Korngrenzen- α zu vermeiden. Dies muss jedoch im Gegenlicht des ebenfalls schädlichen β -Kornwachstums betrachtet werden.

Die Ermittlung der optimalen Werte für die Auslagerungs-Wärmebehandlung [30, 32-35] und des Verhaltens von LCB beim thermomechanischen Processing, insbesondere der Warmumformung [36-38], waren das Thema einer Reihe von wissenschaftlichen Untersuchungen. Hauptsächliche Zielsetzung war dabei die zuverlässige Entfernung der versprödenden ω -Phasen; einige Autoren propagieren auch das gezielte Einstellen eines nanostrukturierten α -Gefüges mit ω -Phase als Vorstufe durch eine mehrstufige Auslagerungsbehandlung [39]. Übliche Werte für die Auslagerung sind eine Temperatur von 500...600°C über einen Zeitraum von 0,5...8h mit anschließender Luftabkühlung. Die Legierung reagiert in weiten Bereichen relativ unempfindlich auf Variation der Auslagerungstemperaturen und –zeiten, was mit einer höheren Diffusionsgeschwindigkeit von Eisen im Vergleich zu Molybdän und Vanadium begründet wird [40].

Hauptvorteil der Legierung Timetal LCB ist neben den relativ günstigen Produktionskosten ihre sehr hohe, in kurzer Auslagerungszeit erzielbare Festigkeit, die einhergeht mit einer Beibehaltung befriedigender Bruchzähigkeit.

1.2.3 Anwendungen

β-Titanlegierungen wurden erstmals in größerem Umfang Mitte der 1960er Jahre im Zuge des militärischen Lockheed SR-71 Projekts eingesetzt (*Bild 1.5*), einem über dreifache Schallgeschwindigkeit schnellen Aufklärungsflugzeug. Da die Außenhülle sich im Einsatz



Bild 1.5: Lockheed SR-71 "Blackbird" [41].



Courtesy of Westland Helicopters

Bild 1.6: Hauptrotorkopf des Hubschraubers "Super Lynx" mit Schmiedeteilen aus Ti-10V-2Fe-3Al [1]. durch die Luftreibung bis zu 200°C erwärmen kann, wurde diese zu über 90% aus der kaltverformbaren Legierung Ti-13V-11Cr-3AI gefertigt, da Aluminiumlegierungen nicht dauerhaft in diesem Temperaturbereich eingesetzt werden können. Die militärische und zivile Luftfahrt stellt auch heute den größten Einsatzbereich der β -Titanlegierungen dar. In neuerer Zeit erfolgt in zunehmendem Umfang ein Einsatz von Schmiedeteilen aus Ti-10V-2Fe-3AI, so beispielsweise für Teile des Fahrwerks der Boeing 777 oder im Hauptrotorkopf des "Super Lynx" Helikopters (*Bild 1.6*).

Außerhalb der Luft- und Raumfahrt ist der Einsatz der β-Titanlegierungen noch sehr begrenzt, was vor allem an den hohen Kosten und eingeschränkten Verarbeitbarkeit dieser Werkstoffklasse liegt. Im Medizinbereich kommen zudem Fragen der Biokompatibilität durch den in der Regel hohen Anteil an Schwermetallen hinzu. Mit der beschriebenen Legierung Timetal LCB konnten einige gute Vorstöße im Automotive-Sektor unternommen werden, die in mehreren Kleinserienfertigungen resultierten. Durch ihre Kombination aus sehr hoher Festigkeit und hoher Ermüdungsresistenz bei niedrigem E-Modul ist sie für den Einsatz als Fahrwerksfeder prädestiniert; *Gleichung 1.3* zeigt den proportionalen Zusammenhang zwischen Federmasse, Werkstoff- und Fahrzeugkennwerten [42]. Der im Vergleich zu Federstählen ca. 45% geringere Schubmodul führt bei Schraubenfedern zu einer Abnahme der für die gleiche Federkennlinie notwendigen Windungszahl, so dass Gewichtseinsparungen von bis zu 50% im Vergleich zu Stahlfedern möglich sind.

$$m \approx \frac{\rho \cdot G}{\tau_f^2} \left(\frac{2 \cdot F_{\text{max}}^2}{C} \right)$$
 Gl. 1.3

mit: ρ – *Materialdichte*, G – Schubmodul, T_f – Dauerfestigkeit unter Schubbeanspruchung; F – Federkraft, C – Federrate (Fahrzeugkennwerte)

Neben der reinen Gewichtsreduktion erhält man eine Verringerung der ungefederten Massen im Fahrwerk, was sich vorteilhaft auf Fahrverhalten und Komfort auswirkt. Erster Serieneinsatz einer Fahrwerksschraubenfeder aus LCB war 1999 im Lupo FSI der Firma Volkswagen (*Bild 1.7*), einem auf niedrigsten Benzinverbrauch optimierten Sondermodell.



Bild 1.7: Hinterachsfeder des Lupo links im Standardmodell (Stahl), rechts im FSI (LCB); gleiche Federkennwerte [40].

Der Fertigung waren umfangreiche Entwicklungsarbeiten vorausgegangen, um eine Produktion auf vorhandenen Wickelmaschinen für Stahlfedern zu ermöglichen und die Endbehandlungsparameter festzulegen. Die Federn wurden im lösungsgeglühten Zustand gewickelt, anschließend ausgelagert und kugelgestrahlt. Aufgrund der guten Korrosionsresistenz konnte auf eine Beschichtung verzichtet werden [40].

In neuerer Zeit erfolgt der Einsatz von LCB-Schraubenfedern im Fahrwerk des frei verkäuflichen Yamaha-Sportmotorrads YZ250MZ (*Bild 1.8*) sowie im 400km/h schnellen Sportwagen Bugatti Veyron aus dem VW-Konzern (*Bild 1.9*). Im letzteren Fall wurde auf Erkenntnisse aus der Lupo-Produktion zurückgegriffen. Das Ausgangsmaterial der Federn für dieses Fahrzeugs bildet den untersuchten Werkstoff der vorliegenden Arbeit. Allen bisherigen Einsätzen ist gemein, dass es sich um Kleinserien und/oder kostspielige Fahrzeuge handelt; ein Großserieneinsatz von Titanfedern ist trotz der Vorteile aus Kostengründen nicht in Sicht. Zurzeit dienen Titanfedern lediglich als direkte Substitution von Stahlfedern – sie müssen auf Standard-Wickelmaschinen produziert werden, und selbst die Konstruktion des Veyron wurde für Stahlfedern ausgelegt, um Abstimmungen des Fahrwerks mit einer Vielzahl verschiedener Kennlinien zu ermöglichen. Würden zukünftige Anwendungen schon in der Entwicklungsphase auf Titanwerkstoffe hin optimiert, ergäben sich erhebliche weitere Potenziale, wie Einsparung von Bauraum und optimiertes Processing.



Bild 1.8: Federbein der Hinterachsschwinge des Yamaha-Motorrads YZ250MZ [29].



Bild 1.9: Supersportwagen Bugatti Veyron 16.4 mit Fahrwerksfedern aus LCB-Titan [43].

1.3 Ermüdung metallischer Werkstoffe

Wird ein Bauteil zyklisch wiederkehrenden Belastungen ausgesetzt, so kann nach einer gewissen Anzahl von Lastspielen Versagen durch Bruch auftreten, selbst wenn die absoluten Werte der einzelnen Belastungen deutlich unterhalb der guasistatischen Zugfestigkeit oder sogar unterhalb der Dehngrenze des jeweiligen Werkstoffs liegen. Die Belastung kann dabei durch Spannung oder Dehnung konstanter oder variabler Amplitude, einsinnig oder multiaxial, mechanisch oder temperaturinduziert erfolgen. Diesen Vorgang bezeichnet man als "Ermüdung" oder englisch "fatigue". Ursache hierfür sind sehr kleine mikrostrukturelle Veränderungen im Werkstoff bei jedem einzelnen Zyklus, die sich akkumulieren, zur Einleitung von Rissen und schließlich zum Versagen führen [44]. Phänomene dieser Art wurden erstmals in größerem Umfang vor etwa 150 Jahren von August Wöhler untersucht, der als Maschinenmeister der "Niederschlesisch-Märkischen Eisenbahn" in Frankfurt/Oder mit einer sich häufenden Anzahl von im Betrieb versagenden Eisenbahnachsen konfrontiert war. Die Achsen schienen nach den damals üblichen Methoden der statischen Festigkeitsauslegung korrekt dimensioniert, und so betrat Wöhler Neuland, indem er Apparaturen zur systematischen Schwingbelastung von Bauteilen entwarf und entsprechende Versuchsreihen durchführte. Dabei notierte er den Zusammenhang zwischen aufgebrachter Belastung und vom Bauteil ertragenen Lastspielen bis zum Bruch. Seine zusammengefassten Ergeb-

nisse wurden 1870 veröffentlicht [45] und veränderten die Denkweise in der Auslegung von Maschinenteilen grundlegend. Zu Ehren Wöhlers wurde die zeichnerische Auftragung der ertragbaren Belastung über der Bruchschwingspielzahl "Wöhler-Diagramm" benannt; er selbst bevorzugte die tabellarische Auflistung und hat kurioserweise vermutlich nie eines dieser Diagramme gezeichnet.

1.3.1 Bereiche des Ermüdungsverhaltens

Prinzipiell können drei verschiedene Bereiche der Ermüdungsbelastung definiert werden. In *Bild 1.10* sind diese anhand eines schematischen Wöhler-Diagramms in doppelt logarithmischer Auftragung verdeutlicht.



Bild 1.10: Schematisches Wöhler-Diagramm. N_B Bruchlastspielzahl.

- a) **LCF**-Bereich (englisch: "low-cycle fatigue"; die Benutzung der englischen Abkürzungen ist auch im deutschen Fachsprachgebrauch üblich). Die aufgebrachte Belastung bewirkt eine makroskopische plastische Verformung des Werkstoffs; die ertragene Bruchlastspielzahl ist N_B < 10⁴ Zyklen (Definitionen schwanken zwischen 10⁴...10⁵).
- b) HCF-Bereich ("high-cycle fatigue"), 10⁴ < N_B < 10⁶. Hier ist die makroskopische Belastung in der Regel elastisch, jedoch können mikroskopisch kleine plastische Verformungen vorliegen, z. B. durch weiche Phasen oder in Gleitrichtung günstig orientierte Körner.
- c) zeit- bis dauerfester Bereich, $10^6 < N_B < \infty$. Im ingenieurstechnischen Maßstab die Höhe der Belastung, bei der im Einsatz kein Bruch auftritt. Die Wöhler-Kurve geht hier in eine Parallele zur X-Achse über. Dieses Verhalten ist stark werkstoffabhängig; manche Materialien zeigen keine Ausbildung einer Dauerfestigkeit. Der Aufwand der Versuchsführung begrenzt die Versuchsreihen in der Regel auf N < 10^8 Zyklen. Darüber hinaus existieren Phänomene wie "giga-cycle fatigue" mit N_B >> 10^9 .

Diese Einteilung ist nur als Anhaltspunkt zu sehen, die Grenzen zwischen den Bereichen sind fließend und stark material- und belastungsabhängig.

Für eine Lebensdauervorhersage ging man lange Zeit davon aus, dass die Ursachen für das Versagen elastischer und damit spannungsabhängiger Natur sind. Von Basquin wurde 1910 der Zusammenhang zwischen der Spannungsamplitude $\Delta\sigma/2$ und der Bruchlastspielzahl N_B wie folgt beschrieben [46]:

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = \text{const.} \cdot (N_B)^b$$
Gl. 1.4
mit: b = werkstoffspezifische Konstante

Durch die Arbeiten von Manson [47] und Coffin [48] wurde diese Betrachtungsweise durch eine Abhängigkeit der Lebensdauer von der Amplitude der plastischen Dehnung $\Delta \epsilon_{pl}/2$ ersetzt, *Gl. 1.5.*

$$const. = (N_B)^c \cdot \frac{\Delta \varepsilon_{pl}}{2}$$

$$mit: c = Werkstoffparameter, typ. 0,5 < c < 0,6$$

$$Gl. 1.5$$

Nachdem man zunächst annahm, dass diese Beziehung nur für den LCF-Bereich gelte, konnte später der Nachweis für die Gültigkeit im gesamten Bereich und damit die Abhängigkeit der Ermüdungslebensdauer von der plastischen Dehnung erbracht werden [49]. Heute wird deshalb der dehnungskontrollierte Versuch zur Untersuchung von Ermüdungsphänomenen bevorzugt, da sich hiermit genauere Ausgangsbedingungen zur Beurteilung der mikrostrukturellen Vorgänge einstellen lassen.

Die Ermüdungslebensdauer ist von vielfältigen Faktoren abhängig, z.B. Amplitude, Frequenz und Form der Belastung, Mittelwerte der Belastung, Form und Oberfläche der Probe bzw. des Bauteils, mikrostruktureller Aufbau des Werkstoffs, Umgebungsatmosphäre und Temperatur. Da sie der bestimmende Faktor für die Zuverlässigkeit vieler mechanischer Bauteile ist, beschäftigt sich die einschlägige Forschung intensiv mit diesem Thema. Zur Übersicht und weiterführenden Information sei auf die entsprechende Literatur verwiesen [44, 50, 51].

1.3.2 Ermüdungsversuche

Aufgrund der Vielzahl von Einflussmöglichkeiten auf die Ermüdungslebensdauer müssen die Versuche zu ihrer Bestimmung unter genau definierten Bedingungen stattfinden, um zu vergleichbaren Ergebnissen zu kommen. Zwei grundsätzliche Herangehensweisen sind denkbar:

 Versuche zum Ermüdungsverhalten des Werkstoffs an sich: weitgehender Ausschluss von Einflüssen der Probengeometrie und normierte Prüfbedingungen. Vorteile: vereinfachte Versuchsführung, definierte Zustände einstellbar, Problem: Übertragbarkeit auf ein konkretes Bauteil schwierig.

 Versuche zum Ermüdungsverhalten eines Bauteils: Prüfung am eingesetzten Bauteil. Vorteil: konkrete Aussagen zum Bauteilverhalten möglich, Probleme: Überlagerung von oft komplexen Versuchsbedingungen (Spannungs- oder Dehnungszustand), schwierige Versuchsführung.

Im weiteren Verlauf sollen Versuchsführungen der ersten Kategorie beschrieben werden, da für die vorliegende Arbeit Werkstoffproben mit definierten Zuständen zur mikrostrukturellen Untersuchung benötigt wurden. Die wichtigsten, zu variierenden Parameter bei einem Ermüdungsversuch sind in *Tabelle 1.4* zusammengefasst. Zum Punkt "Belastungsvorzeichen" ist ergänzend eine zeichnerische Verdeutlichung in *Bild 1.12* dargestellt.

Parameter	beispielhafte Variation
Belastungskontrolle	Spannung, Gesamtdehnung, plastische Dehnung
Belastungsform	Sinus, Dreieck, Rechteck
Belastungsrichtung	Axial, Biegung, Torsion
Belastungsvorzeichen	schwellend (Zug oder Druck), wechselnd
Belastungszustand	uniaxial, multiaxial
Probengeometrie	glatt, gekerbt
Probenoberfläche	poliert, kugelgestrahlt
Umgebung	Laboratmosphäre, Vakuum, Schutzgas
Temperatur	Raumtemperatur, gekühlt, geheizt

Tabelle 1.4: Parameter von Ermüdungsversuchen

Eine Terminologie für die Beschreibung von Belastungen in Ermüdungsversuchen ist in *Bild 1.11* zusammengefasst, wobei die angedeutete Sinusform nur als beispielhaft zu sehen ist. Ober- und Unterspannung beziehen sich dabei auf den <u>betragsmäßig</u> größten bzw. kleinsten Wert.





Die zitierte Norm DIN 50100 für der spannungsgeregelten Versuch [52] ist derzeit in Überarbeitung und wird durch eine DIN-EN oder ISO-Norm ersetzt. Für Versuche unter Dehnungskontrolle existieren bereits gesonderte ISO-Regelwerke [53].

Zudem sind vor allem in der Luftfahrtindustrie die entsprechenden US-amerikanischen ASTM-Normen verbreitet, die teilweise andere Nomenklaturen vorsehen [54, 55].



Bild 1.12: Belastungsvorzeichen [52]. Versuche in Dehnungskontrolle entsprechend.

Die Mittelspannung σ_m und die Amplitude σ_a können rechnerisch wie folgt beschrieben werden (entsprechend für Dehnung):

Zusätzlich wird das Verhältnis von Ober- zu Unterspannung (bzw. –dehnung) als Kennzahl R definiert:

bzw.

Für $\sigma_m = 0$ ist R = -1. Im Wechselbereich ist R immer negativ, in den beiden Schwellbereichen positiv oder 0. Üblich für Schwellversuche ist R = 0,1.

Ob Versuche in Spannungs- oder Dehnungskontrolle gefahren werden, hängt neben der Zielsetzung in entscheidendem Maße von den apparativen Voraussetzungen ab. *Bild 1.13* zeigt schematisch zwei Aufbauten. Der Rotationsbiegeversuch ist sehr einfach in Aufbau und Durchführung und wird deshalb für eine Vielzahl von Versuchen benutzt, die für die Wöhler-Auftragung lediglich den Zusammenhang zwischen Last und Zyklenzahl ermitteln. Eine Aufbringung der Last und damit Kontrolle der Spannung kann beispielsweise durch Gewichte erfolgen. Die äußerste Faser der Probe wird mit dem Maximum einer wechselnden Zug-Druck-Last durch den Umlauf beaufschlagt; *R* ist immer = -1. Die Versuchsfrequenz wird meist durch die synchron zur Netzfrequenz laufenden Elektromotoren bestimmt. Nachteilig sind die Beschränkung auf rotationssymmetrische Proben und sinusförmige Belastung, die fehlende Möglichkeit zur Instrumentierung für eine Dehnungsmessung oder –regelung und der nicht konstante Spannungszustand im Probeninnern (in der Mitte des Probenquerschnitts ist $\sigma = 0!$), was eine mikrostrukturelle Charakterisierung erschwert.



Bild 1.13: Schemata zu Ermüdungsversuchen. (a) Rotationsbiegeversuch, (b) uniaxialer Versuch.

Beim uniaxialen Versuch erfolgt die Kraftaufbringung durch eine Servohydraulik oder einen elektromechanischen Spindelantrieb. Verwendbare Probenformen werden lediglich primär von den geometrischen Gegebenheiten der Maschine bestimmt, vor allem der Auslegung der Probeneinspannungen. Alle Formen und Verhältnisse der Belastung können über die heutzutage rechnergestützten Regelkreise flexibel aufgebracht werden. Bei Verwendung von Proben mit paralleler Messlänge kann einen Dehnungsmessung und –regelung leicht erfolgen; zudem ist dann der Spannungszustand über die Messlänge im gesamten Probenquerschnitt konstant. Nachteilig kann sich hier die Gefahr einer überlagerten Biegebelastung der Probe bei nicht korrekt ausgerichteter Maschinengeometrie auswirken. Die Probenfertigung muss eng toleriert und damit kostspielig erfolgen. Anschaffung und Unterhalt von servohydraulischen Maschinen sind ebenfalls aufwendig, und Fragen der Zuverlässigkeit kommen bei längeren Versuchsdauern für den HCF-Bereich ins Spiel.

Zur Auftragung von Ergebnissen aus Ermüdungsversuchen stehen verschiedene Möglichkeiten offen. Die populärste Auftragung für spannungskontrollierte Versuche ist die Wöhler-Auftragung der aufgebrachten Spannungsamplitude oder Maximalspannung über der Zyklenzahl bis zum Bruch, wie sie bereits in *Bild 1.10*, Kapitel 1.3.1, vorgestellt wurde. Ähnlich kann auch für eine dehnungskontrollierte Versuchsreihe die aufgebrachte Dehnung über der Bruchzyklenzahl aufgetragen werde; man erhält sog. Dehnungs-Wöhlerkurven. Beide Darstellungsarten eignen sich gut für einen Überblick über eine gesamte Versuchsreihe.

Für einen direkteren Einblick in die Werkstoffantwort auf eine Ermüdungsbelastung wurden Auftragungen entwickelt, mit denen sich jeder Versuch oder sogar jeder Zyklus einzeln beurteilen lässt. Die verbreitetste Darstellung ist die Spannungs-Dehnungs-Hysteresekurve, *Bild 1.14.* Aus ihr lassen sich eine Reihe von Ermüdungsdaten ableiten, von denen die wichtigsten die der plastischen Dehnung ϵ_{pl} in jedem Zyklus sind, welche als bestimmend für die Ermüdungslebensdauer angesehen wird. Über die Methode, ϵ_{pl} aus der Hysterese zu bestimmen, herrscht keine Einstimmigkeit in der Forschung; Kern der Debatte ist die Frage, wo die Messung anzusetzen ist, und deren praktische Durchführung [56]. Die Fläche, die von der Hysterese eingeschlossen wird, ist ein Maß für die bei der plastischen

Verformung dissipierte Energie. Für rein elastische Verformung ist diese theoretisch gleich Null, und die Hysterese nimmt die Form einer Geraden an.



ild 1.14: σ-ε-Hysteresekurve mit wichtigen Kennwerten [55] σ_{min}, σ_{max}: absolut kleinste bzw. größte Spannung, Δσ: Gesamt-Schwingbreite der Spannung, Δε_i: Gesamt-Schwingbreite der Dehnung, E_τ (=E_z): E-Modul bei Zugentlastung, E_c (=E_b): E-Modul bei Druckentlastung.

Weitere bedeutsame Kennwerte sind die E-Moduli bei Zug- und Druckentlastung E_D und E_Z , die mitnichten identisch zu dem im quasistatischen Zugversuch ermittelten Wert sein müssen und auch untereinander unterschiedlich sein können. An ihrer Entwicklung lässt sich die mikrostrukturelle Schädigung im Werkstoff über die Versuchsdauer abschätzen, die makroskopisch zu Erweichung oder Versteifung führen kann.

Eine weitere wichtige Darstellung ist die der Spannungs- oder Dehnungsantwort des Werkstoffs als Amplitude über der Zyklenzahl, die Wechselverformungskurve, *Bild 1.15*. Hier lassen sich das ver- oder entfestigende Verhalten eines Werkstoffs beurteilen und Rückschlüsse über den Beginn eines kritischen Risswachstums ziehen. Die Auftragung der Zyklenzahl erfolgt in der Regel logarithmisch. Oft tritt eine Sättigungsspannung bzw. -dehnung auf, in der annähernd Konstanz der Werkstoffantwort über einen gewisse Anzahl Zyklen herrscht. Ein entfestigender Werkstoff könnte ein um die gedachte Gerade der Sättigungsspannung gespiegeltes Verhalten der Kurve im ersten Abschnitt zeigen (gestrichelte Linien).



Bild 1.15: Wechselverformungskurven. zyklisch verfestigendes bzw. (gestrichelt) entfestigendes Verhalten. ε_{s} , σ_{s} : Sättigungswerte von Dehnung bzw. Spannung.

Trägt man für mehrere Versuche im Bereich der Sättigung, oder alternativ bei halber Bruchzyklenzahl, die Amplitude der Werkstoffantwort (Spannung oder Dehnung) über der Amplitude der Belastung (Dehnung oder Spannung) auf, so erhält man die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve (ZSD), *Bild 1.16*. Sie wurde als Analogie zur quasistatischen Spannungs-Dehnungskurve, wie sie im Zugversuch ermittelt wird, entworfen und folgt in der Regel einem parabolischen Gesetz. Die Messpunkte repräsentieren Eckpunkte einer σ - ϵ -Hysteresenschar bei Sättigung (bzw. N_B/2), wenn auf der Abszissenachse die Werte der plastischen Dehnung aufgetragen werden.



Bild 1.16: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve für dehnungsgeregelte Versuche. $\Delta \sigma_{s}/2$: Spannungsamplitude bei Sättigung bzw. N_B/2, $\Delta \varepsilon_{p}/2$: plastische Dehnungsamplitude bei Sättigung bzw. N_B/2.

1.3.3 Ermüdung von Titanlegierungen

Dieser Abschnitt soll wesentliche Aspekte des generellen Ermüdungsverhaltens von Titanlegierungen kurz beleuchten und als Literaturübersicht zu diesem Thema dienen. Der Zielsetzung der Arbeit entsprechend wird der Fokus dabei auf β -Titanlegierungen gelegt. Eine Vielzahl von Ermüdungsdaten findet sich zusammenfassend in den Kapiteln 4 und 5 von [1], eine Übersicht über das HCF-Verhalten von β -Titanlegierungen in [57].

Die Lebensdauer ermüdungsbelasteter Bauteile oder Proben aus Titan wird, wie bei allen Metallen, durch drei Phasen bestimmt: Risseinleitung, Mikrorissausbreitung und Makrorisswachstum. Allen Titanlegierungen ist ein relativ schlechter Widerstand gegen Makrorisswachstum gemein, der sich in einem gegenüber Stahlwerkstoffen oftmals nur halb so großen Bruchzähigkeitswert K_{IC} ausdrückt [58]. Dadurch wird oft die Risseinleitungsphase zum Lebensdauer bestimmenden Faktor. β -Titanlegierungen schneiden in dieser Hinsicht etwas besser ab als α - oder (α + β)-Legierungen; ihre Ermüdungsfestigkeit ist allgemein höher. Ein grundsätzliches Problem aller Metalle mit hexagonaler Kristallstruktur ist die inhärente Richtungsabhängigkeit der Eigenschaften durch die Asymmetrie zwischen Longitudinal- und Basalebenen. Auch hier sind die β -Legierungen mit ihrer krz-Struktur im Vorteil, jedoch sind die Einflüsse der oftmals erheblichen Anteile an α -Phase zu berücksichtigen. Prinzipiell besteht eine Vielzahl von Möglichkeiten der Einflussnahme auf die Ermüdungsfestigkeit von Titanlegierungen; leider agieren vielfach Mechanismen, die eine Rissinitiierung behindern, nachteilig in Bezug auf die Rissausbreitung, so dass eine Optimierung beider Verhältnisse zugleich nicht ohne Weiteres möglich ist.

Einfluss der Zugfestigkeit: Eine grundsätzliche Erscheinung bei metallischen Werkstoffen ist die steigende Schwingfestigkeit mit Erhöhung der Dehngrenze, die auch bei Titanlegierungen zutrifft. Mit gutem Erfolg lassen sich derartige Mechanismen bei Reintitan und near- α -Legierungen durch Zulegieren von Sauerstoff anwenden [59]. β -Titanlegierungen sind hier mit ihrer hohen erzielbaren Festigkeit im Vorteil, doch existiert eine Grenze der Aushärtung, an der keine weitere Zunahme der Ermüdungsfestigkeit mit dem Anstieg der Dehngrenze erfolgt. Der Grund hierfür wird in der im Verhältnis zur ausgehärteten β -Matrix weichen Primär- α -Phase und/oder in ausscheidungsfreien "soft zones" im Randbereich der β -Körner gesehen [18].

Einfluss der Korngröße: Anhand der Auswirkungen der Korngröße auf die Ermüdungseigenschaften kann die Widersprüchlichkeit zwischen Risseinleitung und –ausbreitung gut dargestellt werden. In Reintitan wird die Mikrorissausbreitung entlang planarer Gleitbänder durch eine grobe Kornstruktur behindert; letztere senkt jedoch auch den Widerstand gegen Makrorissausbreitung, so dass Lebensdauerverkürzung für grobe Gefüge auftritt [59]. Generell gilt die Rissausbreitung in β-Titan als nur wenig durch die Mikrostruktur beeinflussbar [10]. Tokaij et al. beschrieben eine deutlich verringerte Rissausbreitungsrate in einer Struktur der Legierung Ti-15Mo-5Zr-3Al mit sehr groben β-Körnern [60]. Für den gleichen Zustand war jedoch in einer vorangegangenen Untersuchung die schlechteste Ermüdungsfestigkeit festgestellt worden [61]. Hier machten sich vermutlich auch übergeordnete Effekte aus der Versuchsführung bemerkbar (CT-Proben in [60], Rotationsbiegung in [61]).

Einfluss der Mikrostruktur: In (α + β)-Legierungen kann durch Variation zwischen lamellaren und globularen Gefügen eine große Bandbreite an Eigenschaften eingestellt werden. Sehr gute Eigenschaften weisen dabei bi-lamellare (α + β)-Gefüge auf, da die aushärtbaren β -Lamellen als Risshindernis dienen [62]. Demgegenüber können gestreckte Primär- α -Ausscheidungen die Rissausbreitung in β -Titan deutlich beschleunigen [17]. Im letzteren Fall dienen die α_P -Lamellen als bevorzugte Risspfade.

Als Risseinleitungsorte werden von vielen Autoren sich mit sich selber oder mit Korngrenzen kreuzende planare Gleitbänder angenommen [63, 64]. Risswachstum kann in β -Titan durch Delamination an den α_{s} - β -Grenzflächen auftreten [17]. Da sich die Morphologie der
as-Ausscheidungen nur gering verändern lässt, sind die Möglichkeiten der Einflussnahme auf das Risswachstum in β-Titanlegierungen begrenzt. Eine Möglichkeit zur Erhöhung des Risswiderstands besteht in der kontrollierten Ausscheidung der ω-Phase. Dies muss zunächst verwundern, denn im Allgemeinen gilt die Anwesenheit der ω-Phase in der β-Matrix ab einem bestimmten Volumenanteil als Versprödung verursachend [65]. Proben zeigten mikroskopisch duktilen Wabenbruch trotz makroskopisch sprödem Verhalten. Gysler et al. [64] begründeten dieses Verhalten mit einer inhomogenen Verteilung scharf ausgeprägter Gleitbänder, die ω-Partikel schneiden können und zu hohen lokalisierten Spannungskonzentrationen führen. Für das Schneiden der ω-Partikel ist zwar eine hohe Energie notwendig, eine noch höhere jedoch für deren Umgehen. Im Vergleich dazu ist die Rissausbreitung entlang von primärer α -Phase einfach. Duerig et al. [66] stellten den vorteilhaften Effekt von ω-Ausscheidung auf die Rissausbreitungsgeschwindigkeit an Ti-10V-2Fe-3Al fest und schlugen mikrostrukturelle Mechanismen der Rissschließung vor, da die Bruchoberfläche makroskopisch in allen Fällen glatt blieb. Am gleichen Material stellten Jha et al. [67] später eine hohe Mittelspannungsempfindlichkeit der ω-ausgelagerten Zustände fest und konnten eine Rissablenkung entlang der β-Korngrenzen nachweisen, die so als Hindernisse der Rissausbreitung dienten. Industriell findet die ω-Auslagerung jedoch keine Anwendung, da die einzuhaltenden Parameter der Wärmeführung zu kritisch und eng toleriert sind.

In Siegen wurden von Krupp et al. Methoden der orientierungsabbildenden Mikroskopie benutzt, um die Rissinitiierung im lösungsgeglühten, einphasigen Zustand von Timetal LCB zu charakterisieren [68-72]. Dabei wurde eine bevorzugte Rissentstehung an Großwinkel-korngrenzen >15° und Tripelpunkten ausgemacht. Die β -Korngrenzen stellten aufgrund der Abwesenheit von α -Phase auch in diesem Fall Barrieren für die Rissausbreitung dar.

Einfluss der Textur: Neben der inhärenten Textur in α-Titan hat erwartungsgemäß die durch mechanische Verformungen erzeugte einen großen Einfluss auf die Ermüdungseigenschaften. Die Basalebene der Textur dient als bevorzugte Risseinleitungsebene, und ihre Orientierung zur Belastungsrichtung ist dementsprechend bedeutsam, wie Evans et al. für Ti-6AI-4V und Ti-550 zeigen konnten [73, 74]. Die Texturempfindlichkeit erhöht sich dabei mit steigendem Anteil an Primär-α-Phase und groben Körnern derselben.

Einfluss der Belastung: Titanlegierungen weisen eine hohe Empfindlichkeit gegenüber der Mittelspannung bei der Ermüdungsversuchsführung auf. Wird das Material einer Vorverformung unterzogen, sinkt die Ermüdungsfestigkeit im Zugschwellbereich zusätzlich [75]. Ebenso wird der Mittelspannungseffekt durch die schon beschriebene ω -Auslagerung beeinflusst, da das Schneiden der ω -Partikel zu erhöhten Rissschließungsraten durch Aufrauung der Rissfront führt [67].

Einfluss der Oberfläche: Der vorteilhafte Einfluss von mechanischen Oberflächenbehandlungen auf Titanlegierungen, die der Verdichtung und Einbringung von Eigenspannungen dienen, ist im Vergleich zu Eisenwerkstoffen begrenzt. Durch unglückliche Wahl der Parameter für beispielsweise das Kugelstrahlen kann die Ermüdungslebensdauer sogar sinken, da die Oberflächenschädigung die Verfestigungseffekte konterkarieren und damit die kritische Risseinleitungsphase beschleunigen kann [76]. Die (α + β)-Legierungsklasse reagiert durch ihr höheres mechanisches Verfestigungsvermögen dabei etwas besser als die β -Legierungen. Gute Ergebnisse konnten durch Festwalzen des Kerbgrundes in Proben aus

1 Einleitung

Ti-6Al-4V und Beta-C in Kombination mit geeigneter Wärmebehandlung erzielt werden [77, 78]. Im Zuge der Entwicklung der LCB-Feder für den Einsatz im Lupo (vgl. Kapitel 1.2.3) wurden umfangreiche Untersuchungen zur Einstellung der optimalen Kugelstrahlparameter vorgenommen [79-82], die in einer leichten Erhöhung der im Rotationsbiegeversuch gemessenen Ermüdungsfestigkeit mündeten.

1.4 Ziel der Arbeit

β-Titanlegierungen zählen trotz ihrer viel versprechenden Eigenschaften immer noch zu den relativ wenig erforschten Metallen, insbesondere in Bezug auf ihre Ermüdungseigenschaften. Vorliegende Arbeiten decken in den meisten Fällen die Einstellung von Mikrostrukturen durch thermomechanische Behandlungen, Oberflächenbehandlungen und Rissinitiierung bzw. –ausbreitung ab. Der überwiegende Teil der Ermüdungsversuche wurde auf Rotationsbiegemaschinen durchgeführt, um Daten für Wöhlerkurven zu gewinnen; die Proben aus solchen Versuchen eignen sich aufgrund des inhomogenen Spannungszustands jedoch nicht für eine mikrostrukturelle Charakterisierung.

In der vorliegenden Arbeit sollen Ermüdungsmechanismen der metastabilen β-Legierung Timetal LCB untersucht werden. Der Fokus liegt dabei nicht auf Risseinleitung und -ausbreitung, sondern auf diesen Vorgängen vorgelagerte Gefügeveränderungen wie Versetzungsbildung und Versetzungsakkumulation, die auf mikrostruktureller Ebene mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) begutachtet werden. Dabei sollen erstmals für dieses Material technische Zustände verwendet werden, zum einen ein warmverformter, lösungsgeglühter Anlieferungszustand, zum anderen der fertig gemäß Produktionsparametern ausgelagerte Zustand. Ermüdungsversuche zur Einstellung dezidierter Verformungszustände werden uniaxial an Proben mit paralleler Messlänge zur Dehnungserfassung in Spannungs- wie auch in Dehnungskontrolle durchgeführt. Dabei soll auch der Einfluss mäßig erhöhter Temperatur (200°C) auf das Ermüdungsverhalten untersucht werden, um erste Hinweise für die Tauglichkeit dieses Materials für Einsätze in der Verbrennungsmotorperipherie zu erzielen. Die erhaltenen mechanischen Daten der Versuche sollen ausgewertet und mit zur Beurteilung des Ermüdungsverhaltens herangezogen werden, was besonders im Hinblick auf die begrenzte Datenlage diese noch relativ neuen Materials von Bedeutung ist.

2 Experimentelle Methoden

2.1 Untersuchte Werkstoffzustände

2.1.1 Material

Das für die vorliegende Arbeit verwendete Timetal-LCB-Material wurde als Rundstangen bzw. Draht mit den Durchmessern 14mm und 16mm geliefert. Es stammte aus einer laufenden Produktionslinie von Fahrwerksfedern (Firma Eibach, Finnentrop) für den Bugatti Veyron 16.4 (*Bild 1.9*) und wurde für diese von Timet, Henderson, USA, bezogen. Bei Anlieferung befindet sich das Drahtmaterial aufgerollt auf einer Trommel, dem so genannten "Coil"; aufgrund der außerordentlich hohen Rückfederung des Werkstoffs waren die abgerollten Drahtabschnitte auf einer Länge von 1,5m nahezu gerade, so dass keine diesbezüglichen Probleme bei der Fertigung der ca. 10cm langen Ermüdungsproben entstanden (vgl. Kapitel 2.1.3). Insgesamt wurden drei Lieferungen bezogen und in das QM-System der Fachgruppe V.2 an der BAM mit den Nummern **153**, **154** und **159** übernommen. Dabei hatten die Lieferungen mit den Nummern **153** und 154 einen Durchmesser von 14mm, die mit der Nummer 159 16mm. Zwischen den Lieferchargen wurde keine nennenswerte Streuung bezüglich ihrer Mikrostruktur oder mechanischen Eigenschaften im Ausgangszustand festgestellt.

2.1.2 Wärmebehandlung

Nach Herstellerinformationen erfolgt die Titandrahtherstellung zur Verwendung als Federdraht durch Rollieren einer Bramme von ca. 100mm Anfangsdurchmesser in mehreren Stufen innerhalb des (α + β)-Phasengebietes auf den Enddurchmesser 14 bzw. 16mm. Dabei wird lediglich auf die Einhaltung einer für dieses Phasengebiet adäquaten Temperatur geachtet; eine spezifische Temperaturvorgabe erfolgt für diesen Arbeitsschritt nicht. Anschließend wird das Material "kurz" (konkrete Zeitangaben waren nicht zu erhalten) bei 757°C, ebenfalls im (α + β)-Gebiet, lösungsgeglüht und wasserabgeschreckt sowie letztendlich auf das Coil zur Auslieferung gewickelt. In diesem Zustand ist das Material mit einem relativ geringen Anteil gestreckter Primär- α -Körner (genauere Spezifikation in Kapitel 3.1.1) sehr gut kaltverformbar, was eine Grundvoraussetzung für das spätere Federwickeln darstellt. Dieser Zustand wurde im Zuge dieser Arbeit als "Lieferzustand, LZ" deklariert; eine erneute Lösungsglühung zur Homogenisierung erfolgte bewusst nicht, um möglichst nahe an den realen Einsatzbedingungen zu bleiben. Durch den Rollprozess weist das Material eine starke, gestreckte Gefügetextur in Längsrichtung auf.

Im Vorfeld des Serieneinsatzes der LCB-Federn im VW Lupo und im Bugatti Veyron wurde eine optimierte Endwärmebehandlung zur Sekundär-α-Auslagerung ermittelt, auch im Hinblick auf die Wirkungen der abschließenden Kugelstrahlbehandlung [40, 80, 81]. An der Ruhr-Universität Bochum wurde zudem eine Studienarbeit zum Einfluss der Wärmebehandlungsparameter auf die Mikrostruktur durchgeführt [83]. Basierend auf diesen Erkenntnissen wurde für die Serienfertigung eine Endwärmebehandlung von 4 Stunden bei 540°C und anschließender Luftabkühlung festgelegt, da mit diesen Parametern ein optimaler Kompromiss aus erzielter Festigkeit, verbleibender Duktilität und Kosteneffizienz erreicht wurde.

2 Experimentelle Methoden

Für die vorliegende Arbeit wurden diese Parameter übernommen und zur Einstellung des zweiten zu untersuchenden Materialzustands "wärmebehandelt, **WB**" entsprechende Glühbehandlungen an vorabgelängten Drahtabschnitten in einem Laborofen unter Laboratmosphäre durchgeführt.

Unterschiede dieses Zustandes zu dem des realen Federbauteils entstehen durch den fehlenden Umformschritt zwischen Lösungsglühung und Endwärmebehandlung, der im industriellen Einsatz durch das Federwickeln eingebracht wird. Die Simulation dieses Prozessschrittes war im Rahmen der vorliegenden Arbeit nicht darstellbar; eine zufrieden stellende Nachahmung eines Federwickelprozesses unter Laborbedingungen ist aufgrund der Komplexität der ablaufenden Verformungsvorgänge nahezu unmöglich. Hier wurde deshalb der vereinfachende Schritt zur Abstraktion gewählt.

Die beiden vorgestellten Zustände stellten jeweils die Ausgangszustände "**AZ**" für entsprechende Ermüdungsversuchsreihen dar (vgl. Kapitel 2.2.2). Sie sind in *Tabelle 2.1* zusammengefasst.

Kürzel	Temperaturführung / Abkühlmedium	Labor- wärmebehandlung
LZ	"kurz" 757°C, Wasser	nein
WB	"kurz" 757°C, Wasser + 4h 540°C, Luft	ja

Tabelle 2.1: Untersuchte Werkstoffzustände von Timetal LCB.

2.1.3 Ermüdungsproben

Für die durchzuführenden Ermüdungsversuche wurden Rundproben mit paralleler Messlänge gefertigt. Aufgrund der schlanken Ausführung des Drahtmaterials mussten die Proben mit Gewindeeinspannungen ausgelegt werden. Die in *Bild 2.1* gezeigte Ausführung ist das Ergebnis einer Reihe von leichten Geometrievariationen, die alle von einem Durchmesser der parallelen Messlänge zu 6mm ausgingen; durch anfängliche Probleme bei der Pro-



Bild 2.1: Probenform LCF 020.002, Maßstab ca. 1:2.

benfertigung wie auch durch im Versuch festgestellte Geometriemängel im Probendesign (Kerbwirkungen der Radien und Gewinde) war bei einigen Proben eine Reduktion des Messlängendurchmessers auf 5 bzw. 4mm erforderlich. Proben mit Messlängendurchmesser 4mm wurden ausschließlich für spannungsgeregelte Zugschwellversuche eingesetzt, wobei die in der Norm ISO 12106 [53] empfohlenen Richtwerte der Schlankheit der parallelen Messlänge in jedem Fall eingehalten wurden.

Zur Einspannung der Gewindeproben mittels servohydraulischer Einspannvorrichtungen wurden Adapterhülsen angefertigt (*Bild 2.2*). Die Zentrierung im Laststrang der Prüfmaschine erfolgte über einen Passdorn, der in die tolerierte Zentrierbohrung der Probe eingriff. Als Material für die Adapterhülsen wurde der warmfeste Nickelbasiswerkstoff Inconel 105 verwendet, was keine unbedingte technische Notwendigkeit der hier behandelten Versuche war, jedoch die spätere universelle Verwendbarkeit der Adapter sicher stellen sollte.



Bild 2.2: Aufbau Gewindeprobe mit Adapterhülsen.

Um die Einbringung von Kerben senkrecht zur Messlänge und damit zur Lastrichtung zu verhindern sowie oberflächennahe Materialveränderung zu minimieren, wurde schon bei der Endbearbeitung der Messlänge während der Probenfertigung ausschließlich längs der Probenachse und mit geringem Anpressdruck geschliffen. Die mechanische Endpolitur der Messlänge erfolgte mit einer speziell für diesen Verwendungszweck konstruierten Maschine ebenfalls hauptsächlich parallel zur Probenlängsachse in drei aufeinander folgenden Schritten:

- Vorpolitur mit Diamantpaste, Körnung 30µm, Schmiermittel Paraffinöl, für 4h
- Zwischenpolitur mit Diamantpaste 15µm, Paraffinöl, für 2h
- Endpolitur mit Diamantsuspension 6µm, alkoholischer Diamantverteiler, für 1h.

Nach jedem Polierschritt wurden die Proben im Ultraschallbad gereinigt. Das Ergebnis dieser Behandlung war eine nahezu spiegelblanke Oberfläche der Messlänge und der Ausrundungen. Zur Bestimmung des Einflusses der durch die mechanischen Behandlungen eingebrachten Oberflächenveränderung wurden am Institut für Werkstoffwissenschaften und –technologien der TU Berlin (Prof. Reimers) röntgenographische Spannungsuntersuchungen der Messlängenoberfläche durchgeführt. Dabei ergab sich an einer repräsenta-

2 Experimentelle Methoden

tiven Probe eine makroskopische Druckeigenspannung in Längsrichtung von σ^{l} = -30MPa. Dieser Wert kann als äußerst gering und als für das Ermüdungsverhalten der Probe zu vernachlässigen angesehen werden. Die mechanische Bearbeitung bietet gegenüber der oftmals verwendeten elektrochemischen Politur die Vorteile der tendenziell besseren Oberflächenqualität (keine Wellenbildung) und des Ausschlusses der Gefahr von Wasserstoffeinlagerung in die Werkstoff-Randschichten, welche ebenfalls zu Druckeigenspannungen führen kann. Alle Proben wurden im beschriebenen mechanisch polierten Zustand (mp) geprüft.

Die fertigen Proben wurden gemäß der QM-Nomenklatur der Fachgruppe BAM V.2 dauerhaft gekennzeichnet (*Bild 2.3*). Der Anfangsdurchmesser der parallelen Messlänge wurde mittels einer geeichten Mikrometerschraube mit einer Genauigkeit von ±0,001mm vermessen, indem sechs Messwerte der Messlänge aufgenommen und der arithmetische Mittelwert gebildet wurde (drei Werte über die Messlänge verteilt und drei entsprechende bei 90° um die Längsachse gedrehter Probe). Dieser Wert wurde als Basis der Flächenberechnung der parallelen Messlänge und damit zur Bestimmung der technischen Probenspannung verwendet.



Bild 2.3: BAM-V.2 Nomenklatur der Ermüdungsproben.

Zur Durchführung der Zugversuche wurde die gleiche Probenform (entsprechend den Ermüdungsversuchen) verwendet, um für alle Versuche identische apparative Umgebungen zur Verfügung zu haben.

2.2 Mechanische Prüfungen

Zur Ermittlung der mechanischen Eigenschaften im quasistatischen Bereich und unter Ermüdungsbelastung wurden verschiedene Experimental-Zustände von Timetal LCB untersucht:

- LZ-Proben: Zugversuche bei Raumtemperatur (RT), gesamtdehnungskontrollierte Ermüdungsversuche (SC) bei RT
- WB-Proben: Zugversuche bei RT und 200°C, spannungskontrollierte Erm
 üdungsversuche (FC) bei RT, gesamtdehnungskontrollierte Erm
 üdungsversuche (SC) bei RT und 200°C.

Die Untersuchung der Proben unter 200°C Temperatur hat als Hintergrund den möglichen Einsatz von Timetal LCB als Ventilfederwerkstoff in PKW-Motoren, bei dem Temperaturen dieser Größenordnung auftreten würden. Zudem müssen selbst die Fahrwerksfedern des Bugatti Veyron unter Extrembedingungen über 100°C ertragen. Der Einsatz von hochfesten

Titanlegierungen unter erhöhter Temperatur ist nicht typisch, und deshalb sind die entsprechenden Ermüdungseigenschaften weitgehend unerforscht.

2.2.1 Quasistatische Versuche

Die Durchführung der Zug- wie auch der Ermüdungsversuche erfolgte auf einer servohydraulischen Universalprüfmaschine vom Typ MTS 880 mit TestStar II-Software und einer maximalen Prüfkraft von ±100kN (interne Kennung: Maschine 10, Bild 2.4). Die Probeneinspannung geschah mittels servohydraulischer Spannzeuge, welche die tolerierten Stirnflächen der Proben definiert gegen auf Parallelität und Flucht kalibrierte Druckstempel pressten. Eventuell in die Proben eingebrachte Biegespannungen wurden so minimiert. Während des Einspannvorgangs regelte die Prüfmaschine eine konstante Kraft von ca. -100N ein, so dass dabei keine Vorschädigung der Proben erfolgen konnte. Die im Maschinenguerhaupt integrierte Kraftmesseinrichtung wurde für den erforderlichen Bereich ±50kN auf die Genauigkeitsklasse 1 nach DIN EN ISO 7500-1 [84] kalibriert (entspricht einer maximalen Abweichung von 1% des Endwerts unter allen Bedingungen; zusätzlich sind absolute Grenzabweichungen zur Kontrolle der Linearität definiert). Zur Dehnungsmessung wurde ein Zweischneiden-Extensometer von Typ MTS 632-51 mit einer nominellen Messlänge von I₀ = 13mm verwendet. Je nach Versuchsbedingung wurde dieses für den Messbereich -10...+20% oder -10...+10% Dehnung auf die Genauigkeitsklasse 1 nach DIN EN ISO 9513 [85] kalibriert. Die Aufzeichnung aller Versuchsdaten erfolgte digital über ein Rechnersystem.



Bild 2.4: Servohydraulische 100kN Universalprüfmaschine der BAM-FG V.2.

Die Beaufschlagung mit Temperatur erfolgte in den betreffenden Versuchen über einen 3-Zonen-Widerstandsröhrenofen, die Temperaturkontrolle entlang der Messlänge über drei Thermoelemente. Letztere wurden mit Platindraht angebunden; eine Punktanschweißung musste wegen der zu großen eingebrachten Kerbwirkung verworfen werden.

Das Temperaturfeld konnte über die Messlänge auf ±1°C konstant gehalten werden. Die lastfrei geregelte Aufheizphase vor Versuchsbeginn dauerte für alle Versuche 3h.

Alle Zugversuche wurden in Wegregelung bei einer Geschwindigkeit von 0,9mm/min durchgeführt. Zur Kontrolle wurden Proben des wärmebehandelten Zustandes bei Raumtemperatur auf einer elektromechanischen Prüfmaschine vom Typ Instron 4505 weggeregelt bei einer Geschwindigkeit von 3mm/min geprüft.

2.2.2 Ermüdungsversuche

Die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Ermüdungsversuche nutzten die in Kapitel 2.2.1 beschriebene maschinelle Umgebung der Prüfmaschine MTS 880. Es wurden uniaxiale Versuche in Kraft- wie auch in Gesamtdehnungskontrolle (FC bzw. SC) durchgeführt. Dabei ist die geregelte Maschinenkraft in den FC-Versuchen aufgrund des festen Faktors zur Umrechnung in die technische Probenspannung σ (Anfangsquerschnitt der Proben-Messlänge) äquivalent einer Regelung der technischen Probenspannung, so dass im weiteren Verlauf der Arbeit die Begriffe "Spannungsregelung" und "Spannungskontrolle" verwendet werden. Die parallele Messlänge der verwendeten Ermüdungsproben gewährleistete einen über ihre Gesamtheit einheitlichen Belastungszustand, was für die anschließende mikroskopische Untersuchung zwingend notwendig war. Da Fahrwerksfedern immer in vorgespanntem Zustand verwendet werden, wurden alle Versuche mit schwellender Belastung (R = 0.1) gefahren. In Spannungsregelung ergab sich so stets eine Belastung im Zugschwellbereich. Bei schwellender Regelung der Gesamtdehnung ist jedoch zu berücksichtigen, dass die Spannungsantwort der Probe sich mit zunehmendem Anteil plastischer Verformung in den Druckbereich verschiebt. Zudem sei erwähnt, dass die Belastung einer realen Fahrwerks-Schraubenfeder in erster Linie torsionaler Ausprägung ist.

Um eine direkte Vergleichbarkeit mit den in großer Anzahl vorliegenden Literaturwerten aus Raumtemperatur-Rotationsbiegeversuchen sicher zu stellen und so den Mittelspannungseinfluss auf das Ermüdungsverhalten von LCB abschätzen zu können, wurde eine Versuchsreihe an "WB"-Proben bei RT in Spannungskontrolle ausgeführt. Aufgrund des festgestellten ideal-plastischen Verhaltens der Legierung (vgl. Kapitel 3.2.1) mussten diese Versuche auf den annähernd elastischen Verformungsbereich beschränkt bleiben. Die Einbringung plastischer Verformung wurde deshalb in Versuchsreihen mit Gesamtdehnungsregelung erbracht. Versuche in Spannungsregelung wurden im Bereich der resultierenden Oberspannung von 1200MPa...1450MPa (in Annäherung an die im Zugversuch ermittelte Zugfestigkeit R_m) durchgeführt; in Gesamtdehnungsregelung wurde der Oberdehnungsbereich 1,25%...8% geprüft, wobei der Wert 1,25% annähernd die Grenze der elastischen Verformung markierte.

Die Kontrolle der Belastungsgeschwindigkeit erfolgte über die Regelung der Versuchsfrequenz, so dass mit steigender Amplitude der Belastung die Dehngeschwindigkeit anstieg. Bei den verwendeten niedrigen Frequenzen von 1...3Hz ist jedoch mit einem Einfluss der Dehngeschwindigkeit auf die Versuchsergebnisse nicht zu rechnen.

Zur Datenreduktion wurde die Aufzeichnung der Versuchsdaten quasi-logarithmisch strukturiert: bis zum 10. Zyklus erfolgte die Aufzeichnung aller Zyklen, von Zyklus 10 – 100 jedes 10. Zyklus, von 100 – 1000 jedes 100. Zyklus und so weiter. Ein mitlaufender Daten-Ringpuffer stellte sicher, dass die letzten 3 Zyklen vor Probenbruch lückenlos aufgezeichnet wurden. Pro Zyklus nahm das Messsystem 200 Datenpunkte von Zeit, Dehnung und Kraft auf. Zusätzlich wurden die minimalen und maximalen Werte von Kraft und Dehnung im jeweiligen Zyklus unabhängig erfasst und aufgezeichnet. Eine Kontrollaufzeichnung der Temperatur an der Probe wurde im Falle der Versuchsreihe bei 200°C im Minutentakt vorgenommen. Die Umrechnung der aufgezeichneten Kraftdaten in Werte für die technische Spannung erfolgte im Anschluss an die Versuche bei der Auswertung in einem Tabellenkalkulationsprogramm durch Hinzunahme des ermittelten Probendurchmessers.

In *Tabelle 2.2* sind die durchgeführten Versuchsreihen und die im weiteren Verlauf der Arbeit verwendeten Kürzel zusammengefasst. Alle Versuche fanden unter Laboratmosphäre statt und wurden bis zum Probenbruch gefahren.

Kürzel	Regelart	R	n	Temperatur	LZ	WB
FC-WBRT	Spannungskontrolle	0,1	3Hz	RT		Х
SC-WBRT	Gesamtdehnungskontrolle	0,1	1Hz	RT		х
SC-WB200	Gesamtdehnungskontrolle	0,1	1Hz	200°C		х
SC-LZRT	Gesamtdehnungskontrolle	0,1	1Hz	RT	Х	

Tabelle 2.2: Übersicht Ermüdungsversuchsreihen

2.2.3 Sonstige Prüfungen

Zur Kontrolle der Chargeneigenschaften und der Auslagerungswärmebehandlungen wurden Makrohärteprüfungen an polierten Materialabschnitten, die senkrecht zur Probenlängsachse entnommen wurden, nach dem Vickers-Verfahren [86] mit einem Härteprüfer vom Typ EmcoTest M4C 025 durchgeführt.

Versuche zur Ermittlung der Härte der einzelnen Phasenanteile durch Nanoindentation mussten verworfen werden, da es nicht gelang, eine sowohl strukturierte aber gleichzeitig vermessbare Probenoberfläche zu erstellen.

2.3 Mikroskopie

2.3.1 Methoden

Für die mikroskopische Auswertung der für diese Arbeit durchgeführten Versuche wurden sowohl licht- als auch elektronenmikroskopische Verfahren durchgeführt, die im Folgenden, nach Auflösungsvermögen gestaffelt, kurz vorgestellt werden. Für grundlegende Informationen zu diesen Verfahren sei auf die einschlägige Fachliteratur verwiesen (Lichtmikroskopie und Probenpräparation: [87]; REM: [88]; TEM: [89]). Die Bildaufzeichnung erfolgte grundsätzlich über digitale Kamerasysteme und Bildeinzüge; da diese Technik inzwischen zum Standard gehört, soll darauf nicht näher eingegangen werden.

Makroskop: Ein Mess-Makroskop vom Typ Leica M420 wurde in erster Linie zur fraktographischen Beurteilung der Bruchoberflächen eingesetzt. Durch den parallelen Strah-

2 Experimentelle Methoden

lengang dieses Instruments war es möglich, Einschnürung und Scherbruchflächenanteil der Proben quantitativ zu bestimmen. Die Bestimmung dieser Parameter erfolgte manuell durch Ausmessen von Pixelstrecken / Kreisflächen mittels eines Grafikprogramms in den kalibrierten Digitalaufnahmen.

Lichtmikroskop: Für einen ersten Eindruck der Gefügestruktur im Ausgangszustand wurden einige Bilder mit einem Auflicht-Metallmikroskop der Firma Leica hergestellt. Diese Methode war jedoch nur bei "LZ"-Proben anwendbar; im "WB"-Zustand mit hohem Sekundär-α-Phasenanteil reichte die Auflösung bei weitem nicht mehr aus, so dass diese Vorgehensweise verworfen werden musste.

Rasterelektronenmikroskop (REM): Mit Hilfe des REM konnten auch die Sekundär-α-Phasen im "WB"-Zustand aufgelöst werden, doch reichte auch hier die Auflösung zur wirklichen Begutachtung der Vorgänge innerhalb der Sekundär-α-Körner nicht aus. Es wurde versucht, die orientierungsabbildende Mikroskopie (EBSD) anzuwenden, aber auch dieses Verfahren erwies sich als für die vorliegende Korngrößenstruktur nicht geeignet. Verwendet wurde ein REM vom Typ LEO 1540VP. Alle Bilder wurden mit dem Rückstreuelektronenkontrast ohne Ätzung der Oberfläche angefertigt.

Transmissionselektronenmikroskop (TEM): Als einzige anwendbare Methode zur Begutachtung der extrem feinen Kornstrukturen blieb das TEM mit seinem unerreichten Auflösungsvermögen. Verwendet wurde ein Philips CM20 mit LaB₆-Kathode unter einer Beschleunigungsspannung von 200kV. Zusätzlich wurden einige EDX-Analysen von Gefügebestandteilen mit einem analytischen TEM des Typs JEOL JEM-2200SS bei 200kV angefertigt. Diese Analysen waren halbquantitativ (ohne Normal). Beugungsbilder wurden manuell anhand kalibrierter Ausdrucke vermessen und ausgewertet, wobei die Skalierung der reziproken Abbildung automatisch vom Bildeinzug vorgenommen wurde, der wiederum anhand einer Referenzprobe mit einer feinkristallinen Aufdampfschicht aus Aluminium kalibriert war.

2.3.2 Probenpräparation

Die metallographische Präparation von Titanwerkstoffen wirft aufgrund der Neigung des Materials zum Verschmieren der zu präparierenden Oberfläche besondere Probleme auf. Im Rahmen dieser Arbeit wurde deshalb überwiegend auf die elektrolytische Politur zurückgegriffen. Hierfür wurden die zu begutachtenden Probenstücke zunächst mit Korund-Schleifpapier und Wasserkühlung bis zu einer Körnung von 1200 geschliffen und anschließend im Ultraschallbad gereinigt. Die Elektropolitur erfolgte auf einem Gerät des Typs Lectropol 5 der Firma Struers mit einem Elektrolyten der Zusammensetzung 60vol% Methanol, 34vol% 1-Butanol, 6vol% Perchlorsäure (Handelsname Struers A3) bei +20°C (Wasserkühlung) und 27V Polierspannung. Die Polierdauer betrug ca. 30s.

Für die Lichtmikroskopie bestimmte Proben wurden bei Raumtemperatur mit einem Ätzmittel nach Kroll [87] (50vol% Glycerin, 20vol% HNO₃, 30vol% HF) kurz angeätzt.

Die Präparation von TEM-Proben (sog. Folien) erfordert die Herstellung von sehr dünnen, durchstrahlbaren Bereichen. Zu diesem Zweck wurden etwa 0,25mm dicke Scheiben des zu untersuchenden Materials auf einer Niedertourensäge Struers Minitom mit Diamanttrennscheibe 331CA ohne Einbringung von Verformung oder Wärme abgetrennt. Jeweils vier solcher Scheiben wurden entgratet, auf einen Schleifblock geklebt und sukzessive beidseitig auf Nassschleifpapier der Körnungen 320, 600, 1200 auf eine Stärke von ca. 120...150µm dünngeschliffen. Aus den entstandenen Folien wurden mechanisch Scheiben mit 3mm Durchmesser heraus gestanzt. Diese wurden schließlich nach dem Verfahren der Zweistrahl-Jetpolitur auf einem Gerät Struers Tenupol 3 elektrolytisch gedünnt. Als Elektrolyt diente der weiter oben bereits beschriebene A3; die Temperatur betrug hier jedoch -45°C und die Polierspannung 22V. Weitere (gerätespezifische) Parameter waren eine Flussrate von 2,25 und eine Empfindlichkeit der Fotozelle von 1,25. Die mittlere Polierdauer betrug zwischen 3...5 Minuten. Eine Anzahl der Folien zeigte nach dem Dünnvorgang Verformungen (Ausbeulungen) im Bereich um das entstandenen Loch, vermutlich hervorgerufen durch Eigenspannungen in der Probe. Auf sich hierdurch eventuell ergebende Artefakte wird bei den betreffenden Bildern eingegangen.

Folien aus der parallelen Messlänge von Ermüdungsproben wurden grundsätzlich senkrecht zur Probenlängsachse entnommen.

Bruchoberflächen wurden ohne weitere Präparation begutachtet.

3 Ergebnisse

Im nun folgenden Hauptteil der Arbeit werden die erzielten experimentellen und mikrostrukturellen Ergebnisse dargestellt. Zunächst werden die Ausgangszustände mit Fokus auf den mikrostrukturellen Eigenschaften begutachtet (Abschnitt 3.1), wobei die TEM-Untersuchungen zu den Ausgangszuständen in den Abschnitt 3.4.1 verschoben wurden, um die Gefügeentwicklungen besser zu verdeutlichen. Anschließend werden die mechanischen Versuchsdaten dargestellt, gegliedert nach Art der Versuchsführung (3.2). Der Fraktographie wurde ein eigener Abschnitt (3.3) eingeräumt, in dem sowohl makroskopische Bruchflächenbilder als auch geometrische Vermessungen aufgezeigt werden. Schließlich werden die Ergebnisse der TEM-Untersuchungen dargestellt (3.4), wobei versucht wurde, aus der großen Menge der durchgeführten Untersuchungen einen möglichst umfassenden Querschnitt aufzuzeigen. Hierbei erfolgte die Gliederung (nach Betrachtung der Ausgangszustände) anhand der Ermüdungsversuchsreihen.

3.1 Ausgangszustände

Die im Folgenden aufgezeigten Zustände sind repräsentativ für alle untersuchen Chargen, soweit nicht anderweitig angemerkt. Kontrolluntersuchungen wurden durchgeführt.

3.1.1 Gefüge (LiMi und REM)

Bild 3.1 zeigt eine lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme des Lieferzustandes von Timetal LCB. Deutlich zu erkennen ist, dass die Primär-α-Phase (dunkel) nahezu ausschließlich in gestreckter Form auf den β-Korngrenzen ausgeschieden ist und teilweise durchgehende Säume bildet. Diese Gefügeausprägung wird in der Literatur als prinzipiell nicht vorteilhaft für das Ermüdungsverhalten angesehen, da die α-Säume bevorzugte Rissausbreitungs-



Bild 3.1: Gefüge des angelieferten Zustands (LZ-AZ). Dunkle Bereiche: Primär-α, hell: β-Phase. LiMi, Querschliff, Krollätzung.

pfade bilden können (vgl. Kapitel 1.3.3). Auch im Vergleich zu früheren Untersuchungen am gleichen Material [83] fällt die nahezu vollkommene Abwesenheit von globularer α_P -Phase auf. Die durch Linienschnittverfahren bestimmte mittlere β -Korngröße beträgt $D_m = 3.3 \mu m$.



Bild 3.2: Gefügewürfel-Darstellung (Abwicklung) des Lieferzustands (LZ). Elektropolierte Oberfläche, REM Rückstreukontrast. Q: Querschliff, Lw: Längsschliff waagerecht, Ls: Längsschliff senkrecht.

Wie bereits in Kapitel 2.3.1 angesprochen, eignet sich die Lichtmikroskopie aufgrund ihres begrenzten Auflösungsvermögens nicht für die Darstellung des wärmebehandelten Zustandes mit sehr kleinen Sekundär-α-Ausscheidungen. Weitere Gefügebilder wurden deshalb mit dem Raster-Elektronenmikroskop (REM) im Rückstreu-Phasenkontrast angefertigt. *Bild 3.2* zeigt eine weitere Auftragung des Gefüges im Lieferzustand in Form eines abgewickelten Gefügewürfels, um zusätzlich zum Querschliff die Ausprägung der Textur, welche durch die thermomechanische Drahtrollbehandlung eingebracht wurde, beurteilen zu können. Die schematische 3D-Darstellung der Drahtkontur soll die relative Lage des gedachten Würfels verdeutlichen.

3 Ergebnisse

In der Querschliffdarstellung (Q) werden im Vergleich zu *Bild 3.1* weitere längliche α_{P} -Ausscheidungen innerhalb der β -Körner deutlich. Der gesamte Volumenanteil der α_{P} -Phase am Gefüge beträgt etwa 15%. In den Schliffen parallel zur Drahtlängsachse (L) fällt auf, dass die Kornstruktur nur sehr wenig gestreckt erscheint, was angesichts des insgesamt hohen Umformgrades außergewöhnlich ist. Anhand einiger durchgehender α -Kornzeilen, die parallel zur Drahtlängsachse verlaufen, wird eine Textur des Gefüges deutlicher. Scheinbar bilden die beim Umformvorgang gestreckten β -Korngrenzen bevorzugte Ausscheidungsorte der α_{P} -Phase. Da in den vorliegenden Versuchsreihen die Belastung grundsätzlich uniaxial entlang der Drahtlängsachse erfolgte, sind bedeutende Auswirkungen dieser Struktur nicht zu erwarten. Die Auswirkungen auf eine torsionale Belastung, wie sie in realen Fahrwerksfedern vorliegen, müssten hingegen deutlich kritischer betrachtet werden.

Die für den LZ-Zustand getroffenen Aussagen bezüglich der Gefügetextur gelten naturgemäß in gleichem Maße auch für den in dieser Arbeit betrachteten wärmebehandelten Zustand, da keine mechanische Nachverformung erfolgte. *Bild* 3.3 ist die entsprechende Gefügewürfel-Darstellung des WB-Zustandes in einer dem *Bild* 3.2 entsprechenden Auflösung. Für eine genauere Betrachtung der in der Laborwärmebehandlung ausgeschiedenen α_s -Phase sind in *Bild* 3.4 höher aufgelöste Gefügebilder dargestellt. Hier wird die sehr kleine α_s -Ausscheidungsgröße und die daraus resultierende nanoskalige Struktur innerhalb der β -Kornmatrix deutlich. Der prozentuale Volumenanteil der α -Phasen am Gesamtgefüge ist im Vergleich zum Lieferzustand deutlich erhöht; quantitative Aussagen konnten dazu im Rahmen dieser Arbeit nicht erbracht werden. Bei Betrachtung des Längsschliffs (L) ist keine bevorzugte Ausrichtung der α_s -Ausscheidungen erkennbar, die auf eine texturbedingte Inhomogenität im Ausscheidungsverhalten schließen lassen würde.

Entlang der α_P -Phasen in beiden Teilabbildungen sind helle Säume erkennbar, die ausscheidungsarm bzw. ausscheidungsfrei scheinen. Solche Zonen wurden in anderen β -Titanlegierungen beobachtet und als "soft zones" bezeichnet, da in diesen Bereichen keine Ausscheidungshärtung erfolgt [90]. Im hier vorliegenden Fall handelt es sich jedoch im Wesentlichen um Präparationsartefakte, wie eine genauere Betrachtung zeigte: bei der Elektropolitur werden die α -Phasen leicht angeätzt, und durch die entstehende Oberflächentopographie entstehen überstrahlte Kanten an den α_P -Rändern. Ein Nachweis von "soft zones" in ausgelagertem LCB kann zu diesem Zeitpunkt nicht gegeben werden.



Bild 3.3: Gefügewürfel-Darstellung (Abwicklung) des wärmebehandelten Zustands (WB). Elektropolierte Oberfläche, REM Rückstreukontrast. Q: Querschliff, Lw: Längsschliff waagerecht, Ls: Längsschliff senkrecht.



Bild 3.4: Höher aufgelöste Gefügebilder des WB-Zustands. Elektropolierte Oberfläche, REM Rückstreukontrast. α-Phasen dunkel. Links Querschliff, rechts Längsschliff (L) mit Angabe der Rollrichtung (Pfeil).

3.1.2 Makrohärte

Zur Abschätzung der Chargenstreuung und eventueller durch die Wärmebehandlung eingebrachter Abweichungen in den Ausgangszuständen wurden Vickers-Makrohärteuntersuchungen durchgeführt. Die Ergebnisse sind in *Bild 3.5* für die Chargen 153, 154 und 159, jeweils in den Zuständen LZ und WB, aufgetragen. Bei Charge 153 wurden zwei nominell gleiche Wärmebehandlungen durchgeführt, weshalb diese als "153WB1" und "153WB2" getrennt im Diagramm aufgeführt sind. Pro Probe wurden fünf Messungen durchgeführt, deren Ergebnisstreuung als Fehlerbalken dargestellt sind. Zu erkennen ist eine sehr geringe Streuung der Chargen untereinander sowohl im Liefer- als auch im wärmebehandelten Zustand. Messungen in der Probenmitte streuten bei allen Proben im Vergleich zu weiter außen liegenden Bereichen leicht nach unten, was durch die Rolltextur erklärt werden kann. Der Effekt ist jedoch klein (vgl. Fehlerbalken). Die aus allen Chargen gemittelte Härte steigt von 335HV30 im Zustand LZ durch die verfestigende Wirkung der Ausscheidungshärtung auf 417HV30 im Zustand WB.



Bild 3.5: Makrohärtewerte aller untersuchen Lieferchargen und Wärmebehandlungen.

3.1.3 EDX-Analysen

Die energiedispersive Röntgenalanyse (EDX) wurde hinzugezogen, um einen Eindruck der Elementverteilung innerhalb des ausgelagerten Gefüges im wärmebehandelten Ausgangszustand (WB-AZ) zu erhalten. Dafür wurde ein analytisches TEM verwendet, da die Auflösung entsprechender Einrichtungen am REM zur Analyse der ca. 20nm großen α_s -Teilchen nicht ausreichte. Selbst hierbei zeigte sich, dass das Röntgenstrahlen emittierende Probenvolumen teilweise zu groß für eine sichere Beurteilung der α_s -Phasen war und selbst bei den α_p -Phasen Verfälschungen durch eventuell unterhalb oder neben der sichtbaren Phasen liegenden Gefügebestandteile entstehen konnten. Zwei Analysen sollen hier beispielhaft gezeigt werden; ihre Nummerierung A1-6 bzw. A1-2 ist willkürlich und deutet auf die verwendete TEM-Probe hin. Die verwendete Spot Size war 0,2nm. *Bild* 3.6 zeigt eine STEM-Aufnahme (scanning TEM) der Probe A1-6, an der EDX-Punktanalysen durchgeführt wurden (nummerierte Sterne). Im Bereich der Spots 1 bis 5 ist ein dunkles α_P-Korn zu sehen (Spot 2), welches von einem kontrastierenden hellen Saum umgeben (Spots 1 und 3) und in β-Matrix eingebettet ist (Spots 4 und 5). Spots 6 und 7 wurden auf α_S-Körner gesetzt. In *Bild* 3.7 ist die entsprechende halbquantitative Analyse der Elemente Mo, Fe und Al aufgetragen. Wie erwartet ist die α_P-Phase bei Spot 2 verarmt an den β-stabilisierenden Elementen Mo und Fe, jedoch leicht angereichert mit dem α-Stabilisator Al.



Bild 3.6: STEM-Aufnahme der Spot-Mode EDX-Analyse von Probe A1-6 (WB-AZ).



Bild 3.7: Relative Gewichtsanteile von Mo, Fe und Al (normiert auf nominelle Zusammensetzung, halbquantitativ) zu den Spots aus Bild 3.6.

3 Ergebnisse

Absolute Werte können aufgrund der halbquantitativen Analyse ohne Normal nicht mit Sicherheit angegeben werden. Unsicher ist auch die Natur des hellen Saumes: während bei Spot 1 das zuvor beschriebene Verhalten auf α -Phase hindeutet, ist es bei Spot 3 genau umgekehrt. Hier können auch die erwähnten Volumeneffekte eine Rolle spielen (dies gilt für alle weiteren Aussagen). Auf die Eigenschaften der Säume um α_P wird in Abschnitt 3.4 näher eingegangen. Spot 4 und 5 bestätigen mit Anreicherung an β - und Verarmung an α -Stabilisatoren das Vorliegen von β -Phase.



Bild 3.8: STEM-Aufnahme mit Linescan und Spot-Mode EDX-Analyse von Probe A1-2 (WB-AZ).



Bild 3.9: Relative Gewichtsanteile von Mo, Fe und Al (normiert auf nominelle Zusammensetzung, halbquantitativ) zu den Spots aus Bild 3.8.

Bei Spot 6 und 7 überlagern vermutlich Volumeneffekte die Nachweisbarkeit von Bausteinen der α_S -Phase, so dass eine Relation zur Zusammensetzung der α_P -Phase schwierig ist. *Bild 3.8* zeigt zwei verschiedene Messungen an derselben Probenstelle der Probe A1-2 um ein α_P -Korn herum. Der Linescan bestätigt die Verarmung an β -stabilisierenden Elementen und die leichte Anreicherung an Al in der α_P -Phase. Die gestrichelte Mittellinie markiert hier den Mittelwerte über der Messlänge. Im rechten Teilbild sind wiederum Spot Mode Analysen markiert, deren Ergebnisse in *Bild 3.9* aufgetragen sind. Auffällig ist, dass nur die Spots 9, 10 und 11 eindeutig der β -Phase zugeordnet werden können. Spot 5, der von Erscheinungsbild her in einem α -Gebiet liegen sollte, ist vermutlich wieder durch Volumeneffekte verfälscht. Der helle Saumbereich wird wieder mehrdeutig dargestellt: Spots 3 und 4 indizieren α -Phase recht eindeutig, Bereiche der Spots 12 und 13 sind verarmt an β -Stabilisatoren, doch nicht so ausgeprägt, und Spot 2 ist undefiniert mit nahezu nomineller Zusammensetzung.

Eine "saubere" Beschreibung der Komposition von α - und β -Phasen ist mit den hier vorgestellten EDX-Untersuchungen aufgrund der Feinheit des untersuchten Gefüges nicht möglich. Vor allem sind keine gesicherten Erkenntnisse über eventuelle Unterschiede in der Zusammensetzung von α_{P} - und α_{S} -Phase zu erhalten. Tendenziell kann jedoch gesagt werden, dass die α_{P} -Phase nahezu frei von β -Stabilisatoren ist (berücksichtigt man den nominellen Gehalt von 6,8 Gew.-% Mo und 4,5 Gew.-% Fe), während die Zusammensetzung der β -Matrix geringe Restmengen an α -Stabilisator Al enthält.

3.2 Mechanische Versuchsdaten

3.2.1 Zugversuche

Zur Bestimmung der grundlegenden mechanischen Eigenschaften unter quasistatischer Zugbelastung wurden an Proben der Zustände LZ und WB weggeregelte Zugversuche durchgeführt. Den geplanten experimentellen Bedingungen entsprechend wurden LZ-Proben bei Raumtemperatur (RT) und WB-Proben sowohl bei RT als auch bei 200°C geprüft. In *Bild 3.10* sind die Ergebnisse zusammengefasst.



Bild 3.10: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Zugversuche aller untersuchten Zustände. Versuche wurden bis zum Probenbruch gefahren; die Enden der Graphen sind jedoch nicht gleichbedeutend mit Probenbruch (Ende Messbereich der verwendeten Dehnungsaufnehmer).

Bei Betrachtung der Versuche bei Raumtemperatur (oberer Bildabschnitt) fällt sofort das nahezu ideal-plastische Verhalten ohne Ver- oder Entfestigung nach Überschreiten der Dehngrenze auf, und zwar sowohl für den LZ- als auch den WB-Zustand. Dies wird auch durch die pro Zustand sehr dicht beieinander liegenden Werte von Dehngrenze $R_{p \ 0.2}$ und Zugfestigkeit R_m deutlich. Die verfestigende Wirkung der Ausscheidungshärtung zeigt sich im Anstieg des Wertes für die Dehngrenze vom Zustand LZ zum Zustand WB um 326MPa; der erreichte Wert für die Zugfestigkeit von $R_m = 1410$ MPa liegt an der Obergrenze des für diese Legierung Möglichen.

Der erhebliche Anstieg des E-Moduls nach der Wärmebehandlung ist in erster Linie auf den stark erhöhten Anteil an α -Phase zurückzuführen, die für sich allein genommen eine erheblich höhere Steifigkeit aufweist als die β -Phase. Literaturwerte nennen E-Moduli von ca. 70GPa für eine stabile β -Legierung (Ti-30Nb) und ca. 116GPa für polykristallines Reintitan (100% α) [91]. Die hier ermittelten Werte von 75GPa für LZ und 113GPa für WB geben im Vergleich näherungsweise Aufschlüsse über den Anteil von α -Phase am Gefüge; dieser Effekt ist jedoch zusätzlich von Einflüssen wie Gitterbaufehlern überlagert. Die hexagonale α -Phase weist eine starke elastische Anisotropie auf, die sich im Primär- α mit evtl. Vorzugsorientierungen der Rolltextur stärker auswirken kann als im regellos angeordneten Sekundär- α .

Bei 200°C Versuchstemperatur ändert sich das Zugversuchsverhalten des WB-Zustands signifikant. Neben einer erheblichen Abnahme der Steifigkeit im Vergleich zum RT-Versuch, erkennbar an der Reduktion des E-Moduls um nahezu 20GPa, sinkt die Zugfestigkeit um fast 200MPa. Zudem ist das plastische Dehnverhalten nicht mehr annähernd ideal, sondern unterliegt mäßiger Dehnungsverfestigung bis ca. 9% Gesamtdehnung, gefolgt von (vermutlich geometrischer) Entfestigung, die bei 20% Gesamtdehnung für die Spannungsantwort wieder annähernd den Wert der Dehngrenze einstellt.

Quantitative Werte für die Bruchdehnung können aus den vorliegenden Versuchen nicht exakt angegeben werden, da die Messbereiche des verwendeten Dehnaufnehmers von max. 10 bzw. 20% nicht bis zum jeweiligen Probenbruch reichten. Eine normgerechte Auswertung (DIN EN 10002-1 [92]) der gebrochenen Proben war aufgrund der verwendeten Ermüdungsprobengeometrie nicht möglich, so dass lediglich Minimalwerte für die Bruchdehnung angegeben werden können. In *Tabelle 3.1* sind die ermittelten Zugversuchswerte zusammen gefasst.

······································							
Probe	Temperatur	R _{p 0.2} [MPa]	R _m [MPa]	E [GPa]	A [%]		
LZ	RT	1080	1092	75	>20		
WB	RT	1406	1410	113	>10		
WB	200°C	1137	1226	95	>20		

Tabelle 3.1: Zugversuchsdaten

3.2.2 Spannungskontrollierte Ermüdungsversuche

Für die uniaxialen Zugschwell-Ermüdungsversuche (R = 0,1) in Spannungskontrolle, welche mit Proben des Zustandes WB bei Raumtemperatur durchgeführt wurden, sind zunächst die reinen Lebensdauer-Ergebnisse in Form einer üblichen Wöhlerkurve in Bild 3.11 dargestellt. Um einerseits direkte Vergleichbarkeit mit Literaturwerten, die meist mit R = -1 erstellt wurden, zu gewährleisten und andererseits für die vorliegenden Versuche typische Effekte anschaulicher diskutieren zu können, sind sowohl Oberspannung als auch Amplitude der Versuche aufgetragen, welche natürlich in linearer Abhängigkeit zueinander stehen. Spontan fällt auf, dass sich die Kurven im untersuchten Spannungsbereich (1450MPa > σ_0 > 1200MPa bzw. 650MPa > σ_A > 540MPa) nicht asymptotisch einer angenommenen Dauerfestigkeit annähern, sondern ein in einfach logarithmischer Darstellung nahezu lineares Verhalten zeigen. In vergleichbaren Untersuchungen in Rotationsbiegung (R = -1) am gleichen Material und mit identischer Wärmebehandlung [80] trat hingegen annähernd asymptotisches, dem schematische Wöhler-Diagramm aus Kapitel 1.3.1, Bild 1.10, entsprechendes Verhalten auf. Eine direkte Vergleichbarkeit ist jedoch schwierig, da das dortige Spannungsniveau ($\sigma_A = \sigma_O = 700...1000$ MPa) bezogen auf die Amplitude deutlich über, bezogen auf die Oberspannung jedoch deutlich unter dem hier gezeigten liegt. Für ein zuverlässiges Einschätzen des Einflusses der Mittelspannung wären Versuche mit konstanter Spannungsamplitude nötig gewesen; diese Problematik wurde jedoch in der vorliegenden Arbeit nicht weiter behandelt. Festzuhalten bleibt, dass das untersuchte Material relativ gut prognostizierbar auf eine Zugschwellbelastung reagiert, jedoch im hier beschriebenen Bereich keine Dauerfestigkeit ausbildet.



Bild 3.11: Wöhlerkurven der FC-WBRT Versuchsreihe (R=0,1). σ_A : Spannungsamplituden; σ_O : Oberspannungen; N_f: Bruchzyklenzahl.

Ein weiterer interessanter Effekt im spannungskontrollierten Zugschwell-Ermüdungsverhalten ist die Tatsache, dass selbst Versuche mit einer Oberspannung gleich oder sogar über der nominellen, quasistatisch ermittelten Zugfestigkeit in Bruchzyklenzahlen zwischen 4.000 und 13.000 resultieren. Dabei spielen vermutlich Einschwingvorgänge der Prüfmaschine eine Rolle; zur Aufbringung der nominellen Oberspannung werden, bedingt durch eine auf Vermeidung von Überschwingen optimierte Regelcharakteristik, einige bis einige Dutzend Zyklen benötigt. Zusätzlich kann ein Einfluss durch die im Vergleich zum Zugversuch erhöhte Geschwindigkeit der Spannungsbeaufschlagung gegeben sein. Da der maschinelle Einfluss nicht sicher abgeschätzt werden konnte, werden die Werte für $\sigma_0 > 1425$ MPa für die weiteren Beobachtungen außen vor gelassen. Trotzdem ist dieses Verhalten angesichts des nahezu verfestigungsfreien Verhaltens im Zugversuch (vgl. *Bild 3.10*) außergewöhnlich und indiziert eine hohen Schadenstoleranz, die für derart feste Titanwerkstoffe weit überdurchschnittlich ist.



Bild 3.12: Verlauf von Minima und Maxima eines typischen FC-Versuchs (σ_{max} =1350MPa, R=0,1).

In *Bild 3.12* ist ein typischer Plot der während des Ermüdungsversuchs mit $\sigma_{max} = 1350$ MPa aufgezeichneten Daten aufgetragen (Hinweis: da grundsätzlich Versuche mit R = 0,1 durchgeführt wurden, erfolgt die Kurz-Kennzeichnung aller Versuche im Folgenden immer durch Angabe der Oberspannung bzw. –dehnung). Die geregelten Größen von Ober- und Unterspannung sollten im Idealfall Geraden parallel zur Abszissenachse bilden, was durch die schon beschriebenen maschinellen Einschränkungen nur bedingt möglich ist. Die Werkstoffantwort auf die Belastung wird in diesem Fall durch die an der rechten Ordinaten-achse aufgetragenen Werte der Maximal- und Minimaldehnung beschrieben. Zu erkennen



Bild 3.13: Wechselverformungskurven der Dehnungsamplituden der FC-WBRT Versuche.



Bild 3.14: Entwicklung der Mitteldehnungen der FC-WBRT Versuche.

ist ein stetiger, nahezu paralleler Anstieg beider Dehnungsgraphen, woraus zu schließen ist, dass die resultierende Dehnungsamplituden nahezu konstant bleiben, aber trotzdem

bleibende plastische Verformung eingebracht wird. Gewinnung der Dehnungsamplituden und Mitteldehnungen aus den Versuchsdiagrammen aller Versuche führt zur Erstellung der Wechselverformungskurven, die in *Bild 3.13* und *Bild 3.14* dargestellt sind.

Bei Betrachtung der Dehnungsamplituden (*Bild 3.13*) bestätigt sich deren Konstanz über die jeweiligen Versuchsdauern, abgesehen von Versuchen mit sehr hohen Oberspannungen >1350MPa, bei denen schon ein deutlicher Anteil plastischer Verformung eingebracht wird und zyklische Entfestigung auftritt. Betrachtet man hier erneut die Zugversuche im *Bild 3.10*, so wird klar, dass für die Einbringung von plastischer Dehnung unter Spannungskontrolle nur ein sehr kleines "Fenster" zwischen elastischem Verhalten und spontanem Probenbruch zur Verfügung steht, welches sich eben von ca. 1375MPa...1400MPa erstreckt. Noch deutlicher wird das Überschreiten der Elastizitätsgrenze bei Betrachtung der Mitteldehnungen, *Bild 3.14*. Zusätzlich fällt hier auf, dass kein Versuch eine konstante Mitteldehnung über die Versuchsdauer hält, sondern auch bei Versuchen im elastischen Bereich die Mitteldehnungen kontinuierlich ansteigen, was zu akkumulierten plastischen Dehnungen führt. Ebenso tritt keine Form von Sättigungsverhalten auf.



Bild 3.15: σ-ε-Diagramm der FC-WBRT Versuchs mit σ₀=1400MPa, R=0,1.

Der Effekt der Probenverlängerung über der Versuchsdauer, der auch bei Beaufschlagung mit Lasten im Bereich nominell elastischen Werkstoffverhaltens auftritt, wird als "zyklisches Kriechen" oder "Ratchetting" bezeichnet [44]. In *Bild 3.15* ist das Spannungs-Dehnungs-Diagramm eines 1400MPa-Versuchs aufgetragen, bei dem dieser Effekt besonders deutlich wird.

3 Ergebnisse

Im ersten Zyklus erfolgt eine geringfügige plastische Verformung, die anhand der entstehenden Hysterese abgelesen werden kann – es wird quasi ein Abschnitt des Zugversuchs-Diagramms erstellt. Durch die Spannungskontrolle wird die Hysterese unten nicht geschlossen, sondern die erste bleibende plastische Verformung eingebracht. In allen anschließenden Zyklen ist die Hysteresenfläche nahezu, aber nicht vollständig Null, und mit jedem Zyklus erfolgt weitere bleibende plastische Verformung, die sich bis zum Probenbruch (letzter angezeigter Zyklus +1) auf 0,735% akkumuliert. In *Bild 3.16* sind die berechneten Werte der akkumulierten "Ratchetting"-Dehnung für alle relevanten FC-Versuche aufgetragen.



Bild 3.16: "Ratchetting"-Verhalten der FC-WBRT Versuche, indiziert durch die jeweilige Oberspannung. Bleibende plastische Dehnung nach Probenbruch (berechnet aus letztem aufgezeichnetem Zyklus).

Auch hier wird wieder ein starker Anstieg für Versuche mit $\sigma_0 > 1350$ MPa registriert. Der Höchstwert wird beim 1425MPa-Versuch erreicht, bei dem in fast 13.000 Zyklen bis zum Bruch 1,35% bleibende plastische Verformung in die Probe eingebracht wurden. Dies ist nahezu das Doppelte des beim 1400MPa-Versuch innerhalb der fast gleichen Bruchzyklenzahl erreichten Wertes, woraus der Schluss gezogen werden kann, dass in Timetal LCB eine hohe Schadenstoleranz für eingebrachte plastische Verformung besteht.

3.2.3 Gesamtdehnungskontrollierte Ermüdungsversuche

Die Versuche in Gesamtdehnungskontrolle stellen den Kern der in der vorliegenden Arbeit vorgenommenen mechanischen Versuche dar und wurden an Proben in allen drei vorgestellten Experimentalzuständen durchgeführt. Beim kleinsten Wert der Oberdehnung von ε_0 = 1.25% und R = 0.1 sollte in allen Proben annähernd elastisches Verhalten vorliegen; für den WBRT Zustand erfolgte hier sozusagen der "Anschluss" an die spannungsgeregelten Versuche. In Bild 3.17 sind die Ermüdungslebensdauern aller durchgeführten Versuche in Form von Dehnungs-Wöhlerkurven dargestellt. Sogleich fällt auf, dass die WBRT-Versuche die nominell geringste Ermüdungsfestigkeit unter Dehnungskontrolle aufweisen, wobei das sich dabei einstellende Spannungsniveau natürlich deutlich höher als bei den beiden anderen Zuständen ausfällt (vgl. die folgenden σ - ϵ -Diagramme). Für die sehr hohen Oberdehnungen von 8% (erneut sei auf die Vereinbarung hingewiesen, die Versuche im Folgenden abkürzend anhand ihrer Oberspannung bzw. -dehnung zu kennzeichnen) muss mit einer hohen Streubreite der Versuchsergebnisse gerechnet werden, die sich im Bereich Nf < 10² der einfach logarithmischen Darstellung über Gebühr abzeichnet. Außerdem wird es sich beim WBRT-Versuch mit 1,25% um einen "Ausreißer" handeln; für diesen Versuch waren ca. 10⁵ Bruchzyklen erwartet worden.



Bild 3.17: Dehnungs-Wöhlerkurven der Versuche in Gesamtdehnungskontrolle, R=0,1

Eine weitere Auffälligkeit besteht darin, dass der Einfluss der Temperatur von 200°C in Dehnungskontrolle keine nachteilige, sondern im Gegenteil eine tendenziell vorteilhafte Wirkung auf die Ermüdungslebensdauer hat. Die LZ-RT Versuche zeigen unter dieser Versuchsführung das beste Ermüdungsverhalten. Insgesamt sind die Effekte jedoch relativ

3 Ergebnisse

klein und unterliegen zudem den Einwirkungen der statistischen Unsicherheit, denen im Rahmen dieser Arbeit nicht umfassend begegnet werden konnte.

Im Folgenden werden repräsentative σ-ε-Diagramme der Versuchsreihen aufgezeigt und besprochen. Hierfür werden Versuche mit annähernd elastischer Dehnung (1,25%), mittlerer (2%) und hoher (4%) plastischer Dehnung ausgewählt und für die Versuchszustände gegenüber gestellt. Aufgetragen sind jeweils Hysteresekurven des dritten Zyklus, eines Zyklus bei angenähert halber Bruchlebensdauer (mid-life) und eines Zyklus kurz vor Probenbruch. Bild 3.18, Bild 3.19 und Bild 3.20 beschreiben die 1,25%-Versuche. Für LZRT und WBRT sind nahezu keine Hysteresen erkennbar, die Verformung erfolgt fast vollständig elastisch. Deutlich wird auch das erheblich unterschiedliche Spannungsniveau der beiden Versuchsreihen. Im Vergleich dazu zeigt der WB200-Versuch auch in diesem Belastungszustand schon deutlich ausgeprägte Hysteresen; sein Spannungsniveau liegt erwartungsgemäß zwischen den beiden RT-Zuständen. Anhand der bei allen Versuchen sinkenden Lage der Hysteresekurven über der Versuchsdauer kann eine fortschreitende zyklische Relaxation der Mittelspannung beobachtet werden, vergleichbar dem bei den spannungsgeregelten Versuchen auftretenden Ratchetting. Der WB200-Versuch (Bild 3.20) scheint dabei ein Sättigungsverhalten zu zeigen; hier ist jedoch zu berücksichtigen, dass es sich um einen Durchläufer handelt und so weder mid-life noch Bruchzyklus feststehen. Auf diese Phänomene wird später noch eingegangen.

Bild 3.21, Bild 3.22 und Bild 3.23 zeigen die entsprechenden Diagramme für 2%-Versuche. Im LZRT-Zustand sind immer noch keine ausgeprägten Hysteresen erkennbar, und die für mid-life und Lebensdauerende nahezu übereinander liegenden Kurven deuten auf ein Sättigungsverhalten der zyklischen Relaxation hin. Die Kurven für WBRT und WB200 sind qualitativ sehr ähnlich und unterscheiden sich im Wesentlichen durch das Spannungsniveau. Auch hier liegen die mid-life und Lebensdauerende-Kurven nahezu übereinander. Nach wie vor verschieben sich die Hysteresen während der Versuchsdauer durch Relaxation der Mittelspannungen lediglich nach unten, ohne ihre Form oder mittlere Steigung nennenswert zu ändern.

Bild 3.24, Bild 3.25 und Bild 3.26 schließlich sind Auftragungen der 4%-Versuche. Die auftretenden Hystereseflächen sind nun sehr groß, entsprechend einer hohen dissipierten Energie pro Versuchszyklus. Beim LZRT-Versuch fällt eine Stauchung der Kurven ab midlife auf, entsprechend einer veränderten Werkstoffantwort, die jedoch ab mid-life nahezu konstant bleibt. Die Auswirkungen auf die dynamischen E-Moduli, ablesbar an den Steigungen nach den Umkehrpunkten, sind qualitativ schwer zu erfassen und werden weiter unten ausgewertet. Im Vergleich dazu unterliegen die Kurven der WBRT- und WB200-Versuche kontinuierlichen Veränderungen, wobei schon rein qualitativ eine deutliche Abnahme der Steifigkeit über der Versuchslebensdauer, sichtbar an der Rechtskippung der Kurven, auffällt. Auch hier scheinen sich die Prozesse aber mit fortschreitender Versuchsdauer zu verlangsamen. Im WB200-Versuch (*Bild 3.26*) fällt zudem auf, dass sich die Spannungsantwort im Druckbereich nur wenig ändert, wogegen der Zugbereich stark entfestigt. Dieser Effekt tritt in den Übersichtsdiagrammen nicht mehr so deutlich in Erscheinung und muss gesondert betrachtet werden.

Die wesentlichen Kennwerte aller SC-Versuche wurden ausgewertet und sind in Übersichtsdiagrammen zusammen gefasst, die auf die repräsentativen σ -ɛ-Kurven folgen.



Bild 3.18: σ - ϵ -Diagramm des SC-LZRT Versuchs mit ϵ_{max} =1,25%, R=0,1.



Bild 3.19: σ - ϵ -Diagramm des SC-WBRT Versuchs mit ϵ_{max} =1,25%, R=0,1.



Bild 3.20: σ - ϵ -Diagramm des SC-WB200 Versuchs mit ϵ_{max} =1,25%, R=0,1.



Bild 3.21: σ - ϵ -Diagramm des SC-LZRT Versuchs mit ϵ_{max} =2%, R=0,1.



Bild 3.22: σ - ϵ -Diagramm des SC-WBRT Versuchs mit ϵ_{max} =2%, R=0,1.



Bild 3.23: σ - ϵ -Diagramm des SC-WB200 Versuchs mit ϵ_{max} =2%, R=0,1.



Bild 3.24: σ - ε -Diagramm des SC-LZRT Versuchs mit ε_{max} =4%, R=0,1.



Bild 3.25: σ - ϵ -Diagramm des SC-WBRT Versuchs mit ϵ_{max} =4%, R=0,1.



Bild 3.26: σ - ε -Diagramm des SC-WB200 Versuchs mit ε_{max} =4%, R=0,1.

Eine Auswertung der Hystereseflächen und damit der dissipierten Verformungsenergie von sechs SC-Versuchen findet sich in *Bild 3.27*. Die Zahlenwerte der Ordinatenachse sind dabei als abstrakte Werte der numerischen Berechung anzusehen und dienen lediglich der relativen Vergleichbarkeit untereinander. Die WB-Versuchsreihen zeigen sowohl bei 2% als auch bei 4% qualitativ ähnliche Verläufe, ein in erster Näherung monoton fallendes Verhalten. Auffällig ist lediglich, dass sie die relative Lage zueinander tauschen: während bei 2% Maximaldehnung der Temperatureinfluss erwartungsgemäß mit einer größeren Hysterese und damit dissipierten Energie bei der WB200-Reihe einhergeht, sind die Verhältnisse bei 4% genau umgekehrt. Die Ursache hierfür ist im deutlich höheren Spannungsniveau der WBRT-Versuche zu sehen, die sich im numerischen Flächenwert niederschlägt. Zusätzlich erreicht der WB200 4%-Versuch eine Art Sättigung der dissipierten Energie ab etwa dem 100. Zyklus.

Im Unterschied zu der wärmebehandelten Proben zeigen LZ-Proben einen deutlichen Anstieg der dissipierten Energie über der Versuchsdauer (4%) bzw. einen Scheitelpunkt (2%). Ein dem 4%-Versuch entsprechendes Verhalten zeigt auch der 3%-Versuch, welcher aus Gründen der Übersichtlichkeit nicht im Diagramm aufgezeichnet wurde. Dieses Verhalten unterscheidet sich deutlich von dem der wärmebehandelten Zustände und wird später im Zusammenspiel mit den noch folgenden Auswertungen diskutiert.



Bild 3.27: Hystereseflächen der Versuchsreihen mit ε_0 = 2% bzw. 4%.

Eine weitere, aus den Hysteresekurven berechnete Kenngröße ist die plastische Dehnung bei mid-life, die für die vorliegende Arbeit nach BS 7270 [93] bei der jeweiligen Mittelspannung bestimmt wurde. Die Darstellung zeigt *Bild 3.28*. Wie qualitativ schon beobachtet, haben die beiden Zustände WBRT und WB200 ein sehr ähnliches Verhalten, mit einer Tendenz zu größeren plastischen Dehnungen bei 200°C. Hingegen werden bei den LZRT-Versuchen sehr viel kleinere plastische Dehnungen bis 2% Gesamtdehnungsbelastung, darüber hinaus jedoch deutlich höhere Werte als bei den WB-Zuständen beobachtet. Hier zeigt sich ein erster Hinweis zur Erklärung der steigenden dissipierten Energie bei 3% und 4% LZRT-Versuchen, wie zu *Bild 3.27* beschrieben.



Bild 3.28: Plastische Dehnung bei mid-life, ermittelt nach BS 7270, für SC-Versuche.

Auf den folgenden Seiten sind die Wechselverformungskurven der Spannungsantwort auf die Dehnungsbelastungen für die drei Versuchsreihen aufgetragen, jeweils getrennt nach Amplituden- und Mittelspannungsentwicklung (*Bild 3.29 - Bild 3.34*). Die Entwicklungen der Mittelspannungen (*Bild 3.30, Bild 3.32 und Bild 3.34*) bestätigen für alle Versuche eine Relaxation der Mittelspannung, die bei hohen plastischen Verformungen bis und sogar unter OMPa sinken kann. Die Spannungsantwort ist dann nahezu symmetrisch Zug-Druck. Dies ist ein dem Ratchetting im FC-Versuch vergleichbares Verhalten und typisch für schwellende Dehnungsbelastung. Auffälligkeiten zeigen sich nur dahin gehend, dass die Relaxation bei den Raumtemperatur-Versuchen (LZRT und WBRT, *Bild 3.30 und Bild 3.32*) und unter höherer Dehnungsverformung (>2%) nicht mehr völlig monoton fällt, sondern sich verlangsamt. Besonders deutlich ist die bei WBRT 4%, *Bild 3.32*. Bei der WB200 Versuchsreihe ist dieser Effekt nicht offensichtlich, und die Relaxation findet bei allen Verformungen mit nahezu konstanter Geschwindigkeit statt, sofern man die Einschwingvorgänge für N < 5 vernachlässigt.

Wesentlich deutlichere Effekte offenbart die Betrachtung der Wechselverformungskurven (*Bild 3.29, Bild 3.31 und Bild 3.33*). Die WBRT Versuchsreihe (*Bild 3.31*) zeigt nach einer geringen Verfestigung ein nahezu neutrales Verhalten über die gesamten Versuchsdauern der Versuche bis 2,5% Oberdehnung. Dies geht nicht ganz konform mit dem Verhalten unter Spannungskontrolle, wo alle Versuche mit Anteilen von plastischer Dehnung leicht entfestigendes Verhalten zeigten (vgl. *Bild 3.13*). In keinem Fall trat zyklische Verfestigung auf. Zyklische Entfestigung kann hier erst für die Versuche mit $\varepsilon_0 > 3\%$ beobachtet werden, dafür in sehr stark beschleunigter Form.



Bild 3.29: Wechselverformungskurven der Spannungsamplituden der SC-LZRT Versuche.



Bild 3.30: Entwicklung der Mittelspannungen der SC-LZRT Versuche.


Bild 3.31: Wechselverformungskurven der Spannungsamplituden der SC-WBRT Versuche.



Bild 3.32: Entwicklung der Mittelspannungen der SC-WBRT Versuche.



Bild 3.33: Wechselverformungskurven der Spannungsamplituden der SC-WB200 Versuche.



Bild 3.34: Entwicklung der Mittelspannungen der SC-WB200 Versuche.

Ähnlich liegen die Verhältnisse bei der WB200 Versuchsreihe (*Bild* 3.33), wobei hier, entsprechend dem Verhalten im Zugversuch, die Phase der zyklischen Verfestigung etwas ausgeprägter ist. Das Spannungsniveau ist naturgemäß deutlich geringer, dafür erfolgt die Entfestigung im Fall WB200 4% deutlich langsamer als bei WBRT 4%. Das Spannungsniveau kurz vor Bruch ist bei diesen beiden Fällen etwa gleich.

Die Wechselverformungskurven der LZRT-Versuche (*Bild 3.29*) zeigen mehrere Besonderheiten im Vergleich zu den wärmebehandelten Zuständen. Das Verhalten der Versuche bis 2% Gesamtdehnung ist ähnlich dem der WB200-Versuche, deutliche Verfestigung gefolgt von Konstanz der Amplituden. Hier ist es jedoch nur bedingt möglich, Parallelen zu dem Verhalten im Zugversuch zu ziehen, da das Material im Lieferzustand nahezu idealplastische Eigenschaften hat, ähnlich dem WB-Zustand. Der augenfälligste Unterschied ist das Ausbilden einer ausgeprägten Plateauspannung bei den Versuchen LZRT 3% und 4% ab N > 70, nach einer Phase starker zyklischer Entfestigung. Es sei daran erinnert, dass gerade diese beiden Versuche auch Auffälligkeiten bei Hystereseflächen und plastischer Dehnung zeigten (*Bild 3.27 und Bild 3.28*).

Als weitere Auswertung wurden die dynamischen E-Moduli an markanten Punkten der Ermüdungsversuche aus den σ - ϵ -Hysteresen bestimmt. Sie können als Indikatoren für die in den Werkstoff eingebrachte Gefügeschädigung heran gezogen werden, die sich makroskopisch in einer Abnahme der Steifigkeit äußert. Die vorstehenden Graphen (*Bild 3.35 - Bild 3.37*) zeigen die Werte für den E-Modul bei Zugentlastung E_z. In allen Versuchsreihen bleibt E_z für Versuche bis 2% Gesamtdehnung nahezu konstant über der Versuchsdauer. Ausnahme ist der letzte Punkt von LZRT 1,75% (*Bild 3.35*); sein deutlich nach unten



Bild 3.35: Verlauf des dynamischen E-Moduls bei Zugentlastung der SC-LZRT Versuche.



Bild 3.36: Verlauf des dynamischen E-Moduls bei Zugentlastung der SC-WBRT Versuche.



Bild 3.37: Verlauf des dynamischen E-Moduls bei Zugentlastung der SC-WB200 Versuche.

abweichender Wert lässt auf die Entstehung eines unterkritischen Makrorisses kurz vor Probenbruch schließen. Für die Versuche ab 3% Gesamtdehnung zeigen sich wieder deutliche Unterschiede zwischen LZ und WB Versuchen. Während sich bei WBRT und WB200 die Steigung der Kurven für E_Z degressiv mit der Gesamtdehnung entwickelt, entsprechend der verstärkt eingebrachten Probenschädigung, ist bei den LZRT 3% und 4% Versuchen das Gegenteil der Fall: der E-Modul steigt ganz erheblich an, deutlich über das Niveau der anderen LZRT-Versuche. Hier liegt ein weiterer Hinweis auf die erhöhte Energiedissipation dieser beiden Versuche, die sich in der Entwicklung der Hystereseflächen gezeigt hat.

Die letzte hier angeführte Auswertung ist die Zusammenfassung aller Versuche in zyklischen Spannungs-Dehnungs-Diagrammen (ZSD), *Bild 3.38*. Hier bestätigt sich im direkten Vergleich der drei untersuchten Zustände das zyklische Entfestigungsverhalten der WBRT-Versuche, welches sich im Auftreten eines Scheitelpunkts äußert. Demgegenüber ist das Spannungsniveau der WB200-Versuche zwar geringer, die zyklische Entfestigung jedoch deutlich verlangsamt. Der Graph der LZRT-Versuche schließlich zeigt einen qualitativ dem entsprechenden Zugversuchsdiagramm (vgl. *Bild 3.10*) sehr ähnlichen Verlauf, was auf das abweichende Sättigungsverhalten der Versuche mit $\varepsilon_{O} > 3\%$ zurückzuführen ist.



Bild 3.38: Zyklisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm der SC-Versuche, R=0,1. $\sigma_{A, mid-life}$: Spannungsamplitude bei halber Bruchzyklenzahl, $\Delta \varepsilon_{o}/2$: Plastische Dehnungsamplitude bei halber Bruchzyklenzahl.

3.3 Fraktographie

Die Fraktographie der gebrochenen Proben wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht vertieft, sondern lediglich anhand von Makroskop-Aufnahmen bei geringer Vergrößerung ausgeführt. Trotzdem lassen sich auf den im Folgenden dargestellten Aufnahmen wertvolle Erkenntnisse zu Rissinitiierung und Bruchverhalten ziehen. Da keine direkten Werte der Bruchdehnung A ermittelt werden konnten, wurden die Brucheinschnürung Z und der Anteil der Scherbruchfläche an der eingeschnürten Gesamtbruchfläche ermittelt, um Rückschlüsse auf das Dehnungsverhalten ziehen zu können. Alle Aufnahmen wurden mit Schrägbeleuchtung zur Erhöhung des Topographiekontrasts erstellt.

3.3.1 Spannungskontrollierte Ermüdungsversuche

Eine Auswahl von Bruchflächenbildern der spannungskontrollierten FC-WBRT Versuchsreihe zeigt *Bild* 3.39. Dabei reichen die Bruchzyklenzahlen von N_f > 10^6 (1250MPa, oberes linkes Bild) bis hinab zu N_f = $1,3 \cdot 10^4$ (1400MPa, rechtes unteres Bild; für Informationen zu Bruchzyklen etc. vergleiche auch tabellarische Aufstellungen in **Anhang 1**, S. 112). Gut zu



Bild 3.39: Bruchflächenbilder von **FC-WBRT** Versuchen. Pfeile markieren jeweiligen Ort der Rissinitiierung.

erkennen sind die kreis- bzw. halbkreisförmigen Bereiche, in denen die Lebensdauer bestimmende Rissinitiierung und Schwingungsrissausbreitung stattfand. Die Startpunkte der Risse sind durch Pfeile markiert. Beim überwiegenden Teil der Proben erfolgte die Rissinitiierung an der freien Probenoberfläche, wie hier bei 1350MPa und 1400MPa zu sehen. Es trat jedoch auch Schwingungsrisseinleitung kurz unterhalb der Oberfläche (1250MPa) oder im Probeninnern (1325MPa) auf; dabei waren diese Formen nicht ausschließlich auf Versuche mit niedrigen Spannungen beschränkt, wie es hier vielleicht den Anschein hat, sondern zufällig verteilt. Es fällt auf, dass die Schwingbruchflächen im Verhältnis zu den Rest-Gewaltbruchflächen klein sind und mit steigender Versuchs-Oberspannung flächenmäßig zusätzlich abnehmen. Die Gründe hierfür sind in den verwendeten hohen technischen Oberspannungen zu suchen, so dass die wahre Spannung an der tragenden Fläche schnell kritische Werte annimmt. Alle Restbruchflächen zeigen relativ ebene, jedoch furchige Oberflächen, wobei die Furchen grundsätzlich strahlenförmig von den Schwingungsrisshalbkreisen ausgehen und Rissausbreitungslinien darstellen. Die Oberfläche des ringförmigen Anteils von Scherbruch verläuft immer im Winkel von ca. 45° zur Probenlängsachse.



Bild 3.40: Brucheinschnürung Z und Anteil der Scherbruchfläche der FC-WBRT Versuche.

Rein qualitativ scheinen die Brucheinschnürung und der Anteil der Scherbruchfläche nicht nennenswert für die gezeigten Versuche zu differieren. In *Bild 3.40* sind die Ergebnisse aus der Vermessung von Brucheinschnürung Z (linke Ordinatenachse) und Scherbruchflächenanteil (rechte Ordinatenachse) der FC-WBRT Versuche graphisch aufgetragen. Die Auftragung bestätigt die qualitative Annahme: bis σ_0 = 1425MPa sind die Schwankungen statistischer Natur, mit Z < 5% und Scherbruchflächenanteilen von ca. 1/3 der Gesamtbruchfläche. Erst ab dem 1450MPa-Versuch erfolgt ein deutlicher Anstieg beider Werte; die obers-

ten, zum 1480MPa-Versuch (N_f = 1) gehörenden Werte entsprechen denen des Zugversuchs (vgl. *Bild 3.44*). Diese Werte spiegeln weder direkten Einfluss des "Ratchetting"-Verhaltens noch der zyklischen Entfestigung wieder, welche bereits ab 1375MPa Oberspannung deutlich zu Tage traten (vgl. *Bild 3.13, Bild 3.14 und Bild 3.16*). Gründe hierfür sind in der erheblichen statistische Streuung der hier gezeigten Auswertungen zu sehen, die in der Natur von Bruchvorgängen bedingt ist.

3.3.2 Gesamtdehnungskontrollierte Ermüdungsversuche, Zugversuche

In *Bild 3.42 - Bild 3.43* sind ausgewählte Bruchflächenbilder der SC-Versuchsreihen denen der entsprechenden Zugversuche gegenüber gestellt. Die statistische Auswertungen finden sich nach den qualitativen Beschreibungen zusammenfassend am Schluss des Kapitels. Den Anfang machen Aufnahmen der Versuchsreihe SC-WBRT in *Bild 3.42*. Für die Versuche 1,5% und 2% sind keine nennenswerten Unterschiede zum Bruchflächenbild der FC-WBRT Versuche erkennbar. Erst der 4%-Versuch zeigt deutliche Unterschiede: die Einschnürung Z fällt größer aus (zur Verdeutlichung ist hier und im Folgenden der Ursprungs-



Bild 3.41: Bruchflächenbilder von **SC-WBRT** Versuchen. Pfeile markieren Beginn der Schwingrissausbreitung, Kreise ursprünglichen Probendurchmesser.

Probenquerschnitt durch einen gestrichelten Kreis gekennzeichnet), der Anteil der Scherbruchfläche ist erheblich größer als bei den Versuchen geringerer Oberdehnung, und die Restgewaltbruchfläche hat ein glattes, fast furchenfreies Gesamtbild. Im Gegensatz dazu zeigt die Bruchfläche des Zugversuchs (ZV) schon bei dieser geringen Vergrößerung eine duktile Wabenbruchstruktur. Ein Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit ist weitgehend auszuschließen, da der FC-Versuch 1480MPa mit N_f = 1 und den SC-Versuchen entsprechender Versuchsfrequenz ein dem Zugversuch aus *Bild 3.41* nahezu identisches Bruchflächenbild zeigt. Das andersartige Bruchbild des SC-WBRT 4% Versuchs muss daher seine Ursache in anderen Mechanismen, beispielsweise der eingebrachten zyklischen Plastifizierung, haben.

Bei den Abbildungen der SC-LZRT Versuche (*Bild* 3.42) fällt auf, dass für die Versuche 1,5% und 2% relativ große Bereiche der Schwingrissausbreitung (hell) existieren und die strahlenförmige Furchenbildung der Restgewaltbruchfläche etwas grober ausfällt als bei den WBRT-Versuchen beobachtet. Die Übergänge zu den tendenziell deutlich kleineren



Bild 3.42: Bruchflächenbilder von **SC-LZRT** Versuchen. Pfeile markieren Beginn der Schwingrissausbreitung, Kreise ursprünglichen Probendurchmesser.

Scherbruchflächenanteilen sind unregelmäßig. Die auffälligsten Unterschiede finden sich beim 4% Versuch: nur sehr geringe Einschnürung, nahezu kein Scherbruchanteil und nach geringer Schwingrissausbreitung (hell) fast glatte Bruchoberfläche. Das gleiche gilt für den SC-LZRT 3% Versuch, der ein nahezu identisches Erscheinungsbild zeigt. Erneut sei daran erinnert, dass diese beiden Versuche auch in den mechanischen Versuchsdaten große Abweichungen zu den übrigen SC-LZRT Versuchen aufwiesen. Insgesamt ist dieses Verhalten typisch für spröden Spaltbruch. Auch die übrigen SC-LZRT Bruchflächen mit Ausnahme des 8% Versuchs (vgl. statistische Auswertungen weiter unten) lassen keine Schlüsse auf eine im Vergleich zum WBRT-Zustand höhere Duktilität zu (wie anhand des Zugversuchs zu vermuten), sondern weisen im Gegenteil auf ein versprödetes Gefüge hin. Auf die möglichen Ursachen, von der zuvorderst die Anwesenheit von ω -Phase in diesem Zustand steht, wird im folgenden Kapitel vertieft eingegangen.

Bild 3.43 schließlich zeigt Abbildungen der entsprechenden Bruchflächen von SC-WB200 Versuchen. Allen SC-ermüdeten Zuständen ist ein im Vergleich zu WBRT-Versuchen



Bild 3.43: Bruchflächenbilder von **SC-WB200** Versuchen. Pfeile markieren Beginn der Schwingrissausbreitung, Kreise ursprünglichen Probendurchmesser.

deutlich erhöhter Anteil an Scherbruchfläche gemeinsam. Der 2% Versuch weist zwei Rissbildungsorte am Probenrand (Pfeile) mit entsprechender Schwingrissausbreitung auf. Beide Versuche kleiner Dehnung (1,5% und 2%) zeigen deutlich erhöhte Anteile an Schwingrissausbreitungsfläche vor Gewaltbruch im Vergleich zu Raumtemperaturversuchen. Alles zusammen weist auf ein insgesamt duktileres Verhalten des Materials im endwärmebehandelten Zustand unter 200°C im Vergleich zum RT-Verhalten hin – bei allerdings erniedrigter Zugfestigkeit und unter Berücksichtigung eines makroskopisch nach wie vor recht glatten spaltbruchartigen planaren Anteils der Restgewaltbruchfläche (Mischbruch).



Bild 3.44: Brucheinschnürung Z und Scherbruchflächenanteil der Zugversuche.

In *Bild 3.44* sind Brucheinschnürung Z und Scherbruchflächenanteil für die Zugversuche der drei untersuchten Zustände aufgetragen. Z liegt für alle Zustände auf gleichem Niveau mit leichter Erhöhung im WB200-Zustand. Sehr deutlich ist der Anstieg des Scherbruchflächenanteils vom LZRT zum WBRT und WB200 Zustand. Beide Werte korrelieren gut im Falle WB200 für die vermutete höhere Duktilität, jedoch nicht für das eher spröde Verhalten des LZRT Versuchs, für den ein geringerer Wert von Z erwartet werden konnte.

Bild 3.45 und *Bild* 3.46 schließlich vergleichen Z und Scherbruchfläche der SC-Versuchsreihen. Alle Graphen für Z liegen bis zum 4% Versuch dicht beieinander, mit den tendenziell kleinsten Werten für LZRT. Ungewöhnlich ist der Wert für LZRT 8%, der auf dem Niveau des WB200-Versuchs liegt und damit auch die Zugversuchswerte des LZRT Zustands überschreitet. Sehr deutlich werden die Unterschiede im Scherbruchanteil-Diagramm, *Bild* 3.46, besonders die sehr kleinen Werte für die Versuche LZRT 3% und 4%, die sich bereits qualitativ abzeichneten. Auch hier verhält sich der LZRT 8% Versuch atypisch mit einem sehr viel größerem Wert als im entsprechenden Zugversuch; es muss daher davon ausgegangen werden, dass die sehr starke Plastifizierung in diesem Versuch zu überlagerten Effekten z.B. im Rissschließverhalten führt. Insgesamt bestätigt sich (im Vergleich zu WBRT) die Tendenz zu höherer Duktilität bei WB200-Versuchen und Versprödung des LZRT-Zustands, besonders ausgeprägt bei 3% und 4% Versuchen.



Bild 3.45: Brucheinschnürung Z der SC-Versuche.



Bild 3.46: Anteil der Scherbruchfläche für SC-Versuche.

3.4 Gefügeuntersuchungen im TEM

In diesem Kapitel erfolgt eine Zusammenfassung der umfangreichen TEM-Untersuchungen an den Ausgangszuständen und markanten Ermüdungsversuchen. Die Abbildungen sind dabei grundsätzlich im Hellfeld angefertigt, soweit nicht anderweitig angegeben (DF = Dunkelfeld). Beinhalten die Abbildungen Beugungsaufnahmen, so ist die zugehörige Blendenposition im Hellfeldbild durch einen dünnen gestrichelten Kreis gekennzeichnet; fehlt die Kennzeichnung, so umfasst die Blende annähernd den gesamten Bildbereich. Wo die Orientierungen der Beugungsbereiche bestimmt werden konnten, sind die zugehörigen Zonenachsen in der Bildbeschriftung angegeben. Die Beugungsbilder sind verkleinert und nicht rotationskorrigiert zum jeweiligen Hauptbild aufgezeigt.

Die Untersuchungen des Materials waren mit einigen Schwierigkeiten verbunden. Die sehr feine Mikrostruktur und der hohe innere Verzerrungszustand, vor allem des wärmebehandelten Zustands, warfen im Rahmen der vorhandenen technischen Möglichkeiten Probleme bei der Auflösung einzelner Gefügebestandteile auf. Die Einstellung eines Zweistrahlfalls und damit die Bestimmung des g-Vektors war in den meisten Fällen aufgrund der Feinheit des Gefüges und der ausgeprägten Textur nicht möglich. Durch die nicht beliebig klein einstellbare Aperturblende war es zudem teilweise schwierig, Feinbereichsbeugungen von einzelnen Körnern oder Kornbereichen zu erhalten. Die Betrachtungen müssen sich deshalb in erster Linie auf qualitative Aussagen beschränken.

3.4.1 Ausgangszustände

Zunächst sollen erneut die beiden Ausgangszustände (Lieferzustand, LZAZ, und wärmebehandelter Zustand, WBAZ) betrachtet werden, die bereits in Abschnitt 3.1.1 mit anderen Methoden beschrieben worden sind. Die Transmissionsmikroskopie gestattet nun vertiefte, höher auflösende Einblicke in die sehr feine Mikrostruktur.

Lieferzustand

Bild 3.47 zeigt eine Hellfeld-Aufnahme der LZAZ-Struktur. Eine Primär-α Lanzette ist eingebettet in hell dargestellt β-Matrix. Im Gegensatz zur recht homogen wirkenden β-Matrix weist die α_P-Lanzette Bereiche verschiedenen Kontrasts auf, die auf Gefügeinhomogenitäten hindeuten. Dabei ist zu bedenken, dass auch der Lieferzustand schon ein erhebliches Maß an Verformung durch den Fertigungsweg aufweist. Die in der β-Matrix hier und auch in vielen folgenden Aufnahmen zahlreich auftretenden Biegelinien (kontrastierende, meist halbkreisförmige schmale Bereiche) sind vermutlich auf die bei der Probenpräparation auftretende Verformung der dünnen Folien durch Abbau von Eigenspannungen zurückzuführen (vgl. Kapitel 2.3.2). Innerhalb der β-Matrix sind zwei schmale, nadelförmige Bereiche zu erkennen (Pfeile), die stark zur umgebenden Matrix kontrastieren. In der Vergrößerung (Bild 3.48) sind Moiré-Interferenzen in der Nadel erkennbar, die auf eine Gitterfehlpassung zweier übereinander liegender Bereiche hindeuten. Durch leichte Kippung der Probe, dargestellt in Bild 3.49, lässt sich der Kontrast dieser Bereiche nahezu komplett aufheben. Form und Größe sind für α-Ausscheidungen untypisch. Erneute Vergrößerung und leichte Kippung in Bild 3.50 zeigt die Ablenkung der dunklen Biegelinie durch die ehemals kontrastierende Nadel (Pfeil).

Ein typisches β -Korn mit α_P , welches auf den Korngrenzen ausgeschieden ist, zeigt *Bild* 3.51. Zudem sind einzelne, kleinere dunkle α_P -Körner innerhalb des β -Korns ausgeschieden, wie es schon in der REM-Aufnahme *Bild* 3.2 erkennbar war. Die zugehörige Aufnahme der leicht gekippten Probe mit geändertem Kontrast, *Bild* 3.52, zeigt von diesen kleineren α_P -Ausscheidungen ausgehende Versetzungsanordnungen, wobei der Kontrast zusätzlich



Bild 3.47: TEM LZAZ. Nadelige Bereiche in β-Matrix (Pfeile) um α_P-Lanzette.



Bild 3.48: TEM LZAZ. Vergrößerung zu Bild 3.47, Moiré in Nadel.



Bild 3.49: TEM LZAZ, gekippt zu Bild 3.47, $z=[2 -1 -1 0]_{\alpha}$.



Bild 3.50: TEM LZAZ. Vergrößerung zu Bild 3.49, leicht gekippt.



Bild 3.51: TEM LZAZ. α_P auf Korngrenzen der β-Matrix.



Bild 3.52: TEM LZAZ. Probe gekippt zu Bild 3.51, Versetzungen in β-Matrix.



Bild 3.53: TEM LZAZ. α_P (dunkel) in β -Matrix, Orientierung 2,5° verdreht gegen ideale "Burgers"-Beziehung.

durch auftretende Biegelinien verstärkt wird. Innerhalb der übrigen β -Matrix ist ebenso eine Vielzahl von einzelnen Versetzungen zu erkennen. ω -Phase ist vorhanden, wie später noch anhand von Beugungsbildern der ermüdeten Zustände gezeigt wird.

Bild 3.53 zeigt einen Bildausschnitt, der im Verhältnis zu den beiden vorigen Bildern nach rechts unten versetzt und noch etwas weiter gekippt ist. Die Blende einer Feinbereichsbeugung wurde über ein kleines α_P -Korn gesetzt. Auf dem zugehörigen Beugungsbild sind



Bild 3.54: TEM LZAZ. Lamellares β -Gefüge, z=[-1 1 2] $_{\beta}$.



Bild 3.55: TEM-DF zu Bild 3.54 mit (1 1 0)- Reflex.



Bild 3.56: TEM LZAZ, Kontrast gekippt zu Bild 3.54.



Bild 3.57: TEM LZAZ. α_P (dunkel) in β -Matrix, Versetzungen (Pfeile).

dementsprechend sowohl Reflexe der α - wie auch solche der β -Phase vorhanden, die um 2,5° gegeneinander verdreht auftreten. Solche Abweichungen von der "Burgers"-Beziehung wurden bereits früher in LCB-Titan [31] wie auch in anderen β -Titanlegierungen beobachtet. Dabei ist zu berücksichtigen, dass in Rahmen dieser Arbeit keine Präzisionsvermessungen der Orientierungen durchgeführt wurden und die Vermessung anhand der hier vorliegenden Beugungsbilder eine relativ große Unsicherheit aufweist. Die Tendenz zu Abweichungen im Bereich 2...4° ist jedoch evident über eine Vielzahl von ausgewerteten Beugungsbilderr; bei späteren Betrachtungen wird darauf zurückgekommen.

Bild 3.54 zeigt einen Bereich mit nahezu ausschließlich β-Phase, die eine lamellenförmige Struktur ausgebildet hat. Zusätzlich sind diese Lamellen teilweise durch eine Vielzahl paralleler Linien aufgeteilt (Pfeile). Die Dunkelfeld-Darstellung mit dem (1 1 0)-Reflex in *Bild* 3.55 verdeutlichet die orientierungsmäßige Zugehörigkeit der Lamellen-Randbereiche zum dunklen β-Bereich. Durch Kippung (*Bild* 3.56) verschwindet der dunkle Bereichskontrast aus dem rechten Bildteil, und die Unterteilung wird nun für eine andere Lamelle deutlich. Es wird vermutet, dass sich innerhalb der β-Lamellen während der Verformung beim Rollen des Drahtes Versetzungskonfigurationen ausbilden.

Bild 3.57 schließlich stellt dunkle α_P -Ausscheidungen in β -Matrix dar, von denen teilweise Versetzungsanordnungen, teilweise Biegelinien ausgehen (Bildmitte). Zudem sind hier einzelne, frei angeordnete Versetzungen erkennbar (Pfeile).

Wärmebehandelter Zustand

In *Bild* 3.58 und dessen Vergrößerung *Bild* 3.59 ist das typische Gefüge von LCB-Titan nach der Endwärmebehandlung 4h bei 540°C dargestellt. In der β -Matrix sind plättchenförmige α_s -Körner (im Folgenden als "Platelets" bezeichnet) ausgeschieden, die durchschnittlich nur etwa 20% der Größe der α_P -Körner haben (ca. 20 – 30nm breit). Dabei scheint die Ausscheidung nicht regellos orientiert, sondern über größere Bereiche nahezu rechtwinklig ausgerichtet zu sein, was auf die bevorzugte Bildung gemäß der "Burgers"-Orientierungen (vgl. Kapitel 1.1.2) zurückzuführen ist. Im zugehörigen Beugungsbild ist das für β -Titanlegierungen typische Auftreten von sichelförmigen α -Reflexen (sog. α -"arcing") erkennbar. Dies ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass in der Regel mehrere verschiedene α_s -Körner im Bereich der Beugungsblende auftreten, welche die schon beschriebenen geringfügigen Abweichungen von der idealen "Burgers"-Beziehung ausweisen und zu entsprechend gegeneinander verdrehten Beugungsbildern führen. Eine ausführliche Auseinandersetzung mit diesen Phänomenen findet sich in [8, 11].

Die α_S -Platelets sind schon in diesem nicht verformten Zustand nicht vollständig homogen, sondern zeigen, wie schon die α_P -Körner des LZ-Zustands, Ansätze von Subkornbereichen, wie in *Bild 3.60* dargestellt (Pfeile). Auf die α -Subkornbildung wird im weiteren Verlauf dieses Kapitels vertieft eingegangen.

Ein interessanter Effekt, der sich durch die Endwärmebehandlung einstellt, ist das Auftreten von α_S -Säumen sowohl an β -Korngrenzen als auch um α_P herum. In *Bild 3.61* ist ein α_P -Korn zu sehen, welches von einen Saum aus einer weiteren α -Phase umgeben wird. Per Feinbereichsbeugung dieses Korns konnten zwei verschiedene α -Phasen mit kolinearen Beugungsbildern innerhalb des Blendenbereichs bestimmt werden. Es wird deshalb angenommen, dass sich α_S am Rand des α_P -Korns ausgeschieden hat.

Der andere Fall ist in *Bild 3.62* dargestellt, hier umschließt α_s -Phase Bereiche aus β -Matrix. Im zugehörigen Beugungsbild treten multiple β -Reflexe und mindestens ein α -Reflex auf. Bei Betrachtung der Vergrößerung, *Bild 3.63*, zeigt sich erneut ein recht inhomogener



Bild 3.58: TEM WBAZ. α_{s} -Platelets (hell) in β -Matrix. $z=[0 \ 0 \ 1]_{\beta}$ mit α -"arcing".



Bild 3.59: TEM WBAZ, Vergrößerung zu Bild 3.58.



Bild 3.60: TEM WBAZ. α_{s} -Platelets mit Ansätzen von Subkornstrukturen (Pfeile).



Bild 3.61: TEM WBAZ, α_P -Korn mit Saum (Pfeile), $z=[0 \ 1 - 1 \ 0]_{\alpha}$ und $[0 \ 0 \ 0 \ 1]_{\alpha}$ kolinear.



Bild 3.62: TEM WBAZ. β-Körner mit α_s-Säumen. Beugung mit multiplen Orientierungen.



Bild 3.63: TEM WBAZ, Vergrößerung zu Bild 3.62, α_s mit Verformung (hell).



Bild 3.64: TEM WBAZ. Gleicher Bereich wie Bild 3.63, α_s-Kontrast dunkel gekippt.



Bild 3.65: TEM-DF zu Bild 3.63, $(1 \ 1 \ 0)_{\beta}$ -Reflex.

Aufbau der α_S -Phase, der noch verdeutlicht wird durch Kippung und Kontrastumkehr in *Bild* 3.64. Eine Dunkelfeld-Aufnahme mit einem $(1\ 1\ 0)_{\beta}$ -Reflex belegt, dass es sich bei den umschlossenen Bereichen um β -Phase handelt. Es wird angenommen, dass die α_S -Ausscheidung auf den Bereichsgrenzen der beobachteten β -Lamellen erfolgte.

Festzuhalten bleibt, dass im WBRT Zustand auch ohne Einwirkung von Ermüdungsbelastung schon ein hohes Maß an innerer Verformung und vermutlich auch Verspannung vorliegt. Dabei deutet sich an, dass die α -Phasen einen Großteil der Verformung aufnehmen und zur Ausbildung von Substrukturen neigen.

3.4.2 Versuchsreihe: Dehnungskontrolle, Lieferzustand, RT

Der erste hier zu betrachtende ermüdete Zustand ist ein Versuch mit 1,25% Oberdehnung, der keine messbare plastische Verformung bei mid-life und eine Lebensdauer von knapp 200.000 Zyklen aufwies. In *Bild 3.66* ist ein Bereich der β -Matrix dargestellt, der die schon im Ausgangszustand beobachteten lamellaren Strukturen zeigt. Die parallele Aufteilung einer Lamelle ist hier sehr deutlich ausgeprägt (weißer Pfeil), und Versetzungsanordnungen bilden sich am Rand der darunter liegenden, hell kontrastierten Lamelle (schwarze Pfeile). Das zugehörige Beugungsbild zeigt Reflexe der ω -Phase und mindestens zweier, gegeneinander um einige Grad verdrehter β -Phasen.

Besonders ausgeprägt ist die Lamellenstruktur der β -Phase in *Bild* 3.67 zu sehen. Zusätzlich sind hier die Segmentierungen der Lamellen nicht wie bisher beobachtet annähernd senkrecht zur fiktiven Kornlängsachse eingebracht, sondern in etwa 45° und bei zwei parallelen Körnern fast spiegelbildlich ausgerichtet, dem Erscheinungsbild von Zwillingen ähnlich. Beweise für Zwillingsbildung konnten in den Beugungsaufnahmen jedoch nicht gefunden werden. Zusätzlich zeigt sich in der oberen rechten Lamelle ein ausgeprägter Subkornbereich mit scharfem Hell-Dunkel-Kontrast. Im zugehörigen Beugungsbild treten erneut mindestens zwei β -Phasen und ω -Phase in Erscheinung. Selektive Dunkelfeld-Aufnahmen mit verschiedenen (1 1 0)-Reflexen mehrerer β -Phasen (*Bild* 3.68 und *Bild* 3.69) zeigen die unterschiedlichen Orientierungen der β -Lamellen; dabei ist davon auszugehen, dass sich hier Reflexe aus mehreren β -Körnern überlagern und daher mehrere Lamellen gleichzeitig dargestellt werden.

Bild 3.70 zeigt eine weitere fein segmentierte β-Lamelle (Pfeile), welche in dieser Ausprägung dem Ausgangszustand entspricht. Lediglich die links davon befindlichen β-Bereiche zeugen von der eingebrachten Verformung, die zwar pro Zyklus sehr klein, durch die hohe Zyklenzahl aber doch signifikant ist. In *Bild* 3.71 ist zunächst in der gewählten Probenkippung eine dem *Bild* 3.67 entsprechende Lamellenstruktur mit gegeneinander gespiegelt erscheinenden 45°-Segmentierungen zu erkennen. Wird die Probe hell gekippt, wie in *Bild* 3.72 zu sehen, treten zusätzlich einzelne gerade und gebogene Versetzungen, die vom Rand einer Lamelle ausgehen, in Erscheinung. Bei weiterer Kippung (*Bild* 3.73) wird deutlich, dass einige dieser Versetzungen über die β-Lamellengrenzen hinweg verlaufen (Pfeile).

Weitere SC-LZRT Aufnahmen wurden vom Versuch mit der Oberdehnung 4% und einer Bruchzyklenzahl von N_f = 765 angefertigt. *Bild 3.74* zeigt einen dunkel kontrastierten β-Bereich neben einer α_P -Lanzette (links), der durch eine Mikrofraktur scharf vom rechten hellen Bereich abgetrennt ist. Die Fraktur startet dabei an der Spitze einer α_P -Ausscheidung (weißer Pfeil) und schneidet ein weiteres α_P -Korn (schwarzer Pfeil). Im zugehörigen Beugungsbild treten diesmal sehr deutlich die Reflexe der ω -Phase auf.



Bild 3.66: TEM LZRT 1,25%. Versetzungsanordnung in β-Matrix (Pfeile).



Bild 3.68: TEM-DF mit {-1 -1 0} $_{\beta}$ -Reflex "A" aus Bild 3.67.



Bild 3.67: TEM LZRT 1,25%. Lamellare V-förmige β -Anordnung. Beugung mit β und ω .



Bild 3.69: TEM-DF mit {-1 -1 0}_β-Reflex "B" aus Bild 3.67



Bild 3.70: TEM LZRT 1,25%. Lamellare β -Phase mit parallelen Segmenten (Pfeile). z=[-1 1 2]_{β}.



Bild 3.71: TEM LZRT 1,25%. Lamellare β-Phase mit V-Struktur



Bild 3.72: TEM LZRT 1,25%. Probe hell gekippt zu Bild 3.71.



Bild 3.73: TEM LZRT 1,25%. Gekippt zu Bild 3.71, durchgehende Versetzungen (Pfeile).



Bild 3.74: TEM LZRT 4%. β -Matrix mit Mikrofraktur (Pfeile). z=[0 1 1] $_{\beta}$ + ω .



Bild 3.75: TEM LZRT 4%. Globulare α_P -Ausscheidung im streifiger β -Matrix. z=[-1 1 3] $_{\beta}$ + α .



Bild 3.76: TEM LZRT 4%. Querzeilen in β -Matrix, α_{P} -Nadeln (dunkel).



Bild 3.77: TEM LZRT 4%. Vergrößerung zu Bild 3.76.



Bild 3.78: TEM LZRT 4%. Probe gekippt zu Bild 3.77, Streifen verbinden sich zu β-Lamellen.

Bild 3.75 zeigt eine dunkel dargestellte, globulare α_P-Ausscheidung, die in eine β-Matrix mit ausgeprägten, ebenfalls dunkel kontrastierten Streifen eingebettet ist. Das zugehörige Beugungsbild weist auf ihre, erneut leicht zur β-Phase verdrehte Lage hin. Zur Verdeutlichung werden die folgenden Aufnahmen hinzu gezogen: in *Bild* 3.76 sind dunkle α_P-Nadeln zu sehen. Die auch hier vorhandenen streifigen β-Bereiche scheinen diese teilweise zu schneiden (oben). Hier ist jedoch davon auszugehen, dass sie in Wirklichkeit unter den α_P-Lanzetten entlang verlaufen. Bei Vergrößerung (*Bild* 3.77) und anschließender Kippung (*Bild* 3.78) wird deutlich, dass es sich bei den Streifen teilweise um Randbereiche der schon bekannten β-Lamellen handelt. Außerdem wird hier die ebenfalls auftretende Segmentierung der α_P-Phase deutlich (Pfeile).

Bei Betrachtung einer anderen Probenstelle und höherer Vergrößerung, *Bild* 3.79, ist zu sehen, dass es sich bei diesen schmalen Streifen aber ebenfalls selber um lamellare β -Bereiche handelt, die durch Versetzungen segmentiert werden. Probenkippung für veränderten Kontrast in *Bild* 3.80 verdeutlicht diesen Effekt (Pfeile). Bei dem darüber liegenden, dunklen Korn handelt es sich nicht um α_P -Phase: die Feinbereichs-Beugung in *Bild* 3.81 zeigt keine α -Reflexe.

Zusammengefasst kann gesagt werden, dass die im Vergleich zur α -Phase mit mehr möglichen Gleitsystemen und einem geringeren E-Modul versehene β -Phase in diesem Zustand einen großen Teil der Verformung trägt.



<u>о.2 уп</u>

Bild 3.79: TEM LZRT 4%. β-Matrix mit segmentierten kreuzenden Querzeilen.

Bild 3.80: TEM LZRT 4%, Probenkippung zu Bild 3.79, Segmentierung durch Versetzungen (Pfeile).



Bild 3.81: TEM LZRT 4%. Vergrößerung zu Bild 3.80, multiple β-Beugung, kein α.

3.4.3 Versuchsreihe: Spannungskontrolle, wärmebehandelte Proben, RT

Von den spannungskontrollierten Versuchen des WBRT-Zustands wurde derjenige mit einer Oberspannung von 1300MPa und einer Bruchzyklenzahl von über 600.000 ausgewählt. Hier war die pro Zyklus eingebrachte plastische Dehnung nahezu Null, jedoch akkumulierte sich eine bleibende plastische Dehnung von 0,123% durch "Ratchetting"

Bild 3.82 zeigt eine Anordnung von α_S-Platelets (hell) in der β-Matrix. Die α_S-Platelets weisen schon bei diesem Versuch eine erhebliche Verformung auf, die sich in der Ausbildung von Segmenten und Subkörnern äußert. In *Bild* 3.83 sind diese Bereiche durch Probenkippung für geänderten Kontrast verdeutlicht (Pfeile). Auffällig ist hier weiterhin, dass die β-Phase in dieser Kontrasteinstellung fast keine Anzeichen von Segmentierung oder größerer Verformung zeigt. Bei Betrachtung der Dunkelfeld-Aufnahme mit einem α-Reflex (*Bild* 3.84) sind die segmentierten α-Bereiche deutlich zu erkennen. Eine weitere Aufnahme eines anderen Probenbereichs, *Bild* 3.85, gibt Anzeichen für eine sehr wohl vorhandene Segmentierung auch der β-Matrix; diese scheint jedoch deutlich weniger ausgeprägt zu sein als bei den LZRT-Versuchen beobachtet. Dabei sind natürlich stets die geänderten Anteile der Phasen und die aus der Feinheit des betrachteten Gefüges resultierenden veränderten Größenverhältnisse der Aufnahmen zu berücksichtigen.

Eine stark verformte α_{P} -Lanzette ist in *Bild 3.86* abgebildet. Die zugehörige Feinbereichsbeugung gibt Hinweis auf multiple α - und β -Reflexe aus dem markierten Blendenbereich. Eine leichte Kippung zur Kontraständerung (*Bild 3.87*) gibt erste Aufschlüsse über die Verteilung der einzelnen Phasenbereiche; noch verdeutlicht wird dies durch die beiden Dunkelfeldaufnahmen *Bild 3.88 und Bild 3.89*. Die α_{P} -Lanzette ist längs in drei Bereiche unterteilt, die Dunkelfeldaufnahme in *Bild 3.88* besteht aus zwei gemeinsam abgebildeten Teilbereichen. Klar wird dies aus der Tatsache, dass in *Bild 3.89* nur der linke Teilbereich aus *Bild 3.88* zu sehen ist.

Bild 3.90 ist eine Abbildung eines α_S -Korns in hoher Vergrößerung. Die Pfeile deuten auf die sehr scharfkantig ausgeprägten Bereichsgrenzen innerhalb des Korns hin, die wiederum in der gekippten Aufnahme *Bild 3.91* verdeutlicht werden. Die Beugung über den gesamten Bildausschnitt zeigt mindestens drei verschiedene α -Reflexe und den der β -Matrix. Bei der in Bild 3.92 aufgezeigten Dunkelfeld-Abbildung wurde versucht, einen dieser α -Reflexe heraus zu greifen, wodurch die Herausbildung von Subkörnern verschiedener Orientierungen innerhalb dieses α_S -Korns unterstrichen wird.

Die α -Phase scheint bei den wärmebehandelten Proben einen erheblich größeren Teil der Verformung aufzunehmen als das im LZ-Zustand der Fall war. Dies ist aus dem vergrößerten Volumenanteil am Gesamtgefüge heraus verständlich, doch angesichts ihrer im Vergleich zur β -Phase reduzierten Anzahl von möglichen Gleitsystemen und der höheren Steifigkeit unerwartet.



Bild 3.82: TEM WBRT 1300MPa. α_s -Platelets (hell) in β -Matrix.



Bild 3.83: TEM WBRT 1300MPa. Probe gekippt zu Bild 3.82, α_s -Subkörner (Pfeile). z=[0 0 0 1]_a + z=[-1 1 2]_β.



Bild 3.84: TEM-DF zu Bild 3.83, Reflex [-1 0 1 0]_a.



Bild 3.85: TEM WBRT 1300MPa. Versetzungen segmentieren β -Matrix (Pfeil oben und unten) und α_s (drei Pfeile Mitte).



Bild 3.86: TEM WBRT 1300MPa. Stark verformte α_P -Lanze (dunkel). Multiple Beugung.



Bild 3.87: TEM WBRT 1300MPa. Probe gekippt zu Bild 3.86, Phasen markiert.



Bild 3.88: TEM-DF mit Reflex $\{1 - 1 \ 0 \ 1\}_{\alpha}$ "A" in Bild 3.86



Bild 3.89: TEM-DF mit Reflex {0 0 0 1} $_{\alpha}$ "B" in Bild 3.86



Bild 3.90: TEM WBRT 1300MPa. α_s-Korn mit Subkorngrenzen (Pfeile).



Bild 3.91: TEM WBRT 1300MPa. Probe gekippt zu Bild 3.90. Multiple Beugung.



Bild 3.92: TEM-DF mit Reflex {0 1 –1 0} $_{\alpha}$ in Bild 3.91.

3.4.4 Versuchsreihe: Dehnungskontrolle, wärmebehandelte Proben, RT

Für die Untersuchung der Versuchsreihe mit wärmebehandelten Proben bei Raumtemperatur in Dehnungskontrolle wurde zunächst die Versuche mit einer Oberdehnung von 1,5% bzw. 2% heran gezogen. Im Vergleich zum zuvor besprochenen FC-WBRT 1300MPa-Versuch lag hier eine sehr viel größere Einbringung von plastischer Dehnung und eine um eine Größenordnung geringere Bruchzyklenzahl vor. In der ersten Aufnahme, Bild 3.93, ist für eine Probe des Versuchs 1,5% in hoher Vergrößerung eine Anordnung von α_{s} -Phase zu sehen, die ein β-Korn umschließt. Kippung zur Kontraständerung (Bild 3.94) gibt Hinweise auf Verformung innerhalb des α -Saums, jedoch keine nennenswerte Änderung im β -Korn. Ähnliche Verhältnisse finden sich zwischen den in Bild 3.93 ebenfalls markierten, senkrechten α_{s} -Platelets und der eingeschlossenen β -Phase. Auch in den Abbildungen des 2% Versuchs, Bild 3.94 und (gekippt dazu) Bild 3.95, sind nur wenige Hinweise auf eine Verformung der β-Matrix zu finden, dafür aber eine ausgeprägte α_S-Subkornbildung (markiert durch Pfeile in der gekippten Aufnahme).

Bei Betrachtung von Bild 3.97 fällt die Bildung eines ausgeprägten Moiré-Kontrasts im linken unteren Bildteil auf. Das zugehörige Beugungsbild beweist die Anwesenheit sowohl von α- als auch von β-Phase im Blendenbereich, und das aus dem angegebenen Doppelreflex erzeugte Dunkelfeld-Bild 3.98 zeigt ebenfalls deutlich die Moiré-Struktur. Vermessung der Moiré-Linienabstände ergab Hinweise auf eine in diesem Bereich vorhandene Verdrehung von ca. 1° zwischen den indizierten Orientierungen der α- und β-Phase.



Bild 3.93: TEM WBRT 1,5%. α_s-Saum um β-Korn Bild 3.94: TEM WBRT 1,5%. Kontrast gekippt zu und as-Platelets.



Bild 3.93, Verformung im α_s -Saum.



Bild 3.95: TEM WBRT 2%. α_s -Platelets (hell) in β -Matrix.

Bild 3.96: TEM WBRT 2%. Probe gekippt zu Bild 3.95, α_s -Subkörner (Pfeile).

In *Bild* 3.99 *und Bild* 3.100 sind weitere α_s -Körner mit offensichtlicher Subkornbildung aufgezeigt. Die umgebende Matrix scheint wie zuvor leicht verformt, ohne aber dezidierte Strukturen auszubilden.

Die Tendenzen zur Bildung von Subkörnern bleiben auch bei Einbringung von höherer plastischen Verformung bestehen. In *Bild 3.101* ist eine Aufnahme der Probe des Versuchs 4% wieder gegeben, in der die dunkel abgebildete β -Matrix von einzelnen Versetzungen durchzogen wird und insgesamt eine höhere Verformung aufweist als in den Versuchen mit niedrigerer Oberdehnung. Diese Tendenz wird bei Betrachtung der α_s -Anordnung in *Bild 3.102 bis Bild 3.104* bestärkt. Zwischen den stark verformten α_s -Platelets weist auch die β -Matrix hohe Verformung und eine Ausbildung von Substrukturen auf. Ebenso deutlich wird dies in *Bild 3.105 und Bild 3.106*, die ähnlich der Situation in *Bild 3.93* ein von α -Phase gesäumtes β -Korn zeigen. Die beim Kippen der Probe erzeugte Kontraständerung zeigt neben der stark verformten α -Phase sowohl einzelne, die β -Phase schneidende Versetzungen (Pfeil in *Bild 3.106*) als auch bereits ausgebildete Substrukturen in selbiger. Im Dunkelfeld (*Bild 3.107*) wird der Saum aus α -Phase nochmals verdeutlicht.

Als letztes Beispiel der SC-WBRT Versuche wird in *Bild 3.108* ein extrem verformtes α -Korn aus einer dem 8%-Versuch entnommenen Probe gezeigt. Mit CBED konnten die einzelnen Bestandteile des Korns als alle der Zonenachse [0 0 0 1] zugehörig, doch gegeneinander um wenige Grad verdreht bestimmt werden. Einer Drehung der Subkörner scheint bei hohen Verformungsgraden eine steigende Bedeutung zuzukommen.



Bild 3.97: TEM WBRT 2%. Starke Moiré-Bildung in β -Matrix. $z=[0\ 1\ 1]_{\beta} + [0\ 0\ 0\ 1]_{\alpha}$.



Bild 3.98: TEM-DF mit Doppelreflex [0 1 –1] $_{\beta}$ / [-1 1 0 0] $_{\alpha}$ aus Bild 3.97.



Bild 3.99: TEM WBRT 2%. α_{s} -Platelets in wenig verformter β -Matrix.



Bild 3.100: TEM WBRT 2%. Probe gekippt zu Bild 3.99, α_s -Subkorn (Pfeil).



Bild 3.101: TEM WBRT 4%. β-Matrix (dunkel) zwischen zwei α-Körnern (hell), durchzogen von einzelnen Versetzungen (Pfeil).



Bild 3.102: TEM WBRT 4%. Parallel angeordnete α_{s} -Platelets mit starker Verformung.



Bild 3.103: TEM WBRT 4%, Probe gekippt zu Bild 3.102.



Bild 3.104: TEM WBRT 4%, Probe weiter gekippt zu Bild 3.102.



Bild 3.105: TEM WBRT 4%. β-Korn (hell) mit stark verformtem α-Saum (dunkel).



Bild 3.106: TEM WBRT 4%. Probe gekippt zu Bild 3.105, Versetzungen in β (Pfeil).



Bild 3.107: TEM-DF zu Bild 3.106, multipler Reflex (α + 2 β).



Bild 3.108: TEM WBRT 8%. Extrem verformtes α-Korn mit Ergebnissen aus CBED.

3.4.5 Versuchsreihe: Dehnungskontrolle, wärmebehandelte Proben, 200°C

Die letzte zu beschreibende Versuchsreihe ist die der wärmebehandelten Proben unter 200°C Temperatur und Dehnungskontrolle. Erster Zustand ist der 1,25% Versuch, der bei etwa 350.000 Versuchen als Durchläufer abgebrochen wurde. Wie anhand der im Vergleich zu den RT-Versuchen pro Zyklus höheren plastischen Verformung vermutet werden konnte. zeigt sich schon bei diesem Versuch eine ausgeprägte α-Subkornbildung, Bild 3.109 und entsprechendes Dunkelfeld, Bild 3.110. Auch finden sich hier wieder einzelne Versetzungen in der β-Matrix, jedoch scheint die in sie eingebrachte Verformung verhältnismäßig gering auszufallen. Diese Tendenzen bestätigen sich bei Betrachtung einer weiteren Probenstelle in Bild 3.111. Sieht man von der hohen Anzahl von Biegelinien ab, die sich aus der geringen Dicke der Probe an dieser Stelle erklären, scheint die β-Matrix sehr homogen und fast ohne Ausbildung von Substrukturen. Die innerhalb des mittleren dunklen β-Matrixbereichs eingebettete, T-förmige α_{s} -Anordnung soll näher betrachtet werden. Eine Feinbereichsbeugung des betreffenden Bereichs ergibt das inzwischen vertraute Bild aus einem β - und mehreren α -Reflexen. In Bild 3.112 bis Bild 3.115 sind eine Vergrößerung des in Bild 3.111 durch die Blende markierten Bereichs und die entsprechenden Dunkelfeldabbildungen gegenüber gestellt. Während Reflex "A" die β-Matrix abbildet, können die Reflexe "B" und "C" eindeutig dem waagerechten bzw. senkrechten Teil der T-Struktur zugeordnet werden. Bei Dunkelfeldabbildung "B" sind auch die üblichen Subkornbereiche zu sehen.

Die Aufnahmen des Versuchs mit einer Oberdehnung von 2% (*Bild 3.116 bis Bild 3.119*) bestätigen im Wesentlichen die zuvor für den 1,25% Versuch gemachten Aussagen. Die in die β -Matrix eingebrachte Verformung scheint ebenfalls recht gering zu sein, dafür fallen scharf ausgeprägte Grenzflächen sowohl der Korngrenzen als auch der Substrukturen auf. Hierbei kann es sich jedoch auch um überlagerte Effekte aus der vorliegenden Probendicke handeln.

Der nächste Schritt zu den höher verformten Proben des 4% Versuchs macht sich, wie auch schon bei den SC-WBRT-Versuchen, in einer stärkeren Einbeziehung der β -Matrix in die Verformung bemerkbar. *Bild 3.120* und die entsprechende Vergrößerung *Bild 3.121* zeigen eine α_s -Platelets-Anordnung in einer mit einzelnen Versetzungen durchzogenen β -Matrix, die wie im entsprechenden WBRT-Versuch Tendenzen zu Substrukturbildung zeigt. Die α -Subkornbildung bleibt im Wesentlichen den Versuchen dieser Versuchsreihe mit geringeren Dehnungen vergleichbar, wie die Probenkippung in *Bild 3.122* bestätigt.

Bild 3.123 und die entsprechende gekippte Ansicht *Bild 3.124* zeigen ein α_P -Korn, welches ausgeprägte Subkornstrukturen ausgebildet hat und von einem Saum umgeben ist, der mit einer CBED-Analyse als β -Phase und nicht, wie man zunächst vermuten könnte, als α -Phase identifiziert wurde.

Als letzte Abbildungen sind zwei Aufnahmen der Probe des 8% Versuchs aufgezeigt, *Bild* 3.125 und gekippt dazu *Bild* 3.126. Ähnlich der Aufnahme des entsprechenden WBRT-Versuchs (*Bild* 3.108) findet sich auch hier ein extrem verformtes α_P -Korn mit ausgeprägter Subkornbildung.

Die qualitativ feststellbaren Unterschiede dieser Versuchsreihe zu SC-WBRT scheinen sich im Wesentlichen auf die Versuche niedriger Gesamtdehnung zu konzentrieren, wo durch

höhere plastische Verformungen in jedem Ermüdungszyklus stärkere Beeinflussungen der α -Phasen statt finden.



100 nm.

Bild 3.109: TEM WB200 1,25%. Großes α -Korn mit ausgeprägter Subkornbildung, $z=[2 - 1 - 1 0]_{\alpha}$.

Bild 3.110: TEM-DF zu Bild 3.109, α-Reflex.



Bild 3.111: TEM WB200 1,25%. T-Anordnung von α_s in β -Matrix. z=[0 1 1] $_{\beta}$ + diverse α -Reflexe.


Bild 3.112: TEM WB200 1,25%. Vergrößerung zu Bild 3.111.



Bild 3.113: TEM-DF zu Bild 3.112, Reflex "A" in Bild 3.111, $[0-1-1]_{\beta}$.



Bild 3.114: TEM-DF zu Bild 3.112, Reflex "B" in Bild 3.111, α -Phase.



Bild 3.115: TEM-DF zu Bild 3.112, Reflex "C" in Bild 3.111, anderes α-Platelet.



Bild 3.116: TEM WB200 2%. Scharf ausgeprägte Korngrenzen.



Bild 3.118: TEM WB200 2%. α_P-Korn mit scharfkantiger Subkornbildung.



Bild 3.117: TEM WB200 2%. Probenkippung zu Bild 3.116 und Ergebnisse aus CBED.



Bild 3.119: TEM WB200 2%. Probenkippung zu Bild 3.118.



Bild 3.120: TEM WB200 4%. α_{s} -Platelets Anordnung in verformter β -Matrix.



Bild 3.121: TEM WB200 4%. Vergrößerung zu Bild 3.120.



Bild 3.122: TEM WB200 4%. Probe gekippt zu Bild 3.121, α_s -Subkornbildung (Pfeile).



Bild 3.123: TEM WB200 4%. α_P -Korn mit β -Säumen in β -Matrix (CBED-Analyse).



Bild 3.124: TEM WB200 4%. Probe gekippt zu Bild 3.123, a_P-Subkornbildung.



Bild 3.125: TEM WB200 8%. Ausgeprägte Subkornbildung in α_P-Korn (dunkel).



Bild 3.126: TEM WB200 8%. Probe gekippt zu Bild 3.125.

4 Diskussion

In der nun folgenden Besprechung der beobachteten Versuchsergebnisse sollen diese in den Zusammenhang der bisher vorliegenden Literatur eingeordnet und neue Erkenntnisse bewertet werden. Der erste Abschnitt dieses Kapitels befasst sich mit Verformungsmechanismen von Titanlegierungen auf einer eher allgemein gehaltenen Basis, auch vor dem Hintergrund, dass die verfügbare Literatur über β -Titanlegierungen begrenzt ist und deshalb teilweise auf Erkenntnisse über α - und (α + β)-Legierungen zurückgegriffen werden muss. Zudem lassen sich die Eigenschaften von α - und β -Phasen nicht isoliert betrachten. Im zweiten Abschnitt werden dann die konkreten aus der vorliegenden Arbeit erhaltenen Erkenntnisse vor dem erarbeiteten Hintergrund besprochen. Abschließend werden Anregungen für weitere Arbeit auf diesem Gebiet gegeben.

4.1 Verformung von Titanlegierungen

Eine grundlegende Problematik bei der Betrachtung von mehrphasigen Titanlegierungen, wie es nahezu alle metastabilen β -Legierungen wie auch natürlich die (α + β)-Legierungen sind, besteht in den stark unterschiedlichen Verformungseigenschaften der hexagonalen α und der kubisch-raumzentrierten β -Phase. Eine Begutachtung der Verformungseigenschaften muss deshalb immer unter Beachtung beider Systeme und deren Zusammenwirken geschehen. In der folgenden Betrachtung von für diese Arbeit relevanten Verformungseigenschaften wird auch auf die oftmals kontroversen Ansichten eingegangen, die in der entsprechenden Fachliteratur vertreten werden.

4.1.1 Verformungssysteme

Die α -Phase des Titans ist prinzipiell nur schwer verformbar. Betrachtet man die hexagonale Elementarzelle so stellt man fest, dass sie bei Raumtemperatur lediglich eine dichtest gepackte Gleitebene pro Elementarzelle aufweist, die Basalebene {0 0 0 1} (*Bild 4.1*). Nimmt man die drei auf dieser Ebene möglichen Gleitrichtungen \mathbf{a}_1 , \mathbf{a}_2 und \mathbf{a}_3 hinzu, so erhält man lediglich drei energetisch günstigste Gleitsysteme pro Elementarzelle. Im Vergleich dazu verfügt die krz-Elementarzelle über 12 energetisch günstigste Gleitsysteme (sechs Ebenen mit jeweils zwei Richtungen, vgl. *Bild 1.2*). Die Belegungsdichte ist zwar in



Bild 4.1: Gleitsysteme im hexagonalen α -Titan [1].

der hexagonalen Zelle größer, doch dem steht der ebenfalls größere minimale Gleitweg gegenüber, so dass sich insgesamt ein deutlich höherer Energiebedarf für die Verformung von α -Polykristallen ergibt.

Speziell für Titan kommt dem gegenüber der idealen hexagonalen Elementarzelle etwas verkleinerten **c/a** Achsenverhältnis eine besondere Bedeutung zu. Da hierdurch die Belegungsdichte der Prismenebenen relativ zur Basalebene zunimmt, wird die prismatische Gleitebene begünstigt. Es gilt als etabliert, dass die prismatische Gleitung {1 0 -1 0} <-1 2 -1 0> der prinzipielle Verformungsmodus in α -Titan ist [94, 95]. Hierbei ist jedoch zu berücksichtigen, dass das **c/a** Verhältnis des α -Titans keine fixe Größe ist, sondern durch interstitiell gelöste Atome oder den Einbau von kleinen Substitutionsatomen, wie z.B. Al, vergrößert werden kann.

Ein weiterer Aspekt ist die Tatsache, dass nach dem von-Mises-Kriterium fünf unabhängige Verformungsmodi zur homogenen plastischen Verformung von Metallen erforderlich sind. In einer ausführlichen Abhandlung von Yoo [96] wird erläutert, dass zwar drei Gleitebenen mit je drei Gleitrichtungen in der hexagonalen Elementarzelle vorhanden sind (vgl. *Bild 4.1*), sich jedoch daraus nur vier unabhängige Gleitsysteme ergeben: die Pyramidalgleitung lässt sich aus Elementen der Basal- und prismatischen Gleitung zusammensetzen, und auf den zwei zuletzt genannten Ebenen sind nur je zwei Richtungen unabhängig. Als fünftes Verformungssystem müssen also sekundäre Gleitsysteme wie <**c**+**a**>-Gleitung (aus Gleitvektoren in Richtung **c** und einer Richtung **a** zusammen gesetzt) oder mechanische Zwillingsbildung auftreten. Für α -Titan steht dabei die mechanische Zwillingsbildung im Vordergrund, wie Zaefferer [97] zeigen konnte. Des öfteren wurde jedoch Versetzungsbewegung in <**c**+**a**>-Richtung beobachtet; Jones et al. [98] konnten zudem zeigen, dass in Ti-6Al-4V diese Versetzungsbewegung asymmetrisch für Zug- und Druckbelastung ist.

Anhand der vorangegangenen Ausführungen könnte man nun annehmen, dass bei einer β-Titanlegierung mit nur geringem Anteil an α-Phase sämtliche Verformungsvorgänge in der besser verformbaren β-Phase ablaufen. Dies ist jedoch mitnichten der Fall. Der Grund hierfür ist in der prinzipiell höheren Festigkeit der β-Phase in Titan anzusehen. Zudem kann dieser Effekt in metastabilen β-Legierungen noch erheblich durch Ausscheidungshärtung nach Ausscheidung von Sekundär-α-Phase verstärkt werden. Luguiau et al. [99] gehen für die Legierung Ti-10V-2Fe-3AI so weit, in der im Verhältnis zur ausgehärteten β-Matrix weichen α_P-Phase das nahezu allein bestimmende Element für das Legierungsverhalten bei Verformung zu sehen. Sie konnten bei höheren plastischen Verformungen <c+a>-Gleitung in der α -Phase nachweisen. Auch Terlinde et al. [17] beobachteten für die gleiche Legierung Dehnungslokalisierung in der α-Phase. Prinzipiell sei aber davon auszugehen, dass sowohl α- als auch β-Phase duktil sind und sich plastisch verformen. Ein weiterer, interessanter Aspekt in dieser Arbeit ist die Beschreibung von Gleitung, welche die Grenzen zwischen α_{s-} und β -Phase überwindet. Allgemein wird davon ausgegangen, dass gerade die α_{s} -Phase der Behinderung von Gleitung und Versetzungsbewegung in der β -Matrix dient. Prinzipiell sollte dies jedoch mit nach der "Burgers"-Beziehung ausgerichteten Gleitebenen $\{0 \ 0 \ 0 \ 1\}_{\alpha} // \{1 \ 1 \ 0\}_{\beta}$ möglich sein.

Speziell für die Legierung Timetal LCB konnten Prima et al. [30] nachweisen, dass in der β -Phase sowohl die Gleitsysteme {1 1 0} <1 1 1> als auch {1 1 2} <1 1 1> aktiv sind. Dabei

waren im lösungsgeglühten Zustand die {1 1 0} Ebenen bevorzugt, hingegen in einem für ω -Ausscheidung wärmebehandelten Zustand die {1 1 2} Ebenen.

4.1.2 Einfluss der ω-Phase

Die in metastabilen β -Titan-Legierungssystemen oftmals auftretende ω -Phase hat einige interessante Eigenschaften, die sie schon frühzeitig zum Gegenstand der Forschung werden ließ. Es gilt inzwischen als gesichert, dass ihre beim Abschrecken aus dem β - bzw. (α + β)-Phasengebiet entstehende athermische Ausprägung ω_{ath} durch Kollabieren von {1 1 1} $_{\beta}$ Ebenen entsteht [25] und keiner definierten Morphologie zugewiesen werden kann. Sie ist thermodynamisch metastabil und kann leicht durch eine nachfolgende Wärmebehandlung umgewandelt werden. Dabei kann sie sowohl in eine isotherme Modifikation ω_{iso} als auch in α -Phase überführt werden. Letzteres diente als Anlass für eine Reihe von Versuchen, eine homogene, fein verteile α_s -Morphologie über eine mehrstufige Wärmebehandlung unter Vermeidung von Korngrenzen- α zu erzeugen. Prima et al. berichten hierüber für die Legierung Timetal LCB [39, 100]; leider liegen für diese relativ neuen Ergebnisse noch keine Erkenntnisse über die Effektivität der Eigenschaftsverbesserungen vor.

Prinzipiell gilt die ω -Phase als zwar sehr effektiv für die Ausscheidungshärtung, jedoch auch stark versprödend. Williams et al. [65] stellten fest, dass die ω -Partikel nicht verformbar sind und die ω -gealterten Proben im Zugversuch zwar spröde brechen, die Bruchfläche aber lokal duktilen Wabenbruch aufweist. Duerig et al. [10, 66] nahmen umfangreiche Untersuchungen an Ti-10V-2Fe-3Al vor, indem sie gezielt Wärmebehandlungen zu Ausscheidung verschiedener Mengen an ω -Phase in der β -Matrix vornahmen sowie mit den so gewonnenen Proben Bruchmechanik- und Ermüdungsversuche durchführten. Sie stellten interessanterweise eine geringere Rissausbreitungsgeschwindigkeit für Proben mit hohem ω -Phasenanteil fest, da die Rissfront an den ω -Partikeln abgelenkt wurde. Dem gegenüber stand jedoch eine hohe Dehnungslokalisierung, die zu schneller Risseinleitung und zur Versprödung durch Ausbildung inhomogener, grober Gleitbänder führte, so dass der Vorteil der geringeren Rissausbreitungsgeschwindigkeit in Bezug auf die Probenlebensdauer nicht zum Tragen kam. Die Ausbildung inhomogener Gleitbänder bei Anwesenheit von ω -Phase konnte von Prima et al. [30] für die Legierung Timetal LCB bestätigt werden.

4.2 Zur Ermüdung von Timetal LCB

Den nun folgenden Erläuterungen zu den in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnissen muss voraus geschickt werden, dass bedingt durch die beschriebene Problematik bei der Elektronenmikroskopie keine grundlegende Versetzungsanalyse hinsichtlich der Gleitsysteme durchgeführt werden konnte. Eine Einordnung erfolgt deshalb in erster Linie auf qualitativer Basis.

4.2.1 Zyklische Entfestigung, Verfestigung und Sättigung

Die in Versuchen mit Spannungskontrolle beobachtete zyklische Entfestigung ohne ausgeprägtes Sättigungsverhalten ist für Titanwerkstoffe verbreitet und wurde sowohl für (α + β)-Legierungen als auch für β -Legierungen beobachtet. Beranger et al. [101] untersuchten die (α + β)-Legierung Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo und fanden bei Raumtemperatur prismatische, heterogene Gleitung. Die Entfestigungseffekte wurden erklärt durch den Aufstau von Versetzungen an α-β-Korngrenzen nach ihrer Entstehung in α-Körnern, deren Gleitebenen günstig zur Belastungsrichtung orientiert sind. Dadurch entstehen Spannungsüberhöhungen, welche durch die sich noch elastisch verformende β-Matrix an die nächsten α-Körner weiter gegeben werden und so auch solche α-Körner verformen, die nicht günstig zur Belastungsrichtung gelegen sind. Ein solcher Mechanismus kann in der vorliegenden Arbeit nicht eindeutig bestätigt werden, da die in der Regel sehr hohe innere Verzerrung der wärmebehandelten Zustände die Beobachtung von Versetzungsaufstau an α-Phasen unterbindet. Mahajan und Margolin [102, 103] schlagen nach Untersuchungen an der gleichen Legierung zwei weitere Mechanismen vor: zum einen den Abbau innerer Spannungen durch Erzeugung freier Versetzungen, zum anderen die Erzeugung von Ermüdungs-Substrukturen. Vor allem für letzteren Mechanismus gibt es zahlreiche Indizien, vgl. *Bild 3.86 und folgende*. Auf die auch zu diesem Themenkomplex gehörende ausgeprägte Subkornbildung in den α-Phasen (*Bild* 3.90) wird später noch eingegangen.

Zyklische Entfestigung in β -Titanlegierungen wurde von Luquiau et al. an Ti 10-2-3 untersucht [99]. Hier zeigte sich, dass die zyklische Entfestigung bei einer vorgegebenen geringen plastischen Verformung unabhängig von der jeweiligen Probenmikrostruktur war. Bei steigender plastischer Verformung wurde die Entfestigung von Verfestigungsmechanismen ausgeglichen, die mit dem Auftreten von <c+a>-Gleitung und der Interaktion von <a>/<c+a> und <c+a>/<c+a>-Versetzungen erklärt wurden. Ob in der vorliegenden Arbeit ähnliche Mechanismen ablaufen, kann aufgrund der fehlenden quantitativen TEM-Daten nicht mit Sicherheit beantwortet werden. Es bleibt jedoch festzuhalten, dass sich bei allen gesamtdehnungsgeregelten Versuchen zwischen 1,25% und 2,5% Oberdehnung nach kurzer Verfestigung Sättigung der Spannungsamplituden einstellt. Erst bei noch höheren Dehnungen überwiegt die Entfestigung aus Probenschädigung und Einschnürung. Die in den entsprechenden Zugversuchen beobachteten Unterschiede bezüglich des idealplastischen Verhaltens bei Raumtemperatur und der leichten Verfestigung bei 200°C haben auf das zyklische Verhalten nur geringen Einfluss. Es muss also angenommen werden, dass ein weiterer, zyklischer Verfestigungsmechanismus der bei den spannungsgeregelten Versuchen beobachteten Entfestigung entgegen wirkt. Das besondere Verhalten des lösungsgeglühten Zustands wird im nächsten Abschnitt beleuchtet.

An Timetal LCB wurde von Kiese et al. [80, 81] nach Rotationsbiegeversuchen ebenfalls zyklische Entfestigung festgestellt; die Beobachtungen waren jedoch rein phänomenologisch und bestätigen lediglich das prinzipiell entfestigende Verhalten von Timetal LCB bei geringen plastischen Dehnungen.

4.2.2 Verhalten der Spannungs-Dehnungs-Hysteresen

Alle in dieser Arbeit ausgeführten Ermüdungsversuche wurden im Zugschwellbereich gefahren, sowohl in Spannungs- wie auch in Dehnungskontrolle. Aus dieser Tatsache erklären sich die beobachteten zyklischen Effekte des "Ratchetting" und der Relaxation. Beim Ratchetting akkumuliert die pro Zyklus eingebrachte plastische Dehnung, da sie aufgrund der vorzeichenkonstanten Zugbelastung nicht durch eine gegensinnige Rückverformung ausgeglichen werden kann. Die Form der Spannungs-Dehnungs-Hysterese an sich wird davon nicht beeinflusst, lediglich ihre Lage relativ zur Ausgangsposition. Es tritt eine kontinuierliche Probenverlängerung auf, vgl. *Bild 3.16*. Auffällig ist in dieser Kurve das stark nichtlineare Verhalten: ab einer Versuchs-Oberspannung von 1375MPa steigt die akkumulierte Dehnung stark an. Dieses Verhalten spiegelt sich jedoch nicht in der Wöhlerkurve (*Bild 3.11*) wieder; hier bleibt der Verlauf (in einfach logarithmischer Auftragung) annähernd linear. Der typische, asymptotische Verlauf der Wöhlerkurve (*Bild 1.10*) tritt nicht auf. Inwieweit der beobachtete "Ratchetting"-Effekt einen Einfluss auf das atypische Ermüdungsverhalten hat, indem z.B. die Probenverlängerung keine schädigende Funktion hätte sondern vielmehr stabilisierend wirken könnte, kann nur spekuliert werden. Für gesicherte Aussagen wäre ein direkter Vergleich zur uniaxialen Versuchen mir R = -1 wünschenswert, um Einflüsse aus der Versuchsführung auszuschließen.

Etwas komplexer gestalten sich die Zusammenhänge, die durch die zyklische Relaxation in die Bewertung der Spannungs-Dehnungs-Hysteresen der gesamtdehnungsgeregelten Versuche entstehen. Prinzipiell ist bekannt, wie zuvor beschrieben, dass α-Titan über eine ausgeprägte elastische Anisotropie verfügt und die Versetzungsbewegung im mehrphasigen Zustand nicht symmetrisch in Zug und Druck ist. Entsprechend wurden in zahlreichen Untersuchungen Asymmetrien in den σ - ϵ -Hysteresen für Versuche mir R = -1 gefunden. Im hier vorliegenden Fall mit R = 0,1 ist die jeweils entstehende σ - ϵ -Hysterese jedoch von vorne herein asymmetrisch, und durch die auftretende zyklische Relaxation verändert sich deren Asymmetrie auch noch über die Versuchsdauer, abhängig von der eingebrachten plastischen Dehnung. Ablesbar ist dieser Einfluss an den Mittelspannungsverläufen der Versuchsreihen, Bild 3.30, Bild 3.32 und Bild 3.34. Die Spannungsantwort verschiebt sich mit steigender Oberdehnung und zusätzlich während der jeweiligen Versuchsdauer in Richtung Druckbereich. Eine Aussage zu einer materialbedingten Asymmetrie in Zug- und Druckverhalten ist daher mit den gewählten Versuchsparametern nur bedingt möglich. Interessant ist jedoch das Verhalten des WB200 4%-Versuchs (Bild 3.26): im Vergleich zur Versuchsführung bei Raumtemperatur bleibt die Spannungsantwort bei 200°C im Druckbereich nahezu konstant über der Versuchsdauer, während sie bei Raumtemperatur deutlich abnimmt. Dabei ist die Entwicklung der dissipierten Energie beider Versuche nahezu parallel zueinander (vgl. Bild 3.27). Trotz der beschriebenen Einschränkungen in der Beschreibung materialbedingter Asymmetrien scheint hier also eine temperaturabhängige Veränderung in der Asymmetrie des Verformungsverhaltens in der Form vorzuliegen, dass der Werkstoff unter Druckbelastung bei 200°C im Vergleich zur Raumtemperatur stabilisiert wird.

Das interessanteste Verformungsverhalten zeigen die Versuche mit Proben im Lieferzustand bei Raumtemperatur und in Gesamtdehnungskontrolle. Hier treten besonders die Versuche mit 3% und 4% Oberdehnung deutlich hervor. Folgende Beobachtungen ihres Verhaltens können zusammen gefasst werden; sie alle stehen in starkem Kontrast zu den sonstigen Versuchen:

- 1. Ihre σ - ϵ -Hysteresen ändern ihre Form signifikant über der Versuchsdauer.
- Die Wechselverformungskurven zeigen als Einzige ein stark ausgeprägtes Sättigungsverhalten.
- 3. Die dissipierte Energie steigt über der Versuchsdauer stark an.
- 4. Ihre plastische Dehnung bei mid-life liegt deutlich über der von WB-Zuständen.
- 5. Der dynamische E-Modul steigt über der Versuchsdauer stark an.
- 6. Es gibt extreme Abweichungen im Bruchverhalten, sowohl zu den Versuchen im gleichen Zustand mit niedrigerer Verformung als auch zu den WB-Zuständen: makroskopische Versprödung und nahezu kein Scherbruchanteil.

Vor allem Punkt 5, der Anstieg des E-Moduls, muss den Schluss auf tief greifende Veränderungen der Mikrostruktur nahe legen, denn eine Veränderung des E-Moduls ist im vorhandenen System nur durch eine Verschiebung der Phasenanteile denkbar. Da jedoch mikroskopisch keine direkten Indizien auf Bildung neuer Anteile von α- oder ω-Phase gefunden wurden, muss eine Abwägung auf anderer Basis erfolgen. Der Anstieg der dissipierten Energie über der Versuchsdauer lässt prinzipiell auf Energie verbrauchende Vorgänge im Werkstoffinneren schließen, wie es auch eine verformungsinduzierte Phasenumwandlung sein könnte. Die bei den höheren plastischen Dehnungen auftretende leichte Probenerwärmung (ca. 70...90°C) könnte hierbei unterstützend wirken, würde für sich allein genommen aber nicht zur Einleitung von Gefügeumwandlungen ausreichen. Aus den Beugungsuntersuchungen im TEM ist bekannt, dass die Phase ω_{ath} im Gefüge der LZ-Proben vorhanden ist, die als Vorstufe sowohl für die Phase ω_{iso} als auch für α-Phase dienen könnte. Anhand der vorliegenden Literaturwerte gibt es keine Anhaltspunkte dafür, dass die ω-Phase den E-Modul von Titanlegierungen deutlich steigern kann, was für eine Ausscheidung von nanostrukturierter α-Phase sprechen würde. Die Nanostruktur würde erklären, warum mit den vorhandenen technischen Möglichkeiten im TEM keine Nachweis erfolgen konnte. Inwieweit eine derartige Form von Mikrostruktur Auswirkungen auf die Materialsprödigkeit, etwa ähnlich der durch ω-Phase verursachten haben könnte, ist unklar. Wie zuvor beschrieben, liegen zu den in diese Richtung gehenden Arbeiten von Prima et al. [39, 100] noch keine mechanischen Daten vor. Die Erklärung des beschriebenen Phänomens muss an dieser Stelle vage bleiben, doch würde die vorgeschlagene Ausscheidung von α-Phase Anhaltspunkte für die Erklärung des gesteigerten E-Moduls von 75GPa auf ca. 85GPa geben. Setzt man als einfachste Möglichkeit zur groben Abschätzung des für eine solche Steigerung notwendigen Anteils der α-Phase die Mischungsregel und die in Kapitel 3.2.1 angegebenen Werte für eine stabile β-Legierung und Reintitan an, so wäre eine annähernde Verdopplung des α-Phasenanteils in den LZ-Proben auf ca. 33% notwendig. Für die Legierung Beta-III wurden experimentell ausgeschiedene Anteile der ω-Phase von über 60% ermittelt [65]; nimmt man diese als Vorstufe der neu gebildeten α-Phase an, so ist das beschriebene Szenario realistisch.

4.2.3 Mikrostruktur und Verformung

Die in der Literatur weit verbreitete Aussage, dass die α -Phase aufgrund ihrer geringen Festigkeit einen Großteil der Verformungsarbeit in mehrphasigen Titanlegierungen leistet, kann anhand der vorliegenden Arbeit für Timetal LCB bestätigt werden. Markantes Beispiel hierfür ist *Bild 3.94*, wo ein nahezu verformungsfreies β -Korn von stark verformter α_{s} -Phase umgeben ist. Auch alle weiteren beschriebenen Aufnahmen, sowohl des Liefer- als auch des wärmebehandelten Zustands, können diese grundsätzliche Aussage bestätigen.

Eine wesentliche Aussage der vorliegenden Arbeit ist die offensichtliche Ausprägung von Verformungs-Substrukturen, sowohl in der β -Phase der LZ-Proben in Form von Segmentierung als auch in den α -Phasen aller Zustände in Form von Subkornbildung. Ansätze für die Ausbildung von Substrukturen finden sich bereits in den Ausgangszuständen, die ja durch die thermomechanische Behandlung bei der Fertigung eine erhebliche Vorverformung erfahren haben und, im Falle der wärmebehandelten Proben, zusätzlich inneren Spannungen durch die Ausscheidungsreaktionen der α_{s} -Phasen ausgesetzt sind. Hierbei spielt der Volumenunterschied von hexagonaler α -Phase und kubisch-raumzentrierter β -Phase eine

entscheidende Rolle; das Volumen des α -Titans ist durch seine höhere Packungsdichte kleiner als das des β -Titans.

Unter zyklischer Verformung des Lieferzustands bilden sich durch Versetzungsanordnung die erwähnten β-Substrukturen. Eine grundsätzliche lamellare Ausprägung ist schon im Lieferzustand vorhanden, vgl. *Bild 3.54*. Unter Ermüdungsbelastung bilden sich Segmente innerhalb dieser Lamellen aus, die durch Versetzungsanordnung entstehen. In *Bild 3.72* ist dieser Sachverhalt gut zu erkennen. Ein interessanter Aspekt dabei ist, dass sich diese Segmente in benachbarten Lamellen spiegelbildlich anordnen und so fast das Erscheinungsbild von Zwillingen annehmen. Wie bereits bei der Beschreibung der Aufnahmen bemerkt, gab es jedoch keine Hinweise auf tatsächliche mechanische Zwillingsbildung. Ob die Winkelbeziehung zwischen den Lamellen typisch ist und sich dieses Verhalten auch in den sonst in ihrem Ermüdungsverhalten atypischen 3% und 4% Versuchen wiederfindet, kann im Rahmen dieser Arbeit nicht mit Sicherheit beantwortet werden.

Formen der β -Substrukturbildung wurden, neben den in Abschnitt 4.2.1 erwähnten allgemeinen Mechanismen zum Abbau innerer Spannungen, speziell in der Legierung LCB bei der Untersuchung der Kaltverformbarkeit von Karasevskaya et al. [104] beobachtet. Diese Autoren sprechen explizit von Subkornbildung und konnten durch röntgenographische Untersuchungen ebenfalls Rotation dieser Subkörner nachweisen. Die Deformation und Rotation der β -Subkörner wird als bestimmender Mechanismus für die Kaltverformung von LCB-Titan im lösungsgeglühten Zustand beschrieben. Allerdings muss eingeschränkt werden, dass dabei die hohen plastischen Verformungen einsinnig aufgebracht wurden, wogegen in der vorliegenden Arbeit eine Akkumulation der plastischen Dehnung über viele Versuchszyklen erfolgte.

Mit der vorliegenden Arbeit wird ein vergleichbarer Mechanismus der Subkornbildung und Titanlegierung Timetal LCB vorgeschlagen. Anhand einer Vielzahl der angefertigten TEM-Aufnahmen ist für die ermüdeten Zustände von WBRT und WB200-Proben evident, dass sich Substrukturen innerhalb der α-Phasen ausbilden. Markante Beispiele sind hierfür Bild 3.90 eines spannungsgeregelten Versuchs, Bild 3.96 und Bild 3.108 von dehnungsgeregelten Versuchen bei Raumtemperatur sowie Bild 3.109 und Bild 3.119 ebensolcher Versuche bei 200°C. Wenngleich auch die Bildung von Substrukturen eindeutig ist, so bleiben doch Fragen über ihre konkrete Natur offen. Die eingeschränkten technischen Möglichkeiten des in dieser Arbeit verwendeten Mikroskops, insbesondere bezüglich der Auflösung und der Anfertigung feinster Beugungen, konnte nicht eindeutig geklärt werden, ob es sich wirklich um einen Rotationsvorgang bei der Subkornbildung handelt oder andere Mechanismen vorliegen. Die Auflösung der einzelnen Unterbereiche und deren getrennte Orientierungsbestimmungen war nicht möglich. Anhand von angefertigten Dunkelfeldaufnahmen und durch Beurteilung der beobachteten Kontraste konnte lediglich eindeutig festgestellt werden, dass es sich um Bereiche mit sich deutlich von den Nachbarbereichen unterscheidenden Orientierungen handelt. Da zudem mit Ausnahme der 8%-Zustände keine deutlichen Änderungen in der Kornmorphologie im Vergleich zu den Ausgangszuständen feststellbar waren, liegt eine Rotation der Subkörner zumindest nahe. Für die hoch verformten Zustände mit 8% Oberdehnung ergaben sich Hinweise auf eine Streckung der α-Körner; dies ist jedoch anhand der vorliegenden Untersuchungen nicht quantifizierbar.

Für die beschriebenen Substrukturbildungen ließen sich keine eindeutigen Entwicklungen festmachen, die mit Erhöhung von Spannung oder Dehnung oder auch dem Wechsel der Belastungskontrolle korelliert hätten. Für die 200°C-Versuche konnte tendenziell eine etwas ausgeprägtere Substrukturbildung festgestellt werden, dies kann jedoch nicht sicher quantifiziert werden.

4.2.4 Weitere Phänomene

In allen untersuchten wärmebehandelten Zuständen mit hohem Anteil an α_s -Phase trat das seit Langem in β -Titanlegierungen beobachtete "arcing", d.h. von bogenförmigen α -Reflexen auf. Dies soll hier noch einmal erwähnt werden, da dies nicht notwendigerweise für alle Legierungen und alle Zustände der Fall sein muss. So berichteten Jha et al. [67] vom Fehlen dieser Reflexe in Ti 10-2-3. Es besteht ein Zusammenhang mit bestimmten Varianten von α_s , vgl. die Ausführungen von Rhodes und Williams [11]. Die Problematik soll hier nicht weiter vertieft werden.

Keine Aussage kann in dieser Arbeit zu den gelegentlich beobachteten "soft zones" entlang der α_P -Ausscheidungen auf den β -Korngrenzen gemacht werden, vgl. die Ausführungen in Kapitel 3.1.1. Auch die durchgeführten EDX-Untersuchungen ließen keine weiter gehenden Schlüsse in dieser Richtung zu. In diesem Zusammenhang wäre eine vertiefende Untersuchung interessant, da von einem erheblichen Einfluss der Legierungszusammensetzung auszugehen ist und für LCB bisher keine entsprechenden Daten vorliegen.

Als allgemeine Aussage dieser Arbeit kann gelten, dass der Einfluss der mäßigen Temperatur von 200°C auf das Ermüdungsverhalten relativ gering ist. Als technisch bedeutendster Punkt muss die Reduktion der Steifigkeit und der Zugfestigkeit gelten. Unter kontrollierter Dehnungsbelastung verhält sich das Material den Messwerten nach deutlich auffälliger als bei der Untersuchung der mikrostrukturellen Eigenschaften. Die deutlich höhere plastische Dehnung des Materials zeigt keine nachteiligen Auswirkungen auf die Lebensdauer unter Gesamtdehnungskontrolle.

Die Lebensdauer unter Gesamtdehnungsbelastung war für alle Zustände trotz der beschriebenen signifikanten Unterschiede vergleichbar. Dabei muss natürlich berücksichtigt werden, dass die resultierende Spannungsantwort pro Zustand erheblich differierte.

Ein letzter Punkt, der in der vorliegenden Arbeit nicht eingehend behandelt werden konnte, ist der Einfluss der Probentextur. Da α -Titan über ausgeprägte elastische und plastische Anisotropien verfügt, muss davon ausgegangen werden, dass sich während der Drahtherstellung Vorzugsorientierungen einrichten. Auch wenn die beobachtete Rolltextur in Bezug auf die Streckung der Körner nicht sehr signifikant war, so ist doch von stark geänderten Eigenschaften in Transversalrichtung und einer stark ausgeprägten kristallographischen Textur auszugehen. An der TU Berlin durchgeführte Synchrotron-Texturmessungen gaben hierfür deutliche Hinweise, auch wenn die Untersuchungen nicht vertieft wurden. Die in dieser Arbeit durchgeführten Versuche sind jedoch untereinander konsistent und entsprechen auch der Hauptbelastungsrichtung vieler technischer Anwendungen.

4.3 Schlussbemerkungen und Ausblick

In dieser Arbeit wurde gewissermaßen ein "Spagat" zwischen technische relevantem Probenzustand und wissenschaftlich normierten Ergebnissen unternommen. Die beschriebenen Einschränkungen sind teilweise Ergebnis dieses Umstands. Es wurde trotzdem versucht, zu relevanten Aussagen zu kommen und die Einschränkungen zu beschreiben. Der Vorteil dieser Vorgehensweise ist der Erhalt von relativ realitätsnahen mechanischen Daten, die nicht auf einem "synthetischen" Zustand geringer technischer Relevanz beruhen.

Als Anregung zu weiterer Forschung sollen folgende Punkte dienen:

- Der Einsatz von hoch auflösender Elektronenmikroskopie könnte die Ausbildung der Subkörner und die vermutete Rotation derselben weiter präzisieren. Wünschenswert wäre zudem eine genauere Betrachtung der Versetzungsbewegungen und eine Identifizierung der aktiven Gleitsysteme.
- Zur verformungsinduzierten Umwandlungsproblematik ω → α könnten weitere Versuche erfolgen; in dieser Arbeit konnte dieses interessante Phänomen nur als Randerscheinung betrachtet werden. Denkbar wäre die Herstellung von normalisierten Zuständen und genauere energetische Betrachtungen der vermuteten Ausscheidungsreaktionen. Präzisionsmessungen von Probenwiderstand und -temperatur während der Ermüdungsversuche könnten wertvolle Hinweise zur vermuteten Phasenumwandlung geben.
- Die Versuche zum Temperatureinfluss könnten erweitert werden. Zu diesem Zweck sollte jedoch eine Präzisierung des angestrebten Einsatzgebiets erfolgen; eine Anwendung von LCB als Ventilfeder in der Motorsteuerung ist beispielsweise aus Kostengründen (Herstellung von sehr dünnem Draht) fraglich.
- Weitere Untersuchungen sollten zum Mittelspannungseinfluss und zur Abhängigkeit vom Spannungszustand erfolgen. Die Vergleichbarkeit der hier vorgestellten Ergebnisse mit Rotationsbiegeversuchen ist fraglich und könnte durch uniaxiale Versuche mit R = -1 bekräftigt oder verworfen werden. Rückschlüsse auf das Verhalten unter torsionaler Belastung sind mit allen bisher vorliegenden Versuchen nur sehr eingeschränkt möglich, und da gerade beim Einsatz als Fahrwerksfeder im Wesentlichen torsionale Belastungen auftreten, ist eine entsprechende Versuchsreihe wünschenswert.

Mit Timetal LCB können leichte Strukturbauteile höchster Festigkeit bei gleichzeitig akzeptabler verbleibender Bruchdehnung und guter Ermüdungsresistenz gefertigt werden. Die Möglichkeit zur Fertigung im lösungsgeglühten Zustand und anschließender Wärmebehandlung zur Einstellung der Endfestigkeit bietet deutliche Vorteile gegenüber den (α + β)-Legierungen. Mit der vorliegenden Arbeit konnte eine Reihe neuer Erkenntnisse zur Ermüdung von Timetal LCB gewonnen werden, die einen wichtigen Beitrag zum Verständnis der in dieser Legierung ablaufenden Vorgänge und damit zur sicheren Beherrschung dieses System leisten.

5 Literaturverzeichnis

- [1] Peters, M. und Leyens, C. (Hrsg.): *Titan und Titanlegierungen*. Wiley-VCH, Weinheim (2002).
- [2] Polmear, J.: *Light Alloys, From Traditional Alloys to Nanocrystals*, 4th Edition. Butterworth-Heinemann, Oxford (2006).
- [3] Ashby, M.: *Materials Selection in Mechanical Design*, 3rd Edition. Butterworth-Heinemann, Oxford (2005).
- [4] Friedrich, H., Kiese, J., Haldenwanger, H.-G. *et al.*: Titanium in Automotive Applications - Nightmare, Vision or Reality, in: *Ti-2003 Science and Technology*, Proc. Int. Conf., G. Lütjering und J. Albrecht (Hrsg.), Wiley-VCH (2003), S. 3393-3402.
- [5] Froes, F. H., Friedrich, H., Kiese, J. *et al.*: Titanium in the Family Automobile: The Cost Challenge. JOM-J. Met. **56** February (2004), S. 40-44.
- [6] Froes, F. H.: Titanium Is the Time Now? JOM-J. Met. 56 November (2004), S. 30.
- Burgers, W. G.: On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium. Physica 1 (1934), S. 561-586.
- [8] Williams, A. J., Cahn, R. W. und Barrett, C. S.: The crystallography of the β-α transformation in Titanium. Acta Metall. 2 (1954), S. 117-128.
- [9] McQuillan, M. K.: Phase transformations in Titanium and its alloys. Metall. Rev. 8 -29 (1963), S. 41-104.
- [10] Duerig, T. W., Terlinde, G. und Williams, J. C.: Phase Transformations and Tensile Properties of Ti-10V-2Fe-3Al. Metall. Trans. A **11** (1980), S. 1987-1998.
- [11] Rhodes, C. G. und Williams, J. C.: The Precipitation of α -Phase in Metastable β -Phase Ti Alloys. Metall. Trans. A **6** (1975), S. 2103-2114.
- [12] Hao, Y. L., Niinomi, M., Kuroda, D. *et al.*: Young's Modulus and Mechanical Properties of Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr in Relation to α" Martensite. Metall. Mater. Trans. A 33 (2002), S. 3137-3144.
- [13] Xu, W. K., K. B.; Das, J.; Calin, M.; Eckert, J: Phase stability and its effect on the deformation behavior of Ti-Nb-Ta-In/Cr β alloys. Scripta Mater. 54 (2002), S. 1943-1948.
- [14] Bania, P. J.: Beta Titanium Alloys and Their Role in the Titanium Industry, in: *Beta Titanium Alloys in the 1990's*, D. Eylon, R.R. Boyer und D.A. Koss (Hrsg.). The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale (1993), S. 3-14.
- [15] Ankem, S. und Greene, C. A.: Recent developments in microstructure/property relationships of beta titanium alloys. Mater. Sci. Eng. A-Struct. 263 (1999), S. 127-131.
- [16] Clément, N., Lenain, A. und Jacques, P. J.: Mechanical Property Optimization via Microstructural Control of New Metastable Beta Titanium Alloys. JOM-J. Met. 59 -January (2007), S. 50-53.
- [17] Terlinde, G., Rathjen, H.-J. und Schwalbe, K.-H.: Microstructure and Fracture Toughness of the Aged beta-Ti Alloy Ti-10V-2Fe-3Al. Metall. Trans. A 19 (1988), S. 1037-1049.

- [18] Sauer, C. und Lütjering, G.: Influence of α layers at β grain boundaries on mechanical properties of Ti-alloys. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **319-321** (2001), S. 393-397.
- [19] Froes, F. H., Yolton, C. F., Capenos, J. M. *et al.*: The Relationship Between Microstructure and Age Hardening Response in the Metastable Beta Titanium Alloy Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn (Beta III). Metall. Trans. A **11** (1980), S. 21-31.
- [20] Inaba, T., Ameyama, K. und Masaharu, T.: Formation of (α+β) Microduplex Structure in a Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al Alloy. ISIJ Int. **31** - 8 (1991), S. 792-798.
- [21] Quazi, J. I., Marquardt, B. und Rack, H. J.: High-Strength metastable Beta-Titanium Alloys for Biomedical Applications. JOM-J. Met. 56 - November (2004), S. 49-51.
- [22] Weiss, I. und Semiatin, S. L.: Thermomechanical processing of beta titanium alloys - an overview. Mater. Sci. Eng. A-Struct. 243 (1998), S. 46-65.
- [23] Sauer, C. und Lütjering, G.: Thermo-mechanical processing of high strength *Q*-titanium alloys and effects on microstructure and properties. J. Mater. Process. Tech. **117** (2001), S. 311-317.
- [24] Balasubrahmanyam, V. V. und Prasad, Y. V. R. K.: Deformation behaviour of beta titanium alloy Ti-10V-4.5Fe-1.5Al in hot upset forging. Mat. Sci. Eng. A-Struct. 336 (2002), S. 150-158.
- [25] Fontaine, D. d.: Simple Models for the Omega Phase Transformation. Metall. Trans. A **19** (1988), S. 169-175.
- [26] Azimzadeh, S.: Phase transformations in metastable β Titanium alloy Timet LCB (Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al). Masterarbeit, Clemson University, Graduate School (1995).
- [27] Prima, F. V., P.; Texier, G.; Ansel, D.; Gloriant, T.: Evidence of α -nanophase heterogeneous nucleation form ω -particles in a β -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy. Scripta Mater. **54** (2002), S. 645-648.
- [28] Ohmori, Y., Natsui, H., Nakai, K. *et al.*: Effects of ω Phase Formation on Decomposition of α "/ β Duplex Phase Structure in a Metastable β Ti Alloy. Mater. Trans. JIM **39** 1 (1998), S. 40-48.
- [29] TIG: *Titanium and its alloys*. CD, The Titanium Information Group; Department of Trade and Industry / United Kingdom, 2003.
- [30] Prima, F., Vermaut, P., Thibon, I. *et al.*: A low cost metastable beta titanium alloy: Thermal treatments, microstructures and mechanical properties. J. Phys. IV **11** (2001), S. 241-248.
- [31] Gheorghe, M., Qazi, J. J. und Rack, H. J.: Anisothermal Alpha Phase Formation in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al, in: *Ti-2003 Science and Technology*, Proc. Int. Conf., G. Lütjering und J. Albrecht (Hrsg.), Wiley-VCH (2003), S. 1155-1161.
- [32] Azimzadeh, S. und Rack, H. J.: Phase Transformations in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1,5Al. Metall. Mater. Trans. A **29** (1998), S. 2455-2467.
- [33] Ivasishin, O. M., Markovsky, P. E., Allen, P. G. et al.: Rapid Heat Treatment of TIMETAL LCB Alloy, in: *Ti-99 Science and Technolgy*, Proc. Int. Conf., Wiley-VCH (1999), S. 505-512.
- [34] Ivasishin, O. M., Markovsky, P. E., Matviychuk, Y. V. et al.: Precipitation and Recrystallization Behavior of Beta Titanium Alloys during Continous Heat Treatment. Metall. Mater. Trans. A 34 (2003), S. 147-158.

- [35] Ivasishin, O. M., Markovsky, P. E., Semiatin, S. L. *et al.*: Aging response of coarse- and fine-grained β titanium alloys. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **405** (2005), S. 296-305.
- [36] Weiss, I., Srinivasan, R., Saquib, M. *et al.*: Bulk Deformation of Ti-6.8Mo-4.5Fe 1.5AI (Timetal LCB) Alloy. J. Mater. Eng. Perform. 5 3 (1996), S. 335-352.
- [37] Philippart, I. und Rack, H. J.: High temperature dynamic yielding in metastable Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **243** (1998), S. 196-200.
- [38] Philippart, I. und Rack, H. J.: High temperature, high strain deformation behaviour of Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **243** (1998), S. 253-267.
- [39] Prima, F. V., P.; Thibon, I.; Ansel, D.; Debuigne, J.; Gloriant, T.: Nanostructured Metastable β-Titanium based alloy. Mater. Sci. Forum **13** (2002), S. 307-314.
- [40] Schauerte, O., Metzner, D., Krafzig, R. *et al.*: Fahrzeugfedern federleicht. ATZ **103** - 7/8 (2001), S. 654-669.
- [41] NASA, *Lockheed SR-71B*. Bilddatei, Zugriff: 29.03.2007; verfügbar unter: http://www1.dfrc.nasa.gov/gallery/photo/SR-71/HTML/EC94-42883-4.html.
- [42] Schauerte, O.: Titanium in Automotive Production. Adv. Eng. Mater. 5 6 (2003), S. 411-418.
- [43] Bugatti, *Bugatti Veyron*. Bilddatei, Zugriff: 08.03.2007; verfügbar unter: www.bugatti.com.
- [44] Christ, H.-J.: *Wechselverformung von Metallen*, B. Ilschner (Hrsg.). Springer-Verlag, Berlin (1991).
- [45] Wöhler, A.: Über die Festigkeits-Versuche mit Eisen und Stahl. Z. f. Bauwesen XX (1870), S. 73-106.
- [46] Basquin, O. H.: The Exponential Law of Endurance Tests. Proc. ASTM 11 (1910), S. 625 ff.
- [47] Manson, S. S.: Behaviour of Materials under Conditions of Thermal Stress. NACA TN-2933 (1953).
- [48] Coffin, L. F.: A Study of Cyclic Thermal Stress in a Ductile Metal. Trans. ASME 76 (1954), S. 931 ff.
- [49] Lukás, P., Klesnil, M. und Polák, J.: High cycle fatigue life of metals. Mater. Sci. Eng. 15 (1974), S. 239-245.
- [50] Suresh, S.: Fatigue of Materials. Cambridge University Press, Cambridge (1998).
- [51] Dieter, G. E.: *Mechanical Metallurgy*, SI Metric Edition. McGraw-Hill Book Co., Singapore (1988).
- [52] DIN 50100: Werkstoffprüfung; Dauerschwingversuch, Begriffe, Zeichen, Durchführung, Auswertung. Beuth Verlag (1978).
- [53] ISO 12106: Metallic Materials Fatigue Testing Axial-strain-controlled method. International Organization for Standardization (2003).
- [54] ASTM E 466 96: Standard Practice for Conducting Force Controlled Constant Amplitude Axial Fatigue Tests of Metallic Materials. ASTM International (2002).
- [55] ASTM E 606 92: Standard Practice for Strain-Controlled Fatigue Testing. ASTM International (1998).
- [56] Klingelhöffer, H., Matzak, K., Kühn, H.-J. *et al.*: Einfluss des Auswerteverfahrens auf die Bestimmung von zyklischen Werkstoffdaten im Hochtemperatur-LCF-Bereich. FVW/FVHT 28, Düsseldorf (2005).

- [57] Jha, S. K. und Ravichandran, K. S.: High-Cycle Fatigue Resistance in Beta-Titanium Alloys. JOM - J. Min. Met. Mat. S. **52** - March (2000), S. 30-34.
- [58] Boyer, R. R.: Design Properties of a High-Strength Titanium Alloy, Ti-10V-2Fe-3Al. JOM J. Min. Met. Mat. S. **32** March (1980), S. 61-65.
- [59] Turner, N. G. und Roberts, W. T.: Fatigue Behavior of Titanium. T. Metall. Soc. AIME 242 (1968), S. 1223-1230.
- [60] Tokaij, K., Shiota, H. und Bian., J.-C.: Fatigue crack propagation in β Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy. Mater. Sci. Eng. A-Struct. 243 (1998), S. 155-162.
- [61] Tokaij, K., Bian, J.-C., Ogawa, T. *et al.*: The microstructure dependence of fatigue behaviour in Ti-15Mo-5Zr-3Al alloy. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **213** (1996), S. 86-92.
- [62] Schröder, G., Albrecht, J. und Lütjering, G.: Fatigue crack propagation in titanium alloys with lamellar and bi-lamellar microstructures. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **319** (2001), S. 602-606.
- [63] Long, M., Crooks, R. und Rack, H. J.: High-cycle fatigue performance of solutiontreated metastable-beta titanium alloys. Acta Mater. **47** - 2 (1999), S. 661-669.
- [64] Gysler, A., Lütjering, G. und Gerold, V.: Deformation behavior of age-hardened Ti-Mo alloys. Acta Metall. 22 (1974), S. 901-909.
- [65] Williams, J. C., Hickman, B. S. und Marcus, H. L.: The Effect of Omega Phase on the Mechanical Properties of Titanium Alloys. Metall. Trans. A 2 (1971), S. 1913-1919.
- [66] Duerig, T. W., Allison, J. E. und Williams, J. C.: Microstructural Influences on Fatigue Crack Propagation in Ti-10V-2Fe-3Al. Metall. Trans. A 16 (1985), S. 739-751.
- [67] Jha, S. K. und Ravichandran, K. S.: Effect of Mean Stress (Stress Ratio) and Aging in Fatigue-Crack-Growth in a Metastable Beta Titanium Alloy, Ti-10V-2Fe-3Al. Metall. Mater. Trans. A **31** (2000), S. 703-714.
- [68] Hu, Y. M., Floer, W., Krupp, U. *et al.*: Microstructurally short fatigue crack initiation and growth in Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **278** (1999), S. 170-180.
- [69] Krupp, U., Hu, Y. M., Floer, W. *et al.*: Mikrorissentstehung und -wachstum bei zyklischer Belastung der β-Titanlegierung LCB. Metall **53** - 3 (1999), S. 119-124.
- [70] Krupp, U., Floer, W., Lei, J. *et al.*: Mechanisms of Short-Fatigue-Crack Initiation and Propagation in a β -Ti-Alloy. Philos. Mag. A **82** 17/18 (2002), S. 3321-3332.
- [71] Schick, A., Christ, H. J., Floer, W. *et al.*: Experimentelle Charakterisierung und zweidimensionale Simulation der mikrostrukturbestimmten Ermüdungsrissausbreitung in einer β-Titan-Legierung. Materialwiss. Werkst. **33** (2002), S. 244-251.
- [72] Floer, W., Krupp, U., Christ, H.-J. *et al.*: Short-Fatigue-Crack-Growth Phenomena in a Beta-Titanium Alloy, in: *Ti-2003 Science and Technology*, Proc. Int. Conf., G. Lütjering und J. Albrecht (Hrsg.), Wiley-VCH (2003), S. 1911-1918.
- [73] Bache, M. R., Evans, W. J., Suddell, B. *et al.*: The effects of texture in titanium alloys for engineering components under fatigue. Int. J. Fatigue **23** (2001), S. 153-159.
- [74] Evans, W. J., Jones, J. P. und Whittaker, M. T.: Texture effects under tension and torsion loading conditions in titanium alloys. Int. J. Fat. 27 (2005), S. 1244-1250.

- [75] Lanning, D. B., Nicholas, T. und Haritos, G. K.: Effect of plastic prestrain on high cycle fatigue of Ti-6AI-4V. Mech. Mater. **34** (2002), S. 127-134.
- [76] Gregory, J. K. und Wagner, L.: Property Improvement in Light Metals using Shot Peening, in: *Shot Peening*, Proc. Int. Conf., L. Wagner (Hrsg.), Wiley-VCH (2002), S. 349-359.
- [77] Berg, A., Kiese, J. und Wagner, L.: Microstructural gradients in Ti-3AI-8V-6Cr-4Zr-4Mo for excellent HCF strength and toughness. Mater. Sci. Eng. A-Struct. 243 (1998), S. 146-149.
- [78] Kocan, M., Ostertag, A. und Wagner, L.: Shot Peening and Roller-Burnishing to Improve Fatigue Resistance of the (α+β) Titanium Alloy Ti-6AI-4V, in: *Shot Peening*, Proc. Int. Conf., L. Wagner (Hrsg.), Wiley-VCH (2002), S. 461-467.
- [79] Kiese, J., Zhang, J., Schauerte, O. *et al.*: Mechanical Surface Treatments on the High-Strength Alpha-Titanium Alloy KS 120, in: *Shot Peening*, Proc. Int. Conf., L. Wagner (Hrsg.), Wiley-VCH (2002), S. 399-405.
- [80] Kiese, J., Walz, W. und Skrotzki, B.: Influence of Heat Treatment and Shot Peening on Fatigue Behavior of Suspension Springs made of TIMETAL LCB, in: *Ti-2003 Science and Technology*, Proc. Int. Conf., G. Lütjering und J. Albrecht (Hrsg.), Wiley-VCH (2003), S. 3043-3050.
- [81] Kiese, J., Zhang, J., Schauerte, O. *et al.*: Shot Peening to Enhance Fatigue Strength of TIMETAL LCB for Application as Suspension Springs, in: *ICSP-8*, Proc. Int. Conf., (2002),
- [82] Kocan, M., Yazgan-Kokuoz, B., Rack, H. J. *et al.*: The High-Cycle-Fatigue Performance of Lightweight Titanium Automotive Suspensions. JOM-J. Met. **57** - November (2005), S. 66-68.
- [83] Frotscher, M.: Mikrostrukturelle Untersuchungen an der metastabilen β-Titanlegierung TIMET LCB Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al. Studienarbeit, Ruhr-Universität Bochum, Institut für Werkstoffe (2003).
- [84] DIN EN ISO 7500-1: Metallische Werkstoffe Pr
 üfung von statischen einachsigen Pr
 üfmaschinen - Teil 1: Zug- und Druckpr
 üfmaschinen - Pr
 üfung und Kalibrierung der Kraftmesseinrichtung. DIN Deutsches Institut f
 ür Normung e.V. (2004).
- [85] DIN EN ISO 9513: Kalibrierung von Längenänderungs-Messeinrichtungen für die Prüfung mit einachsiger Beanspruchung. DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (2002).
- [86] DIN EN ISO 6507-1: Metallische Werkstoffe Härteprüfung nach Vickers Teil 1: Prüfverfahren. DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (2005).
- [87] Schumann, H. und Oettel, H. (Hrsg.): *Metallografie*, 14. Edition. Wiley-VCH, Weinheim (2006).
- [88] Schmidt, P. F.: *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikroanalyse*. Kontakt & Studium, Band 444. Expert-Verlag, Renningen / Malmsheim (1994).
- [89] Hornbogen, E. und Skrotzki, B.: *Werkstoffmikroskopie*. Werkstoff-Forschung und Technik, B. Ilschner (Hrsg.), Band 11. Springer-Verlag, Berlin (1993).
- [90] Benedetti, M., Peters, J. O. und Lütjering, G.: Fracture toughness mechanisms of high strength beta Titanium alloys, in: *Ti-2003 Science and Technology*, Proc. Int. Conf., G. Lütjering und J. Albrecht (Hrsg.), Wiley-VCH (2003), S. 1659-1666.
- [91] MatWeb, *Material Property Data*. Datenbank, Zugriff: 6.2.2007; verfügbar unter: www.matweb.com.

- [92] DIN EN 10002-1: Metallische Werkstoffe Zugversuch Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur. DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (2001).
- [93] BS 7270: Method for constant amplitude strain controlled fatigue testing. British Standard (1990).
- [94] Sakai, T. und Fine, M. E.: Plastic Deformation of Ti-Al Single Crystals in Prismatic Slip. Acta Metall. 22 (1974), S. 1359-1372.
- [95] Akthar, A. und Teghtsoonian, E.: Prismatic Slip in α-Titanium Single Crystals. Metall. Trans. A 6 (1975), S. 2201-2208.
- [96] Yoo, M. H.: Slip, Twinning, and Fracture in Hexagonal Close-Packed Metals. Metall. Trans. A **12** (1981), S. 409-418.
- [97] Zaefferer, S.: A study of active deformation systems in titanium alloys: dependence on alloy composition and correlation with deformation texture. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **344** (2003), S. 20-30.
- [98] Jones, I. P. und Hutchinson, W. B.: Stress-state dependence of slip in Titanium-6AI-4V and other h.c.p. metals. Acta Metall. **29** (1981), S. 951-968.
- [99] Luquiau, D., Feaugas, X. und Clavel, M.: Cyclic softening of the Ti-10V-2Fe-3Al titanium alloy. Mater. Sci. Eng. A-Struct. 224 (1997), S. 146-156.
- [100] Prima, F. V., P.; Texier, G.; Ansel, D.; Gloriant, T.: Evidence of α -nanophase heterogeneous nucleation form ω -particles in a β -metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy. Scripta Mater. **54** (2006), S. 645-648.
- [101] Beranger, A. S., Feaugas, X. und Clavel, M.: Low cycle fatigue behavior of an α + β titanium alloy: Ti6246. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **172** (1993), S. 31-41.
- [102] Mahajan, Y. und Margolin, H.: Low Cycle Fatigue Behavior in Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo: Part I. The Role of Microstructure in Low Cycle Crack Nucleation and Early Crack Growth. Metall. Trans. A 13 (1982), S. 257-268.
- [103] Mahajan, Y. und Margolin, H.: Low Cycle Fatigue Behavior in Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo: Part II. Cyclic Deformation Bahavior and Low Cycle Fatigue. Metall. Trans. A 13 (1982), S. 269-274.
- [104] Karasevskaya, O. P., Ivasishin, O. M., Semiatin, S. L. *et al.*: Deformation behaviour of beta-titanium alloys. Mater. Sci. Eng. A-Struct. **354** (2003), S. 121-132.

Anhang 1: Tabellarische Zusammenfassung der Versuche

Für alle Ermüdungsversuche gilt: R = 0,1, uniaxiale Normalbelastung, mechanisch polierte parallele Messlänge. Aufgeführt sind nur die für diese Arbeit relevanten Versuche. Die Werte der Amplituden sollen der Vergleichbarkeit mit anderen Versuchsreihen dienen und wurden aus den übrigen Versuchsparametern berechnet.

* bedeutet: kein Wert verfügbar.

Zugversuche

Zustand	R _{p 0.2} [MPa]	R _{max} [MPa]	Z [%]	Probe No.
LZ-RT	1080	1092	45,31	LT415920
WB-RT	1406	1410	43,79	LT415909
WB-200°C	1137	1226	49,75	LT415910

Versuchsreihe FC-WBRT

σ₀ [MPa]	σ _A [MPa]	N _f [-]	Z [%]	ε _{pl, res} [%]	Probe No.
1200	540	2.872.097	1,04	*	LT415319
1250	562,5	1.168.866	3,92	0,11347	LT415316
1275	573,75	630.090	3,89	0,11154	LT415318
1300	585	617.020	2,08	0,12329	LT415313
1325	596,25	320.649	1,68	0,22631	LT415314
1350	607,5	22.267	0,06	0,19221	LT415315
1375	618,75	26.514	0,79	0,37661	LT415317
1400	630	12.945	3,54	0,73525	LT415320
1400	630	10.686	3,67	*	LT415302
1425	641,25	12.955	3,63	1,35256	LT415322
1450	652,5	4.053	10,06	*	LT415306
1480	666	1	36.22	*	LT415310

Versuchsreihe SC-WBRT

ε ₀ [%]	ε _Α [%]	N _f [-]	Z [%]	Δε _{pl, mid-life} [%]	Probe No.
1,25	0,5625	8.976	2,47	0,008	LT415408
1,5	0,675	13.357	3,99	0,027	LT415405
1,75	0,7875	7.711	3,09	0,055	LT415403
2	0,9	3.687	6,38	0,091	LT415401
2,5	1,125	2.326	4,97	0,293	LT415402
3	1,35	1.170	5,22	0,555	LT415404
4	1,8	116	14,48	1,422	LT415409
8	3,6	28	19,31	4,795	LT415906

Versuchsreihe SC-WB200

ε _ο [%]	ε _Α [%]	N _f [-]	Z [%]	Δε _{pl, mid-life} [%]	Probe No.
1,25	0,5625	352.077+	-	0,017	LT415907
1,5	0,675	21.805	3,85	0,045	LT415908
2	0,9	4.692	4,67	0,149	LT415903
4	1,8	372	10,06	1,32	LT415904
8	3,6	5	42,41	4,874	LT415905

Versuchsreihe SC-LZRT

ε ₀ [%]	ε _Α [%]	N _f [-]	Z [%]	Δε _{pl, mid-life} [%]	Probe No.
1,25	0,5625	197.273	*	0	LT415918
1,5	0,675	68.995	3,78	0	LT415912
1,75	0,7875	8.746	1,58	0,003	LT415919
2	0,9	10.546	*	0,023	LT415914
3	1,35	1.433	4,15	0,925	LT415915
4	1,8	765	5,53	1,778	LT415916
8	3,6	19	48,61	5,491	LT415917

Anhang 2: Verzeichnis der Abbildungen

Bild 1.1: Auftragung von Zugfestigkeit über Dichte gängiger Konstruktionsmaterialien (nac Ashby [3]).	ch 1
Bild 1.2: Kristallstruktur von Titan und zugehörige Gitterparameter [1].	3
Bild 1.3: β-isomorphe Umwandlung von Titan in Abhängigkeit von zulegierten β- stabilisierenden Elementen (schematisch)	4
Bild 1.4: Wärmeführung bei der thermomechanischen Behandlung von β-Titanlegierunge und resultierende α-Phasenausscheidungen	n 6
Bild 1.5: Lockheed SR-71 "Blackbird" [41]	9
Bild 1.6: Hauptrotorkopf des Hubschraubers "Super Lynx" mit Schmiedeteilen aus Ti-10V-2Fe-3AI [1]	9
Bild 1.7: Hinterachsfeder des Lupo	.10
Bild 1.8: Federbein der Hinterachsschwinge des Yamaha-Motorrads YZ250MZ [29]	.11
Bild 1.9: Supersportwagen Bugatti Veyron 16.4 mit Fahrwerksfedern aus LCB-Titan [43].	.11
Bild 1.10: Schematisches Wöhler-Diagramm.	.12
Bild 1.11: Terminologie für spannungsgesteuerte Versuche [52].	.15
Bild 1.12: Belastungsvorzeichen [52]. Versuche in Dehnungskontrolle entsprechend	.15
Bild 1.13: Schemata zu Ermüdungsversuchen. (a) Rotationsbiegeversuch, (b) uniaxialer Versuch.	.17
Bild 1.14: σ-ε-Hysteresekurve mit wichtigen Kennwerten [55]	.18
Bild 1.15: Wechselverformungskurven.	.19
Bild 1.16: Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve für dehnungsgeregelte Versuche	.19
Bild 2.1: Probenform LCF 020.002, Maßstab ca. 1:2	.24
Bild 2.2: Aufbau Gewindeprobe mit Adapterhülsen.	.25
Bild 2.3: BAM-V.2 Nomenklatur der Ermüdungsproben	.26
Bild 2.4: Servohydraulische 100kN Universalprüfmaschine der BAM-FG V.2	.27
Bild 3.1: Gefüge des angelieferten Zustands (LZ-AZ).	.32
Bild 3.2: Gefügewürfel-Darstellung (Abwicklung) des Lieferzustands (LZ)	.33
Bild 3.3: Gefügewürfel-Darstellung (Abwicklung) des wärmebehandelten Zustands (WB)	.35
Bild 3.4: Höher aufgelöste Gefügebilder des WB-Zustands.	.35
Bild 3.5: Makrohärtewerte aller untersuchen Lieferchargen und Wärmebehandlungen	.36
Bild 3.6: STEM-Aufnahme der Spot-Mode EDX-Analyse von Probe A1-6 (WB-AZ).	.37
Bild 3.7: Relative Gewichtsanteile von Mo, Fe und Al (normiert auf nominelle Zusammensetzung, halbquantitativ) zu den Spots aus Bild 3.6	.37
Bild 3.8: STEM-Aufnahme mit Linescan und Spot-Mode EDX-Analyse von Probe A1-2 (WB-AZ).	.38

Bild 3.9: Relative Gewichtsanteile von Mo, Fe und Al (normiert auf nominelle Zusammensetzung, halbquantitativ) zu den Spots aus Bild 3.8	38
Bild 3.10: Spannungs-Dehnungs-Diagramme der Zugversuche aller untersuchten Zustände.	40
Bild 3.11: Wöhlerkurven der FC-WBRT Versuchsreihe (R=0,1)	42
Bild 3.12: Verlauf von Minima und Maxima eines typischen FC-Versuchs (σ _{max} =1350MPa, R=0,1).	43
Bild 3.13: Wechselverformungskurven der Dehnungsamplituden der FC-WBRT Versuch	e. 44
Bild 3.14: Entwicklung der Mitteldehnungen der FC-WBRT Versuche	44
Bild 3.15: σ - ϵ -Diagramm der FC-WBRT Versuchs mit σ_0 =1400MPa, R=0,1	45
Bild 3.16: "Ratchetting"-Verhalten der FC-WBRT Versuche, indiziert durch die jeweilige	
Oberspannung	46
Bild 3.17: Dehnungs-Wöhlerkurven der Versuche in Gesamtdehnungskontrolle, R=0,1	47
Bild 3.18: σ - ϵ -Diagramm des SC-LZRT Versuchs mit ϵ_{max} =1,25%, R=0,1	49
Bild 3.19: σ - ϵ -Diagramm des SC-WBRT Versuchs mit ϵ_{max} =1,25%, R=0,1	49
Bild 3.20: σ - ϵ -Diagramm des SC-WB200 Versuchs mit ϵ_{max} =1,25%, R=0,1	50
Bild 3.21: σ - ϵ -Diagramm des SC-LZRT Versuchs mit ϵ_{max} =2%, R=0,1	50
Bild 3.22: σ - ϵ -Diagramm des SC-WBRT Versuchs mit ϵ_{max} =2%, R=0,1	51
Bild 3.23: σ - ϵ -Diagramm des SC-WB200 Versuchs mit ϵ_{max} =2%, R=0,1	51
Bild 3.24: σ - ϵ -Diagramm des SC-LZRT Versuchs mit ϵ_{max} =4%, R=0,1	52
Bild 3.25: σ - ϵ -Diagramm des SC-WBRT Versuchs mit ϵ_{max} =4%, R=0,1	52
Bild 3.26: σ - ϵ -Diagramm des SC-WB200 Versuchs mit ϵ_{max} =4%, R=0,1	53
Bild 3.27: Hystereseflächen der Versuchsreihen mit ϵ_0 = 2% bzw. 4%	54
Bild 3.28: Plastische Dehnung bei mid-life, ermittelt nach BS 7270, für SC-Versuche	55
Bild 3.29: Wechselverformungskurven der Spannungsamplituden der SC-LZRT Versuch	ne. 56
Bild 3.30: Entwicklung der Mittelspannungen der SC-LZRT Versuche.	56
Bild 3.31: Wechselverformungskurven der Spannungsamplituden der SC-WBRT Versuche	57
Bild 3.32: Entwicklung der Mittelspannungen der SC-WBRT Versuche	57
Bild 3.33: Wechselverformungskurven der Spannungsamplituden der SC-WB200 Versuche.	58
Bild 3.34: Entwicklung der Mittelspannungen der SC-WB200 Versuche	58
Bild 3.35: Verlauf des dynamischen E-Moduls bei Zugentlastung der SC-LZRT Versuche.	59
Bild 3.36: Verlauf des dynamischen E-Moduls bei Zugentlastung der SC-WBRT Versuche	
	60
Bild 3.37: Verlauf des dynamischen E-Moduls bei Zugentlastung der SC-WB200 Versuche	Э.
	60

Bild 3.38	: Zyklisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm der SC-Versuche, R=0,1	61
Bild 3.39	: Bruchflächenbilder von FC-WBRT Versuchen.	62
Bild 3.40	: Brucheinschnürung Z und Anteil der Scherbruchfläche der FC-WBRT Versuche).
		63
Bild 3.41	: Bruchflächenbilder von SC-WBRT Versuchen.	64
Bild 3.42	: Bruchflächenbilder von SC-LZRT Versuchen	65
Bild 3.43	: Bruchflächenbilder von SC-WB200 Versuchen.	66
Bild 3.44	: Brucheinschnurung Z und Scherbruchflachenanteil der Zugversuche.	67
Bild 3.45	: Brucheinschnurung Z der SC-Versuche.	68
Bild 3.46	: Anteil der Scherbruchfläche für SC-Versuche.	68
Bild 3.47	: TEM LZAZ. Nadelige Bereiche in β -Matrix (Pfeile) um α_P -Lanzette	70
Bild 3.48	: TEM LZAZ. Vergrößerung zu Bild 3.47, Moiré in Nadel.	70
Bild 3.49	: TEM LZAZ, gekippt zu Bild 3.47, z=[2 -1 -1 0] _α	70
Bild 3.50	: TEM LZAZ. Vergrößerung zu Bild 3.49, leicht gekippt	70
Bild 3.51	: TEM LZAZ. α_P auf Korngrenzen der β -Matrix	71
Bild 3.52	: TEM LZAZ. Probe gekippt zu Bild 3.51, Versetzungen in β-Matrix	71
Bild 3.53	: TEM LZAZ. α _P (dunkel) in β-Matrix, Orientierung 2,5° verdreht gegen ideale Burgers"-Beziehung	71
"- Bild 3.54	: TFM I ZAZ I amellares β-Gefüge. z=[-1 1 2] _e	72
Bild 3.55	: TEM-DE zu Bild 3 54 mit (1 1 0)- Reflex	72
Bild 3.56	: TEM LZAZ. Kontrast gekippt zu Bild 3.54	72
Bild 3.57	: TEM LZAZ, α _P (dunkel) in β-Matrix. Versetzungen (Pfeile)	72
Bild 3.58	: TEM WBAZ, α _S -Platelets (hell) in β-Matrix, z=[0 0 1] _β mit α-"arcing",	74
Bild 3.59	: TEM WBAZ. Vergrößerung zu Bild 3.58.	74
Bild 3.60	: TEM WBAZ. α _S -Platelets mit Ansätzen von Subkornstrukturen (Pfeile)	74
Bild 3.61	: TEM WBAZ, α_{P} -Korn mit Saum (Pfeile), z=[0 1 –1 0] _a und [0 0 0 1] _a kolinear,	74
Bild 3.62	: TEM WBAZ. β-Körner mit αs-Säumen. Beugung mit multiplen Orientierungen	75
Bild 3.63	: TEM WBAZ, Vergrößerung zu Bild 3.62, α _S mit Verformung (hell)	75
Bild 3.64	: TEM WBAZ. Gleicher Bereich wie Bild 3.63, α _s -Kontrast dunkel gekippt	75
Bild 3.65	: TEM-DF zu Bild 3.63, (1 1 0) ₆ -Reflex	75
Bild 3.66	: TEM LZRT 1,25%. Versetzungs- anordnung in β-Matrix (Pfeile)	77
Bild 3.67	: TEM LZRT 1,25%. Lamellare V-förmige β-Anordnung. Beugung mit β und ω	77
Bild 3.68	: TEM-DF mit {-1 -1 0} _β -Reflex "A" aus Bild 3.67	77
Bild 3.69	: TEM-DF mit {-1 -1 0} _{β} -Reflex "B" aus Bild 3.67	77
Bild 3.70	: TEM LZRT 1,25%. Lamellare β-Phase mit parallelen Segmenten (Pfeile).	
Z	=[-1 1 2] _β	78
Bild 3.71	: TEM LZRT 1,25%. Lamellare β-Phase mit V-Struktur	78
Bild 3.72	: TEM LZRT 1,25%. Probe hell gekippt zu Bild 3.71	78

Bild 3.73: TEM LZRT 1,25%. Gekippt zu Bild 3.71, durchgehende Versetzungen (Pfeile)7	'8
Bild 3.74: TEM LZRT 4%. β -Matrix mit Mikrofraktur (Pfeile). z=[0 1 1] _{β} + ω 7	'9
Bild 3.75: TEM LZRT 4%. Globulare α_P -Aus-scheidung im streifiger β -Matrix. z=[-1 1 3] _{β} + α	79
Bild 3.76: TEM LZRT 4%. Querzeilen in β-Matrix, α_P -Nadeln (dunkel)7	' 9
Bild 3.77: TEM LZRT 4%. Vergrößerung zu Bild 3.76	' 9
Bild 3.78: TEM LZRT 4%. Probe gekippt zu Bild 3.77, Streifen verbinden sich zu	30
Bild 3 79: TEM I ZRT 4% β-Matrix mit segmentierten kreuzenden Querzeilen	31
Bild 3.80: TEM LZRT 4%, Probenkippung zu Bild 3.79, Segmentierung durch Versetzunge (Pfeile)	n 31
Bild 3.81: TEM LZRT 4%. Vergrößerung zu Bild 3.80, multiple β-Beugung, kein α8	31
Bild 3.82: TEM WBRT 1300MPa. α_s -Platelets (hell) in β -Matrix8	33
Bild 3.83: TEM WBRT 1300MPa. Probe gekippt zu Bild 3.82, α_s -Subkörner (Pfeile). z=[0 0 0 1] _a + z=[-1 1 2] _b 8	33
Bild 3.84: TEM-DF zu Bild 3.83, Reflex [-1 0 1 0] _a 8	33
Bild 3.85: TEM WBRT 1300MPa. Versetzungen segmentieren β -Matrix (Pfeil oben und unten) und α_s (drei Pfeile Mitte).	33
Bild 3.86: TEM WBRT 1300MPa. Stark verformte α _P -Lanze (dunkel). Multiple Beugung8	34
Bild 3.87: TEM WBRT 1300MPa. Probe gekippt zu Bild 3.86, Phasen markiert	34
Bild 3.88: TEM-DF mit Reflex {1 –1 0 1} _α "A" in Bild 3.868	34
Bild 3.89: TEM-DF mit Reflex {0 0 0 1} _α "B" in Bild 3.868	34
Bild 3.90: TEM WBRT 1300MPa. α _S -Korn mit Subkorngrenzen (Pfeile)8	35
Bild 3.91: TEM WBRT 1300MPa. Probe gekippt zu Bild 3.90. Multiple Beugung8	35
Bild 3.92: TEM-DF mit Reflex {0 1 –1 0} _α in Bild 3.918	35
Bild 3.93: TEM WBRT 1,5%. α_S -Saum um β -Korn und α_S -Platelets8	36
Bild 3.94: TEM WBRT 1,5%. Kontrast gekippt zu Bild 3.93, Verformung im α_s -Saum8	36
Bild 3.95: TEM WBRT 2%. α_S -Platelets (hell) in β -Matrix	37
Bild 3.96: TEM WBRT 2%. Probe gekippt zu Bild 3.95, α_s -Subkörner (Pfeile)8	37
Bild 3.97: TEM WBRT 2%. Starke Moiré-Bildung in β -Matrix. z=[0 1 1] _{β} + [0 0 0 1] _{α} 8	38
Bild 3.98: TEM-DF mit Doppelreflex [0 1 –1] $_{\beta}$ / [-1 1 0 0] $_{\alpha}$ aus Bild 3.978	38
Bild 3.99: TEM WBRT 2%. α_s -Platelets in wenig verformter β -Matrix	38
Bild 3.100: TEM WBRT 2%. Probe gekippt zu Bild 3.99, α_S -Subkorn (Pfeil)8	38
Bild 3.101: TEM WBRT 4%. β-Matrix (dunkel) zwischen zwei α-Körnern (hell), durchzogen von einzelnen Versetzungen (Pfeil)	39
Bild 3.102: TEM WBRT 4%. Parallel angeordnete α_{s} -Platelets mit starker Verformung8	39
Bild 3.103: TEM WBRT 4%, Probe gekippt zu Bild 3.1028	39
Bild 3.104: TEM WBRT 4%, Probe weiter gekippt zu Bild 3.102	39

Bild 3.105: TEM WBRT 4%. β -Korn (hell) mit stark verformtem α -Saum (dunkel)	90
Bild 3.106: TEM WBRT 4%. Probe gekippt zu Bild 3.105, Versetzungen in β (Pfeil)	90
Bild 3.107: TEM-DF zu Bild 3.106, multipler Reflex (α + 2 β)	90
Bild 3.108: TEM WBRT 8%. Extrem verformtes α -Korn mit Ergebnissen aus CBED	90
Bild 3.109: TEM WB200 1,25%. Großes α -Korn mit ausgeprägter Subkornbildung,	
z=[2 -1 -1 0] _α	92
Bild 3.110: TEM-DF zu Bild 3.109, α-Reflex.	92
Bild 3.111: TEM WB200 1,25%. T-Anordnung von α_S in β -Matrix. z=[0 1 1] _{β} + diverse α -Reflexe.	92
Bild 3.112: TEM WB200 1,25%. Vergrößerung zu Bild 3.111	93
Bild 3.113: TEM-DF zu Bild 3.112, Reflex "A" in Bild 3.111, $[0 -1 -1]_{\beta}$	93
Bild 3.114: TEM-DF zu Bild 3.112, Reflex "B" in Bild 3.111, α-Phase	93
Bild 3.115: TEM-DF zu Bild 3.112, Reflex "C" in Bild 3.111, anderes α-Platelet	93
Bild 3.116: TEM WB200 2%. Scharf ausgeprägte Korngrenzen	94
Bild 3.117: TEM WB200 2%. Probenkippung zu Bild 3.116 und Ergebnisse aus CBED	94
Bild 3.118: TEM WB200 2%. α_P -Korn mit scharfkantiger Subkornbildung	94
Bild 3.119: TEM WB200 2%. Probenkippung zu Bild 3.118	94
Bild 3.120: TEM WB200 4%. α_S -Platelets Anordnung in verformter β -Matrix	95
Bild 3.121: TEM WB200 4%. Vergrößerung zu Bild 3.120.	95
Bild 3.122: TEM WB200 4%. Probe gekippt zu Bild 3.121, α_S -Subkornbildung (Pfeile)	95
Bild 3.123: TEM WB200 4%. α_P -Korn mit β -Säumen in β -Matrix (CBED-Analyse)	96
Bild 3.124: TEM WB200 4%. Probe gekippt zu Bild 3.123, α_P -Subkornbildung	96
Bild 3.125: TEM WB200 8%. Ausgeprägte Subkornbildung in α_P -Korn (dunkel)	96
Bild 3.126: TEM WB200 8%. Probe gekippt zu Bild 3.125	96
Bild 4.1: Gleitsysteme im hexagonalen α-Titan [1].	97

Anhang 3: Verzeichnis der Tabellen

Tabelle 1.1: Einfluss von Legierungselementen auf Phasengebiete in Titan [1].	2
Tabelle 1.2: Chemische Zusammensetzung von Timetal LCB [26].	8
Tabelle 1.3: Typische Eigenschaften von Timetal LCB [26, 29, 30].	8
Tabelle 1.4: Parameter von Ermüdungsversuchen	14
Tabelle 2.1: Untersuchte Werkstoffzustände von Timetal LCB.	24
Tabelle 2.2: Übersicht Ermüdungsversuchsreihen	29
Tabelle 3.1: Zugversuchsdaten	41
Tabelle A1.1: Daten Zugversuche	112
Tabelle A1.2: Daten FC-WBRT Versuche	112
Tabelle A1.3: Daten SC-WBRT Versuche	113
Tabelle A1.4: Daten SC-WB200 Versuche	113
Tabelle A1.5: Daten SC-LZRT Versuche	113

Lebenslauf des Autors

PERSÖNLICHE ANGABEN:

Name:	Bernd Koch
Alter:	33 (17. November 1973)
Geburtsort:	Neunkirchen-Seelscheid, Rhein-Sieg-Kreis
Familienstand:	ledig
SCHULAUSBILDUNG:	
1980 – 1984	Gemeinschaftsgrundschule Marienfeld
1984 – 1993	Antoniuskolleg Neunkirchen
14. Juni 1993	Abitur; Abiturfächer: Englisch, Geschichte (LK); Biologie, Mathematik
BERUFSAUSBILDUNG:	
Sep. 1993 – Jan. 1996	Ausbildung (Lehre) als Kfz-Mechaniker, Schwerpunkt Personenkraftwageninstandhaltung
13. Januar 1996	Gesellenprüfung vor der Innung für das Kraftfahrzeughand- werk des Rhein-Sieg-Kreises
25. Januar 1996	Berufsschulabschluss an der Berufsbildenden Schule des Rhein-Sieg-Kreises, Troisdorf
WEHRDIENST:	
Apr. 1996 – Feb. 1997	Bundeswehr Daun
	Ausbildung und Einsatz: Fernmeldeaufklärer Tastfunk
AKADEMISCHE AUSBILDUNG:	
Okt. 1997 – April 2004	Studium Maschinenbau (Diplom) an der Ruhr-Universität Bochum
	Vertiefungsrichtung: Werkstoffe

April 2003	Studienarbeit; Thema: Orientierungsabbildende Mikrosko- pie an martensitischen 9-12% Chromstählen
04. Mai 2004	Diplomprüfung Thema der Abschlussarbeit: Untersuchungen zum Ver- schleißverhalten einer Flügelzellen-Schmierölpumpe (Industriearbeit); Tribopaarung Sinterstahl - Walzstahl
BERUFLICHE TÄTIGKEIT:	
Mai – Aug. 1997	Kfz-Mechaniker-Geselle bei Fa. Ley GmbH, Much
April 1999 – April 2003	Studentische Hilfskraft am Lehrstuhl Werkstoffwissenschaft, Ruhr-Universität Bochum
Okt. 2003 – April 2004	Diplomarbeiter bei Fa. LuK-Automobiltechnik, Hückeswa- gen
Juni 2004 – Juli 2007	Wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung, Berlin, Abteilung Werk- stofftechnik, Fachgruppe Werkstoffmechanik
seit August 2007	Entwicklungsingenieur bei Fa. MTU Friedrichshafen GmbH, Abteilung Mechanik und Werkstoffe (ESM)

Danksagung

Mein erster Dank geht an Frau Dr. Birgit Skrotzki, welche meine Promotion als Doktormutter in vorbildlicher Weise betreut und die Zusammenarbeit allezeit konstruktiv, partnerschaftlich und offen gestaltet hat. Die Zeit in Berlin ist nicht zuletzt deswegen zu einem rundum erfreulichen Abschnitt meines Lebensweges geworden. Danke, Birgit!

Herrn Prof. Eggeler und Herrn Prof. Eifler, beide von der Fakultät für Maschinenbau der Ruhr-Universität Bochum, danke ich für die Übernahme des Co-Referats bzw. der Übernahme des Vorsitzes der Promotionskommission.

Der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin, danke ich für die Finanzierung meiner dreijährigen Arbeit über ihr Doktorandenprogramm, vertreten durch den Vizepräsidenten, Herrn Prof. Böllinghaus.

Keine wissenschaftliche Arbeit entsteht im Alleingang, und so gilt ein besonderer Dank den Kolleginnen und Kollegen der BAM, mit denen sich der Arbeitsalltag freundschaftlich und konstruktiv gestaltete. Ohne den Beitrag der anderen Kollegen zu mindern möchte ich folgende hervorheben: Herr Achim Kühn für stete Hilfsbereitschaft und zahlreiche wertvolle Diskussionen; Herr Wolfgang Wedell für die Einweisung an der Prüfmaschine und viele Tipps zur Versuchsdurchführung; Frau Dr. Dörfel für die EDX-Analysen; und natürlich Steve Brookes und Ole Kahlcke - Just Testing! Danke, Freunde!

Gleichermaßen danken möchte ich dem Lehrstuhl Werkstoffwissenschaften der Ruhr-Universität Bochum, an dem ich nicht nur die Grundlagen für meinen weiteren Lebensweg legen, sondern auch das TEM für die dieser Arbeit zugrunde liegenden Untersuchungen benutzen durfte. Dafür Dank allen Bochumer Kolleginnen und Kollegen, und für den letzten Abschnitt besonders Herrn Dr. Christoph Somsen.

Herrn Dr. Schauerte von Bugatti Engineering, Wolfsburg, danke ich für die Bereitstellung des Probenmaterials und viele wertvolle Diskussionen im Laufe der vorliegenden Arbeit. Und für eine faszinierende Fahrt im stärksten PKW der Welt...

Und zu guter Letzt, wobei das keinesfalls dem Stellenwert entspricht, möchte ich meinen Eltern danken - für Unterstützung und Liebe in nicht zählbaren Maßen auf meinem ganzen Lebensweg.

* * *