

**Einfluss von Oberflächenmodifikationen auf die
Ermüdungseigenschaften der γ -TiAl-Legierung
48-2-2 bei 750 °C**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
Doktors der Ingenieurwissenschaften (Dr.-Ing.)
von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

genehmigte
Dissertation

von

M.Sc. Christoph Breuner

Tag der mündlichen Prüfung: 17. April 2023
Referent: Prof. Dr.-Ing. Martin Heilmaier
Korreferent: Prof. Dr.-Ing. Tilmann Beck

Kurzfassung

γ -Titanaluminide sind aufgrund ihrer sehr guten gewichtsspezifischen Eigenschaften eine Alternative für Nickelbasislegierungen, die eine deutlich höhere Dichte aufweisen. Durch Materialsubstitution kann signifikant Gewicht eingespart werden. Allerdings ist die potentielle Einsatztemperatur aufgrund zunehmender Oxidationsraten auf ca. 650 – 750°C beschränkt. Um diese Werkstoffe dennoch oberhalb dieses Temperaturbereiches einsetzen zu können und damit das Leichtbaupotential weiter auszuschöpfen, sind Oxidationsschutzschichten notwendig. Als Vorbehandlung für Beschichtungen und zur Steigerung der Schwingfestigkeit ist Kugelstrahlen eine bewährte Methode.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, den Einfluss verschiedener Oberflächenmodifikationen auf die Ermüdungslebensdauer der bereits in Flugzeugtriebwerken eingesetzten intermetallischen Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb (in At.-%) zu untersuchen. Hierfür wurden unbehandelte, kugelgestrahlte, voroxidierte sowie voroxidierte beschichtete Proben bei 750°C zyklisch belastet. Im Rahmen dieser Arbeit wurden vier Beschichtungen untersucht. Mit Hilfe einer anschließenden Bruchflächenanalyse, sowie der Untersuchung möglicher Sekundärrisse im Längsschliff, konnte der Einfluss der Oberflächenmodifikationen auf das Versagensverhalten beschrieben werden. Da die Versuchstemperatur etwa 55% der Solidustemperatur beträgt und im Bereich des Spröd-duktil-Übergangs liegt, ist mit zeitabhängigen Kriech- und Oxidationseffekten zu rechnen. Daher muss das frequenzabhängige Verformungs- und Versagensverhalten berücksichtigt werden. Um den Einfluss zu ermitteln, wurden zusätzlich Ermüdungsversuche bei verschiedenen Frequenzen zwischen 0,5 Hz und 50 Hz durchgeführt.

Die angewendete Kugelstrahlbehandlung führte zu starker Verfestigung der Probenoberfläche, sowie hohen Druckeigenspannungen in der Größenordnung der Stauchgrenze des Substratwerkstoffs. Nach einer Glühbehandlung bei 750°C für 8h reduzierten sich sowohl die Härtesteigerung als auch die Druckeigenspannungen zwar deutlich, waren allerdings immer noch vorhanden. Dies führte dazu, dass der Ort der Rissinitiierung von der Probenoberfläche in das Probenvolumen verschoben werden konnte. Bei einer Beanspruchungsamplitude von 260MPa ergab sich eine bimodale Verteilung in der Lebensdauer von Proben, die von der Oberfläche versagten und Proben, die aus dem Volumen versagten. Ein Versagen von der Probenoberfläche, das von einzelnen Kugeleinschlägen ausging, reduzierte die Lebensdauer im Vergleich zum unbehandelten Zustand. Ein Versagen aus dem Volumen hingegen steigerte diese. Eine Beanspruchungsamplitude von 230MPa führte nach einer Kugelstrahlbehandlung ausschließlich zu Volumenrissen. Diese reduzierten jedoch aufgrund von Zugeigenspannungen im Volumen die Lebensdauer. Daher kann der untersuchte Werkstoffzustand als überstrahlt bezeichnet werden. Die Ergebnisse zeigen, dass eine Kugelstrahlbehandlung, die die Oberfläche stark verfestigt und hohe Eigenspannungen aufbaut, tendenziell negativ für die Lebensdauer ist. Stattdessen sollte höchstens eine leichte Kugelstrahlbehandlung durchgeführt werden, um die Oberfläche für die Beschichtung etwas anzurauen.

Die Belastungsfrequenz zeigte einen großen Einfluss auf die Ermüdungslebensdauer. Als Referenz dienten bei 5Hz durchgeführten Versuche. Die Reduktion der Frequenz auf 0,5Hz verminderte die Bruchlastspielzahl signifikant. Jedoch blieb die Versuchszeit annähernd gleich, was ein zeitabhängiges Versagen impliziert. Die bei 50Hz geprüften Proben zeigten eine um Faktor 2 – 3 gesteigerte Bruchlastspielzahl, was auf eine tendenziell mechanisch bestimmte Lebensdauer hindeutet. Aufgrund des großen Einflusses der Belastungsfrequenz auf die Lebensdauer muss diese bei der Auslegung berücksichtigt werden.

Zur besseren Bewertung der Wirksamkeit der Oxidationsschutzschichten wurden diese nach dem Beschichtungsprozess bei 850°C für 300h gealtert. Zunächst wurde der unbeschichtete, gealterte Zustand charakterisiert. Bei niedrigen Beanspruchungsamplituden im Bereich der Dauerfestigkeit reduzierte die Voroxidation die Bruchlastspielzahl nur gering. Bei höheren Spannungsamplituden verringerte sich die Bruchlastspielzahl innerhalb eines Bereiches von 15 MPa Spannungsamplitude jedoch um etwa zwei Größenordnungen. Dies lässt sich auf ein Anreißen der oxidierten und versprödeten Oberfläche zurückführen.

Die vier von Projektpartnern entwickelten Oxidationsschutzschichten waren eine TiCrAlY, eine TiCrAlYSi und zwei SiAl Beschichtungen, von denen eine mittels Magnetron Sputtern (MS) und eine mittels Pack Cementation (PC) aufgebracht wurde. Die verwendeten Beschichtungen zeigten einen sehr guten Schutz vor Oxidation und Oxidationsversprödung sowie ausgezeichnete Schichthaftung. Wie schon bei den unbeschichteten voroxidierten Proben wiesen auch die beschichteten Proben einen engen Übergang von Low-Cycle-Fatigue (LCF) zu High-Cycle-Fatigue (HCF) auf. Die mit TiCrAlY sowie die mit TiCrAlYSi beschichteten Proben zeigten annähernd die gleiche Lebensdauer wie die unbeschichteten voroxidierten Proben. Die beiden SiAl Beschichtungen reduzierten die Wechselfestigkeit und den Übergang von LCF zu HCF um etwa 15 – 30 MPa. Dieser Übergang kann mit dem mechanischen Versagen der Beschichtung begründet werden. Da die beiden SiAl Beschichtungen spröder sind als die TiCrAlY bzw. TiCrAlYSi, liegt der Übergang von HCF zu LCF entsprechend bei niedrigeren Beanspruchungsamplituden. Da die Oxidationsschutzschichten die Lebensdauer im HCF-Bereich kaum vermindern, sollten die Vorteile in Form von Oxidations- und Versprödungsschutz hier überwiegen.

Abstract

Due to their very good weight-specific properties, γ titanium aluminides are an alternative for nickel-base alloys, which have a much higher density. Through material substitution, significant weight can be reduced. However, the potential operating temperature is limited to about 650 – 750 °C due to increasing oxidation rates. In order to use these materials nevertheless above this temperature range and thus further optimize the lightweight construction potential, oxidation protection coatings are necessary. Shot peening is a proven method as a pretreatment for coatings and to increase fatigue strength.

The aim of the present work is to investigate the influence of different surface modifications on the fatigue lifetimes of the intermetallic alloy Ti-48Al-2Cr-2Nb (in at.-%) already applied in aircraft engines. For this purpose, untreated, shot-peened, pre-oxidized as well as pre-oxidized coated specimens were subjected to cyclic loading at 750 °C. Four coatings were investigated in this work. With the help of a subsequent fracture surface analysis, as well as the investigation of possible secondary cracks in the longitudinal section, the influence of the surface modifications on the failure behavior could be described. Since the test temperature is about 55 % of the solidus temperature and within the range of the brittle-ductile transition, time-dependent creep and oxidation effects are to be expected. Therefore, the frequency-dependent deformation and failure behavior should be considered. To determine the influence, additional fatigue tests were performed at different frequencies between 0.5 Hz and 50 Hz.

The applied shot peening treatment resulted in strong surface hardening of the specimen, as well as high residual compressive stresses in the range of the compressive limit of the substrate material. After annealing at 750 °C for

8h, both the surface hardening and the residual compressive stresses reduced significantly, but were still present. This resulted in a shift in the location of crack initiation from the specimen surface to the specimen volume. At a stress amplitude of 260MPa, there was a bimodal distribution in the fatigue life of specimens that failed from the surface and specimens that failed from the volume. Failure from the specimen surface, originating from single ball impacts, reduced the lifetime compared to the untreated condition. In contrast, failure from the volume increased it. A loading amplitude of 230MPa resulted in volume-only cracks after shot peening treatment. However, these reduced the lifetime due to tensile residual stresses in the volume. Therefore, the investigated material condition can be described as over-peened. The results show that a shot peening treatment, which strongly hardens the surface and builds up high residual stresses, is rather negative for the lifetime. Instead, a light shot peening treatment should be carried out to roughen the surface somewhat for coating.

The load frequency showed a great influence on the fatigue lifetime. Reducing the frequency to 0.5Hz significantly decreased the number of cycles to failure. However, the test time remained approximately the same, implying a more time-dependent failure. Specimens tested at 50Hz showed an increased number of cycles to failure by a factor of 2 – 3, indicating a more mechanically determined life. Due to the large influence of loading frequency on service lifetime, it must be taken into account in the design.

To better evaluate the effectiveness of the oxidation protective coatings, they were aged at 850°C for 300h after the coating process. First, the uncoated, aged condition was characterized. At low stress amplitudes near the fatigue limit, pre-oxidation reduced the number of cycles to failure only slightly. However, at higher stress amplitudes, the number of cycles to failure decreased by about two orders of magnitude within a range of 15MPa stress amplitude. This can be attributed to cracking of the oxidized and embrittled surface.

Four oxidation protective coatings developed by project partners were one Ti-CrAlY, one TiCrAlYSi and two SiAl coatings, one of which was applied by

magnetron sputtering (MS) and one by pack cementation (PC). The coatings used showed very good protection against oxidation and oxidation embrittlement as well as excellent coating adhesion. As with the uncoated pre-oxidized specimens, the coated specimens exhibited a close transition from low-cycle fatigue (LCF) to high-cycle fatigue (HCF). The TiCrAlY as well as the TiCrAlYSi coated specimens showed approximately the same fatigue lifetime as the uncoated pre-oxidized specimens. The two SiAl coatings reduced the fatigue strength and the transition from LCF to HCF by about 15 – 30 MPa. This transition can be attributed to the mechanical failure of the coating. Since the two SiAl coatings are more brittle than the TiCrAlY and TiCrAlYSi, respectively, the transition from HCF to LCF is accordingly at lower stress amplitudes. Since the oxidation protective coatings barely reduce the fatigue lifetime in the HCF range, the advantages in the form of oxidation and embrittlement protection should outweigh the disadvantages.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand am Institut für angewandte Materialien - Werkstoffkunde (IAM-WK) am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) während meiner Tätigkeit als Wissenschaftlicher Mitarbeiter und wurde von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) finanziert. Ich bedanke mich bei Prof. Martin Heilmaier für die wissenschaftlichen Diskussionen und die Übernahme des Hauptreferats. Ebenso bedanke ich mich bei Prof. Tilmann Beck für die Übernahme des Korreferats.

Besonders bedanken möchte ich mich bei meinen beiden Abteilungsleitern Dr. Karl-Heinz Lang und Dr. Stefan Guth für die vielen Diskussionen, die gute Zusammenarbeit und besonders die stetige Unterstützung während meiner Zeit am Institut.

Des weiteren gilt mein Dank den Projektpartnern am DLR Köln (insbesondere Prof. Uwe Schulz, Dr. Nadine Laska und Dr. Peter-Philipp Bauer), IFM Katowice (besonders Dr. Radoslaw Swadzba) und IFM Gliwice (Dr. Bartosz Witala) für die Entwicklung und Bereitstellung der Beschichtungen, die Diskussionen sowie die hervorragende Zusammenarbeit.

Zudem gilt mein Dank allen aktuellen und ehemaligen Kolleginnen und Kollegen sowie den Abteilungsleitern für die vielen Diskussionen und die gute Zusammenarbeit. Besonders möchte ich mich bei meinem Bürokollegen Sapper Nizamoglu bedanken. Nicht nur für die hervorragende Zusammenarbeit und Unterstützung sondern auch für die angenehme und produktive Arbeitsatmosphäre.

Mein Dank gilt auch den aktuellen und ehemaligen Technikern Ralf Rößler, Sebastian Höhne, Marc Brecht, Arndt Hermeneit, Dietmar Mügge, Nikolai

Zimmermann und Roman Pohl, die alle Prüfmaschinen am Laufen gehalten haben und auch bei schwierigen Problemen immer eine zeitnahe und gute Lösung gefunden haben. Zudem bedanke ich mich bei Michaela Nagel für die stete Unterstützung in der Metallographie, sowie der gesamten Werkstatt für die Fertigung unzähliger Proben und diverser Sonderanfertigungen.

Ein großer Dank gilt auch meinen Abschlussarbeitern und HiWis Elias Gall, Ewa Hahn und Gordian Schlehuber für den motivierten Einsatz und ihre hervorragende Leistung.

Schlussendlich möchte ich mich noch bei meiner Familie und meiner Freundin für die stetige Unterstützung bedanken.

Karlsruhe, im April 2023

Christoph Breuner

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Kenntnisstand	5
2.1	Titanaluminide	5
2.2	Ursachen der Materialermüdung	10
2.3	Oberflächenmodifikationen	15
2.3.1	Beschichten	16
2.3.2	Kugelstrahlen	17
2.4	Isotherme Ermüdungsversuche	19
2.4.1	Schädigungsmechanismen	19
2.4.2	Einfluss von Kugelstrahlen	27
2.4.3	Einfluss von Oxidationsschutzschichten	29
2.4.4	Einfluss von Oxidationsschutzschichten auf die Ermü- dungseigenschaften anderer Hochtemperaturlegierungen	31
2.4.5	Einfluss der Prüffrequenz	32
3	Verwendete Werkstoffe und Probengeometrien	35
3.1	Grundwerkstoff	35
3.1.1	Grundgefüge	36
3.2	Probenherstellung	37
3.3	Untersuchte Zustände	40
3.3.1	Unbehandelt	41
3.3.2	Voroxidiert	41
3.3.3	Kugelgestrahlt	41
3.3.4	TiCrAlY Schicht	42
3.3.5	TiCrAlYSi Schicht	43

3.3.6	SiAl-MS Schicht	44
3.3.7	SiAl-PC Schicht	45
4	Versuchsdurchführung und Auswertung	47
4.1	Versuchsdurchführung	47
4.1.1	Metallographische Präparation	47
4.1.2	Lichtmikroskopie	48
4.1.3	Rasterelektronenmikroskopie	49
4.1.4	Eigen Spannungsmessungen	49
4.1.5	Kugelstrahlen	51
4.1.6	Isotherme Ermüdungsversuche	52
4.2	Versuchsauswertung	53
4.2.1	Auswertung der Ermüdungsversuche	53
4.2.2	Auswertung der Korngrößen	54
4.2.3	Auswertung der Sekundärrisse	54
5	Ergebnisse und Diskussion	55
5.1	Charakterisierung Grundmaterial	56
5.1.1	Lebensdauer	56
5.1.2	Bruchflächenbetrachtung	57
5.1.3	Diskussion	59
5.2	Frequenzeinfluss	61
5.2.1	Lebensdauer	61
5.2.2	Verformungsverhalten	63
5.2.3	Bruchflächenbetrachtung	66
5.2.4	Sekundärrisse	69
5.2.5	Diskussion	72
5.3	Einfluss von Kugelstrahlen	78
5.3.1	Mikrohärte	78
5.3.2	Eigen Spannungen	79
5.3.3	Bruchflächenbetrachtung	81
5.3.4	Lebensdauer	84
5.3.5	Diskussion	85

5.4	Einfluss von Voroxidation	88
5.4.1	Lebensdauer	88
5.4.2	Mikrohärte	89
5.4.3	Bruchflächenbetrachtung	90
5.4.4	Diskussion	91
5.5	Einfluss von Beschichtungen	95
5.5.1	Lebensdauer	95
5.5.2	Mikrohärte	96
5.5.3	Sekundärrisse	97
5.5.4	Bruchflächenbetrachtung	99
5.5.5	Diskussion	101
6	Zusammenfassung	107

Literaturverzeichnis	113
Abbildungsverzeichnis	131
Tabellenverzeichnis	135
Abkürzungs- und Symbolverzeichnis	137
A Anhang	139
A.1 Weibullstatistik Grundmaterial	139
A.1.1 0,5Hz Versuche	139
A.1.2 5Hz Versuche	141
A.1.3 50Hz Versuche	143
A.2 Weibullstatistik kugelgestrahlt	145
A.3 Weibullstatistik Voroxidation	148

1 Einleitung

Vor dem Hintergrund des weltweiten Klimawandels und der begrenzten Verfügbarkeit fossiler Energieträger ist die Reduktion des Energieverbrauchs und der daraus folgenden geringeren Emission an Treibhausgasen ein wichtiges Thema, welches zunehmend in den Fokus der Öffentlichkeit und der Politik rückt. Hierbei spielt die effiziente Nutzung der zur Verfügung stehenden Ressourcen eine essentielle Rolle, sowohl während der Produktion als auch während des Betriebs sowie des Recyclings, der Produkte. Eines der wichtigsten Treibhausgase ist CO_2 . 25% der weltweiten CO_2 Emissionen im Jahr 2018 stammen aus dem Transportsektor [1]. Dies bietet ein enormes Einsparpotential durch Effizienzsteigerung und Leichtbau.

Eine Möglichkeit ist es, die Antriebe effizienter zu gestalten. Im Falle von konventionellen Verbrennungsmotoren und Turbinen ist dies durch die Steigerung der Verbrennungstemperatur möglich. Dies stellt jedoch immer höhere Anforderungen an die verwendeten Materialien bezüglich Hochtemperaturfestigkeit und Oxidationsverhalten.

Eine vielversprechende Werkstoffgruppe, die ihr Potential bereits im Einsatz zeigt, sind die γ -Titanaluminide. Diese bieten mit einer Dichte von $3,9 - 4,2 \text{ g/cm}^3$ exzellente gewichtsspezifische Eigenschaften bis etwa 800°C . Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchte Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb (in At.-%) gehört zur zweiten Generation der γ -Titanaluminide [2]. Diese wird bereits in der Niederdruckturbinen der LEAP Triebwerke von SNECMA oder den GENxTM Triebwerken von General Electric eingesetzt [3], welche beispielsweise in der Boeing 747-8 oder 787 Dreamliner verbaut sind [4]. In den Triebwerken konnte infolgedessen eine signifikante Gewichtseinsparung erreicht

werden [5]. Die erwartete Gewichtseinsparung liegt bei ca. 20% für kleine Bauteile und bis zu 50% bei Gussbauteilen, was dem Hauptanwendungsbe- reich wie beispielsweise Turbinenschaufeln entspricht [6]. Die absolute Ge- wichtseinsparung in großen Triebwerken wie dem GE90 summiert sich auf über 150kg pro Triebwerk [5].

Jedoch ist die potentielle Einsatztemperatur durch Langzeitoxidation auf etwa 650 – 750 °C begrenzt [6]. Daher können Titanaluminide momentan beispiels- weise nur im kühleren Bereich der Niederdruckturbine eines Flugtriebwerks oder als Einlassventil eines Kolbenmotors die Nickelbasislegierungen bzw. Stähle mit deren jeweils deutlich höheren Dichten ersetzen.

Ein Ansatz, um den Einsatzbereich zu erweitern und das Leichtbaupotenti- al besser auszuschöpfen, sind Oxidationsschutzschichten, die bis zu 1000 °C vor Oxidation schützen können [7]. Diese hochtemperaturbeständigen Oxida- tionsschutzschichten sind jedoch meist sehr spröde, was sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften der beschichteten Bauteile auswirken kann.

In der Literatur wurden schon viele Fragestellungen bezüglich der Materialer- müdung, der Oxidation und der Materialversprödung von γ -Titanaluminiden diskutiert [3, 8–15]. Auch der Einfluss von Oxidationsschutzschichten wurde bereits untersucht [16–20]. Allerdings beschränken sich die bisherigen Veröf- fentlichungen meist auf das Oxidationsverhalten bei erhöhter Temperatur oder die mechanischen Eigenschaften bei Raumtemperatur. Bei den Hochtempera- turversuchen handelt es sich größtenteils um Kriechversuche an unbeschich- tetem Material, da Kriechen zusammen mit der Ermüdung die vorherrschende Beanspruchung von Turbinenbauteilen widerspiegelt. Vereinzelt wurden Hochtemperaturzugversuche an beschichteten Proben durchgeführt und publi- ziert. Die meisten der bisher untersuchten Oberflächenmodifikationen zielen darauf ab, die Einsatztemperaturen weiter zu steigern und somit den Anwen- dungsbereich der Titanaluminide zu erweitern. Aus diesem Grund ist es essen- tiell, auch die Hochtemperaturermüdungseigenschaften zu untersuchen.

Daher wurden in dieser Arbeit Zug-/Druckermüdungsversuche an unbehandelten, kugelgestrahlten sowie beschichteten Ti-48Al-2Cr-2Nb Proben bei 750 °C durchgeführt. Es wurden vier Oxidationsschutzschichten untersucht, welche von Projektpartnern zur Verfügung gestellt wurden. Aufgrund der hohen Versuchstemperatur von über 55 % der Solidustemperatur muss mit zeitabhängigen Kriech- und Oxidationseffekten gerechnet werden. Daher wurde an unbehandelten Proben zusätzlich die Versuchsfrequenz zwischen 0,5 Hz und 50 Hz variiert, um den Einfluss zeitabhängiger Schädigung zu untersuchen.

Ziel dieser Arbeit ist es, eine Datenbasis zu generieren auf deren Grundlage wichtige Erkenntnisse im Bezug auf die Materialermüdung und deren Einfluss auf das Versagensverhalten abgeleitet werden können. Mit diesen Erkenntnissen können geeignete Schutzschichten ausgewählt und optimiert werden. Da Kugelstrahlen häufig als Vorbehandlung für Beschichtungen verwendet wird, wurde ebenfalls der Einfluss einer Kugelstrahlbehandlung untersucht. Ein fernes Ziel wäre es, die mögliche Einsatztemperatur der γ -Titanaluminide zu steigern und somit das Leichtbaupotential weiter ausschöpfen zu können. Hierfür wäre ein tieferes Verständnis der Wechselwirkung zwischen Belastung, Grundmaterial und Beschichtung notwendig.

In Kapitel 2 werden zunächst die zum Verständnis der vorliegenden Arbeit notwendigen Grundlagen sowie der Stand der Technik erläutert. Dazu gehören die Werkstoffgruppe der Titanaluminide, die Ursachen der Materialermüdung, die Einführung in die angewendeten Werkstoffmodifikationen und deren Wechselwirkungen. Kapitel 3 befasst sich mit dem verwendeten Werkstoff, der Probenherstellung und den untersuchten Werkstoffzuständen. Anschließend folgt Kapitel 4 mit der Versuchsdurchführung sowie der Versuchsauswertung. Die Ergebnisse der Ermüdungsversuche der verschiedenen Probenzustände werden in Kapitel 5 dargestellt und diskutiert, bevor in Kapitel 6 die wichtigsten Ergebnisse zusammengefasst werden.

2 Kennnisstand

Dieses Kapitel befasst sich zunächst mit dem grundlegenden Aufbau von γ -Titanaluminiden und der Zusammensetzung der verwendeten Legierung. Anschließend wird näher auf die verwendeten Oberflächenmodifikationen eingegangen. Zuletzt werden die Grundlagen der Materialermüdung und der Einfluss der Oberflächenmodifikationen auf das Ermüdungsverhalten zusammengefasst.

2.1 Titanaluminide

Bei Titanaluminiden handelt es sich um eine intermetallische Verbindung aus Titan und Aluminium. Im binären Phasendiagramm von Titan und Aluminium, wie es in Abbildung 2.1 zu sehen ist, sind vier bei Raumtemperatur stabile intermetallische Phasen zu finden: Ti_3Al , $TiAl$, $TiAl_2$ und $TiAl_3$. Von technischer Relevanz sind vor allem die γ -Phase ($TiAl$), mit einer tetragonal flächenzentrierten Gitterstruktur und die α_2 -Phase (Ti_3Al) mit einer hexagonalen Gitterstruktur. Die Einheitszellen sind in Abbildung 2.2 abgebildet. Die ausgefüllten Kreise repräsentieren mit Titan Atomen besetzte Gitterplätze, die nicht ausgefüllten Kreise jene mit Aluminium.

Legierungen, die hauptsächlich aus der γ -Phase bestehen, werden γ -Titanaluminide (γ - $TiAl$) genannt. Diese bieten mit einem Aluminiumgehalt von 48 – 50 % und der daraus resultierenden geringen Dichte von 3,9 – 4,2 g/cm³ sehr gute gewichtsspezifische mechanische Eigenschaften. Zudem zeigen sie auch bei hohen Temperaturen einen guten Oxidationswiderstand [5, 21, 22].

Aufgrund dessen sind γ -TiAl vielversprechende Kandidaten, um Nickelbasislegierungen zu ersetzen, die eine deutlich höhere Dichte aufweisen. Erste Forschungen hierzu begannen bereits in den 1970ern [23]. Die im Rahmen dieser Arbeit verwendete Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb (in At.-%) (im folgenden kurz 48-2-2 genannt) wurde in den 1990ern entwickelt [6]. Der Aluminiumgehalt von 48 At.-% stellt dabei das Optimum bezüglich der erreichbaren Raumtemperaturduktilität dar [2]. Das Zulegieren von 2 At.-% Cr dient zur weiteren Verbesserung der Duktilität. Somit sind Bruchdehnungen von 2,5 – 3% bei Raumtemperatur möglich [5, 24]. Das häufigste Legierungselement in γ -TiAl ist Niob, da es die Oxidationsbeständigkeit erhöht [5, 25]. Zudem sorgt es für bessere Kriechbeständigkeit sowie gesteigerte Festigkeit bei hohen Temperaturen [26]. Dadurch zeichnet sich die Legierung durch ausgewogene mechanische Eigenschaften bezüglich Festigkeit und Kriechverhalten mit besonderem Fokus auf die Raumtemperaturduktilität aus.

Titanaluminide mit einem Aluminiumgehalt von 44 – 48 At.-% erstarren zunächst über die β -Phase aus der Schmelze. Bei der anschließenden peritektischen Reaktion bei 1491 °C bildet sich die α -Phase [2]. Bei weiterer Abkühlung folgt ein Zweiphasengebiet aus der α -Phase und der γ -Phase, welches mit der eutektoiden Reaktion, bei der die α -Phase in die α_2 -Phase und die γ -Phase zerfällt, abgeschlossen wird. Ausgehend von den Korngrenzen der α -Phase bilden sich hierbei α_2 und γ Lamellen [5]. Die Mikrostruktur von Titanaluminiden kann durch gezielte Wärmebehandlung in weiten Bereichen variiert werden, wodurch sich die mechanischen Eigenschaften einstellen lassen. Die Mikrostruktur kann, wie in Abbildung 2.3 zu sehen, in vier Kategorien eingeteilt werden [5, 27]: voll lamellar (FL), nahezu lamellar (NL), duplex (DP) und nah gamma (NG). Allgemein lässt sich sagen, dass mit steigendem lamellarem Anteil die Duktilität abnimmt und die Festigkeit, Schwingfestigkeit, Bruchzähigkeit, sowie der Kriechwiderstand zunehmen [25]. Neben dem Gefüge

haben auch die Korngröße und der Lamellenabstand einen großen Einfluss. Diese beeinflussen die Streckgrenze analog zur Hall-Petch Beziehung

$$R_{eS} = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{d_K}} \quad (2.1)$$

[28, 29]. Dabei entspricht R_{eS} der makroskopischen Streckgrenze, σ_0 der Streckgrenze eines Einkristalls bei günstiger Orientierung, K dem Korngrenzenwiderstand und d_K dem Korndurchmesser bzw. dem Lamellenabstand. Die Streckgrenze verhält sich somit proportional zu $\frac{1}{\sqrt{d_K}}$, d.h. je kleiner der Korndurchmesser bzw. der Lamellenabstand sind, desto größer ist jeweils die Streckgrenze.

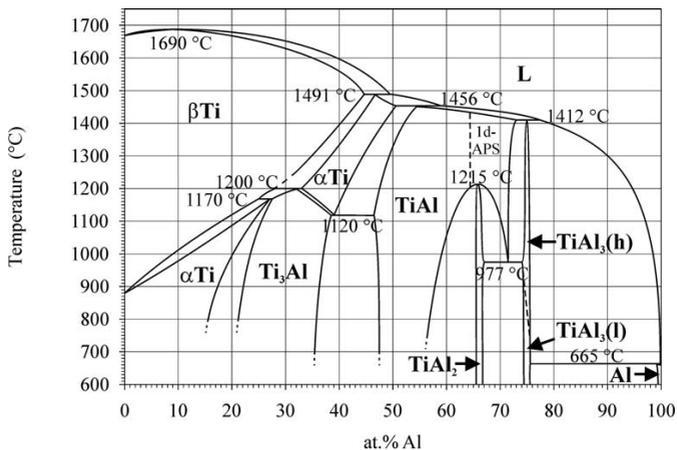


Abbildung 2.1: Binäres Phasendiagramm Ti-Al nach Schuster und Palm (entnommen aus [30])

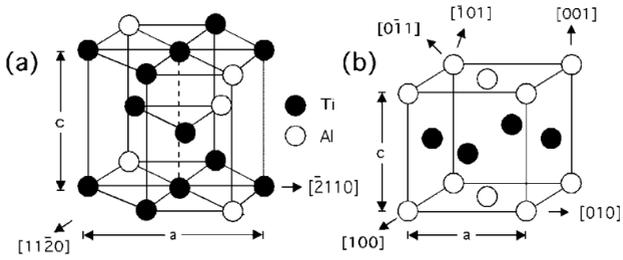


Abbildung 2.2: (a) Gitterstruktur der α_2 -Phase (Ti_3Al) mit den Gitterkonstanten $a = 0,5765 \text{ nm}$ und $c = 0,4625 \text{ nm}$. (b) Gitterstruktur der γ -Phase (TiAl) mit den Gitterkonstanten $a = 0,4000 \text{ nm}$ und $c = 0,4075 \text{ nm}$ [30]. (entnommen aus [5])

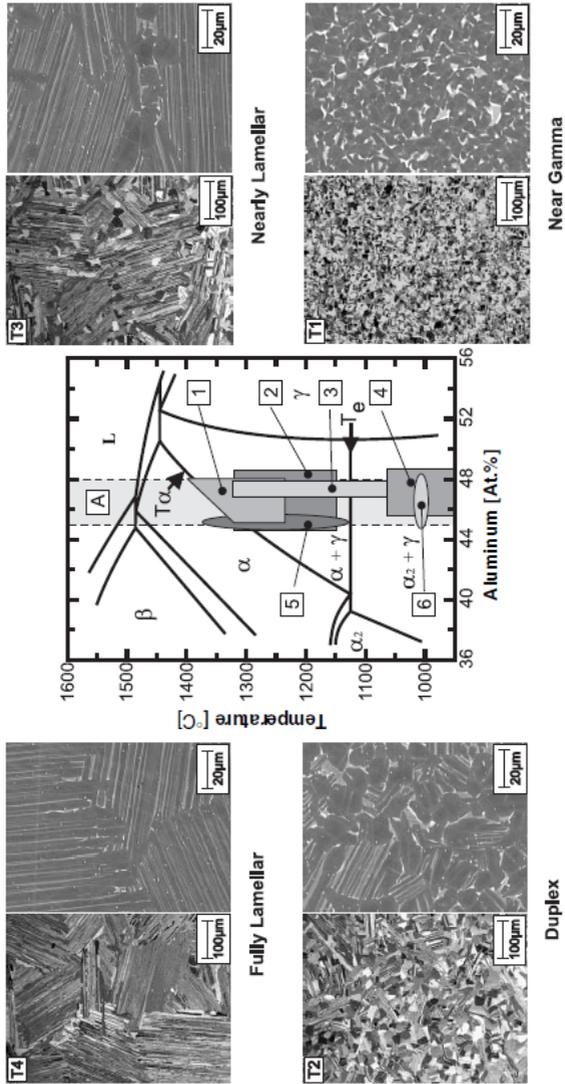


Abbildung 2.3: Einteilung möglicher Gefüge nach Leyens et al. (entnommen aus [5])

2.2 Ursachen der Materialermüdung

Unter Materialermüdung versteht man Werkstoffschädigung durch zyklische Beanspruchung, die auch unterhalb der makroskopischen Streckgrenze zum Bruch führen kann. Die Schädigung ist durch Rissbildung und anschließendes Risswachstum gekennzeichnet [31, 32]. Im Folgenden werden die dabei ablaufenden Stadien und Prozesse aus verschiedenen Quellen zusammengefasst [31–39].

Unter zyklischer Belastung kommt es in Metallen zu Beginn häufig zu makroskopisch beobachtbarer Ver- oder Entfestigung. Grundlage zur Beschreibung des Werkstoffverhaltens unter wechselnder Belastung ist die Hysteresekurve, wie sie schematisch in Abbildung 2.4 zu finden ist. Im Falle rein elastischer Beanspruchung ergibt sich die Hooke'sche Gerade (vgl. Abbildung 2.4a). Kommt es zu elastisch-plastischer Verformung, bilden sich Hystereseschleifen und es lassen sich, wie auch im Zugversuch, elastische ϵ_{el} und inelastische Dehnungen ϵ_{in} unterscheiden. Die, auf Versetzungsbewegung beruhende, inelastische Dehnung lässt sich wiederum in einen reversiblen ϵ_{pl}^{rev} und einen irreversiblen plastischen ϵ_{pl}^{irr} Anteil aufteilen. Der reversible plastische Anteil ist auf das Rückwärtsgleiten einiger Versetzungen zurückzuführen und tritt schon vor dem Nulldurchgang der Spannung ein. Dieser Effekt wird auch als Bauschinger Effekt bezeichnet. Der Anteil ist meist sehr gering und daher nicht immer messbar, wird bei Titanaluminiden jedoch häufig beobachtet [40, 41]. Im Rahmen dieser Arbeit wird zur Vereinfachung der Schnittpunkt der Hysterese mit der Mittelspannung als plastische Dehnung bezeichnet (vgl. Abbildung 2.4b), welcher genau genommen nur dem irreversiblen plastischen Anteil entspricht. Die zyklische Ver- oder Entfestigung beruht auf zyklischer plastischer Verformung aufgrund von Versetzungsenstehung, Versetzungsbewegung, Versetzungsauslöschung und deren Wechselwirkungen. Das Gleitverhalten von Versetzungen kann, abhängig von den Quergleit- und Klettermöglichkeiten, in

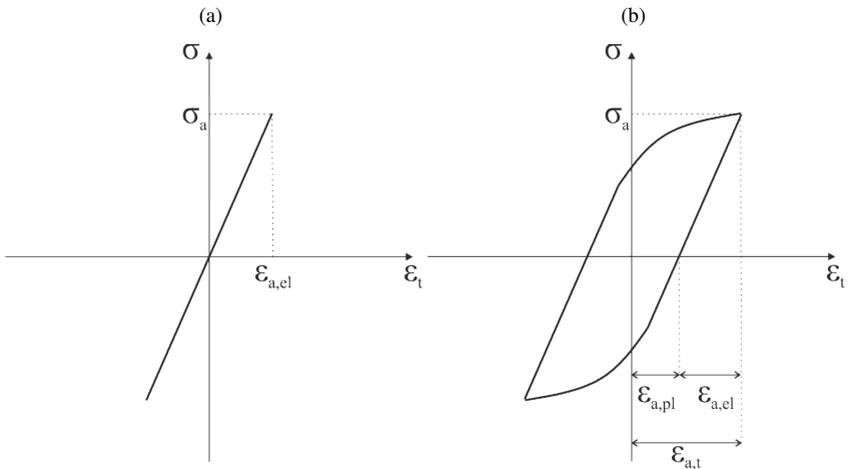


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung einer stabilen Hysterese bei (a) rein elastischer (b) elastisch plastischer Beanspruchung

„planares“ oder „welliges“ Gleiten unterschieden werden. Dies wird unter anderem durch die Temperatur, die Verformungsgeschwindigkeit und die angelegte Spannung beeinflusst [42, 43]. Hohe Temperaturen begünstigen bzw. ermöglichen erst Kletter- und Quergleitprozesse, wodurch welliges Gleiten gefördert wird. Die Versetzungen sind bei welligem Gleiten nicht mehr starr an ihre Gleitsysteme gebunden. Serrano et al. [41] beschreiben, dass es bei Ti-47Al-1Re-1W-0.2Si (At.-%) bei 750 °C bereits zu Quergleiten kommt. Da die Verformung nicht auf wenige Gleitebenen konzentriert ist, wird die Verformung in den Körnern homogener. Bei überwiegend planarem Gleiten konzentriert sich die plastische Verformung auf wenige Gleitebenen und es bilden sich typische Versetzungsstrukturen, die sogenannten Gleitbänder. Aufgrund der höheren Spannungskonzentration in den Gleitbändern fördert planares Gleiten Sprödbrüche [42]. Als Folge dessen hat das Gleitverhalten wiederum einen

großen Einfluss auf Anrissbildung und Kurzrissswachstum [36]. Auch die Korngröße hat einen Einfluss auf das Gleitverhalten. So fördern große Körner Quergleiten und somit welliges Gleitverhalten [42]. Abbildung 2.5 zeigt den Einfluss des Gleitverhaltens sowie der Temperatur und Versuchsfrequenz auf die Lebensdauer eines wellig gleitenden und eines planar gleitenden Werkstoffs. Für niedrige Temperaturen (T_0) gibt es weder bei welligem, noch bei planarem Gleiten einen Frequenzeinfluss [43]. Liegt welliges Gleiten vor, führen niedrige Versuchsfrequenzen sowie steigende Temperaturen zu einer niedrigeren Lebensdauer. Bei planarem Gleitverhalten hingegen führt eine Temperaturerhöhung zunächst, durch den Wechsel zu mehr welligem Gleitverhalten, zu einer gesteigerten Lebensdauer [43]. Bei sehr hohen Temperaturen entspricht das Verhalten des planar gleitenden Werkstoffs schlussendlich dem des wellig gleitenden. Bei planarem Gleitverhalten und niedrigen bis mittleren Temperaturen bilden die Versetzungen durch ihre Wechselwirkung untereinander, abhängig von Belastung und Ort, Versetzungsstrukturen aus, bis sich ein Sättigungszustand einstellt [43]. Je nach Belastung und Werkstoffverhalten bilden sich Venenstrukturen, Bandstrukturen oder Zellstrukturen [43]. Die entstandenen Versetzungsstrukturen stellen eine Lokalisierung der plastischen Verformung dar. Beispielhafte Versetzungsstrukturen in γ -TiAl sind in Abbildung 2.9 zu finden. Treffen diese Versetzungsstrukturen an die Bauteiloberfläche, bilden sich dort Ex- und Intrusionen, die als Spannungskonzentratoren bzw. Mikrokerben wirken. Neben den Ex- und Intrusionen führen auch Korngrenzen und oberflächennahe Einschlüsse zu Spannungskonzentrationen und somit auch zur Konzentration plastischer Verformung. In oder nahe den so entstandenen Gleitbändern können sich bei kleinen Beanspruchungsamplituden zunächst Mikrorisse bilden, bei größeren Beanspruchungsamplituden geschieht dies vermehrt an Korn- bzw. Phasengrenzen. Abhängig von Werkstoff und Beanspruchungsamplitude findet die Anrissbildung zwischen 1 – 30 % der Lebensdauer statt. Im weiteren Verlauf der Materialermüdung konzentrieren sich die mikrostrukturellen Vorgänge mehr und mehr lokal auf den Bereich vor der Risspitze.

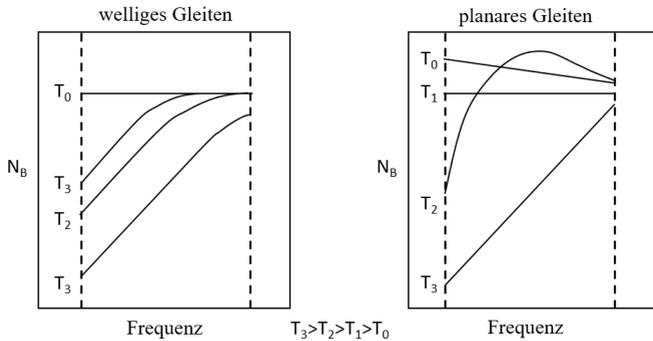


Abbildung 2.5: Temperatur- und Frequenzeinfluss auf die Lebensdauer von wellig und planar gleitenden Materialien [43]

Die so entstandenen Mikrorisse können unter weiterer zyklischer Beanspruchung wachsen. Dies geschieht im Falle des planaren Versetzungsgleitens zunächst schubspannungskontrolliert entlang der durch die Versetzungsbewegung geschwächten Mikrostruktur. Da Mikrorisse schubspannungskontrolliert entstehen, liegen diese meist im Gleitsystem mit dem größten Schmidfaktor vor, d.h. im Gleitsystem mit der höchsten Schubspannung. Maximal wird diese im 45° -Winkel zur Hauptnormalspannung. Liegt hingegen welliges Gleiten vor, breiten sich die Mikrorisse von Beginn an senkrecht zur Belastungsrichtung aus. Mikrorisse stoppen jedoch bei geringen Lasten häufig nach einigen Mikrometern an mikrostrukturellen Hindernissen, wie z.B. Korn- und Phasengrenzen. Bei hohen Belastungen hingegen werden diese Hindernisse schnell überwunden und die Risse können weiter wachsen.

Breiten sich die Mikrorisse weiter aus, so werden an der Risspitze durch die mit der Risslänge steigende Spannungsüberhöhung, analog zu welligem Gleiten, weitere Gleitsysteme aktiviert und es kommt zum Wechsel von Einfach- zu Mehrfachleitung. Dadurch bildet sich vor der Risspitze eine plastische Zone aus, welche von nun an das weitere Risswachstum bestimmt. Breiteten sich

die Mikrorisse durch planare Gleitvorgänge bisher entlang der durch Gleitbänder geschwächten Mikrostruktur nahe einem 45° -Winkel zur Hauptnormalspannung aus, so wechseln diese ihre Ausbreitungsrichtung zur energetisch günstigeren Ausbreitungsrichtung senkrecht zur vorliegenden Hauptnormalspannung. Ab diesem Zeitpunkt kann von Makrorissen gesprochen werden, welche sich zumeist transkristallin ausbreiten. Bei hohen Dehnraten, sowie erhöhten Temperaturen oder korrosiver Umgebung wird durch Schwächung der Korngrenzen interkristallines Risswachstum gefördert.

Das für die Makrorissausbreitung ausschlaggebende Spannungsfeld an der Risspitze lässt sich bruchmechanisch mit dem sogenannten Spannungsintensitätsfaktor K beschreiben. Dieser wird mathematische mit

$$\Delta K = \Delta \sigma \sqrt{\pi a} Y(a) \quad (2.2)$$

beschrieben. Dabei ist σ die Nennspannung, bzw. $\Delta \sigma$ die Nennspannungsschwingbreite, a die Risslänge und $Y(a)$ ein Geometriefaktor, der von der Geometrie des Risses und des Bauteils abhängt. Das in Abbildung 2.6 zu findende Paris-Diagramm beschreibt den Zusammenhang zwischen der Rissausbreitungsgeschwindigkeit und der Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors ΔK . Es lässt sich in drei Bereiche unterteilen. In Bereich 1 tritt unterhalb des Grenzwertes ΔK_{th} kein Makrorisswachstum auf. In Bereich 2, der auch als stabiles Risswachstum bezeichnet wird, ergibt sich bei doppellogarithmischer Auftragung ein linearer Bereich, der mit der sogenannten Parisbeziehung

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta K)^m \quad (2.3)$$

beschrieben werden kann. Dieser ist für die Lebensdauerbeschreibung rissbehafteter Bauteile wichtig. Im Bereich 3 tritt bei Überschreitung des kritischen Spannungsintensitätsfaktors bzw. der Bruchzähigkeit K_{Ic} instabiles Risswachstum auf und das Bauteil bricht.

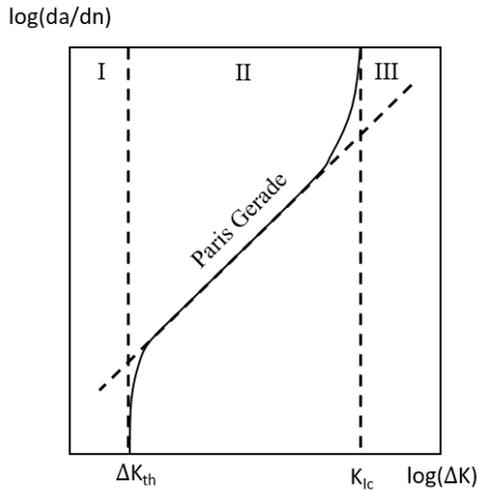


Abbildung 2.6: Parisdiagramm zur Beschreibung der Risswachstumsrate $\frac{da}{dN}$ in Abhängigkeit der zyklischen Spannungsintensität ΔK [37]

2.3 Oberflächenmodifikationen

Es gibt viele Möglichkeiten, den Oberflächenzustand eines Bauteils zu modifizieren. Nach DIN 8580 [44] zielen vor allem Hauptgruppe 5 „Beschichten“ und 6 „Stoffeigenschaft ändern“ auf die Oberflächeneigenschaften eines Bauteils ab. Im Rahmen dieser Arbeit wurden die Verfahren „Beschichten“ und „Kugelstrahlen“ als Unterkategorie der Änderung der Stoffeigenschaften verwendet. Auf diese beiden Verfahren wird im Folgenden näher eingegangen, bevor der Bezug zu den γ -TiAl Werkstoffen hergestellt wird.

2.3.1 Beschichten

Beschichtungen haben im industriellen Einsatz verschiedene Zwecke. Bei Hochtemperaturwerkstoffen dienen die Beschichtungen häufig zum Schutz vor Oxidation oder aggressiver Umgebung. Sie werden jedoch auch zur Reduktion des Verschleißes oder als Wärmedämmschicht verwendet [45]. Für Titanaluminide wurden in den letzten 25 Jahren hauptsächlich zwei Beschichtungsarten zum Schutz vor Oxidation entwickelt: die Deckschicht und die Diffusionsbeschichtung. Neben den genannten Beschichtungsarten sollte der Vollständigkeit halber noch der Halogeneffekt zum Schutz vor Oxidation genannt werden [7]. Im Rahmen dieser Arbeit wurden nur Deckschicht Beschichtungen untersucht. Diese wurden mittels verschiedener Beschichtungsverfahren aufgebracht, die im Folgenden kurz vorgestellt werden.

PVD-Verfahren

Bei PVD-Verfahren (Physical Vapour Deposition) wird der Beschichtungswerkstoff aus dem festen Zustand (Target) durch Beschuss mit Laser, Ionen, Elektronen, oder auch Lichtbogenentladung im Hochvakuum in die Dampfphase überführt. Wenn die Dampfteilchen auf das kalte Bauteil treffen, kondensieren diese dort wieder. Um die Dampfteilchen gezielt auf die zu beschichtenden Bauteile zu lenken, wird oftmals eine Spannung zwischen dem Target und dem Bauteil angelegt. Durch das PVD-Verfahren werden typische Hartstoffschichten, wie beispielsweise Titanitrid oder Titancarbonitrid, aufgetragen [46]. Eine Variante des PVD-Verfahrens ist das Magnetron Sputtering (MS). Dabei werden die Beschichtungswerkstoffe durch Elektronenbeschuss verdampft. Nachteilig ist bei diesem Prozess jedoch die geringe Abscheidungsrate und die hohe Aufheizung des zu beschichtenden Bauteils [47].

CVD-Verfahren

Im Gegensatz zu PVD-Verfahren wird bei CVD-Verfahren (Chemical Vapour Deposition) der Schichtwerkstoff durch chemische Reaktion aus der Gasphase abgeschieden. Diese Reaktionen finden unter Zuführung von Wärme statt, sodass die Reaktionsprodukte auf der Bauteiloberfläche kondensieren. Dadurch können auch komplexe Geometrien und Hohlkörper beschichtet werden, jedoch werden die Bauteile teils hohen Temperaturen ausgesetzt [46]. Eine für Hochtemperaturschutzschichten weit verbreitete und sehr einfache Variante des CVD-Verfahrens ist die Pack Cementation (PC) [48]. Dabei werden die zu beschichteten Bauteile in eine Pulvermischung, bestehend aus einer Quelle des Beschichtungselements und einem Aktivator, gelegt und im Ofen unter Schutzgasatmosphäre erhitzt.

2.3.2 Kugelstrahlen

Kugelstrahlen wird nach DIN 8580 [44] in die 6. Hauptgruppe der Fertigungsverfahren „Stoffeigenschaft ändern“ eingeteilt und fällt dort in die Gruppe 6.1 „Verfestigung durch Umformen“

Beim Kugelstrahlen wird die Oberfläche des Werkstücks, das Strahlgut, mit Partikeln beschossen, dem sogenannten Strahlmittel. Dabei wird die oberflächennahe Schicht plastisch kaltverformt, das Material darunter rein elastisch [49]. Um die plastische Verformung des Strahlmittels zu minimieren, sollte die Härte des Strahlmittels größer als die des Strahlguts gewählt werden [50]. Die Beschleunigung des Strahlmittels erfolgt meist durch ein Schleuderrad oder durch Druckluft [31]. Die Kugelstrahlbehandlung kann mit verschiedenen Zielen durchgeführt werden, beispielsweise zum Reinigen, Abtragen oder Verfestigen der Werkstückoberfläche.

Beim Kugelstrahlen können viele Prozessparameter in weiten Bereichen variiert werden. Das Strahlmittel kann sowohl aus metallischen (Stahlguss, Draht, etc.), als auch aus nichtmetallischen (Keramik, Glas, etc.) Teilchen bestehen [31] mit Durchmessern zwischen 0,05 mm und 1,5 mm [31, 49]. Neben den Strahlmitteleigenschaften sind auch die Strahlmittelgeschwindigkeit, die mit dem Strahl Druck oder der Schleuderradgeschwindigkeit zusammen hängt, der Düsenabstand, die Strahlzeit, der Strahlwinkel und die Überdeckung wichtige Parameter. Eine etablierte Variante, die Vielzahl der Parameterkombinationen zusammenzufassen, ist die Almenintensität [51]. Um diese zu bestimmen, wird ein Federstahlplättchen definierter Dicke mit definierter Zeit oder Zyklenzahl bestrahlt. Da durch das Kugelstrahlen die Oberfläche plastisch gestreckt wird, biegt sich das Plättchen. Die Strahlzeit, bzw. Zyklenzahl wird so lange verdoppelt, bis sich die Durchbiegung nur noch um maximal 10% erhöht. Ist der Sättigungszustand erreicht, entspricht die gemessene Durchbiegung der Almenintensität. Die Einheit der Almenintensität ist somit Millimeter. Die verwendete Plättchendicke wird durch einen weiteren angehängten Buchstaben (N, A oder C) gekennzeichnet.

Druckeigenspannungen

Ist das Ziel der Kugelstrahlbehandlung die Verfestigung der Werkstückoberfläche, wird das Verfahren auch als Verfestigungsstrahlen bezeichnet [50]. Hierbei treten in der Randschicht zwei sich überlagernde physikalische Effekte auf: die plastische Streckung und die Hertz'sche Pressung. Diese sind in Abbildung 2.7 schematisch dargestellt. Überwiegt die plastische Streckung, so sind die maximalen Eigenspannungen direkt an der Werkstückoberfläche zu finden. Dies ist besonders bei weichen Werkstoffen und hartem Strahlmittel der Fall. Überwiegt hingegen bei harten Werkstoffen die Hertz'sche Pressung, so verschiebt sich der Ort der maximalen Eigenspannungen unter die Oberfläche [50, 52]. Niederfestere TiAl Legierungen profitieren mehr vom Kugelstrahlen,

da diese stark verfestigen. Zudem können eine höhere Tiefenwirkung der Verfestigung und höhere Eigenspannungen erreicht werden [53].

Die eingebrachten Eigenspannungen können beispielsweise durch Röntgenbeugung oder die inkrementelle Bohrlochmethode bestimmt werden [54, 55]. Da die eingebrachten Eigenspannungen in erster Näherung mit der eingebrachten Kaltverfestigung korrelieren, können für einen qualitativen Verlauf auch Mikrohärtemessungen verwendet werden [56].

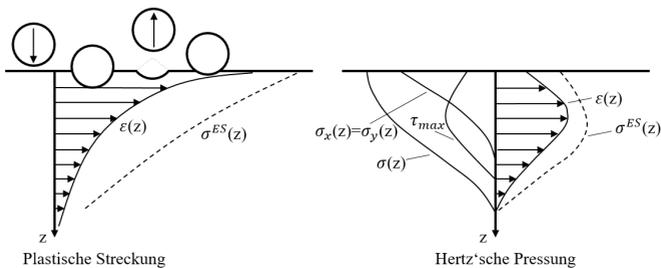


Abbildung 2.7: Plastische Verformung und Hertz'sche Pressung in der Werkstückoberfläche durch Verfestigungsstrahlen [57]

2.4 Isotherme Ermüdungsversuche

2.4.1 Schädigungsmechanismen

Ermüdungsverhalten von Titanaluminiden

Der allgemeine Ablauf der Materialermüdung wurde bereits in Abschnitt 2.2 beschrieben. In diesem Abschnitt wird spezifisch auf das Ermüdungsverhalten von Titanaluminiden eingegangen.

γ -Titanaluminide besitzen im Allgemeinen gute HCF (High-Cycle-Fatigue) Eigenschaften [6]. Im Temperaturbereich von 700 – 800 °C liegt das Verhältnis

von von Dauerfestigkeit zu Zugfestigkeit von Titanaluminiden bei etwa 0,5 während es bei Nickelbasislegierungen etwa zwischen 0,3 und 0,4 liegt [6]. Im Vergleich zur Streckgrenze beträgt die Dauerfestigkeit von Titanaluminiden häufig über 75 % der Streckgrenze [9]. Kumpfert et al. [8] stellten fest, dass die Dauerfestigkeit bei Biegewechselversuchen bei 600 °C sogar 95 % der Zugfestigkeit betragen kann. Dadurch kann auch bei niedrigen Beanspruchungen die Streckgrenze lokal überschritten werden [9] und die Hysteresen sind selbst im Bereich von 10^5 Zyklen typischerweise noch offen [10].

Aufgrund der Kaltverfestigung (vgl. Abbildung 2.8) zeigt 48-2-2 in dehnungskontrollierten Versuchen bei Raumtemperatur im Vergleich zur Streckgrenze eine hohe Dauerfestigkeit. Mit steigender Dehnungsamplitude steigt auch die Verfestigung [12, 58], welche bei hohen Dehnungsamplituden auf Zwillingsbildung zurückzuführen ist [9]. Versetzungsvenen bilden sich bei mittleren Dehnungsamplituden aus [9]. Niedrige Dehnungsamplituden führen nur zu Beginn der Beanspruchung zur Verfestigung, bevor ein stabiles Verhalten einsetzt. Dies geschieht ohne Ausbildung einer Versetzungsstruktur [9]. Beispielhafte Versetzungsstrukturen sind in Abbildung 2.9 zu finden.

Im Gegensatz zum Raumtemperaturverhalten zeigt 48-2-2 bei 750 °C ein zyklisch neutrales Verhalten unabhängig von der Größe der vorgegebenen Dehnungsamplitude [58, 59]. Jedoch trat bei dehnungskontrollierten Versuchen ($R = 0,1$) bei 538 °C eine Mittelspannungsrelaxation auf [10].

Schädigung durch Korrosion

Korrosion bezeichnet allgemein die physikalische, chemische oder elektrochemische Reaktion eines Metalls mit seiner Umgebung. Im Falle der Reaktion mit Sauerstoff spricht man von Sauerstoffkorrosion oder auch Oxidation. Die Reaktionsgeschwindigkeit ist stark temperaturabhängig, aber auch der Oberflächenzustand hat einen großen Einfluss [35]. Laut Leyens und Peters [5] kann die Bildung einer Oxidschicht allgemein in vier Schritte unterteilt werden:

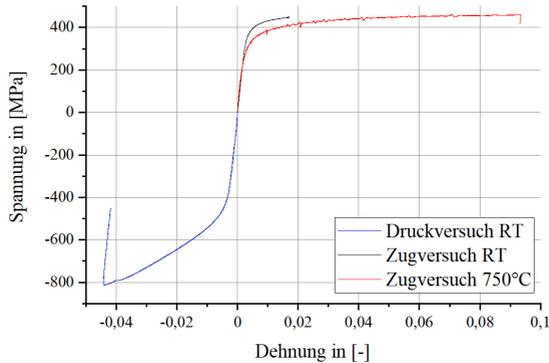


Abbildung 2.8: Verformungsverhalten des verwendeten Werkstoffes 48-2-2 bei Raumtemperatur und bei 750°C unter Zug- und Druckbeanspruchung

1. Adsorption von Sauerstoff an der Werkstoffoberfläche
2. Keimbildung
3. Laterales Keimwachstum
4. Wachstum der kompakten Oxidschicht

Titanaluminide sind bis ca. 800°C oxidationsbeständig [3, 13], jedoch kommt es dennoch zu einer, wenn auch geringen, Bildung einer Oxidschicht. Die entstandene Oxidschicht besteht bei Titanaluminiden hauptsächlich aus TiO_2 (Rutil) und Al_2O_3 (Aluminiumoxid). Da bevorzugt das Aluminium oxidiert [5, 61], entsteht im Grundmaterial nahe der Oberfläche die α_2 -Phase (Ti_3Al) [62]. Die entstandene Oxidschicht kann in Abhängigkeit von Dicke und Dehnung anreißen [63]. Die zugrundeliegende Dehnung kann mechanischer oder auch thermischer Art sein. Das Versagen der Oxidschicht kann nach Neu et al. [63] in zwei Typen unterteilt werden. Bei Typ I reißt die Oxidschicht lokal an und gibt die darunterliegende ungeschützte Oberfläche frei, die dann erneut korrodiert. Die Oxidschicht ist dabei fest haftend. Typ II zeigt dagegen

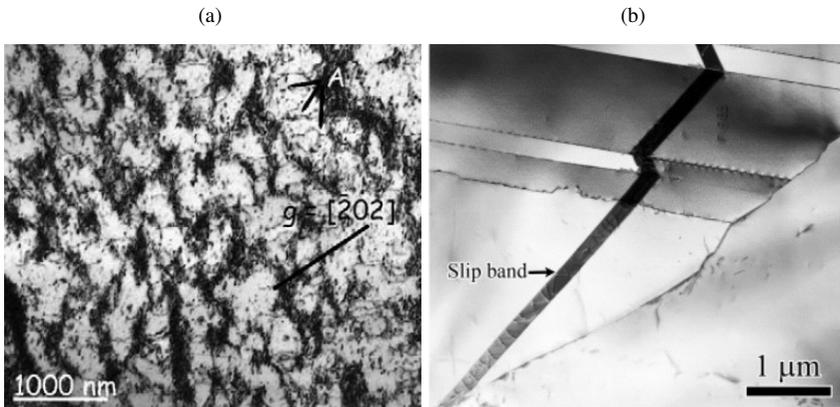


Abbildung 2.9: (a) Venenstruktur in Ti-48Al-2Cr-2Nb nach Raumtemperaturermüdung (entnommen aus [59]) und (b) Gleitband in γ -Lamellen in Ti-47Al-2Cr-2Nb nach Raumtemperaturermüdung (entnommen aus [60])

ein großflächiges Ablösen der Oxidschicht von der Bauteiloberfläche. Dadurch wird ein größerer Teil der Oberfläche weiterer Oxidation ausgesetzt und eine neue, unter der vorigen liegende, Oxidschicht gebildet. Besonders bei einem Verhalten nach Typ I kann der Riss abhängig von der Belastung und Tiefe wachsen, was zu einer Verringerung der Lebensdauer führt [10]. Zusätzlich wird der tragende Querschnitt reduziert, wodurch bei kraftkontrollierten Beanspruchungen mit der Zeit die resultierende Belastung steigt.

Versprödung durch thermische Vorbelastung

Obwohl Titanaluminide bis ca. 800 °C anwendbar sind und bis in diesen Temperaturbereich eine gute Oxidationsbeständigkeit aufweisen [3, 13], tritt schon bei deutlich niedrigeren Temperaturen Oxidations- und Stickstoffversprödung auf [10, 13–15]. Dabei diffundieren Stickstoff, bzw. Sauerstoff in das Material ein und werden interstitiell gelöst, wodurch sich die Bruchdehnung signifikant verringert. Bei der Entstehung dieser versprödeten Schicht können auch

Eigenspannungen durch den Herstellungsprozess eine Rolle spielen [13]. Die Versprödung zeigt sich durch einen Duktilitätsverlust in Raumtemperaturzugversuchen [13, 14] (vgl. Abbildung 2.10). Bei Zugversuchen bei 200°C ist dieser Effekt schon nicht mehr zu beobachten [13, 64]. Jedoch entstehen in der spröden Schicht, unabhängig von der Versuchstemperatur, Sekundärrisse. Diese können sich, besonders in Gegenwart von Luftfeuchtigkeit, weiter ausbreiten und somit die Raumtemperaturduktilität stark reduzieren [13].

Wright et al. haben gezeigt, dass die spröde Schicht, der sogenannte „alpha-Case“ durch Diffusion von Sauerstoff und Stickstoff in die Oberfläche entsteht [10]. Dass es sich nur um eine Versprödung der Oberfläche handelt, wurde ebenfalls gezeigt [10, 13, 14]. Durch mechanisches Entfernen der obersten 100µm [14] bzw. 6µm [13] konnte die Duktilität der Probe nach thermischer Vorbelastung größtenteils wieder hergestellt werden. Da die Eindiffusion von Sauerstoff eine Mischkristallverfestigung bewirkt, kann diese beispielsweise durch eine gesteigerte Mikrohärtung nachgewiesen werden [14, 17]. Lamirand et al. [65] untersuchten den Einfluss des Sauerstoffgehaltes in einer Ti-48Al-2Cr Legierung auf die Mikrohärtung. Hierzu stellten sie Abgüsse mit einem definierten Sauerstoffgehalt her und beobachteten einen näherungsweise linearen Zusammenhang zwischen dem Sauerstoffgehalt und der Mikrohärtung. Dieser ist in Abbildung 2.11 zu finden. Jedoch wird bei alleiniger Betrachtung der Mikrohärtung die Tiefenwirkung der Versprödung unterschätzt [10]. Daher haben Wright et al. [10] zur besseren Abschätzung der effektiven Anrissstiefe in der versprödeten Schicht eine Formel entwickelt. Diese basiert auf einem empirischen Ansatz ähnlich dem Larson-Miller-Parameter, welcher üblicherweise zur Abschätzung thermisch aktivierter Vorgänge wie beispielsweise Kriechen oder Anlassen verwendet wird. Die effektive Anrissstiefe a_{eff} lässt sich durch

$$a_{eff} = -177 + 0,0162 \cdot T_{exp} \cdot [20 + \log(t_{exp})] \quad (2.4)$$

abschätzen, wobei T_{exp} der Expositionstemperatur in Kelvin und t_{exp} der Expositionsdauer in Stunden entspricht.

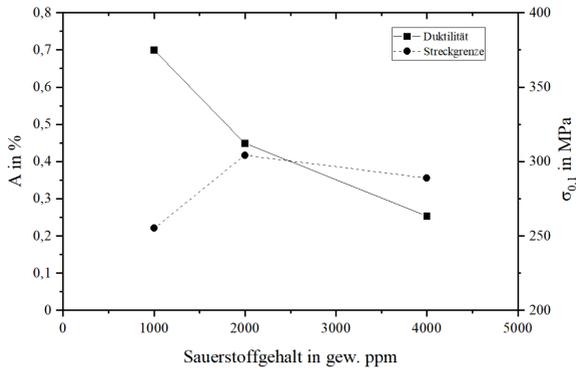


Abbildung 2.10: Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Bruchdehnung und die 0,1 % Dehngrenze von Ti-48Al [65]

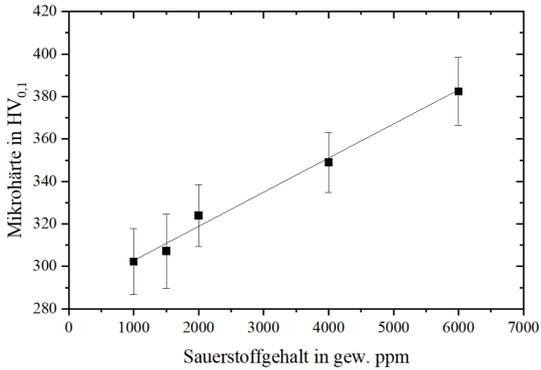


Abbildung 2.11: Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Mikrohärte von TiAl [65]

Wechselwirkung der Schädigungsarten

Bei der Überlagerung von Schwing- und Oxidationsbeanspruchung können die auftretenden Schädigungsmechanismen in vielfältiger Art miteinander interagieren und sich dabei beschleunigen oder verlangsamen. Durch die Vielzahl an Einflussgrößen gibt es bisher noch keinen allgemeinen theoretischen Ansatz und auch eine quantitative Berechnung der Überlagerung ist nicht möglich [35]. So können Risse durch Oxidationsversprödung schneller wachsen oder auch durch Oxidbildung an den Rissflanken verlangsamt werden. Da Oxidationsschutzschichten meist spröde sind [45, 66, 67], neigen diese unter Ermüdungsbeanspruchung zu frühen Anrissen, da schon bei geringen Dehnungsamplituden deren Bruchdehnung überschritten wird [68, 69]. Aufgrund der Kerbwirkung können die Risse aus der Beschichtung teilweise schnell in das Substrat übergehen und damit die Lebensdauer deutlich verkürzen. Daher können Oxidationsschutzschichten, die gut gegen Oxidation schützen, früh Risse initiieren und somit die Lebensdauer reduzieren. Durch die, wenn auch nur lokal auftretende, plastische Verformung während einer Ermüdungsbeanspruchung und dem daraus resultierenden Aufreißen oder Abplatzen der Passivschicht wird die Korrosion beschleunigt [35]. Zusätzlich erzeugen die Oxidationsprodukte häufig Zugeigenspannungen nahe der Oberfläche [35]. Diese fördern ebenfalls die Rissentstehung und das anschließende Risswachstum.

Weiterhin ist bei Titanaluminiden Versprödung durch Eindiffusion von O_2 und N_2 in die Oberfläche ein bekanntes Phänomen. Diese Oberflächendegradation wird nicht nur durch Voroxidation hervorgerufen, sondern tritt auch während der Belastung des nicht vorbelasteten Materials auf. Die versprödete Schicht kann bei Ermüdungsversuchen relativ früh anreißen und somit vorzeitiges Versagen herbeiführen [10]. Die Dauerfestigkeit wird letztendlich dadurch bestimmt, ob der Schwellenwert gegen Rissausbreitung überschritten wird oder nicht. Mit zunehmender Temperatur steigt die Diffusionsgeschwindigkeit, daher können bei Ermüdungsversuchen bei erhöhten Temperaturen Sauerstoff

und Stickstoff weiter und schneller in des Material eindringen und infolgedessen tiefere Risse initiieren.

Voroxidation bei 850 °C für 300h in Luft reduzierte beispielsweise die RT Lebensdauer von Ti-45Al-8Nb-0,2C (in At.-%) stark, bei hoher Spannungsamplitude sogar um mehrere Größenordnungen [20]. Im Gegensatz zu unbelasteten Proben, zeigen oxidationsversprödete Proben bei Raumtemperaturermüdung zahlreiche Sekundärrisse [13]. Die Sekundärrisse sind bevorzugt in der versprödeten Schicht zu finden. Die Risswachstumsrate wird jedoch nicht von Dauer und Temperatur der Voroxidation beeinflusst [10]. Aufgrund der Sprödigkeit der meisten Oxidationsschutzschichten [45, 66, 67] können in diesen, analog zu der versprödeten Oberflächenschicht des unbeschichteten Materials, ebenfalls Risse initiieren und somit zum Versagen der Probe bzw. des Bauteils führen.

Durch die Zeitabhängigkeit der Korrosion hat die Versuchsfrequenz bei hohen Temperaturen oder korrosiver Umgebung essentiellen Einfluss auf die Lebensdauer [35]. Diese beeinflussen nicht nur die Korrosionsrate, sondern auch den Rissfortschritt durch Schwingrisskorrosion oder Spannungsrisskorrosion [35]. Bei sehr langsamen Versuchsfrequenzen kann zusätzlich zur mechanischen und korrosiven Schädigung auch Kriechschädigung einsetzen. Damit ist bei metallischen Werkstoffen ab etwa 40 % der Solidustemperatur ($0,4T_S$) zu rechnen. Ein weiterer zeitabhängiger Effekt bei hohen Temperaturen ist die Relaxation von Eigenspannungen und Rekristallisation. Folglich können kaltverfestigte und eigenspannungsbehaftete Werkstoffzustände, wie sie beispielsweise nach einer Kugelstrahlbehandlung vorliegen, wieder entfestigen bzw. relaxieren und so ihren positiven Einfluss auf die Lebensdauer verlieren, wenn nicht sogar negativ beeinflussen [53].

2.4.2 Einfluss von Kugelstrahlen

Typischerweise entstehen Ermüdungsrisse an der Proben- oder Bauteiloberfläche [35, 45, 70]. Dies soll durch Kugelstrahlen, welches die Bauteiloberfläche kaltverfestigt und Druckeigenspannung einbringt, verhindert werden. Als Folge des oberflächennah veränderten Werkstoffzustandes werden dort die Rissinitiierung und -ausbreitung behindert, was in einer höheren Ermüdungslebensdauer resultiert [34, 71–73]. Dies beruht darauf, dass die vorherrschenden Eigenspannungen wie lokale Mittelspannungen wirken [34, 35]. Dementsprechend reduzieren die eingebrachten Druckeigenspannungen die maximalen Zugspannungen, was das Risswachstum bremst und somit die lokale Dauerfestigkeit erhöht [74]. Die Kaltverfestigung erhöht die Streckgrenze und reduziert dadurch die Versetzungsbewegung, was den Rissinitiierungsprozess behindert. Mit einer entsprechenden Kugelstrahlbehandlung wurden an Ti-47Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B (in At.-%) eine Härtesteigerung an der Oberfläche von 45 – 100 % im Vergleich zum Grundmaterial erreicht. Der Übergang zur Härte des Grundmaterials lag zwischen 120 µm und 300 µm unterhalb der Oberfläche. Dadurch konnte die Bruchlastspielzahl im HCF Bereich um 2-3 Größenordnungen gesteigert werden [74].

Kugelstrahlen kann allerdings zu Fehlern und Rissen in der Proben- oder Bauteiloberfläche führen, welche die gewünschte positive Wirkung ins Negative verlagern können [74]. Daher muss laut Hénaff et al. [9] bei hohen Temperaturen die kugelgestrahlte Oberfläche poliert werden, um die eingebrachten Oberflächendefekte zu entfernen. Die einzelnen Kugeleinschläge führen zu Vertiefungen in der Proben- oder Bauteiloberfläche, welche als Spannungskonzentratoren wirken [34]. Meist überwiegen jedoch die positiven Auswirkungen der Druckeigenspannungen die negativen Auswirkungen der erhöhten Oberflächenrauheit [75]. Daher müssen für spröde Materialien die Kugelstrahlparameter sorgfältig ausgewählt werden [74]. In der Literatur wurde an Ti-47Al-1,5Nb-1Cr-1Mn-0,2Si-0,5B (in At.-%) bis 0,4 mm N kein Überstrahlereffekt beobachtet [74].

Bei erhöhten Temperaturen können die durch die Kugelstrahlbehandlung eingebrachten Eigenspannungen relaxieren und die Verfestigung reduziert werden. Diese Effekte sind besonders bei Hochtemperaturwerkstoffen wie γ -TiAl in Betracht zu ziehen. So relaxieren Eigenspannungen laut Hénaff et al. oberhalb von 600°C schnell [9]. Lindemann et al. [74] beobachteten, dass sich nach 50 Stunden bei 650°C die eingebrachten Druckeigenspannungen signifikant verringerten und sogar Zugeigenspannungen entstehen konnten.

Ein weiterer Effekt bei hohen Temperaturen sind Änderungen in der Mikrostruktur durch Rekristallisation oder Phasenumwandlung. Huang et al. [53] beobachteten innerhalb der ersten 40µm von der Oberfläche verbogene Lamellen nach dem Kugelstrahlen. In dieser verformten Oberflächenschicht kann sich die Mikrostruktur durch Rekristallisation und Auflösung der α_2 Phase ändern, wie es von Lindemann et al. in den ersten 10 – 80µm unterhalb der Probenoberfläche beobachtet wurde [74]. Da sich die Eigenspannungen und Härtesteigerungen schnell abbauen, ist es wahrscheinlich, dass das Ermüdungsverhalten maßgeblich von der Mikrostruktur des Grundmaterials bestimmt wird [74]. Zu einer ähnlichen Erkenntnis kamen Jones et al. [76], die feststellten, dass es bei Ermüdungsversuchen bei 760°C zu einer rekristallisierten Schicht nahe der gedrehten Oberfläche kam, was zu einer Verlagerung der Rissinitiierung ins Volumen führte. Dies verbesserte zudem die Ermüdungsfestigkeit.

2.4.3 Einfluss von Oxidationsschutzschichten

Die Verwendung von Oxidationsschutzschichten kann sowohl Vor- als auch Nachteile für die Bauteillebensdauer mit sich bringen. Sofern sie gut haftend und dicht sind, können sie sowohl die Oxidation, als auch mögliche Versprödung effektiv verhindern. Trotzdem kann die Lebensdauer durch Beschichtungen auch verkürzt werden. Hierfür gibt es nach Brady et al. [15] drei Hauptgründe:

1. die Bildung einer spröden Beschichtung-Grundmaterial-Reaktionszone
2. die Sprödigkeit der Beschichtung selbst und
3. die Differenzen im thermischen Ausdehnungskoeffizienten zwischen Grundmaterial und Beschichtung.

Nach Christ et al. [36] sind die mechanischen Eigenschaften der Beschichtung für das Schädigungsverhalten ausschlaggebend. Meist sind die verwendeten Schutzschichten spröder als das Grundmaterial, was die mechanischen Eigenschaften, wie Zugfestigkeit, Bruchdehnung oder auch das Ermüdungsverhalten, beschichteter Proben und Bauteile negativ beeinflussen kann [66, 67]. Jedoch ist es schwierig, die Schutzschichten separat zu testen [45]. Daher sollen im Folgenden die wichtigsten Erkenntnisse zusammengefasst werden. Da es nur wenige Veröffentlichungen zur Hochtemperaturermüdung von beschichteten Titanaluminidlegierungen gibt, werden in Unterabschnitt 2.4.4 zum Vergleich weitere Hochtemperaturlegierungen hinzugezogen.

Obwohl Oxidationsschutzschichten bis zu 1000 °C vor Oxidation schützen können [7], ist ihre Sprödigkeit ein großer Nachteil, was sich meist auch nachteilig auf das Ermüdungsverhalten auswirkt [77, 78]. Zur Vermeidung einer spröden Beschichtung-Grundmaterial-Reaktionszone können beispielsweise keramische Schichten als Diffusionsbarriere zwischen Substrat und Beschichtung verwendet werden [7]. Häufiger werden keramische Schichten jedoch als

Wärmedämmschichten auf einer metallischen oxidationsbeständigen Haftvermittlerschicht verwendet, wodurch bei innengekühlten Turbinenschaufeln die Anwendungstemperatur gesteigert werden kann [79].

Abbildung 2.12 zeigt beispielsweise den Einfluss einer metallischen Ti-60Al-13Cr-1Y (in At.-%) Beschichtung auf die Raumtemperaturlebensdauer. Diese wird sowohl im HCF, als auch im LCF Bereich stark reduziert. Doch selbst angerissene Oxidationsschutzschichten können zumindest die Oxidationsbeständigkeit steigern. Obwohl viele Risse aufgrund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten auftraten, konnte bei 850 °C an CrAlY/N/CrN beschichtetem Ti-47Al-8Nb (in At.-%) eine um Faktor 3 reduzierte Oxidationsrate beobachtet werden [80]. Dies weist auf einen deutlich reduzierten Sauerstoffzugang zum Grundmaterial hin. So wurde auch bei Zugversuchen von TNM-B1 bei 850 °C nach Voroxidation (300h, 850 °C) kein Einfluss auf die Duktilität durch Oberflächenversprödung beobachtet. Bei beschichteten Proben wurde die Duktilität sogar gesteigert, was auf wirksamen Schutz gegen Versprödung hinweist [81].

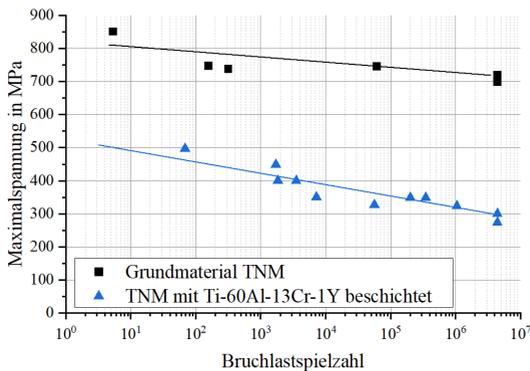


Abbildung 2.12: Spannungswöhlerkurve bei Raumtemperatur und $R = -1$ von unbeschichtetem Ti-45Al-8Nb (TNM) und mit Ti-60Al-13Cr-1Y beschichtet nach Voroxidation bei 850 °C für 300h [19]

2.4.4 Einfluss von Oxidationsschutzschichten auf die Ermüdungseigenschaften anderer Hochtemperaturlegierungen

Bei der Beschreibung des Einflusses von Beschichtungen auf das Ermüdungsverhalten muss zwischen Diffusionsschutzschichten und Deckschichten, sowie dem Raumtemperatureinfluss und dem Hochtemperatureinfluss unterschieden werden. Da in dieser Arbeit nur der Einfluss von Deckschichten auf das Hochtemperaturverhalten untersucht wurde, wird sich auf eine kurze Zusammenfassung der hierfür relevanten Effekte beschränkt.

Nach Tamarin [45] hängt der Einfluss von Beschichtungen auf die mechanischen Eigenschaften von Superlegierungen von der Kombination mehrerer Faktoren ab:

1. Eigenspannungen an der Oberfläche
2. Anreißen der Beschichtung und damit möglicherweise beschleunigte Schädigung des Grundmaterials
3. Änderung der mechanischen Eigenschaften des Grundmaterials durch den Beschichtungsprozess
4. Änderung der oberflächennahen Mikrostruktur durch den Beschichtungsprozess

Da Risse üblicherweise an der Oberfläche von Turbinenschaufeln beginnen [45], haben Schutzschichten eine besondere Bedeutung. Wird die Steckgrenze oder sogar die Zugfestigkeit der Beschichtung überschritten, kommt es zu einem frühzeitigen Anreißen der Schutzschicht. Dies hängt von der Einsatztemperatur ab. Ist bei niedrigen Temperaturen die Beschichtung noch spröde, so

entstehen dort früh Risse. Werden die Beschichtungen mit steigender Temperatur duktiler, gibt es laut Getsov et al. [78] keine nachteiligen Effekte. Abhängig von Temperatur und Belastung kann es zu Einfach- oder auch Mehrfachanrissen kommen [45]. Bei Hochtemperaturversuchen mit beschichteten Proben sind die vielen Anrisse auf der Oberfläche das auffälligste Merkmal [45]. Diese Risse wirken als Spannungskonzentratoren und führen zu Mehrfachrissinitiierung im Grundmaterial. Das Risswachstum hängt dann vom Grundmaterial und der Probengeometrie ab, sowie dem Verhältnis von Schichtdicke zu Proben- bzw. Bauteildicke [45]. Daher sollte dieses Verhältnis auch im Versuch beibehalten werden. Wachsen diese Risse nicht in das Grundmaterial oder werden diese dort schnell gestoppt, wird die Lebensdauer im Vergleich zum unbeschichteten Material nur geringfügig beeinflusst. Allerdings kommt es durch die Risse zu einem lokalen Oxidationsangriff mit reduzierter Zugänglichkeit für Sauerstoff. Je nach Versuchszeit kann dies eine untergeordnete Rolle spielen. Entstehen die Risse unterhalb der beschichteten Oberfläche, ist kein Einfluss auf die Dauerfestigkeit zu erwarten [45].

Tamarin [45] beobachtete zudem, dass sich typischerweise mehrere Oberflächenrisse vereinen und es somit zu einer Rissinitiierung am kompletten Umfang kommt. Einen Einfluss auf die Lebensdauer hatte dies jedoch nicht, da die versagenskritischen Risse meist 0,2 – 0,8mm unterhalb der Oberfläche entstanden.

2.4.5 Einfluss der Prüffrequenz

Bei zyklisch belasteten Bauteilen kann die Belastungsfrequenz während ihres Einsatzes variieren. Das Ziel von Laborversuchen ist es, die reale Belastung so gut wie möglich abzubilden. Für eine effiziente Versuchsdurchführung im Labor ist eine möglichst hohe Prüffrequenz wünschenswert, da somit die Versuchszeit reduziert werden kann. Dabei muss jedoch sichergestellt werden,

dass die Prüffrequenz keinen Einfluss auf die Lebensdauer oder das Versagensverhalten der geprüften Bauteile hat. In der Literatur finden sich viele Hinweise auf den Einfluss der Prüffrequenz auf die Lebensdauer [23, 35, 36, 82] und das Rissausbreitungsverhalten [83, 84].

Wenn man hohe Temperaturen, Korrosion und Belastungen nahe der Streckgrenze ausschließt, ist bei Stählen im Bereich von 1 Hz bis 1000 Hz laut Radaj et al. [35] nur ein geringer Frequenzeinfluss zu beobachten. Setowaki et al. [82] konnten zwischen 10 Hz und 20 kHz ebenfalls einen Frequenzeinfluss auf die Bruchlastspielzahl beobachten. Die Vielzahl der Einschränkungen zeigt schon, dass im Allgemeinen mit einem Einfluss der Prüffrequenz auf die Lebensdauer gerechnet werden muss.

Werden Stähle in korrosiver Umgebung geprüft, nimmt die Dauerfestigkeit mit zunehmender Versuchsfrequenz zu. Zudem ist unter Korrosionseinfluss keine echte Dauerfestigkeit zu erwarten und die Wöhlerlinie fällt stetig ab [35]. Auch der Korrosionsangriff selbst ist in den meisten Fällen spannungs- oder verformungsabhängig [36]. Neben korrosiven Medien können aufgrund der beschleunigten Diffusion auch hohe Temperaturen Korrosion fördern. Dabei kommt es zusätzlich zu einer Überlagerung von Kriech- und Ermüdungsschädigung [35]. So wählen Planck et al. [14] für Rissausbreitungsversuche an Ti-46Al-2Nb-2Cr-1Mo-0,2B (in At.-%) eine Frequenz von 10 – 20 Hz und für Ermüdungsversuche 60 Hz, um die Überlagerung von Kriech- und Ermüdungseffekten zu minimieren. Auch die Rissfortschrittsrate nimmt mit zunehmender Temperatur und abnehmender Frequenz aufgrund von temperaturabhängigen Werkstoffkennwerten und Umgebungseinflüssen zu [35]. Dadurch wird vor allem der LCF-Bereich beeinflusst, in welchem die Lebensdauer hauptsächlich durch das Rissausbreitungsverhalten bestimmt wird.

Auch das Versagensverhalten kann sich mit der Prüffrequenz ändern. Bei niedrigen Versuchsfrequenzen oder Versuchen mit Haltezeiten reduziert sich meist

die Lebensdauer aufgrund von Kriechprozessen und es sind vermehrt interkristalline Risse zu finden [36]. Dies lässt sich allerdings nicht nur durch eine Umlagerung elastischer in plastische Verformung durch Kriecheffekte erklären, da es auch bei Versuchen mit plastischer Dehnungskontrolle auftritt. Vielmehr haben thermisch aktivierte Prozesse, wie Oxidation und bevorzugtes interkristallines Anreißen, einen großen Einfluss [43]. Durch die Dehnratenabhängigkeit der Steckgrenze und Zugfestigkeit [8] ergibt sich ein weiterer Einflussfaktor auf das Ermüdungsverhalten. Auch Serrano et al. [41] beschreiben für Ti-47Al-1Re-1W-0,2Si mit Duplexgefüge bei 750 °C eine deutliche Steigerung der Hysteresenfläche bei der Verringerung der Dehnrates von 10^{-3} s^{-1} auf 10^{-4} s^{-1} , jedoch nur einen geringen Einfluss zwischen 10^{-4} s^{-1} und 10^{-5} s^{-1} . Abgesehen davon führen niedrige Frequenzen bei hohen Temperaturen aufgrund einer größeren plastischen Dehnungsamplitude zu einer früheren Rissinitiation und dadurch zu einer Verkürzung der Lebensdauer [43]. Darüber hinaus führen thermisch aktivierte Verformungsprozesse und Oxidation zu einem Wechsel von transkristalliner zu interkristalliner Rissinitiation, was auch die Lebensdauer reduziert [43]. Sehr hohe Frequenzen können ebenfalls die Lebensdauer reduzieren, sodass es zu einem Maximum der Lebensdauer bei mittleren Frequenzen kommen kann [84]. Die erneute Verringerung der Lebensdauer bei hohen Frequenzen führen die Autoren auf die Lokalisierung der Verformung zurück.

Da in der vorliegenden Arbeit überwiegend Hochtemperaturversuche an Laborluft betrachtet werden, ist davon auszugehen, dass die Prüffrequenz einen nennenswerten Einfluss auf die Lebensdauer und das Versagensverhalten hat.

3 Verwendete Werkstoffe und Probengeometrien

In diesem Kapitel werden die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Werkstoffe und Probengeometrien beschrieben. Bei den untersuchten Werkstoffen wird zwischen dem Grundwerkstoff der Ermüdungsproben, sowie den Oxidationsschutzschichten unterschieden.

3.1 Grundwerkstoff

Der verwendete Grundwerkstoff TiAl 48-2-2 hat nominell eine Zusammensetzung von 48 At.-% Titan, 48 At.-% Aluminium, 2 At.-% Chrom und 2 At.-% Niob. Die tatsächliche Zusammensetzung wurde mittels einer ICP-OES Analyse am Institut für Angewandte Materialien - Angewandte Werkstoffphysik (IAM-AWP) am Karlsruher Institut für Technologie (KIT) bestimmt und ist in Tabelle 3.1 zu finden. Das Material wurde von *GfE Nürnberg* durch Schmelzguss in Barren mit einem Durchmesser von 80mm hergestellt. Nach dem Gießen wurde das Material für 4h bei 1200 °C und 190MPa heißisostatisch gepresst (HIP), um das Material zu homogenisieren und um mögliche Gussporen zu schließen.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung des Grundwerkstoffes TiAl 48-2-2

Ti in At.-%	Al in At.-%	Cr in At.-%	Nb in At.-%	C in ppm	N in ppm	O in ppm
48,2	47,8	1,9	2,1	99	< 28 ^a	560

^a Unterhalb der Nachweisgrenze

3.1.1 Grundgefüge

Die nach dem HIPen entstandene grobe Mikrostruktur ist in Abbildung 3.1 abgebildet. Das Gefüge besteht hauptsächlich aus der γ -Phase (93 %) mit kleinen Anteilen an α_2 -Phase (3 %) und β -Phase (4 %) [85]. Der mittlere Korndurchmesser beträgt ca. 60 μm , wobei die einzelnen Körner eine große Streuung zwischen 10 μm und 500 μm bezüglich ihrer Größe aufweisen [85]. In den globularen Körnern sind viele Gusszwillinge vorhanden. Die lamellaren Körner bestehen aus eher groben γ -Lamellen von etwa 0,45 μm Dicke, die durch sehr feine α_2 -Lamellen voneinander getrennt sind [85, 86]. Da die Gefügeanteile der globularen und lamellaren Körner ähnlich groß sind, kann das Gefüge als Duplex-Gefüge (DP) bezeichnet werden [5].

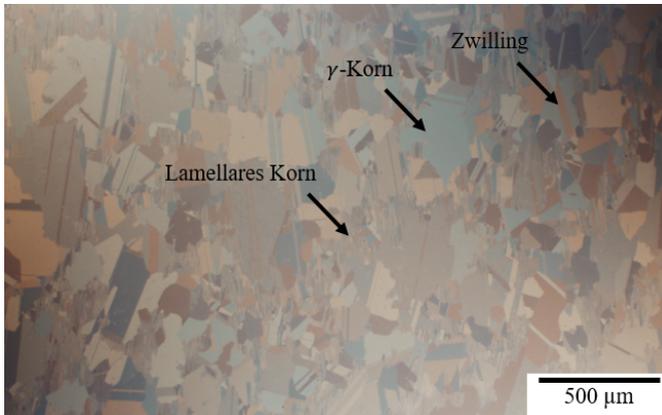


Abbildung 3.1: Lichtmikroskopische Aufnahme des Duplex Gefüges

3.2 Probenherstellung

Zur Probenherstellung wurden von den Gussbarren zunächst 78 mm lange Stücke abgetrennt. Aus diesen Stücken wurden nach dem in Abbildung 3.2 abgebildeten Schnittplan Zylinder mit einem Durchmesser von 12,5 mm herausgerodiert. Nach dem Erodieren wurden die Proben eindeutig gekennzeichnet und auch deren Entnahmestelle dokumentiert, sodass mögliche Gefügeeinflüsse, die durch den Erstarrungsprozess entstehen können, in den späteren Untersuchungen mit berücksichtigt werden können.

Aus diesen Zylindern wurden dann durch Drehen gemäß Abbildung 3.3 die Proben herausgearbeitet. Dies sollte aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit mit ausreichend Kühlmittel geschehen [5]. Lasalmonie et al. stellten fest, dass Drehen und Fräsen prinzipiell möglich sind, jedoch das Material gewöhnlich bis zu 100 – 200 μm unter der Oberfläche geschädigt wird [6]. Dies deckt sich mit den Erkenntnissen von Jones et al., die in den ersten 20 μm eine etwa verdoppelte Härte beschreiben, die bis zu 180 μm beobachtbar ist [76]. Über den Einfluss der gedrehten Randschicht liegen unterschiedliche Beobachtungen vor. So erwarten Hénaff et al. [9], dass die gedrehte Oberfläche die

Lebensdauer reduziert. Laut Jones et al. [76] verbessert sich durch die Entstehung einer rekristallisierten Schicht, welche die Rissinitiation hemmt, die Hochtemperaturermüdungsfestigkeit. Die entstandene kaltverfestigte Schicht sowie mögliche Eigenspannungen können durch Schleifen deutlich reduziert werden [9].

Eigene Untersuchungen zeigten, dass der Drehprozess bis zu $70\mu\text{m}$ tiefe Risse in die Probenoberfläche einbringen kann. Durch diese bereits vorhandenen Risse entfällt das Stadium der Rissentstehung im Ermüdungsprozess, das vor allem bei der HCF einen Großteil der Ermüdungslebensdauer einnimmt. Das würde dazu führen, dass die Ermüdungsversuche vielmehr das Risswachstumsverhalten abbilden, was schlussendlich zu einem frühzeitigen Versagen der Proben führt. Das Risswachstumsverhalten wurde schon vielfach untersucht [83, 87–96, 96–99]. Aus diesem Grund wurden diesbezüglich keine weitere Untersuchungen durchgeführt.

Da Titanaluminide aufgrund ihrer geringen Bruchdehnung sehr anfällig für Defekte sind [6] und die Probenoberfläche möglichst unverformt und eigenspannungsfrei sein sollte, wurde die Messstrecke zunächst mit $0,2\text{mm}$ Übermaß gefertigt. Dieses Übermaß wurde auf einer CNC-Schleifmaschine mit einem Diamantschleifkopf entfernt. Zuletzt wurden die Proben noch manuell mit Schleifpapier bis zu einer Körnung von 1000 geglättet. Die finale Probengeometrie ist in Abbildung 3.3 zu finden. Abbildung 3.4 vergleicht den Tiefenverlauf der Mikrohärtigkeit gedrehter und geschliffener Messstrecken. Es ist deutlich zu erkennen, dass durch den Schleifprozess die oberflächennahe Mikrohärtigkeit signifikant reduziert wurde und nur noch eine geringe Härtesteigerung vorhanden ist. Die Mikrohärtigkeit an der geschliffenen Oberfläche entspricht in etwa jener in $200\mu\text{m}$ Tiefe der gedrehten Oberfläche. Das entspricht dem durch den Schleifprozess entfernten Material und zeigt, dass durch den Schleifprozess keine weitere Kaltverfestigung eingebracht wurde.

Die so gefertigten Proben dienen als Basis für alle weiteren Untersuchungen und Oberflächenmodifikationen.

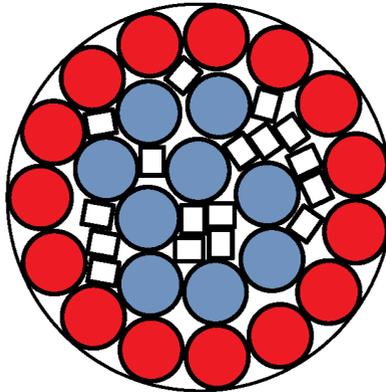


Abbildung 3.2: Schnittplan zum Herausrodieren der Proben. Randproben sind rot dargestellt, Kernproben blau. Zur optimalen Materialausnutzung wurden zusätzlich Rechteckproben erodiert.

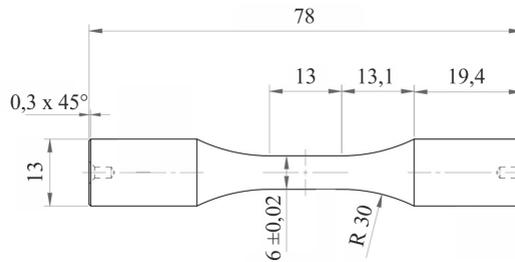


Abbildung 3.3: Geometrie der Ermüdungsproben

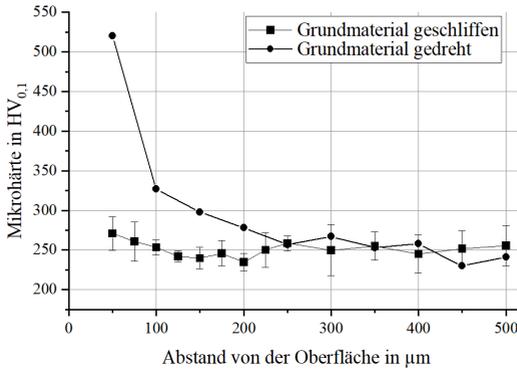


Abbildung 3.4: Tiefenverlauf der Mikrohärtigkeit in der Messstrecke gedrehter und geschliffener Proben

3.3 Untersuchte Zustände

In den folgenden Abschnitten werden die getesteten Zustände beschrieben. Es wurden unbehandelte Proben als Vergleichsbasis sowie kugelgestrahlte, voroxidierte und vier beschichtete Zustände getestet. Die Oxidationsschutzschichten wurden von den Projektpartnern am DLR Köln, IFM Gliwice (Polen) und SUT Katowice (Polen) mittels Chemical Vapour Deposition (CVD), Physical Vapour Deposition (PVD), Pack Cementation (PC) und Closed Hollow Cathod - Physical Vapour Deposition (CHC-PVD) auf die Proben aufgebracht. Um die Wirksamkeit der Oxidationsschutzschichten deutlicher hervorzuheben wurden alle beschichteten Proben für 300h bei 850 °C voroxidiert.

3.3.1 Unbehandelt

Als Vergleichsbasis für die untersuchten Oberflächenmodifikationen dienen die unbehandelten Proben. Diese wurden nach der in Abschnitt 3.2 beschriebenen Methode gefertigt. Sie bilden zudem die Grundlage für alle weiteren Oberflächenmodifikationen.

3.3.2 Voroxidiert

Die Voroxidation fand bei 850°C für 300h statt. Dadurch wird die Degradation für lange Prüfzeiten bei hohen Temperaturen simuliert. Die gleiche Voroxidation wurde auch mit den beschichteten Proben durchgeführt. Daher dienen die unbeschichtet voroxidierten Proben als weiterer Vergleich, um die Effekte der Voroxidation und der Beschichtung trennen zu können.

3.3.3 Kugelgestrahlt

Die Kugelstrahlbehandlung wurde mittels einer industriellen Druckluftkugelstrahlanlage der Firma *BAIKER* mit dem Strahlmittel S110 durchgeführt. S110 entspricht runden Stahlkugeln mit einer Härte von 46HRC (Härtewert nach Rockwell vgl. [100]) und einem Durchmesser von 0,3 – 0,35 mm. Der Strahl- druck betrug 1,5 bar, die Fördermenge 1,2 kg/min, der Düsenabstand 100 mm, der Düsendurchmesser 8 mm und die Verfahrensgeschwindigkeit 1000 mm/s. Es wurden vier Überfahrten durchgeführt. Die daraus resultierende Almenintensität beträgt 0,4 mm A.

3.3.4 TiCrAlY Schicht

Die Ti-60Al-13Cr-1Y (in At.-%) Beschichtung wurde mittels Magnetron Sputtern (MS), einer Variante des PVD-Beschichtens, am DLR Köln hergestellt. Es wurden reine Titan-, Aluminium-, Chrom- und Yttrium-Targets verwendet. Die etwa 10 μm dicke Beschichtung wurde bei einer Temperatur von 450 $^{\circ}\text{C}$ aufgebracht. Die Mikrostruktur nach 300 Ein-Stunden-Zyklen bei 850 $^{\circ}\text{C}$ ist in Abbildung 3.5 abgebildet. Sie besteht aus der TiCr_2 Laves-Phase, der γ -TiAl Phase, einer Cr verarmten Zone oberen und einer Cr und Nb angereicherten unteren Interdiffusionszone sowie dem Grundmaterial [19]. Weitere Details zu Herstellung und Mikrostruktur sind in [19, 101] zu finden.

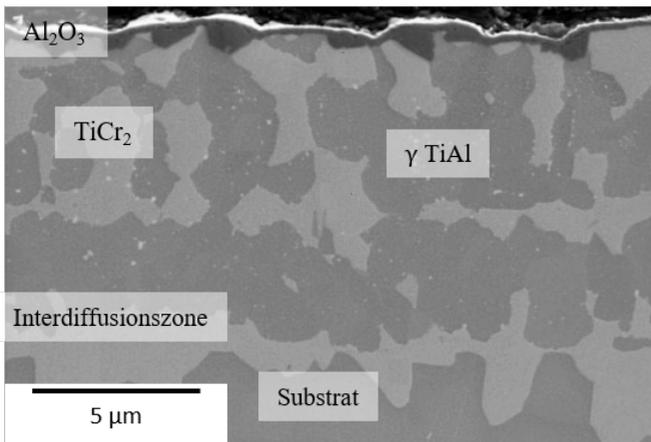


Abbildung 3.5: Mikrostruktur der TiCrAlY-Beschichtung nach 300 Ein-Stunden-Zyklen bei 850 $^{\circ}\text{C}$ (entnommen aus [19])

3.3.5 TiCrAlYSi Schicht

Die Ti-57,2Al-15,1Cr-0,2Y-0,6Si (in At.-%) Beschichtung wurde am SUT und IFM mittels Closed Hollow Cathod - Physical Vapour Desposition (CHC-PVD) und einem Compound Target mit der nominellen Zusammensetzung Ti-54Al-14Cr-0.5Si-0.5Y (in At.-%) hergestellt [102]. Die Schicht war zunächst etwa 15 μm dick und wuchs während der Voroxidation durch Interdiffusion mit dem Grundwerkstoff auf 25 μm an. Abbildung 3.6 zeigt die Mikrostruktur¹ der Beschichtung nach 300h Oxidation bei 850 °C. Die Interdiffusionszone ist im BSE Kontrast nicht zu erkennen, wurde jedoch in [19] nachgewiesen.

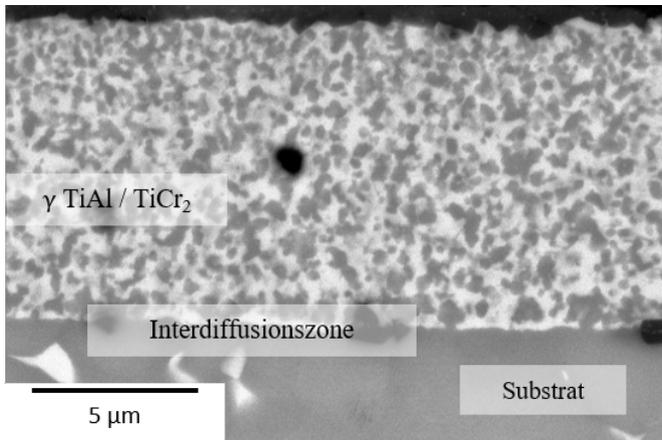


Abbildung 3.6: Mikrostruktur der TiCrAlYSi-Beschichtung nach 300h bei 850 °C

¹ vielen Dank an Frauke Hinrichs für die REM Aufnahme

3.3.6 SiAl-MS Schicht

Die Al-18Si (in At.-%) Schicht wurde mithilfe des Magnetron Sputterns (MS), einer Variante des Physical Vapour Desposition (PVD) Verfahrens am DLR Köln aufgebracht, welches bereits in Unterabschnitt 2.3.1 beschrieben wurde. Die Beschichtung wurde mit reinen Aluminium- und Siliziumtargets bei 200°C und unter $0,3 \cdot 10^{-5}$ mbar Argon Atmosphäre aufgebracht. Die resultierende Schutzschicht hatte eine Dicke von ca. 25 µm. Anschließend wurde die Beschichtung 20h bei 550°C in Luft wärmebehandelt. Die entstandene Mikrostruktur nach der Oxidation für 300h bei 850°C ist in Abbildung 3.7 zu finden und zeigt einen äußeren globularen und einen inneren säulenförmigen Bereich. Auffällig ist der hohe Anteil der spröden Ti_5Si_3 Phase vor allem im globularen Bereich und im Übergang globular zu säulenförmig. Weitere Details sind in [103] zu finden.

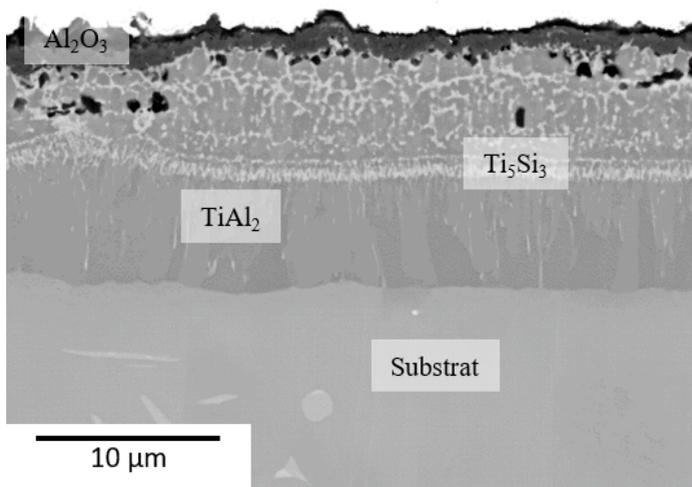


Abbildung 3.7: Mikrostruktur der SiAl-MS Beschichtung nach 300h bei 850°C (entnommen aus [85])

3.3.7 SiAl-PC Schicht

Die Al-75Si-2,4Nb (in At.-%) Schicht wurde am SUT und IFM mithilfe der Pack Cementation (PC), einer Variante der Chemical Vapour Deposition (CVD), aufgebracht. Hierfür wurden Siliziumpulver und aluminiumhaltiges Pulver² (ACP (Aluminium Containing Powder)) mit dem inerten Füllstoff Al_2O_3 , sowie einem NH_4Cl Aktivator verwendet. Der Beschichtungsprozess wurde bei 850°C über 8 h durchgeführt [104, 105]. Die resultierende Schutzschicht hat eine Dicke von ca. $25\ \mu\text{m}$ und entspricht der in [105] beschriebenen low-Si Schicht mit einem Siliziumgehalt von 80 Gew.-%. Die in Abbildung 3.8 abgebildete Mikrostruktur zeigt nach Voroxidation für 300 h bei 850°C im Vergleich zur SiAl-MS Schicht ebenfalls einen äußeren globularen und inneren säulenförmigen Bereich, jedoch einen deutlich geringeren Anteil an Ti_5Si_3 .

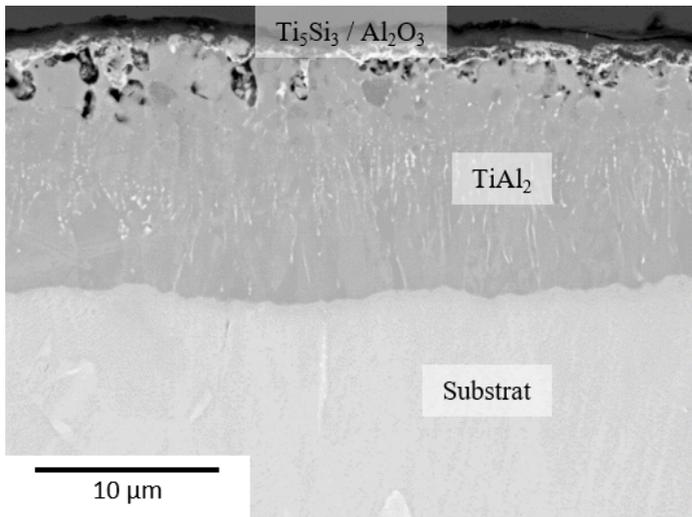


Abbildung 3.8: Mikrostruktur der SiAl-PC Beschichtung nach 300h bei 850°C (entnommen aus [85])

² die exakte Zusammensetzung kann aufgrund einer Industriekooperation nicht angegeben werden

4 Versuchsdurchführung und Auswertung

Dieses Kapitel befasst sich mit der Versuchsvorbereitung, der Versuchsdurchführung sowie der dazugehörigen Auswertung der im Rahmen dieser Arbeit gewonnenen Daten.

4.1 Versuchsdurchführung

4.1.1 Metallographische Präparation

Zur Untersuchung der Mikrostruktur und des Schädigungsverhaltens wurden metallographische Schlitte angefertigt. Hierfür wurden an den zu untersuchenden Stellen Proben herausgetrennt und mit dem Einbettmittel *EpoMet* des Herstellers *Buehler* warm eingebettet. Die Präparation bestand aus aufeinanderfolgenden Schleifschritten bis zu einer Körnung von 4000 und anschließendem Polieren mit einer 9 μm und einer 3 μm Diamantsuspension. Abschließend wurden die Proben noch mit einer Mischung aus 100ml OPS Suspension und 20ml Wasserstoffperoxid ätzpoliert.

Dieser Zustand eignete sich für Rasterelektronenmikroskop (REM) Untersuchungen. Im Lichtmikroskop hingegen war der Kontrast noch relativ gering. Zur besseren Darstellung des Gefüges wurden die Proben vor der lichtmikroskopischen Untersuchung geätzt. Dies geschah mit einer siebensekündigen

Ätzung nach Kroll (100ml destilliertes Wasser, 50ml Ethanol (96%), und 5g Ammoniumbifluorid) [106].

4.1.2 Lichtmikroskopie

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen des Gefüges wurden mit einem Mikroskop vom Typ *Zeiss Axiovert 200 MAT* mit einer maximalen Vergrößerung von 1000x durchgeführt. Die ätzpolierten (und teilweise zusätzlich geätzten) Proben wurden zur Untersuchung des Gefüges unter einem unvollständig eingebauten zirkularen DIC Filter betrachtet, bei dem der Analysator weggelassen wurden. Dies bewirkt im Vergleich zu polarisiertem Licht einen stärkeren Kontrast der Gefügebestandteile.

Die Bruchflächen wurden unter einem Makroskop vom Typ *Wild Heerbrugg M420 ZOOM* mit einer maximalen Vergrößerung von 32x untersucht. Durch die Oxidation der Rissfläche während der Hochtemperaturversuche waren hiermit der Rissursprung sowie die Rissausbreitung sehr gut zu erkennen.

Zusätzlich zur Bruchflächenanalyse wurden bei ausgewählten Proben die Sekundärrisse analysiert. Hierfür wurden, wie in Abbildung 4.1 zu sehen, Stücke herausgetrennt und Längsschliffe erstellt, die unter dem Mikroskop betrachtet wurden. In diesen Längsschliffen konnten die entstandenen Sekundärrisse an der Probenoberfläche und im Probenvolumen mit Hilfe von Hellfeldaufnahmen mit unvollständig eingebautem DIC Filter sowie Dunkelfeldaufnahmen untersucht und vermessen werden.

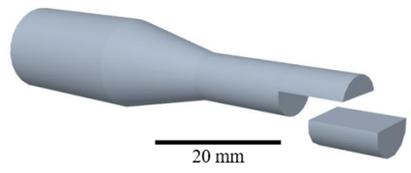


Abbildung 4.1: Schematische Entnahme der Längsschliffe (entnommen aus [107])

4.1.3 Rasterelektronenmikroskopie

Zur detaillierten Untersuchung des Gefüges und der Bruchflächen wurden Aufnahmen an einem Rasterelektronenmikroskop (REM) vom Typ *Zeiss EVO 50* durchgeführt. Als Beschleunigungsspannung wurden 15 – 20kV verwendet. Es stand sowohl ein Sekundärelektronenanalysator (SE) zum Erfassen der Topographie, als auch ein Analysator für Rückstreuielektronen (BSE), der einen Orientierungs- und Ordnungszahlenkontrast ergibt, zur Verfügung.

4.1.4 Eigenspannungsmessungen

Die durch das Kugelstrahlen eingebrachten Eigenspannungen wurden auf zwei Arten bestimmt. Zum einen wurden die Eigenspannungsmessungen mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie ermittelt und zum anderen mit der inkrementellen Bohrlochmethode. Beide Methoden und deren Vor- bzw. Nachteile werden im Folgenden näher erläutert.

Röntgendiffraktometrie

Zur Bestimmung der Eigenspannungen durch Röntgendiffraktometrie wurde das $\sin^2 \psi$ Verfahren mit Ni gefilterter CuK-Strahlung verwendet [108]. Als Primäroptik wurde eine Lochblende mit 1mm Durchmesser verwendet und auf der Sekundärseite ein 2mm großer Schlitz vor dem Szintillationszähler. Im Bereich von $-60^\circ \leq \psi \leq 60^\circ$ wurden 17 Probenneigungen äquidistant in $\sin^2 \psi$ gemessen. Zur Bestimmung der Eigenspannungen wurde von den γ -TiAl {204}/{312}-Reflexen die stärkere {312}-Beugungslinie durch einen Pearson VII Multi-Peak-Fit separiert. Hierfür wurden ein E-Modul von $E_{312} = 171$ GPa und eine Querkontraktionszahl von $\nu_{312} = 0,25$ verwendet. Der Tiefenverlauf wurde über stufenweise elektrochemisches Abtragen und wiederholte Messung realisiert [86].

Dieses Verfahren bietet eine präzise Bestimmung der Eigenspannungen. Jedoch müssen für eine zuverlässige Messung möglichst viele Körner zum Beugungsbild beitragen. Durch die Beschränkung der Probengröße kann diese Methode nicht an beliebig grobkörnigem Material verwendet werden, da mit zunehmender Korngröße immer weniger Körner an der Beugung beteiligt sind. Von dieser Problematik wurde auch schon im Zusammenhang mit Ti-47Al-2Cr-2Nb von Jones et al. [76] berichtet. Dadurch waren an nicht kugelgestrahlten Proben keine Messungen möglich und an kugelgestrahlten Proben nur bis etwa 200 μm Tiefe, da sonst der Messfehler zu groß wurde und die Messung nicht mehr aussagekräftig war.

Inkrementelle Bohrlochmethode

Die inkrementelle Bohrlochmethode bietet eine einfache Möglichkeit, die Eigenspannungen und deren Tiefenverlauf zu bestimmen. Dies ist unabhängig vom Gefüge und dessen Zustand möglich. Zusätzlich entfällt die Notwendigkeit des elektrochemischen Abtragens der Oberfläche, wie sie beispielsweise bei der Röntgendiffraktometrie notwendig ist, um einen Tiefenverlauf zu erhalten.

Die inkrementelle Bohrlochmethode wurde mit einem Bohrgerät vom Typ *RS-200* der *Vishay Measurements Group* und einem TiN-beschichteten Fräswerkzeuge mit einem Durchmesser von 0,8 mm durchgeführt. Die Dehnungsrelaxationen wurden mit DMS-Rosetten des Typs *EA-06-031RE-120* der *Vishay Measurements Group* gemessen. Die Spannungen wurde mit Hilfe eines differentiellen Ansatzes und den elastischen Konstanten $E_{312} = 171 \text{ GPa}$ und $\nu_{312} = 0,25$ bestimmt [86].

4.1.5 Kugelstrahlen

Die Kugelstrahlbehandlung wurde auf einer industriellen Druckluftkugelstrahlanlage der Firma *BAIKER* durchgeführt. In Vorversuchen wurden hierfür die optimalen Strahlparameter hinsichtlich erzielter Oberflächenverfestigung und Druckeigenspannungen bei gleichzeitiger Vermeidung von Oberflächendefekten ermittelt. Von besonderer Bedeutung waren hierbei die Auswahl des Strahlmittels, der Almenintensität und der Überdeckung. Die Einflüsse dieser Parameter wurden bereits in Unterabschnitt 2.3.2 näher erläutert.

Als Strahlmittel standen S110 und S330 zur Verfügung. Bei beiden handelt es sich um runde Stahlkugeln mit einem mittleren Durchmesser von 0,3 – 0,35 mm im Falle von S110 und 0,9 mm bei S330. Die Härte war in beiden Fällen mit 46HRC angegeben.

In Vorversuchen wurden an Zylindern mit einem Durchmesser von 12,4 mm und einer Dicke von 10 mm die Kugelstrahlparameter optimiert. Hierfür wurden der Strahl Druck, der Massendurchsatz, das Strahlmittel sowie die Verfahrensgeschwindigkeit variiert. Für jeden Parametersatz wurde die Almenintensität, die Überdeckung und die Oberflächenrauheit bestimmt. Zudem wurde eine Rissprüfung per Farbeindringverfahren durchgeführt und metallographische Querschliffe angefertigt, um mögliche eingebrachte Oberflächendefekte zu erkennen. An drei vielversprechenden Zuständen wurde zusätzlich der Verlauf der Mikrohärtigkeit sowie der Eigenspannungen bestimmt.

Der verwendete Parametersatz ist in Unterabschnitt 3.3.3 zu finden.

4.1.6 Isotherme Ermüdungsversuche

Für die isothermen Ermüdungsversuche wurden runde Vollproben nach der in Abbildung 3.3 gezeigten Geometrie mit einer Gleichmaßlänge von 13 mm und einem Messstreckendurchmesser von 6 mm verwendet. Alle Versuche wurden kraftkontrolliert und ohne Mittellast ($R = -1$) bis zum Bruch durchgeführt bzw. nach $2 \cdot 10^6$ Zyklen gestoppt und als Durchläufer gewertet. Eine Ausnahme hiervon bilden die Versuche bei einer Frequenz von 50 Hz. Durch die höhere Frequenz und die dadurch geringere Versuchszeit, wurden diese erst nach 10^7 Zyklen gestoppt. Die jeweiligen Versuchsbedingungen werden im Folgenden näher beschrieben.

Raumtemperaturermüdung

Die Raumtemperaturermüdungsversuche wurden auf einem servohydraulischen Zug-Druck Prüfstand der Firma *Schenck* bei Raumtemperatur mit einer 100 kN Kraftmessdose durchgeführt. Die Versuchsfrequenz betrug 10 Hz, damit sich die Proben durch die eingebrachte Verformungsarbeit nicht zu stark erwärmen. Somit konnte die Maximaltemperatur mithilfe wassergekühlter Fassungen zu Beginn der Belastung bei unter 100°C gehalten werden. Im weiteren Verlauf sank diese aufgrund der Kaltverfestigung des Werkstoffs und der daraus resultierenden geringeren plastischen Dehnungsamplitude auf unter 50°C .

Hochtemperaturermüdung

Für die Hochtemperaturermüdungsversuche wurde ein servohydraulischer Zug-Druck Prüfstand der Firma *Schenck* mit einer 100 kN Kraftmessdose verwendet. Nach Lindemann et al. [74] liegt die erwartete Einsatztemperatur von 48-2-2 bei etwa 650°C . Je nach Quelle wird zwischen 700°C und 800°C von einer nachlassenden Oxidationsbeständigkeit berichtet [3, 13, 15]. Aufgrund

der häufigen Verwendung in der Literatur [9, 12, 24, 59, 76, 109–113] wurden für die Hochtemperaturversuche 750 °C gewählt, die somit 100 K über der erwarteten Einsatztemperatur liegt.

Die Proben wurden mit Hilfe einer Induktionsspule und eines Hochfrequenzgenerators aufgeheizt. Die Temperatur wurde mit einem Ni-CrNi Thermoelement vom Typ K in der Mitte der Messstrecke gemessen und geregelt. Die Induktionsspule wurde so optimiert, dass die Temperaturabweichung in der Messstrecke von 10 mm maximal ± 5 K betrug. Die Aufheizrate betrug 1 K/s. Nach Erreichen der Versuchstemperatur wurde die Probe für 18 Minuten bei konstanter Temperatur gehalten, sodass sich ein stationärer Zustand eingestellt hat. Insgesamt startete der Ermüdungsversuch somit 30 Minuten nach Beginn des Aufheizvorgangs.

Die Hochtemperaturversuche wurden, wie schon die Raumtemperaturversuche, kraftkontrolliert unter $R = -1$ durchgeführt. Die meisten Versuche wurden mit einer Versuchsfrequenz von 5 Hz durchgeführt. Um den Frequenz- und Zeiteinfluss auf die Lebensdauer zu untersuchen, wurden auch Versuche mit 0,5 Hz und 50 Hz durchgeführt.

4.2 Versuchsauswertung

Im Folgenden Abschnitt wird auf die Auswertung der Ermüdungsversuche eingegangen.

4.2.1 Auswertung der Ermüdungsversuche

Die Auswertung der Ermüdungsversuche erfolgte zunächst durch Eintragung der Lebensdauer und der aufgeprägten Spannungsamplitude in ein Wöhlerdiagramm. Zur Bestimmung der durchschnittlichen Lebensdauer wurde eine Weibullverteilung zu Grunde gelegt. Hierfür wurden die Bruchlastspielzahlen

der einzelnen Lastniveaus mittels *Origin* in ein Weibulldiagramm eingetragen. Die charakteristische Lebensdauer ist jene, die sich aus dem Schnittpunkt der Ausgleichsgeraden mit der 62,5% Überlebenswahrscheinlichkeit ergibt. Die entsprechenden Weibulldiagramme sind in Anhang A zu finden.

Des Weiteren wurden bei einzelnen Versuchen auch der Spannungs- und Dehnungsverlauf aufgezeichnet, um das Verformungsverhalten während der zyklischen Belastung beschreiben zu können. Pro Hysterese standen mindestens 200 Datenpunkte zur Verfügung. Die dadurch entstehenden Hysteresen wurden mit Hilfe eines hierfür geschriebenen *Matlab* Skriptes ausgewertet. Damit konnten beispielsweise die Hysterese­fläche, die maximale und minimale Dehnung sowie die elastischen und plastischen Dehnungsanteile bestimmt und über der Lastspielzahl dargestellt werden.

4.2.2 Auswertung der Korngrößen

Zur Ermittlung der Korngröße wurden, wie in Unterabschnitt 4.1.1 beschrieben, Schliffe erstellt und anschließend lichtmikroskopische Aufnahmen mit einer Vergrößerung von 50 – 100x aufgenommen. Die mittlere Korngröße und die Korngrößenverteilung wurde durch manuelles Ausmessen von mindestens 100 Körnern in mehreren Aufnahmen mithilfe des Sehnenlängenverfahrens bestimmt¹.

4.2.3 Auswertung der Sekundärrisse

Die in den Längsschliffen unter dem Lichtmikroskop sichtbaren Sekundärrisse wurden vermessen und gezählt. Um ein Maß für die Anzahl der Sekundärrisse unabhängig von der Größe des Schliffes zu erhalten, wurden deren Anzahl durch die Kantenlänge des Schliffes geteilt.

¹ vielen Dank an Alexander Zeizinger

5 Ergebnisse und Diskussion

Im folgenden Kapitel werden die wichtigsten Ergebnisse der durchgeführten Versuche dargestellt und diskutiert. Da eine Vielzahl an Probenzuständen miteinander zu vergleichen ist, folgt die Diskussion direkt im Anschluss an die gezeigten Ergebnisse.

Zunächst wird kurz das Raumtemperaturverhalten aufgegriffen, bevor die Ermüdungsversuche bei 750°C mit 5 Hz der unbehandelten Proben als Referenz für alle weiteren Untersuchungen dargestellt werden. Darauf folgend wird der Frequenzeinfluss auf das Ermüdungsverhalten erörtert. Demgegenüber wird der Einfluss einer Kugelstrahlbehandlung diskutiert. Der voroxidierte Zustand dient, zusätzlich zu dem unbehandelten Grundzustand, als Vergleich für die vier beschichteten Zustände. Auf Grundlage des Einflusses der Voroxidation können abschließend die Beschichtungen bewertet werden.

5.1 Charakterisierung Grundmaterial

Um den Einfluss der verschiedenen Oberflächenmodifikationen beschreiben zu können, wurde zunächst das Grundmaterial charakterisiert. Diese Ergebnisse dienen als Referenz für die kugelgestrahlten, voroxidierten und beschichteten voroxidierten Proben.

5.1.1 Lebensdauer

Die Lebensdauer in Abhängigkeit der Spannungsamplitude ist in Abbildung 5.1 zu finden. Bei Raumtemperatur zeigt das Material einen starken Einfluss der Belastungsamplitude auf die Lebensdauer. Zwischen der Kurzzeitfestigkeit mit unter 100 Zyklen bei ca. 435MPa und den ersten Durchläufern bei 420MPa liegen nur 15MPa Spannungsamplitude. Zudem ist eine sehr hohe Streuung von bis zu drei Größenordnungen auf den unterschiedlichen Lastniveaus zu beobachten. Die Bruchspannung im Zugversuch beträgt bei einer Dehnrage von 10^{-3} s^{-1} 440MPa¹ und liegt somit nur 20MPa über den ersten Durchläufern. Dadurch ist die Wöhlerkurve extrem flach.

Bei 750 °C ist die Wöhlerkurve deutlich steiler. Auffällig ist die Krümmung der Wöhlerkurve, die mit steigender Spannungsamplitude flacher wird. Die Bruchspannung im Zugversuch liegt ebenfalls bei ca. 440MPa¹. Erste Durchläufer treten ab 230MPa auf. Somit liegt die zu erwartende Dauerfestigkeit etwa 50 % niedriger als bei Raumtemperatur. Die Streuung der Lebensdauer auf den einzelnen Lastniveaus sinkt ebenfalls deutlich und liegt unter Faktor 5.

¹ vielen Dank an meinen Kollegen Sarper Nizamoglu für die Daten

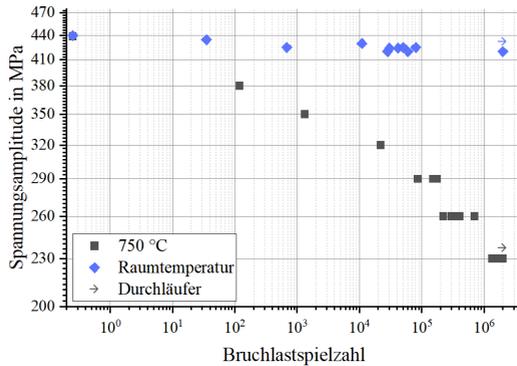


Abbildung 5.1: Lebensdauer des Grundmaterials bei Raumtemperatur und bei 750 °C

5.1.2 Bruchflächenbetrachtung

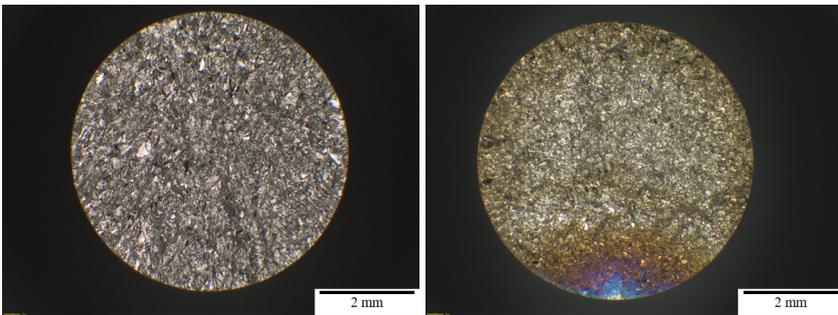
Abbildung 5.2 zeigt typische Bruchflächen von bei Raumtemperatur und bei 750 °C geprüften Proben. Die Bruchflächen sind in beiden Fällen sehr rau. Bei den Raumtemperaturversuchen ist der Rissursprung meist nicht oder nur schwer zu erkennen. Die REM-Aufnahme der Raumtemperaturprobe (Abbildung 5.2c) zeigt, wie das Lichtmikroskop (Abbildung 5.2a), keinen eindeutigen Rissursprung. Vielmehr ist nur ein Bereich, von dem das Versagen ausgeht, zu erkennen (vgl. gepunktete Linie in Abbildung 5.2c).

Im Gegensatz dazu zeigen die Bruchflächen bei den Hochtemperaturversuchen aufgrund von Oxidation klare Verfärbungen, wie sie beispielhaft in Abbildung 5.2b zu sehen sind. In den blau bis violett verfärbten Bereichen ist die Bruchfläche sehr eben. Dies ist gut in der REM Aufnahme in Abbildung 5.2d zu erkennen und mit der gepunkteten Linie angedeutet. Der bräunlich orange gefärbte Teil der Bruchfläche kennzeichnet den Übergang zum Restgewaltbruch. Dies korreliert ebenfalls gut mit den REM Aufnahmen und ist mit der gestrichelten Linie angedeutet. Die restliche Fläche entspricht dem Gewaltbruch.

Die Rissinitiierung erfolgt meistens an der Probenoberfläche, wobei es in seltenen Fällen zu einer Rissinitiierung dicht unter der Probenoberfläche kommt. Nur eine mit 290 MPa geprüfte Probe zeigte Mehrfachanrisse auf der Bruchfläche. Ein weiterer Sekundärriss auf der Bruchfläche, der im Probenvolumen initiiert ist und nicht zum Versagen führte, konnte nur zwei mal beobachtet werden. In allen Fällen versagten die Proben durch Rissausbreitung unter Umgebungseinfluss mit der typisch verfärbten Bruchfläche.

(a) Raumtemperatur

(b) 750 °C



(c)

(d)

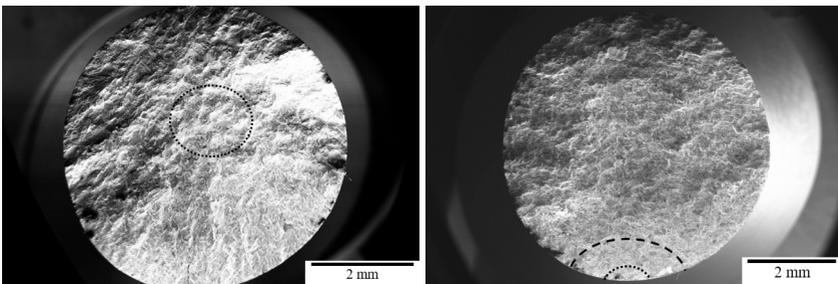


Abbildung 5.2: Vergleich der Bruchflächen nach Ermüdungsversuchen bei Raumtemperatur unter dem (a) Lichtmikroskop und (c) REM und bei 750 °C unter dem (b) Lichtmikroskop und (d) REM

5.1.3 Diskussion

Die Raumtemperaturversuche zeigen auf den einzelnen Lasthorizonten eine sehr starke Streuung in der Lebensdauer. Dies ist auf das, für intermetallische Werkstoffe typische, spröde Verhalten von Titanaluminiden bis etwa 700 °C zurückzuführen [114]. Das verwendete Material zeigt bei Raumtemperatur eine Bruchdehnung von ca. 2% [85]. Bei Werkstoffen mit solch geringen Bruchdehnungen geht das Versagen vom größten vorhandenen Fehler im Bauteil aus [34], weshalb für die Bestimmung der mittleren Lebensdauer von einer Weibullverteilung ausgegangen wird [115]. Das vergleichsweise spröde Verhalten spiegelt sich auch in den Bruchflächen wider. Es ist keine Rissausbreitung zu erkennen und es gibt meist nur grobe Hinweise auf den Bereich des Rissursprungs. Auch bei Betrachtungen mit dem REM konnten keine versagensauslösenden Einschlüsse gefunden werden. Daher ist davon auszugehen, dass das Versagen, wie schon von Lindemann et al. [74] beschrieben, von ungünstig orientierten Körnern ausgeht, wodurch an Korngrenzen lokal hohe Spannungen entstehen können, die dort interne Risse initiieren. Dies untermauern sie mit der Beobachtung, dass die Bruchflächen der ermüdeten Proben oft flache und leicht identifizierbare Initiationsstellen an inneren Lamellenkolonien aufweisen. Dies konnte im Rahmen dieser Arbeit nur bei Hochtemperaturversuchen beobachtet werden.

Durch die starke Streuung der Bruchlastspielzahl bei Raumtemperatur und der extrem flachen Wöhlerkurve sind mögliche Einflüsse und Effekte von Beschichtungen und anderer Oberflächenmodifikationen nur schwer zu quantifizieren. Zusätzlich liegt die Dauerfestigkeit nahezu doppelt so hoch wie bei 750 °C. Dadurch ist im realen Betrieb hier kein kritischer Lastfall zu erwarten und es wurde darauf verzichtet, weitere Versuche bei Raumtemperatur durchzuführen.

Die bei 750 °C geprüften Proben weisen im Vergleich zu bei Raumtemperatur geprüften Proben eine deutlich reduzierte Ermüdungsfestigkeit auf. Die Streuung der Lebensdauer auf den einzelnen Lasthorizonten ist deutlich geringer,

wodurch mögliche Effekte durch Oberflächenmodifikationen besser getrennt werden können. Die Krümmung der Wöhlerkurve bei kurzen Lebensdauern ergibt sich durch die hohe Dauerfestigkeit im Vergleich zur Streckgrenze. In dem Übergangsbereich nimmt die plastische Dehnungsamplitude bei Überschreitung der Streckgrenze stark zu, wodurch die Lebensdauer überproportional reduziert wird und die Wöhlerkurve sich krümmt. Dies ist typisch für spannungskontrollierte Ermüdungsversuche.

Die Bruchfläche zeigt im Vergleich zu den Raumtemperaturversuchen eine deutliche Ermüdungsbruchfläche, was auf einige Zyklen mit stabiler Rissausbreitung hindeutet. Daher ist davon auszugehen, dass das Verhalten bei 750 °C duktiler ist, da Ermüdungsrisssausbreitung Mikroduktilität erfordert. Dies deckt sich mit den Ergebnissen von Serrano et al. [41], die ebenfalls ein duktiles Verhalten bei 750 °C an Ti-47Al-1Re-1W-0,2Si beschreiben. Die Verfärbungen auf der Bruchfläche deuten darauf hin, dass in diesem Bereich, während Hochtemperaturbelastung, Oxidation stattgefunden hat. Dies wurde schon von Planck et al. [14] beschrieben und wurde ebenfalls bei Ti-6Al-4V beobachtet [116]. Der im Lichtmikroskop erkennbare blau bis violette Bereich ist deutlich ebener als der Rest der Bruchfläche und deckt sich sehr gut mit den glatten Bereichen in den REM Aufnahmen. Dies ist ein eindeutiges Indiz für stabile Rissausbreitung in diesem Bereich. Der braun-gelb verfärbte Bereich ist schon deutlich rauer und kennzeichnet den Übergang zum Restgewaltbruch. Die geringe Oxidation der Bruchfläche spricht für eine sehr kurze Phase der Rissausbreitung und eine lange Phase der Rissinitiierung. Laut Recina et al. [117] beträgt die Phase des stabilen Risswachstums weniger als 500 Zyklen.

5.2 Frequenzeinfluss

Die meisten in diesem Abschnitt vorgestellten Ergebnisse entstanden im Rahmen der Bachelorarbeit von Gordian Schlehuber [107].

5.2.1 Lebensdauer

Abbildung 5.3 zeigt den Einfluss der Prüffrequenz auf die Bruchlastspielzahl. Die Proben wurden bei 0,5 Hz, 5 Hz und 50 Hz geprüft. Als Referenz dienen, die schon im vorigen Abschnitt 5.1 vorgestellten 5 Hz Versuche. Wie schon bei den 5 Hz Versuchen, ist auch bei 0,5 Hz und 50 Hz aufgrund einer im Vergleich zur Streckgrenze hohen Dauerfestigkeit eine Krümmung der Wöhlerkurve zu sehen.

Die Bruchlastspielzahlen der 0,5 Hz Versuche sind etwa um den Faktor 5 bis 15 geringer als die der 5 Hz Versuche. Die Steigerung der Prüffrequenz auf 50 Hz hingegen erhöht die Bruchlastspielzahl um den Faktor 2 bis 3,6.

In Abbildung 5.4 ist die Spannungsamplitude über der Zeit bis zum Bruch aufgetragen, woraus der Frequenzeinfluss deutlich hervorgeht. Hier zeigen die 0,5 Hz Versuche im Vergleich zu denen bei 5 Hz eine Veränderung der Bruchzeit um den Faktor 0,6 bis 1,6. Die Bruchzeit der 50 Hz Versuche ist um Faktor 3 – 5 im Vergleich zu den 5 Hz Versuchen kürzer.

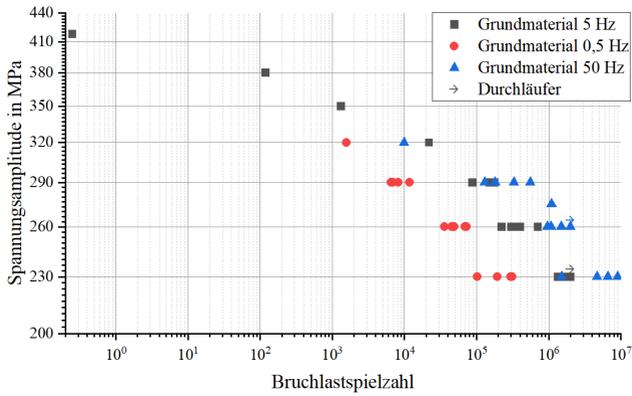


Abbildung 5.3: Wöhlerkurve des Grundmaterials bei unterschiedlichen Belastungsfrequenzen bei 750 °C

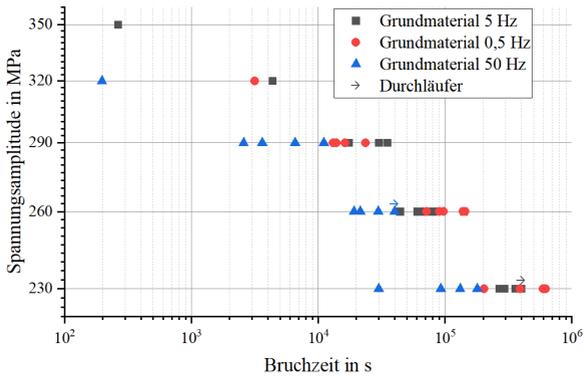


Abbildung 5.4: Bruchzeit des Grundmaterials bei unterschiedlichen Belastungsfrequenzen bei 750 °C

5.2.2 Verformungsverhalten

Durch kontinuierliches Aufzeichnen der aufgeprägten Spannung und der Dehnungsantwort des Materials können Verformungshysteresen dargestellt werden. Daraus können für jeden Zyklus die Totaldehnung ε_t in elastische ε_{el} und plastische Dehnung ε_{pl} berechnet werden. Für die Auswertung der plastischen Dehnungsamplitude wurde die halbe Hysteresenbreite verwendet (vgl. Abbildung 2.4). Dies wurde für vier verschiedene Beanspruchungen durchgeführt. Die Versuche wurden bei 290MPa und 230MPa jeweils mit 5Hz und 0,5Hz Prüffrequenz durchgeführt. Mit 50Hz konnten aufgrund der Trägheit des taktilen Dehnungsaufnehmers keine Messungen durchgeführt werden. Die Totaldehnung betrug zu Versuchsbeginn 0%. Eine Abschätzung der Dehnrate für die einzelnen Frequenzen und Spannungsamplituden ist in Tabelle 5.1 zu finden. Die Abschätzung wurde auf Grundlage der Sinusfunktion $F(t) = F_a \cdot \sin 2\pi ft$ des aufgeprägten Kraftverlaufs, der jeweiligen Probenquerschnittsfläche und einem E-Modul von 150GPa durchgeführt.

Die daraus ermittelten plastischen Dehnungen sind, normiert auf die Bruchlastspielzahl, in Abbildung 5.5 abgebildet. In den ersten, typischerweise zehn bis zwanzig Zyklen, ist eine Abnahme der plastischen Dehnungsamplitude zu erkennen; der Werkstoff verfestigt. Die Verfestigung ist bei höheren Belastungsamplituden stärker ausgeprägt als bei niedrigeren. Nach der Verfestigung folgt ein stationärer Zustand, der einen Großteil der Lebensdauer ausmacht. Bei gleicher Beanspruchungsamplitude fällt auf, dass bei geringerer Frequenz die plastische Dehnungsamplitude viel größer ist. Die stabile plastische Dehnungsamplitude bei halber Bruchlastspielzahl der Versuche mit 290MPa und 5Hz beträgt 0,042% und ist bei 0,5Hz mit 0,062% um 50% größer. Bei einer Beanspruchung mit 230MPa beträgt die plastische Dehnungsamplitude bei 5Hz 0,015% und bei 0,5Hz 0,029%, die somit fast doppelt so groß ist. Am Ende der Lebensdauer nimmt die plastische Dehnungsamplitude aufgrund von Anrissbildung und Risswachstum erneut stark zu, bis die Probe bricht. Die Zunahme entspricht dem makroskopischen Risswachstum und ist in etwa die

letzten 500 Zyklen vor Bruch messbar.

Abbildung 5.6 zeigt die stabilen Hysteresen bei halber Bruchlastspielzahl. Es ist zu erkennen, dass sich bei allen Versuchen eine leichte Zugmitteldehnung aufgebaut hat. Die sich aus einer Beanspruchungsamplitude von 290 MPa ergebenden Hysteresen sind erwartungsgemäß höher und breiter als jene bei 230 MPa. Hysteresen von Proben, die bei niedrigerer Frequenz geprüft wurden, zeigen eine größere Dehnungsamplitude und sind daher weiter geöffnet. Die Minimaldehnung bleibt bei 290 MPa von der Frequenz unbeeinflusst, die Maximaldehnung nimmt dessen ungeachtet zu. Bei 230 MPa bleibt hingegen die Mitteldehnung von der Frequenz unbeeinflusst, jedoch werden sowohl Minimal- als auch Maximaldehnung mit sinkender Frequenz größer.

Tabelle 5.1: Abschätzung der Dehnrates bei verschiedenen Beanspruchungsamplituden und Frequenzen

	0,5 Hz	5 Hz	50 Hz
230 MPa	$1,22 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1,22 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$1,22 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$
260 MPa	$1,38 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1,38 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$1,38 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$
290 MPa	$1,54 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$1,54 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$	$1,54 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1}$

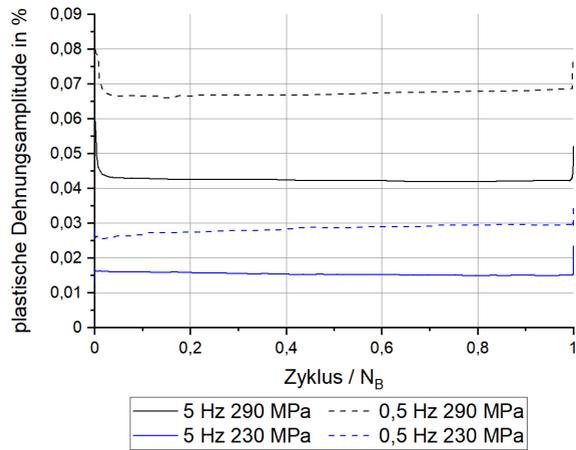


Abbildung 5.5: Plastische Dehnungsamplitude über der auf die Bruchlastspielzahl normierten Lebensdauer bei 750 °C

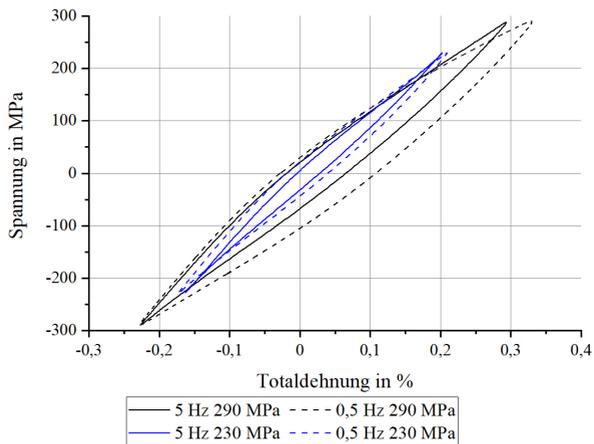


Abbildung 5.6: Einfluss der Versuchsfrequenz auf das Verformungsverhalten bei 750 °C

5.2.3 Bruchflächenbetrachtung

Die in Abbildung 5.7 exemplarisch abgebildeten Bruchflächen nach einer Belastung mit 260 MPa zeigen den Einfluss der Belastungsfrequenz. Mit Ausnahme einer Probe bei 0,5 Hz, zwei Proben bei 5 Hz und zwei Proben bei 50 Hz beginnen alle Risse an der Probenoberfläche. Nur bei den beiden bei 50 Hz getesteten Proben mit Anriss im Volumen konnte der Riss nicht zur Oberfläche durchbrechen und führte ohne Umgebungseinfluss zum Versagen (vgl. Abbildung 5.7d).

Durch die längere Versuchsdauer der 0,5 Hz und der 5 Hz Versuche im Vergleich zu denen mit 50 Hz ergibt sich auch ein Einfluss auf die Oxidschichtdicke bei Bruch. Ein Abplatzen der Oxidschicht gab es nicht. Durch die sehr ähnliche Versuchsdauer war bei den 0,5 Hz und 5 Hz Versuchen auch die entstandene Oxidschicht auf den Proben mit 6–6,9 μm bei 230 MPa, 2,2–4,4 μm bei 260 MPa und keiner messbaren Oxidschicht bei 290 MPa in etwa gleich dick. Die Proben, die bei 50 Hz getestet wurden, wiesen eine Oxidschichtdicke von 2,4–3,2 μm bei 230 MPa auf. Bei 290 MPa und 260 MPa war diese nicht messbar.

Die Bruchflächen zeigen teilweise interkristallines Bruchverhalten auf der Restbruchfläche. Dies ist in Abbildung 5.8 zu sehen. Abbildung 5.8a zeigt eine Übersichtsaufnahme mit dem Ursprung des versagenskritischen Risses am unteren Bildrand mit dem ebenen Bereich der stabilen Rissausbreitung. Mehrere Stellen mit interkristallinem Bruchverhalten sind mit Pfeilen markiert. In Abbildung 5.8b ist eine solche Stelle beispielhaft vergrößert dargestellt. Im BSE Kontrast sind die glatten Korngrenzen gut zu erkennen. Die Korngrenzen sind nicht nur in der Bruchebene getrennt, sondern klaffen auch in die Bruchebene hinein auseinander.

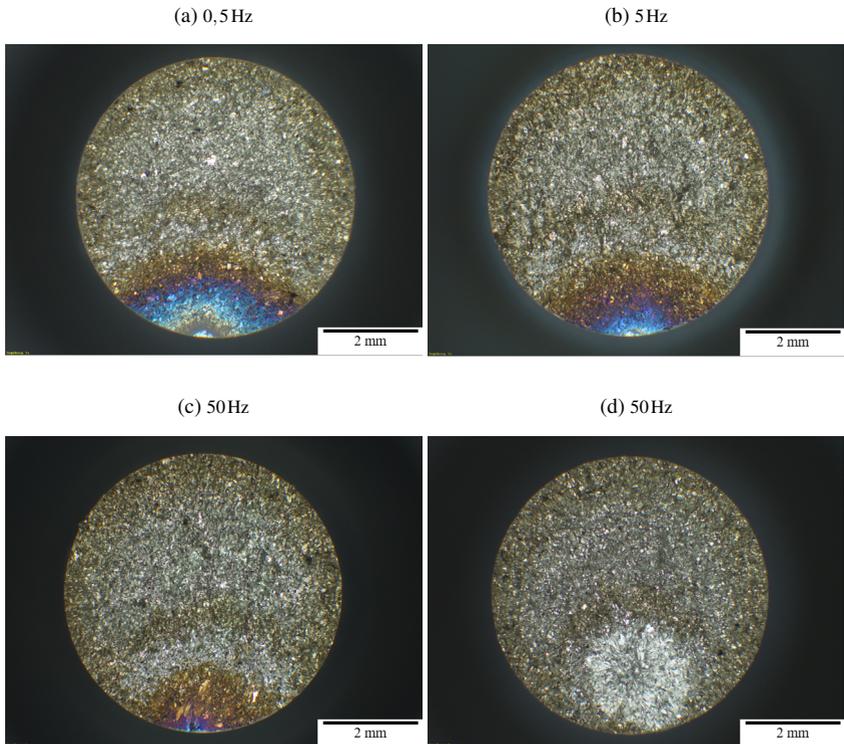


Abbildung 5.7: Vergleich der Bruchflächen nach Belastung mit 260MPa bei (a) 0,5 Hz, (b) 5 Hz und (c) 50Hz. (d) zeigt die Bruchfläche eines Volumenrisses ohne Umgebungseinfluss.

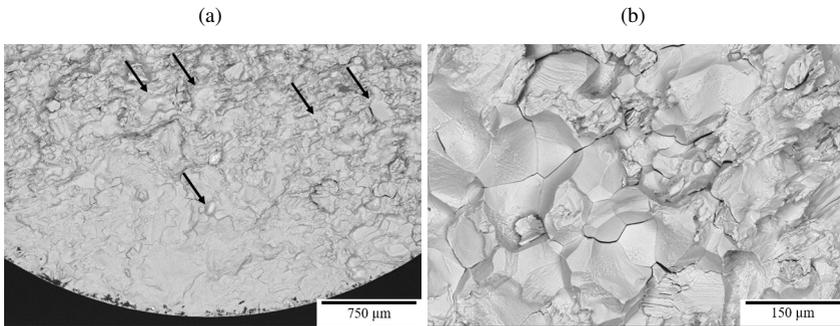


Abbildung 5.8: Bruchfläche mit interkristallinem Anteil nach Prüfung mit 50Hz: (a) Übersicht mit Rissursprung und (b) Detailaufnahme

5.2.4 Sekundärrisse

Die Sekundärrisse in der Messstrecke geben weiter Aufschluss über das frequenzabhängige Versagensverhalten. In Abbildung 5.9 sind Längsschliffe mit repräsentativen Sekundärrissen für die untersuchten Beanspruchungen zu sehen. Im jeweiligen linken Teilbild sind ein oder mehrere Oberflächenrisse zu sehen, im rechten Teilbild ein oder mehrere Volumenrisse. Die Rissinitiierung im Volumen geht von den Korngrenzen, in seltenen Fällen auch von den Lamellen aus, entlang derer sich die Risse auch überwiegend ausbreiten. Bei einer Belastung mit 290 MPa sind die Risse entlang der Korngrenzen sehr dünn und nur schwer zu erkennen (vgl. Abbildung 5.9a und b). Eine Belastung mit 50 Hz führt zu starker interner Schädigung, jedoch zu sehr wenigen klaffenden Rissen. Bei 230 MPa hingegen klaffen die Korngrenzen weit auseinander und die Risse sind meist länger. Die Sekundärrisse breiten sich, ab einer gewissen Länge, auch transkristallin aus. Die Oberflächenrisse sind bei hohen Beanspruchungen meist glatt und entstehen senkrecht zur Hauptnormalspannung. Im Gegensatz dazu ist in Abbildung 5.9d nach einer Belastung mit 230 MPa und 50 Hz eine Rissinitiierung etwa im 45° -Winkel zur Hauptnormalspannung zu erkennen. In diesem Fall ist auch eine dünne Oxidschicht auf der Probenoberfläche zu sehen. Nach einer Belastung mit 230 MPa und 0,5 Hz ist die Oxidschicht deutlich dicker. Der in Abbildung 5.9c abgebildete Oberflächenriss ist zuoxidiert und verrundet.

In Abbildung 5.10 sind die Rissdichte und Ort der Initiierung der Sekundärrisse nach Beanspruchungsamplitude und Versuchsfrequenz veranschaulicht. Je Zustand wurden eine bis drei Proben untersucht. Es ist zu erkennen, dass sowohl mit steigender Beanspruchungsamplitude als auch mit steigender Frequenz die Anzahl an Sekundärrissen sinkt.

Die bei 0,5 Hz durchgeführten Versuche zeigen die höchste Anzahl an Sekundärrissen, sowohl im Volumen als auch an der Oberfläche. Auffällig ist, dass bei den Versuchen, die mit 5 Hz durchgeführt wurden, keine Oberflächenrisse zu finden sind. Die 50 Hz Versuche zeigen die niedrigste Sekundärrissdichte. Vereinzelt sind, wie schon bei den Versuchen mit 0,5 Hz, Sekundärrisse an der Oberfläche zu finden.

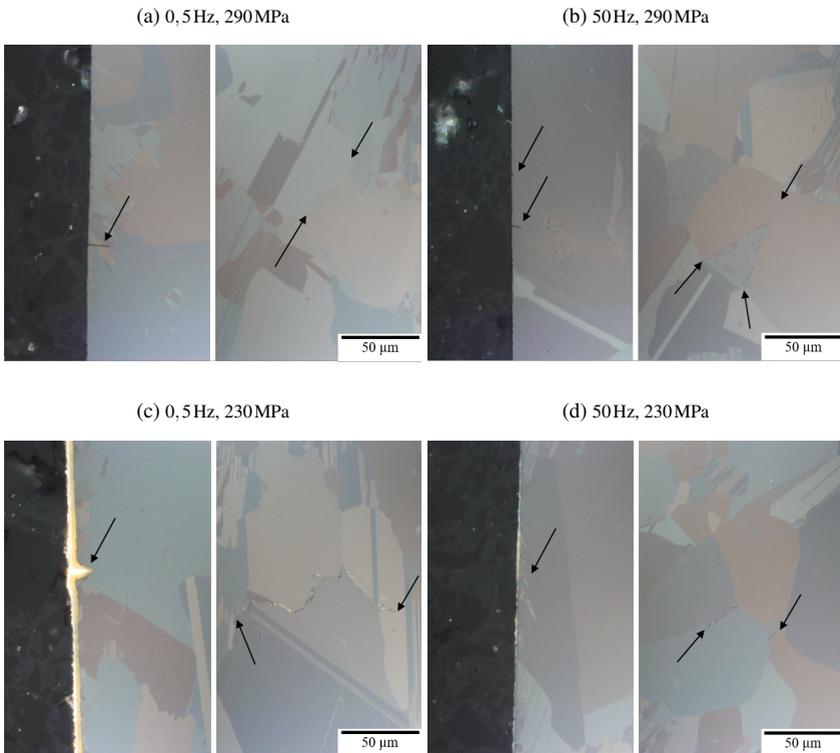


Abbildung 5.9: Vergleich der Sekundärrisse nach Belastung mit a 0,5 Hz, 290 MPa, b 50 Hz, 290 MPa, c 0,5 Hz, 230 MPa und d 50 Hz, 230 MPa. Die Pfeile kennzeichnen die Oberflächenrisse im linken Teilbild und Rissanfang /-ende im rechten Teilbild.

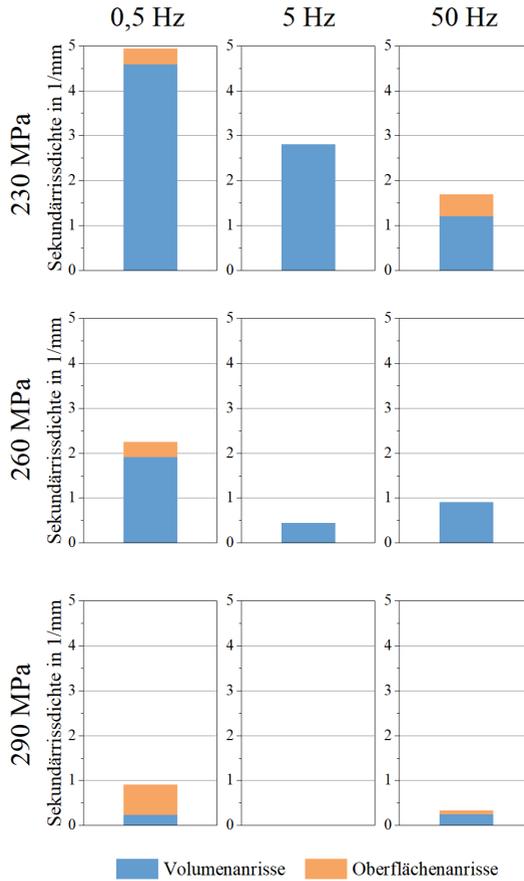


Abbildung 5.10: Anzahl und Art der Sekundärrisse des nicht voroxidierten Grundmaterials nach Beanspruchungsamplitude und Versuchsfrequenz

5.2.5 Diskussion

Die Betrachtung der Lebensdauer zeigt einen großen Einfluss der Prüffrequenz. Höhere Frequenzen steigern die Bruchlastspielzahl, wohingegen geringere Frequenzen diese senken. Hierbei treten mehrere Effekte gleichzeitig auf, die im folgenden näher beleuchtet werden.

Ein bei Titanaluminiden bekannter, das Verformungsverhalten stark beeinflussender Effekt ist der Spröd-duktil-Übergang (kurz BDTT für brittle-ductile-transition-temperature). Durch diesen Effekt kommt es in einem sehr engen Bereich im Zusammenspiel von Temperatur und Dehnrate im Zugversuch zu einer deutlichen Zunahme der Bruchdehnung [85, 118]. Die BDTT für γ -TiAl liegt je nach Mikrostruktur und Dehnrate bei 600 – 1100 °C [118–120]. Die BDTT steigt mit der Dehnrate [118–122] und höherem lamellarem Anteil im Gefüge [27, 121, 122]. Für das verwendete Material liegt die BDTT bei einer Dehnrate von 10^{-4}s^{-1} zwischen 700 °C und 750 °C [85]. Da die Dehnrate der 0,5 Hz Versuche ca. $1,4 \cdot 10^{-4}\text{s}^{-1}$ beträgt, kann davon ausgegangen werden, dass die BDTT knapp unterhalb der Versuchstemperatur von 750 °C liegt. Die Dehnrate der mit 5 Hz durchgeführten Versuche liegt etwa bei 10^{-3}s^{-1} und im Falle der jener 50 Hz 10^{-2}s^{-1} (vgl. Tabelle 5.1). Daher kann es sein, dass bei den mit 5 Hz durchgeführten Versuchen die BDTT schon oberhalb von 750 °C liegt, wodurch die Bruchlastspielzahl steigt. Die BDTT bei einer Dehnrate von 10^{-2}s^{-1} (Versuchen mit 50 Hz) wird sehr wahrscheinlich oberhalb von 750 °C liegen (vgl. [123]).

Zudem sind die mechanischen Eigenschaften von γ -TiAl wegen thermisch aktivierten Versetzungsprozessen stark dehnratenabhängig [122, 124]. So ist im Bereich des Spröd-duktil-Übergangs, in welchem die Versuche durchgeführt wurden, die Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung durch Versetzungsklettern bestimmt [124]. Da Versetzungsklettern ein dehnratenabhängiger Mechanismus ist, steigt die Festigkeit mit zunehmender Dehnrate [124]. Nach Serano et al. [41] steigt Dehnratenempfindlichkeit mit steigendem γ -Phasenanteil.

Dieser beträgt im verwendeten Zustand 93 % [85], weshalb ein stark dehnratenabhängiges Materialverhalten zu beobachten ist. Ein weiterer dehnratenabhängiger Effekt ist die Geschwindigkeitsversprödung [8, 118, 120, 125, 126], wodurch höhere Dehnraten die Streckgrenze steigern aber die Bruchdehnung reduzieren [118, 120]. Somit hat die Versuchsfrequenz in diesem Temperaturbereich nicht nur einen starken Einfluss auf die Duktilität sondern auch auf die Festigkeit des Materials, was sich ebenfalls auf die Bruchlastspielzahl auswirkt. Durch eine gesteigerte Streckgrenze steigt auch die Bruchlastspielzahl, da Versetzungsbewegung erschwert und das Material weniger geschädigt wird. Die 50Hz Versuche zeigen im Vergleich zu jenen mit 0,5Hz und 5Hz eine deutlich geringere Bruchzeit (vgl. Abbildung 5.4). Auch wenn die Bruchlastspielzahl erhöht ist, wird diese durch das Zusammenspiel aus zyklenabhängigen (Ermüdung) und zeitabhängigen Schädigungsmechanismen (Kriechen und Oxidation) bestimmt. Daher steigt die Lebensdauer nicht im gleichen Maße wie die Versuchsfrequenz. Jedoch dominiert bei höheren Frequenzen die Ermüdungsschädigung und Kriechanteile können vernachlässigt werden [32]. Steigert man die Versuchsfrequenz noch weiter, nimmt der Zeiteinfluss kontinuierlich ab und es ist ein Sättigungszustand der Bruchlastspielzahl zu erwarten [84].

Nach Suresh et al. [34] führt ein durch zeitabhängige Mechanismen bestimmtes Anrissverhalten auch zu einem zeitabhängigen Versagen bei Ermüdungsbelastung. Daher kann aus der sehr ähnlichen Bruchzeit der Versuche mit 0,5Hz und 5Hz geschlossen werden, dass das Versagen durch Kriecheffekte, sowie Oxidation bzw. Oxidationsversprödung bestimmt wird. Durch die ähnliche Versuchszeit bei 5Hz und 0,5Hz versprödet das Material in beiden Fällen so tief, dass die versprödete Schicht anreißt. Die erhöhte Anzahl an Volumenrissen bei niedrigeren Beanspruchungsamplituden ist ein Anzeichen für geschwächte Korngrenzen, wie es schon von Gnanamoorthy et al. [127] beschrieben wurde. Niedrigere Temperaturen bzw. höhere Spannungen würden wiederum Spaltbrüche fördern. Analog dazu führen höhere Temperaturen bzw. niedrigere Spannungen zu mehr duktiler Verformung. Zwischen den Bereichen

gibt es allerdings einen weiten Übergangsbereich [127]. Die interkristallinen Bruchflächen können auch ein Hinweis auf Kriechschädigung sein. Jedoch konnten in Schlifffildern keine Poren gefunden werden. Diese sind typisch für Kriechschädigung, jedoch nicht für Kriech-Ermüdungswechselwirkungen. Eine weitere Ursache ist, dass mit steigender Temperatur und sinkender Dehnrate die Korngrenzen schwächer werden [70]. Da die Risswachstumsgeschwindigkeit im Vakuum um mehrere Größenordnungen geringer ist als an Luft [91, 92], breiten sich die Volumenrisse nur sehr langsam aus. Dadurch dauert es sehr lange, bis Volumenrisse versagenskritisch werden und es können im Laufe der Beanspruchung viele Risse gleichzeitig entstehen und wachsen. Durch die höhere Dehnungsamplitude bei geringeren Frequenzen kommt es zudem durch das anisotrope Materialverhalten der lamellaren Körner zu höheren Inkompatibilitätsspannungen. Daher entstehen die Risse meistens an ungünstig orientierten Körnern im Volumen [74], was ebenfalls die Rissentstehung fördert.

Die stabilen Hysteresen zeigen unabhängig von der aufgeprägten Belastung bei allen Hochtemperaturversuchen eine leichte, positive Mitteldehnung. Dies ist auf das asymmetrische Materialverhalten unter Zug- oder Druckbeanspruchung zurückzuführen, welches in Abbildung 2.8 zu sehen ist und ebenfalls in [41] beschrieben wurde. Titanaluminide zeigen, typisch für spröde Werkstoffe, eine deutlich höhere Druckfestigkeit als Zugfestigkeit [34]. Dadurch kommt es zu keiner rein isotropen, sondern auch zu einer kinematischen Verfestigung und es ergibt sich im Gleichgewichtszustand eine leichte Zugmitteldehnung.

Aus dem asymmetrischen und dehnratenabhängigen Materialverhalten ergibt sich auch die in Abbildung 5.6 zu sehende frequenzabhängige Maximaldehnung und frequenzunabhängige Minimaldehnung. Aufgrund der höheren makroskopischen Stauchgrenze von etwa -400 MPa bei RT kommt es im Druckbereich nur zu geringer plastischer Verformung, unabhängig davon, ob mit 230 MPa oder mit 290 MPa Spannungsamplitude belastet wurde. Im Zugbereich beträgt die RT Streckgrenze bei einer Dehnrate von 10^{-3} s^{-1} nur etwa 300 MPa , bei 750°C sinkt diese unter 300 MPa , welche sehr nahe an der Belastungsamplitude liegt. Sinkt die Streckgrenze aufgrund von geringeren

Dehnraten weiter ab, kommt es, wie in Abbildung 5.6 zu sehen, vor allem bei einer Belastung mit 290MPa zu höheren plastischen Dehnungen im Zugbereich. Aufgrund der im Vergleich zur Belastung deutlich höheren Stauchgrenze bleibt die Minimaldehnung von der Versuchsfrequenz nahezu unbeeinflusst. Bei 230MPa Belastungsamplitude ist diese Asymmetrie aufgrund des größeren Abstandes zur makroskopischen Streckgrenze und der daraus folgenden deutlich geringeren plastischen Dehnungsamplitude kaum ausgeprägt. Somit steigen Minimal- und Maximaldehnung mit sinkender Frequenz gleichermaßen.

Niedrige Frequenzen führen zu niedrigen Dehnraten (vgl. Tabelle 5.1), wodurch aufgrund von erleichtertem Versetzungsgleiten die Festigkeit des Materials sinkt. Zusätzlich ist auch die Zeit, die bei hohen Belastungen verbracht wird, länger, wodurch Kriechverformungen begünstigt werden. Beide Prozesse erhöhen die plastische Dehnungsamplitude, wodurch das Material schneller geschädigt wird. Zudem begünstigen hohe Temperaturen und niedrige Dehnraten thermisch aktivierte Versetzungsprozesse [122], wie z.B. Quergleitvorgänge [34]. Dies ist sehr gut in Abbildung 5.6 zu erkennen. Im Druckbereich liegen die Hysteresen bei 0,5Hz immer oberhalb der Hysteresen bei 5Hz, bevor bei den 0,5Hz Hysterese die plastische Dehnung stark zunimmt und sich die Hysteresen im Falle der 290MPa Belastung bei knapp unter 200MPa schneiden. Die Versuche bei 230MPa zeigen das gleiche Verhalten und der Schnittpunkt der Hysteresen liegt bei ca. 190MPa und dadurch in beiden Fällen sehr nah beieinander. Die somit reduzierte plastische Dehnungsamplitude durch höhere Frequenzen bei beiden Belastungsamplituden wirkt sich positiv auf die Bruchlastspielzahl aus, da die Risse aufgrund der erhöhten Festigkeit erst später entstehen.

Die geringe Anzahl an Oberflächenrissen zeigt, dass sobald ein Oberflächenriss entsteht oder ein Volumenriss die Probenoberfläche erreicht, sich die Risse sehr schnell ausbreiten und somit zum Versagen führen. Eine erhöhte Anzahl

an Oberflächenrisen wurde vor allem bei den mit 0,5 Hz durchgeführten Versuchen beobachtet. Die langsame Belastung führt, wie in Abbildung 5.5 zu erkennen, zu einer stark erhöhten Amplitude der plastischen Dehnung. Dadurch wird im Laufe der Beanspruchung in der durch Eindiffusion von Stickstoff und Sauerstoff entstandenen versprödeten Oberflächenschicht [10, 13–15] eine kritische Dehnung überschritten, wodurch vermehrt Oberflächenanrisse entstehen. Zudem können die Oberflächenrisse durch Oxidation verrunden oder geschlossen werden, wodurch sie langsamer wachsen.

Die in Abbildung 5.8 zu sehenden interkristallinen Anteile auf der Bruchfläche bei 50 Hz sind nach Chan et al. [88] auf planares Gleiten in den γ -Körnern zurückzuführen. Durch das planare Gleitverhalten ist die plastische Verformung in den einzelnen Körnern nicht homogen verteilt, sondern findet vielmehr stark lokalisiert in den entstehenden Gleitbändern statt. Daher führt planares Gleiten zu Dehnungsinkompatibilitäten zwischen den einzelnen Körnern und dadurch zur Rissentstehung an den Korngrenzen [88], was vermutlich darauf zurückzuführen ist, dass in der γ -Phase trotz der hohen Temperaturen aufgrund der hohen Dehnrates keine fünf unabhängige Gleitsysteme aktiviert werden können [88]. Das Anrissverhalten bei 230 MPa ist ein weiteres Indiz für ein planares Gleitverhalten bei 50 Hz. Abbildung 5.9d zeigt Oberflächenanrisse, die nahezu im 45° -Winkel zur Belastungsrichtung angeordnet sind, was darauf hindeutet, dass diese entlang von Gleitebenen entstanden sind. In diesem lokal geschädigten Bereich können bevorzugt Risse entstehen und wachsen. Dies erklärt die vergleichsweise große Anzahl an Oberflächenanrissen nach einer Belastung mit 50 Hz und 230 MPa. Da in Titanaluminiden Risse während der gesamten Lebensdauer entstehen [128], sind bei niedrigen Belastungsamplituden, welche zu längeren Lebensdauern führen, deutlich mehr Sekundärrisse vorhanden. Aufgrund der hohen Versuchstemperaturen und der vergleichsweise moderaten Dehnrates bei den Versuchen mit 5 Hz und 0,5 Hz sowie nur sehr wenigen bis keinen interkristallinen Anteilen auf der Bruchfläche, kann überwiegend welliges Gleitverhalten angenommen werden. Dadurch finden keine Ermüdungsprozesse durch Dehnungslokalisierung statt. Vielmehr verteilt sich die

plastische Verformung homogen. Die deutlich höhere plastische Dehnungsamplitude der 0,5 Hz Versuche führt zu einer schnelleren Schädigung im Material. Die daraus resultierende höhere Dehnungsamplitude bei 0,5 Hz trägt dazu bei, dass die im Laufe der Belastung versprödete Oberflächenschicht früher anreißt und somit im Vergleich zu den 5 Hz Versuchen mehr Oberflächenrisse vorhanden sind. Daher entstehen die Sekundärrisse viel früher, was die Lebensdauer stark reduziert, da diese nun nur von der Risswachstumsgeschwindigkeit abhängt. Die Rissausbreitungsgeschwindigkeit unterliegt ebenfalls einem Frequenzeinfluss. Jedoch gibt es in der Literatur unterschiedliche Ergebnisse. Nach Balsone et al. steigt die Risswachstumsgeschwindigkeit mit sinkender Frequenz [83], wohingegen McKelvey et al. [93] eine mit der Belastungsfrequenz steigende Risswachstumsgeschwindigkeit beobachteten. Dennoch sind in den Längsschliffen mit 0,5 Hz getesteter Proben viel mehr Sekundärrisse zu finden, da die Versuchsfrequenz weniger Einfluss auf die Rissausbreitungsgeschwindigkeit hat als das Umgebungsmedium. Bei langsamerer Belastung wird durch Kriechprozesse elastische in plastische Dehnung umgewandelt [43], wodurch die plastische Dehnungsamplitude steigt und Spannungsüberhöhungen vor der Risspitze abgebaut werden können.

5.3 Einfluss von Kugelstrahlen

Die meisten der in diesem Abschnitt präsentierten Ergebnisse und Diskussionsansätze entstanden im Rahmen der Bachelorarbeit von Elias Gall [129] und der darauf aufbauenden Veröffentlichung [86].

5.3.1 Mikrohärtete

Der aus der Kugelstrahlbehandlung und der Kombination aus Kugelstrahlen und Auslagern entstandene Härteverlauf ist in Abbildung 5.11 dargestellt. Die Fehlerbalken geben die in jedem Tiefenschritt gemessene Minimal- und Maximalwerte an. Die Mikrohärtete des Grundmaterials liegt bei etwa $250\text{HV}_{0,1}$ und ändert sich durch Auslagern nicht.

Kugelstrahlen steigert die Mikrohärtete im Randbereich signifikant. Das Maximum wird $60\mu\text{m}$ unter der Oberfläche mit $540\text{HV}_{0,1}$ erreicht. Näher an der Oberfläche konnte aufgrund der Größe der Härteeindrücke nicht gemessen werden. Nach einer Auslagerung für 8 Stunden bei 750°C im Vakuum, was bei einer Versuchsfrequenz von 5Hz 144.000 Zyklen entspricht, sinkt die maximale Härte auf $390\text{HV}_{0,1}$ ab. Der Übergang zur Härte des Grundmaterials liegt bei beiden Zuständen etwa $300\mu\text{m}$ unterhalb der Probenoberfläche und bleibt von der Auslagerung unbeeinflusst.

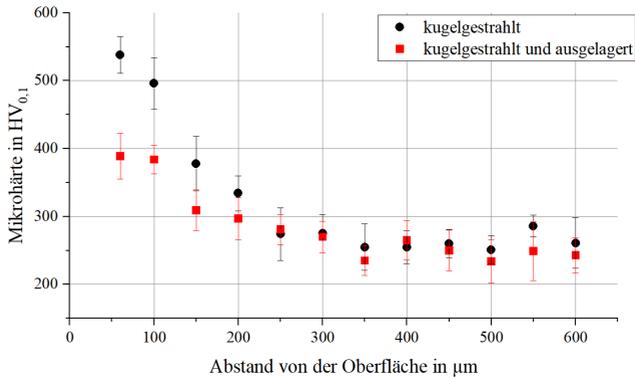


Abbildung 5.11: Tiefenverlauf der Mikrohärtigkeit [86]

5.3.2 Eigenspannungen

Abbildung 5.12 zeigt den Verlauf der Eigenspannungen und die dazugehörigen mittleren Integralbreiten (mIB), die mithilfe der Röntgendiffraktometrie bestimmt wurden. Ab einer Tiefe von etwa $200\mu\text{m}$ war es, aufgrund des groben Gefüges und der daraus resultierenden schlechten Statistik der Röntgenreflexe, nicht mehr möglich, die Eigenspannungen zuverlässig zu bestimmen.

Nach dem Kugelstrahlen treten in den ersten $50\mu\text{m}$ von der Oberfläche Druckeigenspannungen von bis zu -800MPa auf. Diese fallen in Richtung Probeninneres kontinuierlich ab. Die ausgelagerten Proben weisen stark reduzierte Druckeigenspannungen von -200MPa an der Oberfläche auf. Diese bleiben jedoch bis zu einer Tiefe von $150\mu\text{m}$ nahezu konstant, bevor sie weiter abfallen. Aufgrund der immens hohen Druckeigenspannungen, direkt nach der Kugelstrahlbehandlung, wurden Druckversuche² durchgeführt. Diese zeigen ein stark asymmetrisches Materialverhalten unter Zug und Druck von 48-2-2

² vielen Dank an meinen Kollegen Sarper Nizamoglu

mit einer Druckfließgrenze im Bereich von -800MPa und einer $0,2\%$ Dehngrenze von 310MPa (vgl. Abbildung 2.8).

Die mittlere Integralbreite (mIB) in Abbildung 5.12b, welche in erster Näherung mit den eingebrachten Gitterdefekten korreliert, deutet auf eine starke Kaltverfestigung innerhalb der ersten $150\mu\text{m}$ hin. Nach dem Auslagern halbiert sich die mittlere Integralbreite an der Oberfläche. Eine signifikante Steigerung der Defektdichte ist nur noch bis $50\mu\text{m}$ unter der Oberfläche messbar.

Die Verläufe der Eigenspannungen, die mithilfe der inkrementellen Bohrlochmethode bestimmt wurden, sind in Abbildung 5.13 dargestellt. Kurz unter der Probenoberfläche werden Druckeigenspannungen von bis zu -1400MPa gemessen. Diese fallen schnell ab, bis bei ca. $300\mu\text{m}$ der Nulldurchgang erreicht ist und im weiteren Verlauf Zugeigenspannungen von etwa 100MPa auftreten. Nach dem Auslagern werden an der Probenoberfläche nur noch etwa -140MPa gemessen. Diese bleiben, wie schon bei der röntgenographischen Bestimmung, zunächst konstant, bevor sie dann ebenfalls bei ca. $300\mu\text{m}$ den Nulldurchgang erreichen und Zugeigenspannungen von etwa 130MPa auftreten.

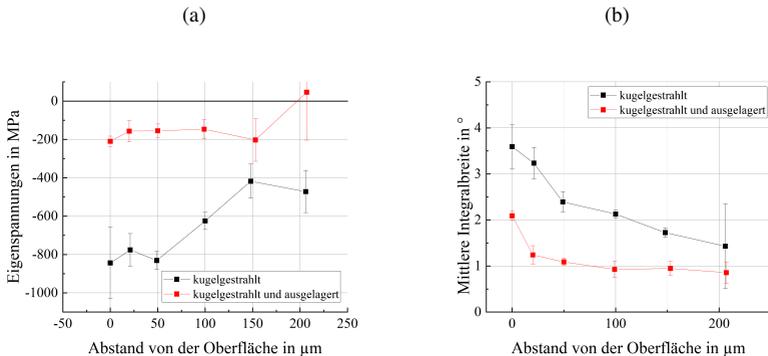


Abbildung 5.12: Verlauf der mittels Röntgendiffraktometrie bestimmten Eigenspannungen (a) und der mittleren Integralbreite (b) [86]

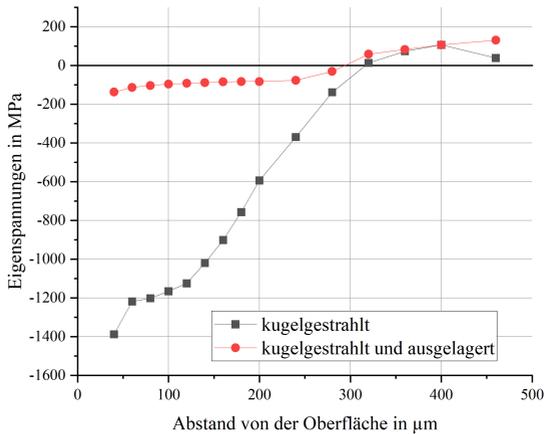


Abbildung 5.13: Verlauf der mit der Bohrlochmethode bestimmten Eigenstressungen [86]

5.3.3 Bruchflächenbetrachtung

Die Kugelstrahlbehandlung und die damit einhergehende Verfestigung der Probenoberfläche, sowie die eingebrachten Eigenstressungen, beeinflussen die Rissinitiierung bei Hochtemperaturemüdungsversuchen. Die Rissinitiierung kann an der Probenoberfläche oder im Probenvolumen erfolgen. Beispielhafte Bruchflächen sind in Abbildung 5.14 zu sehen. Für den Fall, dass die Risse an der Oberfläche entstehen, ist nur ein versagenskritischer Riss auf der Bruchfläche vorhanden. Dieser initiiert an Kerben, die durch tiefere Einschläge während der Kugelstrahlbehandlung entstanden sind. Bei Rissinitiierung aus dem Probeninneren können mehrere Risse in der Probe entstehen, bevor diese zum Versagen führen.

Abbildung 5.14a zeigt eine Bruchfläche mit Rissinitiierung an der Probenoberfläche. Diese ist sehr ähnlich zu den Bruchflächen des unbehandelten Grundmaterials. Der Unterschied liegt darin, dass der Riss an einem Einschlag des

Strahlgutes beginnt (vgl. Abbildung 5.14b). Sind diese Einschläge unkritisch, so beginnen die Risse meist im Volumen. Geschieht dies, wie in Abbildung 5.14c, sehr nahe der Oberfläche, bricht der Riss entweder zur Oberfläche durch oder initiiert infolge der Kerbwirkung ein Sekundäriss an der Oberfläche. Damit geschieht die Rissausbreitung analog zur Initiierung an der Oberfläche. Die Risse im Volumen können nicht nur nahe der Oberfläche entstehen, sondern auch weiter im Probeninneren. Hierbei können auch mehrere versagenskritische Risse gleichzeitig wachsen und einen beträchtlichen Teil der Probenfläche einnehmen, bevor diese bricht. Die verschiedenen Risse im Volumen liegen zu meist auf unterschiedlichen Ebenen. Dies ist beispielhaft in Abbildung 5.14d zu sehen. Der Riss rechts oben ist durch darüber liegendes Material teilweise verdeckt, weiter links sind zwei weitere Volumenrisse zu sehen und am unteren Rand der Probe ein Oberflächenriss. Auch hier initiiert, wie schon bei der Initiierung nahe der Oberfläche, der Riss im Volumen einen Oberflächenriss.

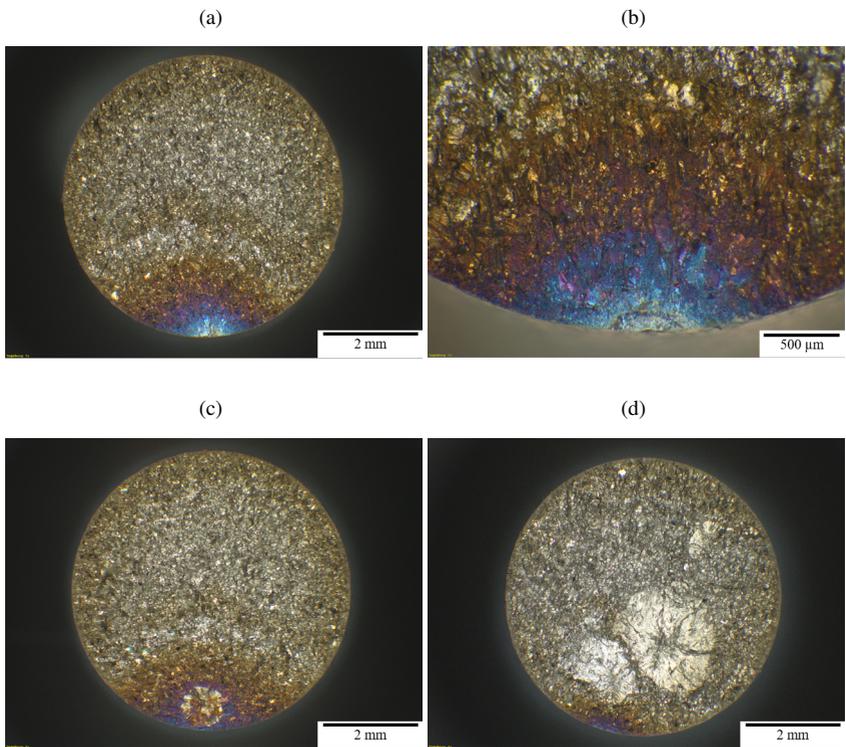


Abbildung 5.14: Vergleich der Bruchflächen kugelgestrahlter Proben nach Rissinitiierung (a) von Probenoberfläche, (b) an einem Einschlag, (c) knapp unter der Oberfläche und (d) mehrfach im Volumen

5.3.4 Lebensdauer

Abbildung 5.15 zeigt den Einfluss der in Unterabschnitt 3.3.3 beschriebenen Kugelstrahlbehandlung auf die Lebensdauer. Der im vorherigen Abschnitt dargestellte Ort der Rissinitiierung wird durch die entsprechenden Symbole dargestellt. Bei fast allen ungestrahlten Proben ging das Versagen von der Oberfläche aus. Die kugelgestrahlten Proben hingegen zeigten sowohl Rissinitiierung von der Oberfläche, als auch im Volumen.

Die Lebensdauer kugelgestrahlter Proben zeigt bei 260 MPa eine bimodale Verteilung, die gut mit dem Rissursprung korreliert. Im Vergleich zum unbehandelten Material führt eine Rissinitiierung an der Probenoberfläche zu einer leicht reduzierten Lebensdauer, eine Rissinitiierung im Volumen hingegen verlängert die Lebensdauer. Im Vergleich zum Anriss von der Probenoberfläche zeigen Proben mit Anriss im Volumen eine um Faktor 1,8 höhere Lebensdauer.

Bei einer Beanspruchungsamplitude von 230 MPa führt Kugelstrahlen zu einer Reduktion der Bruchlastspielzahl, obwohl alle Risse im Volumen entstehen. An der Oberfläche konnte keine Rissinitiierung mehr beobachtet werden.

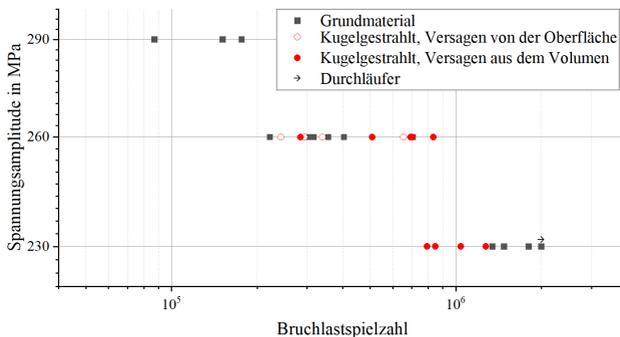


Abbildung 5.15: Wöhlerkurve des Grundmaterials und kugelgestrahlter Proben nach Anrissort bei 750 °C [86]

5.3.5 Diskussion

Die Eigenspannungen wurden mithilfe der Röntgendiffraktometrie und der inkrementellen Bohrlochmethode bestimmt. Die Röntgendiffraktometrie gibt nur nahe der Oberfläche ein genaues Bild der Eigenspannungszustände. Aufgrund des grobkörnigen Grundmaterials tragen im ungestrahlten Material nur wenige Körner zur Beugungsstatistik bei, was zu einer großen Messunsicherheit führt. Die nach dem Kugelstrahlen entstandenen Gleitbänder und Gitterverzerrungen ermöglichen eine oberflächennahe Messung. Um auch den weiteren Verlauf der Eigenspannungen im Material charakterisieren zu können, wurde die inkrementelle Bohrlochmethode angewandt. Diese zeigt, dass der Wechsel von Druck- in Zugeigenspannungen sehr gut mit dem Übergang der Mikrohärtigkeit zur Grundhärtigkeit bei etwa 300 µm unter der Oberfläche korreliert. Die hohen Eigenspannungen an der Probenoberfläche und die Kerbwirkung des Bohrlochs führen jedoch während des schrittweisen Bohrens zu weiteren plastischen Verformungen des Bohrlochs. Dadurch werden die gemessenen Eigenspannungen stark überschätzt. Dieser Effekt ist bekannt [55]. Nach dem Auslagern halbiert sich die mittlere Integralbreite an der Oberfläche, was darauf hindeutet, dass die Anzahl eingebrachter Gitterfehler und Verzerrungen aufgrund von Erholungsprozessen abnimmt. Dies deckt sich gut mit den Ergebnissen in Unterabschnitt 5.3.1, die eine signifikante Abnahme der Mikrohärtigkeit nach dem Auslagern zeigen.

Die beobachtete Verschiebung der Rissinitiierung von der Probenoberfläche in das Probenvolumen belegt, dass die Verfestigung und die Druckeigenspannungen in der Bauteiloberfläche die Rissinitiierung und -ausbreitung verzögern oder gar verhindern können, obwohl sich die Verfestigung und die Eigenspannungen während des Versuches aufgrund der erhöhten Probentemperatur teilweise abbauen. Diese Verschiebung der Rissinitiierung ins Volumen kann bei Ermüdung unter Umwelteinflüssen vorteilhaft sein [74]. Dies zeigen auch Untersuchungen von Jones et al. [76], die bei Ermüdungsversuchen bei 760 °C an

gedrehten Ti-47Al-2Nb-2Cr Proben ebenfalls eine Verschiebung der Rissinitiierung ins Volumen einhergehend mit einer erhöhten Lebensdauer feststellten. Zu Beginn der Untersuchungen für die vorliegende Arbeit wurde mit gedrehten Proben gearbeitet. Da diese jedoch aufgrund des Drehprozesses bis zu $70\mu\text{m}$ tiefe Risse aufwiesen, streute dementsprechend auch die Lebensdauer. Durch die eingebrachten Risse entfiel das Stadium der Rissinitiierung und die Lebensdauer war von der Größe der eingebrachten Risse abhängig. Daher wurde ein zusätzlicher Schleifprozess eingeführt und die Versuche, die mit gedrehter Oberfläche durchgeführt wurden, wiederholt. Aufgrund der Risse konnte in den anfänglichen Versuchen kein positiver Effekt der gedrehten Oberfläche festgestellt werden. Die Eigenspannungen an der Oberfläche durch das Kugelstrahlen lagen nach dem Auslagern noch in etwa im Bereich der Dauerfestigkeit des Grundmaterials. Diese Stärkung der Oberfläche wurde nur durch die Kerbwirkung einzelner großer Kugeleinschläge negiert, wodurch Risse an der Oberfläche beginnen konnten und im Falle der Belastung mit 260MPa die Lebensdauer reduzierten. Bei 230MPa war die Kerbwirkung nicht mehr ausschlaggebend und alle kugelgestrahlten Proben versagten aus dem Volumen. Wenn die Risse im Probenvolumen begannen, konnten sich mehrere Ermüdungsrisse gleichzeitig ausbreiten und weite Teile der Probenfläche einnehmen, bevor die Probe schlussendlich versagte. Dies geschah meist, wenn einer der Innenrisse die Probenoberfläche erreichte. Die daraus resultierende längere Lebensdauer bei 260MPa beruht auf der Risswachstumsgeschwindigkeit, die im Vakuum um Größenordnungen geringer als unter Atmosphäre ist [91, 92]. Durch das langsame Risswachstum können mehrere Volumenrisse entstehen und sich ausbreiten bevor ein Riss eine kritische Länge erreicht und zum Versagen führt.

Im Gegensatz zur Belastung mit 260MPa reduzierte die Rissinitiierung im Probenvolumen bei 230MPa die Bruchlastspielzahl um 35% . Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten ist, dass sich unter der Oberfläche aufgrund

der Zug-/ Druckasymmetrie des Materials während des Aufheizens und während der Ermüdungsbeanspruchung bei hohen Temperaturen mit der Zeit Zug-eigenstressungen ausbilden können. Lindemann et al. [74] beschrieben für kugelgestrahltes Ti-47Al-1.5Nb-1Cr-1Mn-0.2Si-0.5B die Bildung von Zug-eigenstressungen im Volumen nach dem Auslagern der Proben bei 650 °C für 50 h. Die durch das Kugelstrahlen entstandenen Druckeigenstressungen in der oberflächennahen Zone führen unweigerlich zu Zugeigenstressungen im Probenvolumen. Dadurch wird die lokale Dauerfestigkeit im Probenvolumen reduziert, was zu einer Rissinitiierung im Volumen führt und die Bruchlastspielzahl verringert. Dies deckt sich sehr gut mit den Schliften in Abbildung 5.9. Die Vielzahl an Sekundärrissen im Volumen zeigt, dass das Probenvolumen und die Probenoberfläche einen sehr ähnlichen Widerstand gegen Rissinitiierung besitzen. Jedoch breiten sich die Oberflächenrisse wesentlich schneller aus, wodurch diese zum Versagen führen. Wird nun die Oberfläche gestärkt und das Volumen geschwächt, reduziert sich die Bruchlastspielzahl trotz vorteilhafter Rissinitiierung im Volumen.

Aufgrund dieser Beobachtungen kann der eingestellte Zustand als überstrahlt bezeichnet werden. Die Kugelstrahlbehandlung führt zwar zu einer Stärkung der Oberfläche, jedoch ist diese so noch nicht anwendbar, da gerade die praxisrelevante Dauerfestigkeit negativ beeinflusst wird. Durch eine Reduktion der Almenintensität können auch die einzelnen Einschlüsse entschärft und die Zug-eigenstressungen reduziert werden. Somit würde eine Rissinitiierung an der Oberfläche unwahrscheinlicher und das Probenvolumen weniger geschwächt. Somit könnte auch eine positive Auswirkung des Kugelstrahlens auf die Dauerfestigkeit erzielt werden. Da Kugelstrahlen teilweise dazu eingesetzt wird die Bauteiloberfläche anzurauen, und somit zur besseren Haftung von Beschichtungen beizutragen, könnte eine optimierte Kugelstrahlbehandlung nicht nur die Haftung, sondern auch die Ermüdungseigenschaften beschichteter Bauteile verbessern.

5.4.2 Mikrohärte

Der Verlauf der Mikrohärte der voroxidierten Proben ist in Abbildung 5.17 abgebildet. Jedem Datenpunkt liegen vier Messungen zugrunde, um den Einfluss des Gefüges auf die Messung zu reduzieren. Die Härte des Grundmaterials beträgt, wie schon in den Untersuchungen der kugelgestrahlten Proben, ca. $250\text{HV}_{0,1}$. In den ersten $100\mu\text{m}$ unter der Oberfläche ist aufgrund der Einlagerung von Stickstoff und Sauerstoff ein deutlicher Anstieg der Mikrohärte zu erkennen. $50\mu\text{m}$ unter der Probenoberfläche liegt das Maximum mit über $300\text{HV}_{0,1}$. Es ist anzunehmen, dass die Mikrohärte direkt an der Oberfläche nochmals höher liegt. Eine Messung war dort aufgrund der Größe der Härteindrücke jedoch nicht möglich.

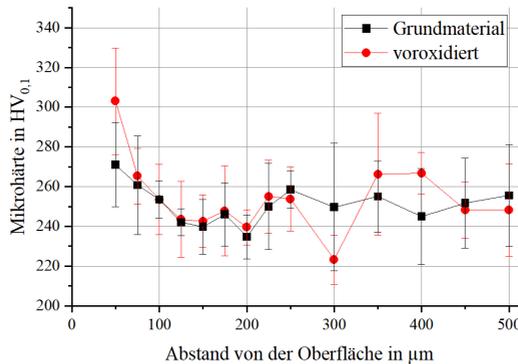


Abbildung 5.17: Mikrohärteverlauf des Grundmaterials und voroxidierten Proben bei 750°C

5.4.3 Bruchflächenbetrachtung

Abbildung 5.18 zeigt repräsentative Bruchflächen voroxidierten Proben. Es ist zu beobachten, dass alle Risse an der Oberfläche beginnen. Abbildung 5.18a-c zeigt die Bruchflächen von Proben, die mit Spannungsamplituden von 230 MPa, 245 MPa und 260 MPa belastet wurden. Die oxidierte Fläche des stabilen Risswachstums nimmt mit steigender Beanspruchung ab und die Restgewaltbruchfläche nimmt einen größeren Teil der Bruchfläche ein. Bei niedrigen Belastungen initiiert nur ein versagenskritischer Riss, auch wenn die Lebensdauer deutlich reduziert sein kann. Bei 260 MPa, wie in Abbildung 5.18c zu sehen, gibt es mehrere unabhängige Risse gleichzeitig, die gemeinsam zum Versagen führen.

Die durch die Voroxidation entstandene ca. 10 µm dicke Oxidschicht kann während der zyklischen Belastung abplatzen (siehe Abbildung 5.18d). In den Bereichen, in denen die Oxidschicht abgeplatzt ist, oxidiert das nun ungeschützte Material erneut. Bei höheren Beanspruchungsamplituden, und daraus resultierenden höheren Dehnungsamplituden, platzen tendenziell größere Bereiche ab, als bei niedrigen. Jedoch ist kein eindeutiger Trend zu erkennen, aus dem sich weitere Schlüsse ziehen lassen.

Die Bereiche der Bruchfläche können, wie schon bei den Hochtemperaturversuchen ohne Voroxidation, in einen glatten, durch Oxidation blau bis violett verfärbten Bereich des stabilen Risswachstums, einen bräunlich bis orange verfärbten Bereich sowie die unverfärbte Restgewaltbruchfläche unterteilt werden. Der glatte, blau bis violett verfärbte Bereich ist nach einer Belastung mit 245 MPa etwa 300 µm und nach einer Belastung mit 230 MPa etwa 400 µm tief.

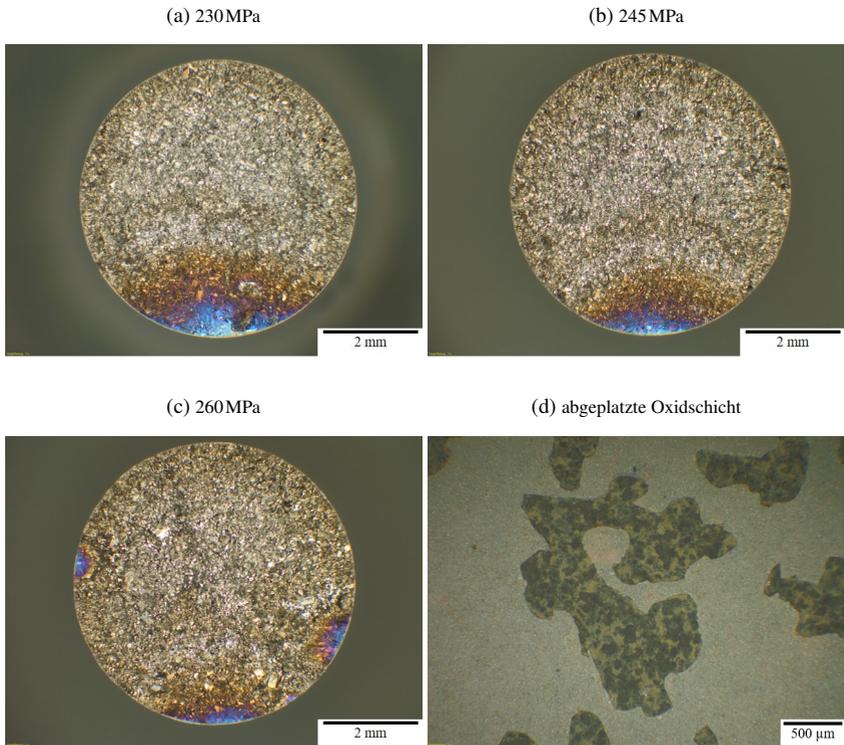


Abbildung 5.18: Vergleich der Bruchflächen voroxidierter Proben (a) 230 MPa, (b) 245 MPa und (c) 260 MPa. (d) abgeplatzte Oxidschicht auf der Probenmantelfläche in der Messstrecke.

5.4.4 Diskussion

Voroxidation führt zu einer Verringerung der Lebensdauer. Bei höheren Spannungsamplituden reißt die Oxidschicht an und löst sich flächig von dem darunterliegenden Material. Das unter der Oxidschicht freigelegte Grundmaterial kann erneut oxidieren. Dies entspricht dem von Neu et al. [63] beschriebenen

Typ II, bei dem es nicht zu einer lokalen, sondern zu einer großflächigen Oxidation des freigelegten Grundmaterials kommt. Für eine praxisrelevante Anwendung ist dies von Nachteil, da der tragende Querschnitt sukzessive reduziert wird. Jedoch wurde die Voroxidation bei Temperaturen etwa 100K über der aktuellen Einsatztemperatur von 48-2-2 durchgeführt [18]. Daher ist die Oxidationsrate des freigelegten Grundmaterials während der Ermüdungsbelastung deutlich geringer. Eine, wie durch die Voroxidation bei 850 °C für 300h entstandene, 10µm dicke Oxidschicht konnte in eigenen Oxidationsversuchen in Laborluft bei 750 °C erst nach 1000h beobachtet werden. Vorteilhaft ist, dass die Oxidschicht durch ihre schlechte Haftung zu keiner Spannungskonzentration an der Probenoberfläche und dadurch zur Rissinitiierung im Grundmaterial führt.

Allerdings kommt es durch die interstitielle Einlagerung von Stickstoff und Sauerstoff in der oberflächennahen Schicht zur Mischkristallhärtung und zur Versprödung [10, 13–15] während der Voroxidation, sowie während der Hochtemperaturversuche. Durch die Mischkristallhärtung kann die Versprödung indirekt über eine gesteigerte Mikrohärtung nachgewiesen werden [14, 17], jedoch wird dadurch die Versprödungstiefe unterschätzt [10]. Lamirand et al. [65] untersuchten die Härtesteigerung aufgrund der Sauerstoffeinlagerung an einer Ti-48Al-2Cr Legierung und ermittelten bei einem Sauerstoffgehalt von 1500ppm eine Mikrohärtung von 308HV_{0,1} bzw. 350HV_{0,1} bei 4000ppm. In der härtegesteigerten und versprödeten Schicht kommt es dann durch Überschreiten einer kritischen Dehnung zu einer frühen Rissinitiierung. Die kritische Dehnung sinkt mit steigender Versprödung [6, 65].

Die Bruchflächen zeigen, wie schon bei den nicht voroxidierten Proben bei 750 °C, mit Ausnahme der Versuche mit 260MPa, einen glatten, durch Oxidation blau bis violett verfärbten Bereich. Dessen Größe von 300 – 400µm, je nach Belastungsamplitude, korreliert in erster Näherung mit der sich durch die Voroxidation bei $T_{exp} = 850\text{ °C}$ für $t_{exp} = 300\text{ h}$ nach Gleichung 2.4 [10] zu

erwartenden Anrisstiefe von $a_{eff} = 230\mu\text{m}$. Die Versuche mit einer Beanspruchungsamplitude von 260MPa zeigen, wie schon erwähnt, Mehrfachrissinitiierung.

Der scharfe Übergang von LCF zu HCF bei einer Verringerung der Spannungsamplitude um 15MPa deutet auf ein Schwellenwertproblem hin. Das Versagen hängt davon ab, ob die versprödete Schicht anreißt bzw. ob die in der versprödeten Schicht entstandenen Anrisse ausbreitungsfähig sind. Unter Annahme eines elliptischen Anrisses mit $230\mu\text{m}$ Tiefe und einem Verhältnis von 1 : 1,5 der beiden Hauptachsen [10] ergibt sich mit einer Spannungsamplitude von 230MPa eine Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktor von ca. $4,3\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$. Gängige Literaturwerte des Spannungsintensitätsfaktors für 48-2-2 und ähnliche TiAl-Legierungen mit Duplexgefüge sind nur mit Lastverhältnissen von $R = 0,1 - 0,9$ verfügbar und bieten aufgrund von Rissschließeffekten nur eine begrenzte Vergleichbarkeit. Der Schwellenwert für einsetzende Rissausbreitung liegt, je nach Lastverhältnis und Temperatur, bei etwa $2 - 10\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ [90, 91, 93, 94, 98]. Da die berechnete Schwingbreite des Spannungsintensitätsfaktors in der gleichen Größenordnung wie der Schwellenwert gegen Rissausbreitung in der Literatur liegt, ist es durchaus möglich, dass die Lebensdauer von der Ausbreitungsfähigkeit der Risse bestimmt wird. Jedoch beträgt die geschätzte effektive Anrisstiefe durch Versprödung etwa $230\mu\text{m}$, welche sich auch durch einen glatten Bereich in den Bruchflächen widerspiegelt. Eine starke Oxidation der Rissfläche konnte nicht beobachtet werden. Daher ist davon auszugehen, dass Risse dieser Länge wachstumsfähig sind und somit ein Anrissproblem vorliegt.

Oberhalb von 245MPa reißt die versprödete Schicht folglich sehr früh an und die entstandenen Risse führen innerhalb kurzer Zeit zum Bruch, was zu einer starken Reduktion der Lebensdauer im Vergleich zum nicht voroxidierten Grundmaterial führt. Durch die in Abschnitt 5.2 beschriebene starke Verfestigung in den ersten Belastungszyklen ist es wahrscheinlich, dass die versprödete Schicht schon innerhalb der ersten Zyklen anreißt. Da bei einer Belastungsamplitude mit 260MPa die Dehnungsamplitude nochmals größer ist, reißt die

versprödete Schicht gleich an mehreren Stellen gleichzeitig an. Aufgrund dessen kommt es im Vergleich zum nicht voroxidierten Grundmaterial zu einer Mehrfachrissinitiierung. Bei 230MPa wird die Bruchdehnung der versprödeten Schicht vermutlich nicht überschritten und sie reißt nicht sofort an. Somit kommt es zu einem Sprung in der Lebensdauer von mehr als zwei Größenordnungen. Die sehr geringe Verminderung der Lebensdauer im Bereich der Dauerfestigkeit durch Voroxidation wurde ebenfalls von Wright et al. [10] beobachtet. In ihren Ergebnissen beschrieben sie eine Verringerung der Dauerfestigkeit durch Voroxidation von 0 – 27%. Planck et al. [14] beobachteten bei 760 °C für 500h geglühtem Ti-46Al-2Nb-2Cr-1Mo-0.2B bei einer Versuchstemperatur von 760 °C und einem Lastverhältnis von $R = 0,1$ eine Abnahme der Dauerfestigkeit von 360MPa auf 320MPa, was ca. 10% entspricht. Ein Grund für die leichte Reduktion der Dauerfestigkeit ist vermutlich die im Vergleich zum nicht voroxidierten Material breitere Risswurzel. Eine breite Risswurzel führt zu einem größeren Geometriefaktor [130] und somit zu einem größeren Spannungsfeld vor der Rissspitze. Dadurch wachsen die Risse schneller und die kritische Risstiefe ist geringer. Des Weiteren kann auch die sich durch das asymmetrische Materialverhalten unter Zug- und Druckbeanspruchung aufbauende Mitteldehnung dazu führen, dass die Dehngrenze der versprödeten Schicht überschritten wird, wodurch Risse früher initiieren und somit zu einer leichten Reduktion der Bruchlastspielzahl führen.

5.5 Einfluss von Beschichtungen

Dieser Abschnitt befasst sich mit dem Einfluss der vier verschiedenen Beschichtungen auf das Ermüdungs- und Versagensverhalten. Die dargestellten Ergebnisse und Diskussionen zu den beiden SiAl Deckschichten wurden bereits von Guth et al. [85] veröffentlicht.

5.5.1 Lebensdauer

Abbildung 5.19 zeigt den Einfluss von Oxidationsschutzschichten auf das Ermüdungsverhalten im Vergleich zum Grundmaterial und dem voroxidierten Grundmaterial. Die Streuung der Lebensdauer der beschichteten Proben ist deutlich geringer als die des Grundmaterials. Alle Beschichtungen zeigen den, schon beim voroxidierten Grundmaterial beschriebenen, starken Sprung in der Lebensdauer um mehr als zwei Größenordnungen innerhalb einer Differenz der Spannungsamplitude von nur 15 MPa. Dieser Sprung liegt jedoch, je nach Beschichtung, auf einem anderen Spannungsniveau. Die Lebensdauern der TiCrAlY und der TiCrAlYSi beschichteten Proben verhalten sich nahezu identisch, wie die der nicht beschichteten voroxidierten Proben. Die starke Abnahme der Lebensdauer liegt ebenfalls zwischen 230 MPa und 245 MPa.

Die SiAl-PC beschichteten Proben zeigt im Vergleich zu jenen mit TiCrAlY und TiCrAlYSi Beschichtung, sowie den voroxidierten Proben eine ähnliche Bruchlastspielzahl. Allerdings liegt der Übergang von LCF zu HCF etwa 15 MPa niedriger. Dieser scheint relativ nah bei 230 MPa zu liegen, da auf diesem Lastniveau je eine kurze und eine lange Lebensdauer aufgetreten sind. Die SiAl-MS beschichteten Proben schneiden im Vergleich der Bruchlastspielzahlen am schlechtesten ab. Die Lebensdauer ist, verglichen mit allen anderen untersuchten Zuständen, die kürzeste. Zudem tritt der Sprung in der Lebensdauer erst bei ca. 215 MPa auf.

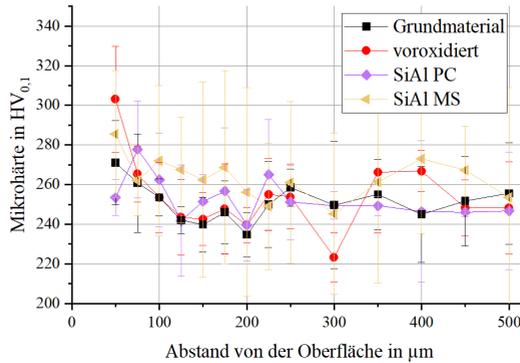


Abbildung 5.20: Mikrohärteverlauf der Grundmaterials und voroxidiierter Proben bei 750°C

5.5.3 Sekundärrisse

Abbildung 5.21 zeigt repräsentative Sekundärrisse der mit den vier untersuchten Beschichtungen beschichteten Proben. In Abbildung 5.21a ist ein Anriss der SiAl-PC Schutzschicht zu sehen. Der Riss ist in der Beschichtung initiiert und anschließend in das Grundmaterial übergegangen. Der Riss entstand unabhängig von einer Korngrenze und breitete sich im Grundmaterial transkristallin aus. Ähnliches ist bei der SiAl-MS Schicht in Abbildung 5.21b zu erkennen. Die abgebildeten Risse sind in der Beschichtung entstanden, aber noch nicht in das Grundmaterial weiter gewachsen. Interessant ist, dass sich die Beschichtung zwischen zwei nahe beieinander liegenden Anrissen vom Grundmaterial ablöst. Dies konnte jedoch nur in diesem einen Fall beobachtet werden. Die beiden TiAlCrYSi und TiCrAlY Beschichtungen zeigen lokal deutlich mehr Anrisse in der Beschichtung. Diese Anhäufung liegt hauptsächlich in der Nähe des Restgewaltbruchs. Anders als bei den SiAl Schichten, breiten sich diese Risse meist ein kleines Stück in das Grundmaterial aus, bleiben dort aber häufig an Korngrenzen oder Lamellen stehen. Zudem sind in den Beschichtungen Poren zu sehen. In der TiCrAlY Schicht sind diese sehr fein, in der TiCrAlYSi

Schicht etwas gröber. Im Volumen sind keine Risse zu finden.

In Abbildung 5.22 sind die Sekundärrissdichten der vier Beschichtungen und des voroxidierten Grundmaterials nach Belastung mit 245 MPa und 230 MPa aufgetragen. Die beiden SiAl Beschichtungen zeigen mit sinkender Belastungsamplitude und damit längerer Lebensdauer weniger Sekundärrisse. Im Gegensatz dazu steigt die Anzahl der Sekundärrisse bei den voroxidierten, sowie der TiAlCrYSi und der TiCrAlY mit sinkender Beanspruchung bzw. steigender Lebensdauer.

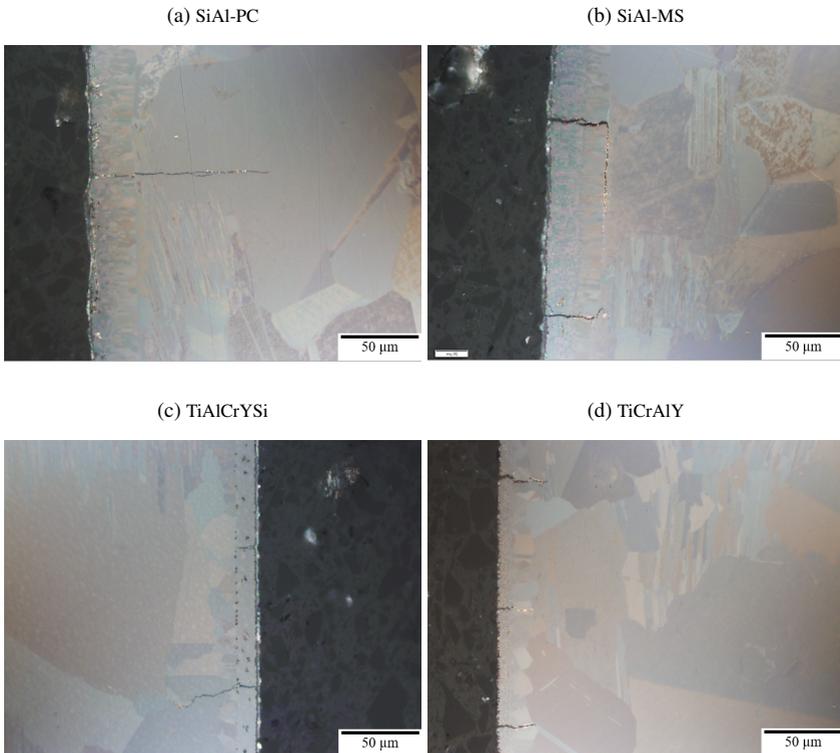


Abbildung 5.21: Vergleich der Sekundärrisse in den unterschiedlichen Oxidationsschutzschichten (a) SiAl-PC, (b) SiAl-MS, (c) TiCrAlYSi und (d) TiCrAlY

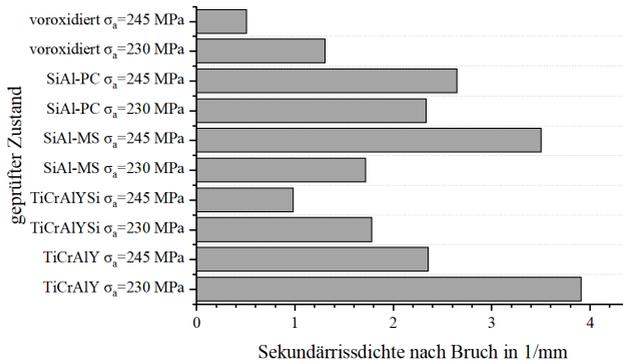


Abbildung 5.22: Sekundärrißdichte der verschiedenen Beschichtungen nach Ermüdungsbelastung bei 230 MPa und 245 MPa bei 750 °C

5.5.4 Bruchflächenbetrachtung

Die Rissinitiation der vier Beschichtungen bei 260 MPa, 245 MPa und 230 MPa ist in den repräsentativen Abbildungen 5.23-5.25 zu sehen. Generell führen höhere Belastungen meist zu Mehrfachrissinitiation, wohingegen niedrige Belastungen meist zu Einfachrissinitiation führen. Ein Abplatzen der Beschichtungen konnte in keinem Fall festgestellt werden.

Die jeweils in (a) abgebildeten SiAl-PC Schichten zeigen bei allen drei Belastungen sowohl Einfach- als auch Mehrfachrisse an der Oberfläche. Erst bei Spannungsamplituden von 215 MPa ist nur noch ein versagenskritischer Riss auf der Bruchfläche zu finden. Die in (b) abgebildeten Bruchflächen der SiAl-MS Schicht zeigen oberhalb von 230 MPa immer Mehrfachrisse. Erst bei 230 MPa und darunter sind Einfachrisse zu finden. Beide SiAl Schichten zeigen im Vergleich zu allen anderen Bruchflächen auffallend breite Risswurzeln, die sich weit um den Probenumfang erstrecken.

Sowohl die in (c) abgebildete TiCrAlYSi Beschichtung, als auch die in (d)

abgebildete TiCrAlY Beschichtung zeigen nur bei Spannungsamplituden von 260 MPa Einfach- und Mehrfachanrisse. Bei allen darunterliegenden Belastungsamplituden sind ausschließlich Einfachanrisse aufgetreten. Im Vergleich zu den SiAl Beschichtungen ist die Risswurzel deutlich schmaler. Die Rissfläche bei den Einfachanrissen nimmt mit sinkender Belastung zu.

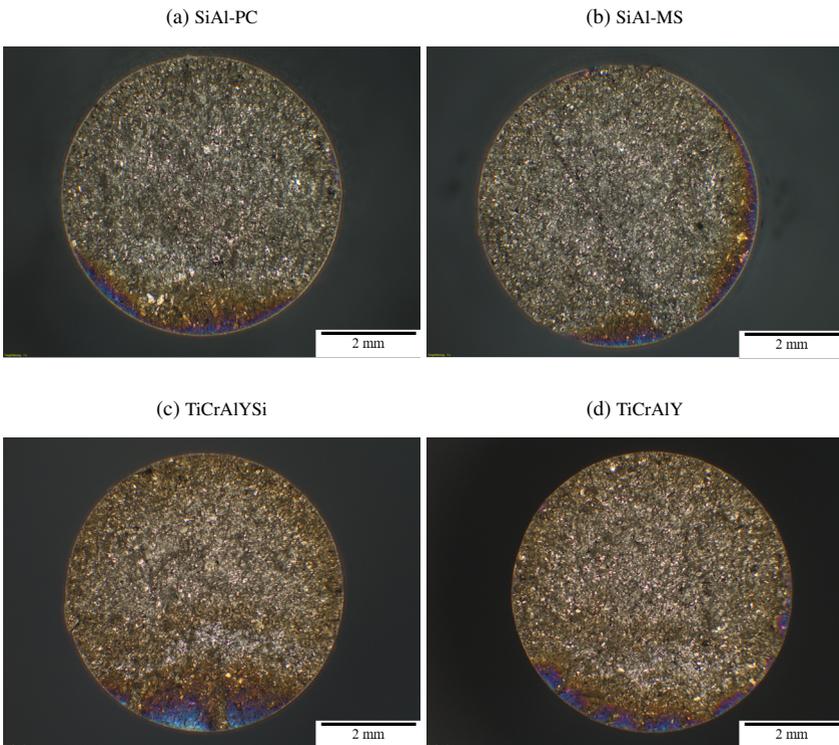


Abbildung 5.23: Vergleich der Bruchflächen von a SiAl-PC, (b) SiAl-MS, (c) TiCrAlYSi und (d) TiCrAlY beschichteter Proben bei 260 MPa

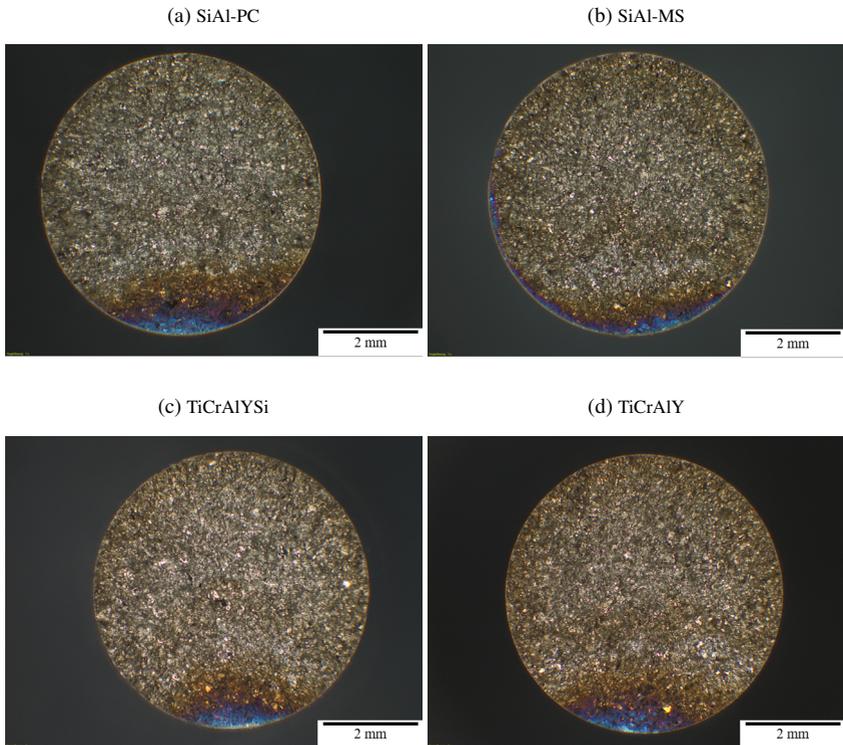


Abbildung 5.24: Vergleich der Bruchflächen von (a) SiAl-PC, (b) SiAl-MS, (c) TiCrAlYSi und (d) TiCrAlY beschichteter Proben bei 245 MPa

5.5.5 Diskussion

Die Beschichtungen bringen im Vergleich zu den unbeschichteten voroxidierten Proben keinen Lebensdauervorteil, sondern sind im Falle der SiAl Beschichtungen sogar von Nachteil. Alle Beschichtungen zeigen in einem engen Bereich von unter 15 MPa Spannungsamplitude einen starken Anstieg der Lebensdauer von mehr als zwei Größenordnungen. Ein ähnlicher Übergang von LCF zu HCF wurde auch für beschichtete Nickelbasiseinkristalle [131] festgestellt. Für hohe Beanspruchungsamplituden ergibt sich somit, wie schon

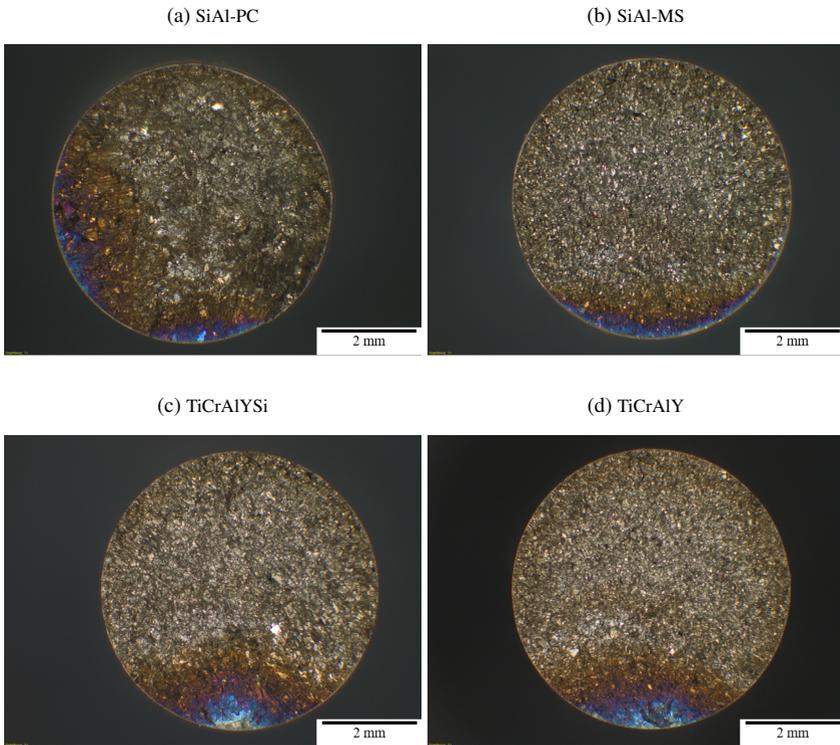


Abbildung 5.25: Vergleich der Bruchflächen von (a) SiAl-PC, (b) SiAl-MS, (c) TiCrAlYSi und (d) TiCrAlY beschichteter Proben bei 230 MPa

nach der Voroxidation, eine starke Reduktion der Lebensdauer im Vergleich zum nicht voroxidierten Grundmaterial. Im Bereich der Dauerfestigkeit ist der Einfluss durch die TiCrAlYSi und TiCrAlY Schichten nur noch gering ausgeprägt. Bei einer ähnlichen Beschichtung wurde bei einer Versuchstemperatur von 650 °C hingegen eine um etwa zu 20 % reduzierte Dauerfestigkeit beobachtet [116]. Im Gegensatz zu der in dieser Arbeit untersuchten Beschichtung wird in der Literatur von teilweise abgeplatzten Beschichtungen berichtet. Die

getesteten SiAl Schichten reduzieren die Dauerfestigkeit, wie schon in der Literatur beschrieben, signifikant. Da die Dauerfestigkeit nicht explizit bestimmt wurde, kann diese nur aus den Wöhlerkurven geschätzt werden. Die SiAl-PC Schicht verringert die Dauerfestigkeit um etwa 15 MPa (6 %) und die SiAl-MS um etwa 30 MPa (13 %). Eine mögliche Erklärung für die niedrigere Dauerfestigkeit der SiAl-MS beschichteten Proben ist der höhere Gehalt an spröden Ti_5Si_3 Siliziden [85]. Dadurch kommt es schon bei geringeren aufgeprägten Spannungsamplituden und daraus folgend geringeren Dehnungsamplituden zum Anreißen der Beschichtung. Eine weitere mögliche Erklärung ist die in Abbildung 5.20 zu sehende höhere Mikrohärtigkeit der SiAl-MS beschichteten Proben nahe der Probenoberfläche. Diese weist auf einen geringeren Schutz vor Eindiffusion von Stickstoff und Sauerstoff hin, wodurch das Grundmaterial versprödet.

Die ähnlichen Bruchflächen der beschichteten Proben und des voroxidierten Grundmaterials bei hohen Beanspruchungsamplituden mit Mehrfachrissinitiierung weisen darauf hin, dass die Risse sehr früh initiieren. Die in Abschnitt 2.2 beschriebenen Prozesse der Rissentstehung benötigen üblicherweise länger als die von Recina et al. [117] beschriebene, nur etwa 500 Zyklen andauernde, Phase des stabilen Risswachstums. Da trotz der kurzen Lebensdauer mehrere Risse gleichzeitig entstehen, ist davon auszugehen, dass die Risse in der versprödeten Schicht des voroxidierten Grundmaterials, beziehungsweise in der spröden Beschichtung selbst, entstehen und sich von dort in das Grundmaterial durch die Kerbwirkung weiter ausbreiten. Aufgrund der hohen Risswachstumsgeschwindigkeit unter Umgebungseinfluss bei hohen Temperaturen [83, 91, 93] kommt es somit zu sehr kurzen Lebensdauern.

Alle getesteten Beschichtungen zeigten eine Ausbreitung der Risse senkrecht zur Belastungsrichtung, wie sie schon von [132] für Schichtdicken über $5\ \mu\text{m}$ beschrieben wurde. Bei nur $1\ \mu\text{m}$ dicken Schichten schienen die Risse deutlich von der Mikrostruktur des Grundmaterials beeinflusst [132]. Die kürzere Lebensdauer von $15\ \mu\text{m}$ dicken Schichten im Vergleich zu jenen mit $5\ \mu\text{m}$ konnte nicht erklärt werden. Sivagnanam et al. [132] untersuchten auch den Einfluss

der angelegten Spannung im verwendeten PVD Prozess und stellten fest, dass aufgrund der mit der Biasspannung steigenden Druckeigenstressungen -30 V zu einer Rissinitiierung von der Oberfläche führten, wohingegen -100 V den Rissursprung in das Probenvolumen verschoben.

Die TiCrAlYSi und TiCrAlY Schichten zeigen, wie schon das voroxidierte Grundmaterial, mit größerer Lebensdauer mehr Sekundärrisse. Das deutet darauf hin, dass die Risse mit der Zeit durch plastische Dehnungslokalisierung im Grundmaterial entstehen, und dadurch, auch im Vergleich zum nicht voroxidierten Grundmaterial, ähnliche Lebensdauern aufweisen. Daher kann, wie schon Zhu et al. [116] feststellten, davon ausgegangen werden, dass ein guter Schutz gegen Versprödung besteht. Durch die leichte Zugmitteldehnung, die sich während der Ermüdungsbeanspruchung ergibt, führt dies gerade in der Grenzschicht von Grundmaterial und Beschichtung zu erhöhten Spannungen durch Dehnungsbehinderung. Da die Risse im Grundmaterial entstehen, sind diese bis zum Durchbruch durch die Beschichtung vor Umgebungseinflüssen geschützt, was die Ausbreitungsgeschwindigkeit während dieser Zeit um mehrere Größenordnungen reduziert [83, 91, 93]. Auch wenn durch die Sprödigkeit der Oxidationsschutzschicht die Zeit bis zum Durchbruch des Risses wahrscheinlich sehr kurz ist, ist der Sauerstoffzugang zum Grundmaterial dennoch reduziert. Zudem können die Mikrorisse von mikrostrukturellen Hindernissen wie Korngrenzen, Phasengrenzen oder Lamellen aufgehalten werden, wodurch diese über einen längeren Zeitraum sehr kurz bleiben und dadurch die Schutzschicht weniger klafft und somit ebenfalls noch ein teilweiser Schutz vor Umgebungseinflüssen besteht. Die schmalen Risswurzeln der TiCrAlYSi und TiCrAlY Schichten führen zu einem kleineren Geometriefaktor [130] und damit zu einem geringeren Spannungsintensitätsfaktor, wodurch Mikrorisse leichter gestoppt werden können. Außerdem breiten sich die Risse langsamer aus und können eine größere Fläche einnehmen, bevor die kritische Spannungsintensität erreicht wird und die Probe bricht.

Im Gegensatz zum voroxidierten Grundmaterial und der TiCrAlYSi bzw. Ti-CrAlY Schicht zeigen beide SiAl Beschichtungen mit steigender Beanspruchungsamplitude mehr Sekundärrisse. Da mit steigender Beanspruchungsamplitude auch die Dehnungsamplitude der Probe steigt, ist dies ein Anzeichen dafür, dass eine kritische Dehnung überschritten wird und die Beschichtungen dadurch sehr schnell anreißen, wie es schon von Costa et al. [68] beschrieben wurde. Dies ist eine typische Ursache für reduzierte Lebensdauern von beschichteten Proben [131]. Durch die starke Verfestigung des Grundmaterials zu Beginn der Ermüdungsbeanspruchung (vgl. Abschnitt 5.2) ist es wahrscheinlich, dass die SiAl-Beschichtungen schon innerhalb der ersten Zyklen anreißen, wenn ein gewisser Schwellwert der Dehnungsamplitude überschritten wird. Die breiten Risswurzeln auf den Bruchflächen zeigen, dass die Beschichtungen weit um den Umfang anreißen. Die angerissenen Schichten legen das Grundmaterial frei und führen somit lokal zu Oxidation und Versprödung im umgebenden Material. Durch die Kerbwirkung der gerissenen, gut haftenden Beschichtung, sowie dem Umgebungseinfluss, können sich die Risse schnell in das Grundmaterial ausbreiten und dort weiter wachsen. Die gute Haftung der Beschichtungen vergrößert zudem die Risslänge, da die Dicke der Beschichtung von 10 – 25 µm, je nach Beschichtung, mit betrachtet werden muss. Somit liegen an der Risspitze höhere Spannungsintensitäten vor und die Risse können leichter mikrostrukturelle Hindernisse überwinden.

Alles in allem bieten alle untersuchten Oxidationsschutzschichten auch bei längerer thermischer Belastung einen hervorragenden Schutz gegen Oxidation [19, 101–105]. Die Härtemessungen legen nahe, dass die Beschichtungen nicht nur vor Oxidation schützen sondern auch vor Versprödung. Bei hohen Spannungsamplituden führen die Beschichtungen zwar zu einer erheblichen Reduktion der Lebensdauer, im anwendungsrelevanten Fall im Bereich der Dauerfestigkeit wird die Lebensdauer jedoch nur wenig beeinflusst. Somit überwiegen bei Langzeitbelastungen die Vorteile des guten Oxidationsschutzes.

6 Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit war es den Einfluss von Oberflächenmodifikationen auf die Ermüdungseigenschaften und das Versagensverhalten der γ -TiAl Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb zu untersuchen. Hierzu wurden kraftkontrollierte Wöhlerversuche bei 750°C ohne Mittellast ($R = -1$) durchgeführt. Neben dem unbeschichteten Grundmaterial, das als Vergleich diente, wurden kugelgestrahlte, voroxidierte und beschichtete voroxidierte Proben geprüft. Es standen vier verschiedene Beschichtungen zur Verfügung, die von den Projektpartnern hergestellt wurden. Da aufgrund der hohen Versuchstemperatur mit zeitabhängigen Kriech- und Oxidationseffekten gerechnet werden musste, wurden Versuche an unbeschichtetem Material mit 0,5 Hz, 5 Hz und 50 Hz durchgeführt. Die Ergebnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

Für unbehandelte Proben zeigt sich bei Raumtemperatur eine flache Wöhlerkurve. Die Zugfestigkeit beträgt ca. 440 MPa und erste Durchläufer treten schon bei 420 MPa Spannungsamplitude auf. Auf den einzelnen Lasthorizonten beträgt die Streuung bis zu zwei Größenordnungen. Typisch für Werkstoffe mit geringen Bruchdehnungen zeigt die Bruchfläche keine Bereiche, die auf stabiles Risswachstum hindeuten und der Rissursprung ist häufig nicht eindeutig zu bestimmen. Bei 750°C wird das Materialverhalten deutlich duktiler und die Wöhlerkurve steiler. Die Zugfestigkeit bleibt nahezu unbeeinflusst, wohingegen erste Durchläufer erst bei 230 MPa Spannungsamplitude auftreten. Auf den einzelnen Lastniveaus verringert sich die Streuung auf unter Faktor 5. Die Bruchflächen zeigen deutliche Bereiche der stabilen Rissausbreitung. Der Rissursprung liegt meistens an der Probenoberfläche, kann jedoch auch dicht unterhalb der Oberfläche oder im Volumen liegen.

Die Versuchsfrequenz hat einen großen Einfluss auf das Verformungsverhalten, sowie die Zeit, die bei 750 °C verbraucht wird und damit auf die Lebensdauer. Die Steigerung der Versuchsfrequenz von 5 Hz auf 50 Hz erhöht die Bruchlastspielzahl um Faktor 2 bis 3,6. Die Reduktion von 5 Hz auf 0,5 Hz hingegen verringert die Lebensdauer um etwa Faktor 6 bis 16, was zu sehr ähnlichen Versuchszeiten bei beiden Frequenzen führt. Somit ist die Bruchlastspielzahl bei höheren Frequenzen eher mechanisch bestimmt, wohingegen bei niedrigeren Frequenzen das Versagen eher zeitbestimmt ist. Die Auswertung der Verformungshysteresen zeigt, dass eine höhere Belastungsfrequenz aufgrund der daraus folgenden höheren Dehnrate die plastische Dehnungsamplitude reduziert und dadurch die Bruchlastspielzahl steigt. Durch die hohen Temperaturen hat auch die Oxidation der Bauteiloberfläche, sowie die interstitielle Stickstoff- und Sauerstoffversprödung einen Einfluss auf die Bruchzeit. Dadurch versagen Proben bei 5 Hz und 0,5 Hz nach einer ähnlichen Versuchszeit, jedoch bei deutlich unterschiedlichen Bruchlastspielzahlen. Auf den Ort der Rissinitiierung hat die Versuchsfrequenz nur einen geringen Einfluss. Der versagenskritische Riss beginnt meist an der Probenoberfläche. Die Versuche bei 50 Hz zeigen im Gegensatz zu den Versuchen bei 5 Hz und 0,5 Hz interkristalline Bereiche auf der Bruchfläche, welche auf planares Gleiten hinweisen. Da dies nur bei Proben, die mit 50 Hz geprüft wurden beobachtet wurde, deutet dies auf einen Mechanismenwechsel hin. Die Untersuchung der Sekundärrissdichte in der Messstrecke zeigt einen Einfluss der Prüffrequenz sowie der Belastungsamplitude. Niedrige Amplituden und niedrige Frequenzen führen aufgrund höherer plastischer Dehnungsamplituden und tieferer Versprödung der Oberfläche zu mehr Sekundärrissen. Bei mit 50 Hz geprüften Proben entstehen die Sekundärrisse im Volumen vermutlich aufgrund des Wechsels von welligem zu planarem Gleiten wodurch die Versetzungen an ihre Gleitbenen gebunden sind und dadurch die Verformung lokalisiert stattfindet. Die durchgeführten Untersuchungen zeigen, dass bei sowohl der Auslegung zyklisch belasteter Bauteile, als auch bei der experimentellen Bestimmung von Werkstoffkennwerten der Einfluss der Belastungsfrequenz sorgfältig geprüft werden

muss.

Durch eine Kugelstrahlbehandlung können in der Oberfläche von Proben und Bauteilen signifikante Druckeigenspannungen von bis zu -800 MPa eingebracht werden, die auch nach 8 h Glühen bei 750°C noch bis zu -140 MPa betragen. Zudem bewirkt Kugelstrahlen eine starke Kaltverfestigung der oberflächennahen Bereiche, die sich in einer Verdoppelung der Mikrohärtung von $250\text{ HV}_{0,1}$ auf über $500\text{ HV}_{0,1}$ widerspiegelt. Nach dem Glühen ist die Mikrohärtung mit knapp $400\text{ HV}_{0,1}$ immer noch um 50 % im Vergleich zum Grundzustand erhöht. Falls das Versagen nicht von einzelnen, zu starken, Kugelein-schlägen ausgeht, kommt es zu einer Verschiebung der Rissinitiierung von der Probenoberfläche in das Volumen. Dies kann von Vorteil sein, da die Rissausbreitungsgeschwindigkeit ohne Umgebungseinfluss um mehrere Größenordnungen geringer ist als mit. Jedoch können sich im Bauteilvolumen, während der Belastung bei hohen Temperaturen aufgrund der stark verfestigten Oberfläche sowie des asymmetrischen Materialverhaltens unter Zug- und Druckbeanspruchung Zugeigenspannungen bilden, die die Bruchlastspielzahl vor allem im anwendungsrelevanten Bereich der Dauerfestigkeit reduzieren.

Eine Voroxidation der Proben führt nur zu einer geringen Verringerung der Lebensdauer im Bereich der Dauerfestigkeit. In einem engen Bereich von 15 MPa Belastungsamplitude kommt es zwischen 230 MPa und 245 MPa zu einem Sprung in der Lebensdauer von ca. zwei Größenordnungen. Durch diesen Effekt ist die Wöhlerkurve im LCF-Bereich sehr steil und im HCF-Bereich sehr flach. Der Verlauf der Mikrohärtung deutet auf eine signifikante Mischkristallhärtung der Oberfläche aufgrund von interstitiell eingelagertem Stickstoff und Sauerstoff hin, wodurch das Material auch versprödet. Dies spiegelt sich auch in der Bruchfläche wider. Alle Risse beginnen an der Probenoberfläche und zeigen eine breitere Risswurzel als bei nicht voroxidierten Proben. Bei hohen Beanspruchungsamplituden kommt es zudem zu Mehrfachrissinitiierung. Daher kann davon ausgegangen werden, dass der Sprung in der Lebensdauer einen Schwellenwert widerspiegelt, ob die versprödete Schicht sehr früh

anreißt oder nicht. Durch die Voroxidation wird das Material daher sehr empfindlich gegen Überlasten, die in jedem Fall vermieden werden müssen. Alle untersuchten Beschichtungen zeigen einen guten Schutz gegen Oxidation und haften sehr gut auf dem Grundmaterial. Der Verlauf der Mikrohärtigkeit zeigt, dass die SiAl Beschichtungen die Versprödung deutlich vermindern, wenn nicht sogar komplett verhindern. Dennoch zeigt die Lebensdauer beschichteter Proben, wie schon das voroxidierte Grundmaterial, innerhalb von 15 MPa Beanspruchungsamplitude einen Sprung in der Lebensdauer. Dieser liegt bei den TiCrAlY und TiCrAlYSi beschichteten Proben auf dem gleichen Lastniveau, wie bei dem voroxidierten Grundmaterial. Bei den SiAl-PC beschichteten Proben liegt der Übergang von LCF zu HCF bei einer Spannungsamplitude von etwa 230 MPa und bei jenen mit SiAl-MS zwischen 200 MPa und 215 MPa. Dies deutet darauf hin, dass die Lebensdauer davon abhängt, ob die Beschichtung anreißt oder nicht. Da die SiAl Schichten spröder sind als die beiden anderen, reißen diese bei niedrigeren Dehnungsamplituden an, wodurch auch der Übergang von LCF zu HCF niedriger liegt. Dies zeigt sich zudem in den Bruchflächen, die besonders bei den SiAl beschichteten Proben eine breitere Risswurzel und Mehrfachrisse selbst bei niedrigeren Lastniveaus aufweisen. Die Betrachtungen der Sekundärrissdichte implizieren, dass das Versagen in der TiCrAlY und der TiCrAlYSi Beschichtung durch plastische Dehnungslokalisierung im Grundmaterial ausgelöst wird und die Sekundärrissdichte mit der Bruchlastspielzahl steigt. Bei den SiAl Beschichtungen ist dies umgekehrt und Proben mit kürzeren Lebensdauern zeigen eine erhöhte Sekundärrissdichte. Dies lässt darauf schließen, dass die Risse vermutlich schon in den ersten Zyklen, während das Grundmaterial noch verfestigt, entstehen da hier die Dehnungsamplitude am größten ist. Für reale Anwendungen sind in der aktuellen Zusammensetzung unter Ermüdungsgesichtspunkten die TiCrAlYSi und die TiCrAlY Beschichtung den SiAl Beschichtungen vorzuziehen, da diese weniger spröde sind und einen geringeren Einfluss auf die Dauerfestigkeit zeigen. Wenn eine um etwa 10% reduzierte Dauerfestigkeit akzeptiert werden kann,

bieten die SiAl Schichten den Vorteil, dass diese weniger Sekundärrisse initiieren und dadurch ein noch besserer Schutz vor Umgebungseinflüssen besteht.

Literaturverzeichnis

- [1] Statista GmbH, “Verteilung der energiebedingten CO₂-Emissionen weltweit nach Sektor im Jahr 2018,” 2018. [Online]. Available: <https://de.statista.com/statistik/daten/studie/167957/umfrage/verteilung-der-co-emissionen-weltweit-nach-bereich/>
- [2] F. Appel, J. D. Heaton Paul, and M. Oehring, Eds., *Gamma Titanium Aluminide Alloys*. Weinheim: Wiley-VCH, 2009.
- [3] B. P. Bewlay, S. Nag, A. Suzuki, and M. J. Weimer, “TiAl alloys in commercial aircraft engines,” *Materials at High Temperatures*, vol. 33, no. 4-5, pp. 549–559, 2016.
- [4] M. L. Grilli, D. Valerini, A. E. Slobozeanu, B. O. Postolnyi, S. Balos, A. Rizzo, and R. R. Piticescu, “Critical Raw Materials Saving by Protective Coatings under Extreme Conditions: A Review of Last Trends in Alloys and Coatings for Aerospace Engine Applications,” *Materials*, vol. 14, no. 7, 2021.
- [5] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and titanium alloys: Fundamentals and applications*. Weinheim and Chichester: Wiley-VCH and [John Wiley] (distributor), 2003.
- [6] A. Lasalmonie, “Intermetallics: Why is it so difficult to introduce them in gas turbine engines?” *Intermetallics*, vol. 14, no. 10-11, pp. 1123–1129, 2006.

- [7] R. Pflumm, S. Friedle, and M. Schütze, “Oxidation protection of γ -TiAl-based alloys – A review,” *Intermetallics*, vol. 56, pp. 1–14, 2015.
- [8] J. Kumpfert, Y. W. Kim, and D. M. Dimiduk, “Effect of microstructure on fatigue and tensile properties of the gamma TiAl alloy Ti-46.5Al-3.0Nb-2.1Cr-0.2W,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 192-193, pp. 465–473, 1995.
- [9] G. Hénaff and A.-L. Gloanec, “Fatigue properties of TiAl alloys,” *Intermetallics*, vol. 13, no. 5, pp. 543–558, 2005.
- [10] P. Wright and A. Rosenberger, “Modeling thermal exposure effects on fatigue of gamma titanium aluminides,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. Vol.329-331, pp. 538–544, 2002.
- [11] A. L. Gloanec, D. Bertheau, M. Jouiad, G. Hénaff, M. Grange, and P. Belaygue, “Fatigue properties of a Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy produced by casting and powder metallurgy,” in *International Symposium on Gamma Titanium Aluminides, San Diego, Ca, Y.-W. Kim, AH Rosenberger, H. Clemens (ed.)*. Warrendale, PA: TMS, 2003, pp. 485–492.
- [12] T. Kruml, M. Petre nec, K. Obrtlík, J. Polák, and P. Buček, “Influence of niobium alloying on the low cycle fatigue of cast TiAl alloys at room and high temperatures,” *Procedia Engineering*, vol. 2, no. 1, pp. 2297–2305, 2010.
- [13] T. J. Kelly, C. Austin, P. J. Fink, and J. Schaeffer, “Effect of elevated temperature exposure un cast titanium aluminide (Ti-48Al-2Cr-2Nb),” *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 30, no. 9, pp. 1105–1110, 1994.
- [14] S. Planck and A. Rosenberger, “The influence of high temperature exposure on the mechanical performance of a γ titanium aluminide

- alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 325, no. 1-2, pp. 270–280, 2002.
- [15] M. P. Brady, W. J. Brindley, J. L. Smialek, and I. E. Locci, “The oxidation and protection of gamma titanium aluminides,” *JOM*, vol. 48, no. 11, pp. 46–50, 1996.
- [16] M. Fröhlich, A. Ebach-Stahl, R. Braun, and C. Leyens, “Oxidation protective coatings for γ -TiAl – recent trends,” *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 38, no. 9, pp. 667–673, 2007.
- [17] J. Lee, H. Lee, H. Lee, M. Oh, and D. Wee, “Effects of Al–21Ti–23Cr coatings on oxidation and mechanical properties of TiAl alloy,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 155, no. 1, pp. 59–66, 2002.
- [18] T. D. Wood, D. K. Dewald, and D. E. Mikkola, “High cycle fatigue behaviour of Ti–47Al–2Cr–2Nb and Ti–6242s with (Al,Cr)₃Ti plasma spray protective coating,” 1999.
- [19] N. Laska and R. Braun, “Oxidation and fatigue behaviour of gamma titanium aluminides coated with yttrium or zirconium containing intermetallic Ti–Al–Cr layers and thermal barrier coating,” *Materials at High Temperatures*, vol. 32, no. 1-2, pp. 221–229, 2015.
- [20] R. Braun, U. Schulz, C. Leyens, P. E. Hovsepian, and A. P. Ehiasarian, “Oxidation and fatigue behaviour of γ -TiAl coated with HIPIMS CrAlYN/CrN nanoscale multilayer coatings and EB-PVD thermal barrier coatings,” *International Journal of Materials Research*, vol. 101, no. 5, pp. 648–656, 2010.
- [21] D. Dimiduk, “Gamma titanium aluminide alloys—an assessment within the competition of aerospace structural materials,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 263, no. 2, pp. 281–288, 1999.

- [22] H. Clemens and H. Kestler, "Processing and Applications of Intermetallic γ -TiAl-Based Alloys," *Advanced Engineering Materials*, vol. 2, no. 9, pp. 551–570, 2000.
- [23] S. M. L. Sastry and H. A. Lipsitt, "Fatigue deformation of TiAl base alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 8, no. 2, pp. 299–308, 1977.
- [24] Y.-W. Kim, "Ordered intermetallic alloys, part III: Gamma titanium aluminides," *JOM*, vol. 46, no. 7, pp. 30–39, 1994.
- [25] M. Yamaguchi, H. Inui, and K. Ito, "High-temperature structural intermetallics," *Acta Materialia*, vol. 48, no. 1, pp. 307–322, 2000.
- [26] T. J. Kelly, M. C. Juhas, and S. C. Huang, "Effect of a B2/gamma structure on the tensile properties of the cast gamma titanium aluminide Ti-48Al-2Cr-2Nb," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 29, no. 11, pp. 1409–1414, 1993.
- [27] Y.-W. Kim and D. M. Dimiduk, "Progress in the understanding of gamma titanium aluminides," *JOM*, vol. 43, no. 8, pp. 40–47, 1991.
- [28] E. O. Hall, "The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results," *Proceedings of the Physical Society. Section B*, vol. 64, no. 9, pp. 747–753, 1951.
- [29] N. J. Petch, "The Cleavage Strength Of Polycrystals," *Journal of the Iron and Steel Institute*, vol. 174, no. 1, pp. 25–28, 1953.
- [30] J. C. Schuster and M. Palm, "Reassessment of the binary Aluminum-Titanium phase diagram," *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, vol. 27, no. 3, pp. 255–277, 2006.
- [31] E. Macherauch and H.-W. Zoch, *Praktikum in Werkstoffkunde: 95 ausführliche Versuche aus wichtigen Gebieten der Werkstofftechnik*, 12th ed. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014.

- [32] H. J. Maier, T. Niendorf, and R. Bürgel, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2019.
- [33] E. Macherauch and P. Mayr, “Strukturmechanische Grundlagen der Werkstoffermüdung,” *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, vol. 8, no. 7, pp. 213–224, 1977.
- [34] S. Suresh, *Fatigue of Materials*. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2012.
- [35] D. Radaj and M. Vormwald, *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure*, 3rd ed. Berlin: Springer, 2007.
- [36] H.-J. Christ, Ed., *Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe*, 2nd ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2009.
- [37] J. Schijve, *Fatigue of structures and materials*, second edition ed. Dordrecht: Springer, 2009.
- [38] G. Schott, *Werkstoffermüdung - Ermüdungsfestigkeit*. Berlin: Springer-Verlag, 2009.
- [39] T. Nicholas, *High cycle fatigue: A mechanics of materials perspective*. Oxford: Elsevier, 2006.
- [40] J. D. Paul, R. Hoppe, and F. Appel, “On the Bauschinger effect in TiAl alloys,” *Acta Materialia*, vol. 104, pp. 101–108, 2016.
- [41] P. Serrano, L. Toulabi, P. Kanoute, and A. Couret, “Cyclic deformation of TiAl generic microstructures at room and high temperature: Bauschinger effect & strain rate sensitivity,” *Intermetallics*, vol. 122, p. 106816, 2020.

- [42] C. Wells, "An analysis of the effect of slip character on cyclic deformation and fatigue," *Acta Metallurgica*, vol. 17, no. 4, pp. 443–449, 1969.
- [43] M. Gell and G. R. Leverant, "Mechanisms of High-Temperature Fatigue," in *Fatigue at Elevated Temperatures*, A. E. Carden, A. J. McEvily, and C. H. Wells, Eds. West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1973, pp. 37–66.
- [44] "DIN 8580:2003-09: Fertigungsverfahren: Begriffe, Einteilung," Berlin, 2003-09-00.
- [45] Y. Tamarin, *Protective coatings for turbine blades*. Materials Park Ohio: ASM International, 2002.
- [46] R. Förster and A. Förster, *Einführung in die Fertigungstechnik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2018.
- [47] R. Arnell and P. Kelly, "Recent advances in magnetron sputtering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 112, no. 1-3, pp. 170–176, 1999.
- [48] R. Mévrel, C. Duret, and R. Pichoir, "Pack cementation processes," *Materials Science and Technology*, vol. 2, no. 3, pp. 201–206, 1986.
- [49] H. Wohlfahrt, Ed., *Mechanische Oberflächenbehandlungen: Grundlagen, Bauteileigenschaften, Anwendungen*. Weinheim: Wiley-VCH, 2000.
- [50] V. Schulze, *Modern mechanical surface treatment: States, stability, effects: Zugl.: Karlsruhe, Univ., Habil.-Schr., 2004*. Weinheim: Wiley-VCH, 2006.
- [51] J. O. Almen, "Shot blasting to increase fatigue resistance," *SAE Transactions*, vol. 51, pp. 248–268, 1943.

- [52] B. Scholtes and E. Macherauch, "Auswirkungen mechanischer Randschichtverformungen auf das Festigkeitsverhalten metallischer Werkstoffe," *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 77, no. 5, pp. 322–337, 1986.
- [53] Z. W. Huang, J. P. Lin, and B. Feng, "Microstructural characterization and fatigue response of alloy Ti-46Al-5Nb-1W with varied surface quality and thermal exposure history," *Materials Characterization*, vol. 130, pp. 285–297, 2017.
- [54] "DIN EN 15305:2009-01, Zerstörungsfreie Prüfung_- Röntgendiffraktometrisches Prüfverfahren zur Ermittlung der Eigenspannungen; Deutsche Fassung EN_15305:2008," Berlin.
- [55] J. Gibmeier, J. P. Nobre, and B. Scholtes, "Residual Stress Determination by the Hole Drilling Method in the Case of Highly Stressed Surface Layers," *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, vol. 53, no. 3Appendix, pp. 21–25, 2004.
- [56] U. Martin, I. Altenberger, B. Scholtes, K. Kremmer, and H. Oettel, "Cyclic deformation and near surface microstructures of normalized shot peened steel SAE 1045," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 246, no. 1-2, pp. 69–80, 1998.
- [57] H. Wohlfahrt, "Ein Modell zur Vorhersage kugelstrahlbedingter Eigenspannungszustände," *Eigenspannungen, Karlsruhe, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde eV, Oberursel*, pp. 301–319, 1983.
- [58] A. L. Gloanec, G. Hénaff, M. Jouiad, D. Bertheau, P. Belaygue, and M. Grange, "Cyclic deformation mechanisms in a gamma titanium aluminide alloy at room temperature," *Scripta Materialia*, vol. 52, no. 2, pp. 107–111, 2005.
- [59] M. Jouiad, A.-L. Gloanec, M. Grange, and G. Hénaff, "Cyclic deformation mechanisms in a cast gamma titanium aluminide alloy,"

- Materials Science and Engineering: A*, vol. 400-401, pp. 409–412, 2005.
- [60] W. Yu, Y. Yin, J. Zhou, W. Li, J. Zuo, J. Lin, and X. Feng, “High cycle fatigue behaviors and deformation mechanisms in Ti47Al2Cr2Nb alloy at room temperature and 700°C,” *Journal of Materials Research and Technology*, 2022.
- [61] S. Becker, A. Rahmel, M. Schorr, and M. Schtze, “Mechanism of isothermal oxidation of the intel-metallic TiAl and of TiAl alloys,” *Oxidation of Metals*, vol. 38, no. 5-6, pp. 425–464, 1992.
- [62] S. Taniguchi, “Coatings for TiAl,” *MRS Bulletin*, no. 19.10, pp. 31–34, 1994.
- [63] R. W. Neu and H. Sehitoglu, “Thermomechanical fatigue, oxidation, and Creep: Part II. Life prediction,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 20, no. 9, pp. 1769–1783, 1989.
- [64] Y. Saitoh, K. Asakawa, and K. Mino, “Embrittlement of titanium aluminides by slight oxidation,” *to be presented at the JIMIS-7*, 1993.
- [65] M. Lamirand, J.-L. Bonnentien, and J.-P. Chevalier, “Interstitial oxygen in TiAl alloys : effects on lamellar microstructure, ductility and yield point,” *Matériaux & Techniques*, vol. 92, no. 1-2, pp. 31–38, 2004.
- [66] J. L. Smialek, “Oxidation behaviour of TiAl3 coatings and alloys,” *Corrosion Science*, vol. 35, no. 5-8, pp. 1199–1208, 1993.
- [67] T. C. Munro and B. Gleeson, “The deposition of aluminide and silicide coatings on γ -TiAl using the halide-activated pack cementation method,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 27, no. 12, pp. 3761–3772, 1996.

- [68] M. Costa, M. Venditti, M. Cioffi, H. Voorwald, V. A. Guimarães, and R. Ruas, "Fatigue behavior of PVD coated Ti-6Al-4V alloy," *International Journal of Fatigue*, vol. 33, no. 6, pp. 759–765, 2011.
- [69] S. Baragetti, G. Lavecchia, and A. Terranova, "Variables affecting the fatigue resistance of PVD-coated components," *International Journal of Fatigue*, vol. 27, no. 10-12, pp. 1541–1550, 2005.
- [70] J. Wareing, *Mechanisms of high temperature fatigue and creep-fatigue failure in engineering materials*. United Kingdom: Applied Science, 1983.
- [71] E. R. de los Rios, A. Walley, M. T. Milan, and G. Hammersley, "Fatigue crack initiation and propagation on shot-peened surfaces in A316 stainless steel," *International Journal of Fatigue*, vol. 17, no. 7, pp. 493–499, 1995.
- [72] J. D. Almer, J. B. Cohen, and B. Moran, "The effects of residual macrostresses and microstresses on fatigue crack initiation," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 284, no. 1-2, pp. 268–279, 2000.
- [73] I. Altenberger, "Mikrostrukturelle Untersuchungen mechanisch randschichtverfestigter Bereiche schwingend beanspruchter metallischer Werkstoffe," Dissertation, Universität Kassel, Kassel, 2000.
- [74] J. Lindemann, C. Buque, and F. Appel, "Effect of shot peening on fatigue performance of a lamellar titanium aluminide alloy," *Acta Materialia*, vol. 54, no. 4, pp. 1155–1164, 2006.
- [75] S. A. Bentley, A. L. Mantle, and D. K. Aspinwall, "The effect of machining on the fatigue strength of a gamma titanium aluminide intermetallic alloy," *Intermetallics*, vol. 7, pp. 967–969, 1999.

- [76] P. Jones and D. Eylon, "Effects of conventional machining on high cycle fatigue behavior of the intermetallic alloy Ti-47Al-2Nb-2Cr (at.%)," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 263, no. 2, pp. 296–304, 1999.
- [77] T. N. Rhys-Jones and T. P. Cunningham, "The influence of surface coatings on the fatigue behaviour of aero engine materials," *Surface and Coatings Technology*, vol. 42, no. 1, pp. 13–19, 1990.
- [78] L. B. Getsov, A. I. Rybnikov, Malashenko, I.S., K. Yakovchuk, and Y. Belolipetskii, "The fatigue resistance of heat resistant alloys with coatings," *Strength of Materials*, vol. 22, no. 5, pp. 685–691, 1990.
- [79] U. Schulz, C. Leyens, K. Fritscher, M. Peters, B. Saruhan-Brings, O. Lavigne, J.-M. Dorvaux, M. Poulain, R. Mévrel, and M. Caliez, "Some recent trends in research and technology of advanced thermal barrier coatings," *Aerospace Science and Technology*, vol. 7, no. 1, pp. 73–80, 2003.
- [80] I. M. Ross, W. M. Rainforth, Z. Zhou, J. C. Walker, C. Reinhard, A. P. Ehiasarian, P. E. Hovsepian, and R. Braun, "Oxidation performance of nano-scale multilayer coatings on γ -TiAl," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 126, p. 012022, 2008.
- [81] R. Braun, N. Laska, S. Knittel, and U. Schulz, "Effect of intermetallic coatings on the tensile properties of a γ -TiAl based TNM alloy," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 699, pp. 118–127, 2017.
- [82] S. Setowaki, Y. Ichikawa, and I. Nonaka, "Effect of Frequency on High Cycle Fatigue Strength on Railway Axle Steel," *Proc of VHCF-5 Congress, Berlin, Germany*, pp. 153–158, 2011.
- [83] S. J. Balsone, D. C. Maxwell, and T. F. Broderick, "Fatigue Crack Growth Behavior of Titanium Aluminide Ti-25Al-25Nb," in *Fracture*

- Mechanics: Twenty-Third Symposium*, R. Chona, Ed. West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1993, pp. 551–551–17.
- [84] F. E. Organ and M. Gell, “The effect of frequency on the elevated temperature fatigue of a nickel-base superalloy,” *Metallurgical Transactions*, vol. 2, no. 4, pp. 943–952, 1971.
- [85] S. Guth, R. Swadźba, C. Breuner, P.-P. Bauer, S. Nizamoglu, B. Mendala, K. Radwanski, and N. Laska, “Influence of oxidation protective SiAl coatings on the tensile and fatigue behavior of Ti–48Al–2Cr–2Nb at elevated temperatures,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 858, p. 144182, 2022.
- [86] C. Breuner, S. Guth, E. Gall, R. Swadźba, J. Gibmeier, and M. Heilmaier, “Influence of Shot Peening on the Isothermal Fatigue Behavior of the Gamma Titanium Aluminide Ti–48Al–2Cr–2Nb at 750 °C,” *Metals*, vol. 11, no. 7, p. 1083, 2021.
- [87] S. J. Balsone, B. D. Worth, J. M. Larsen, and J. W. Jones, “Fractographic Study of Fatigue Crack Growth Processes in a Fully Lamellar γ -TiAl Alloy,” *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, no. 10, pp. 1653–1658, 1995.
- [88] K. S. Chan and Y.-W. Kim, “Influence of microstructure on crack-tip micromechanics and fracture behaviors of a two-phase TiAl alloy,” *Metallurgical Transactions A*, vol. 23, no. 6, pp. 1663–1677, 1992.
- [89] M. S. Dahar, S. M. Seifi, B. P. Bewlay, and J. J. Lewandowski, “Effects of test orientation on fracture and fatigue crack growth behavior of third generation as-cast Ti–48Al–2Nb–2Cr,” *Intermetallics*, vol. 57, pp. 73–82, 2015.
- [90] M. S. Dahar, S. A. Tamirisakandala, and J. J. Lewandowski, “Fatigue crack growth and fracture behavior of as-cast

- Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B (TNM) compared to Ti-48Al-2Nb-2Cr (4822),” *Intermetallics*, vol. 91, pp. 158–168, 2017.
- [91] C. Mabru, G. Hénaff, and J. Petit, “Environmental influence on fatigue crack propagation in TiAl alloys,” *Intermetallics*, vol. 5, no. 5, pp. 355–360, 1997.
- [92] C. Mabru, D. Bertheau, S. Pautrot, J. Petit, and G. Hénaff, “Influence of temperature and environment on fatigue crack propagation in a TiAl-based alloy,” *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 64, no. 1, pp. 23–47, 1999.
- [93] A. L. McKelvey, K. T. Venkateswara Rao, and R. O. Ritchie, “High-temperature fracture and fatigue-crack growth behavior of an XD gamma-based titanium aluminide intermetallic alloy,” *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 31, no. 5, pp. 1413–1423, 2000.
- [94] C. Mercer and W. O. Soboyejo, “Fatigue crack growth in cast gamma titanium aluminides,” *Acta Materialia*, vol. 45, no. 10, pp. 4385–4396, 1997.
- [95] C. Mercer, J. Lou, and W. O. Soboyejo, “An investigation of fatigue crack growth in a cast lamellar Ti-48Al-2Cr-2Nb alloy,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 284, no. 284, pp. 235–245, 2000.
- [96] K. Tokaji, H. Shiota, and M. Nemura, “Fatigue crack propagation at elevated temperatures in titanium aluminide intermetallic,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 268, pp. 63–69, 1999.
- [97] C. Choi, H. J. Kim, Y.-T. Lee, Y.-W. Kim, and C. S. Lee, “Effects of microstructural parameters on the fatigue crack growth of fully lamellar γ -TiAl alloys,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 329-331, pp. 545–556, 2002.

- [98] J. J. Kruzic, J. P. Camperbell, and R. O. Ritchie, "On the Fatigue Behavior of gamma-Based Titanium Aluminides: Role of Small Cracks," *Acta Materialia*, vol. 47, no. 3, pp. 801–816, 1999.
- [99] Y. Mutoh, T. Moriya, S. Zhu, and Y. Mizuha, "Initiation and Growth of Small Fatigue Crack in TiAl Intermetallics at Elevated and Room Temperatures," *Materials Science Research International*, pp. 19–25, 1998.
- [100] "DIN EN ISO 6508-1:2016-12, Metallische Werkstoffe_- Härteprüfung nach Rockwell_- Teil_1: Prüfverfahren (ISO_6508-1:2016); Deutsche Fassung EN_ISO_6508-1:2016," Berlin.
- [101] N. Laska, R. Braun, and S. Knittel, "Oxidation behavior of protective Ti-Al-Cr based coatings applied on the γ -TiAl alloys Ti-48-2-2 and TNM-B1," *Surface and Coatings Technology*, vol. 349, pp. 347–356, 2018.
- [102] R. Swadźba and P.-P. Bauer, "Microstructure formation and high temperature oxidation behavior of Ti-Al-Cr-Y-Si coatings on TiAl," *Applied Surface Science*, vol. 562, p. 150191, 2021.
- [103] P.-P. Bauer, N. Laska, and R. Swadźba, "Increasing the oxidation resistance of γ -TiAl by applying a magnetron sputtered aluminum and silicon based coating," *Intermetallics*, vol. 133, p. 107177, 2021.
- [104] R. Swadźba, L. Swadźba, B. Mendala, B. Witala, J. Tracz, K. Marugi, and . Pyclik, "Characterization of Si-aluminide coating and oxide scale microstructure formed on γ -TiAl alloy during long-term oxidation at 950 °C," *Intermetallics*, vol. 87, pp. 81–89, 2017.
- [105] R. Swadźba, L. Swadźba, B. Mendala, P.-P. Bauer, N. Laska, and U. Schulz, "Microstructure and cyclic oxidation resistance of Si-aluminide coatings on γ -TiAl at 850 °C," *Surface and Coatings Technology*, vol. 403, p. 126361, 2020.

- [106] G. Petzow and V. Carle, *Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen*, nachdruck der 6. auflage ed., ser. Materialkundlich-technische Reihe. Berlin: Borotraeger, 2006, vol. 1.
- [107] Gordian Schlehuber, “Einfluss der Belastungsfrequenz auf das Ermüdungsverhalten von Ti-48Al-2Cr-2Nb bei 750°C,” Bachelorarbeit, KIT, Karlsruhe, August 2021.
- [108] E. Macherauch and P. Müller, “Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsermittlung,” *Zeitschrift für angewandte Physik*, no. 7, pp. 305–312, 1961.
- [109] K. S. Chan, “The fatigue resistance of TiAl-based alloys,” *JOM*, vol. 49, no. 7, pp. 53–58, 1997.
- [110] H.-J. Christ, F. Fischer, and H. Maier, “High-temperature fatigue behavior of a near- γ titanium aluminide alloy under isothermal and thermo-mechanical conditions,” *Materials Science and Engineering: A*, vol. 319-321, pp. 625–630, 2001.
- [111] A. L. Gloanec, M. Jouiad, D. Bertheau, M. Grange, and G. Hénaff, “Low-cycle fatigue and deformation substructures in an engineering TiAl alloy,” *Intermetallics*, vol. 15, no. 4, pp. 520–531, 2007.
- [112] T. Kruml and K. Obrtlík, “Microstructure degradation in high temperature fatigue of TiAl alloy,” *International Journal of Fatigue*, vol. 65, pp. 28–32, 2014.
- [113] A. L. Gloanec, T. Milani, and G. Hénaff, “Impact of microstructure, temperature and strain ratio on energy-based low-cycle fatigue life prediction models for TiAl alloys,” *International Journal of Fatigue*, vol. 32, no. 7, pp. 1015–1021, 2010.

- [114] F. Appel, U. Sparka, and R. Wagner, "Work hardening and recovery of gamma base titanium aluminides," *Intermetallics*, vol. 7, no. 3-4, pp. 325–334, 1999.
- [115] N. Biery, M. de Graef, J. Beuth, R. Raban, A. Elliott, T. M. Pollock, and C. Austin, "Use of weibull statistics to quantify property variability in TiAl alloys," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, no. 10, pp. 3127–3136, 2002.
- [116] D. Zhu, B. A. Lerch, and S. Kalluri, "Fatigue Behavior of Coated Titanium Alloys," *NASA/TM*, no. 219999, pp. 1–18, 2019.
- [117] V. Recina, D. Lundström, and B. Karlsson, "Tensile, creep, and low-cycle fatigue behavior of a cast γ -TiAl-based alloy for gas turbine applications," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, no. 9, pp. 2869–2881, 2002.
- [118] D. Lin, Y. Wang, J. Liu, and C. C. Law, "The effects of temperature, strain rate and minor boron on tensile properties of wrought Ti-47Al-2Mn-2Nb alloy," *Intermetallics*, vol. 8, no. 5-6, pp. 549–558, 2000.
- [119] H. A. Lipsitt, D. Shechtman, and R. E. Schafrik, "The deformation and fracture of TiAl at elevated temperatures," *Metallurgical Transactions A*, vol. 6, no. 11, pp. 1991–1996, 1975.
- [120] Y. Wang, D. Lin, and C. C. Law, "Brittle-to-ductile transition temperature and its strain rate sensitivity in a two-phase titanium aluminide with near lamellar microstructure," *Journal of Materials Science*, vol. 34, no. 13, pp. 3155–3159, 1999.
- [121] Y.-W. Kim and S.-L. Kim, "Effects of microstructure and C and Si additions on elevated temperature creep and fatigue of gamma TiAl alloys," *Intermetallics*, vol. 53, pp. 92–101, 2014.

- [122] F. Appel and R. Wagner, "Microstructure and deformation of two-phase γ -titanium aluminides," *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 22, no. 5, pp. 187–268, 1998.
- [123] M. Khantha, V. Vitek, and D. P. Pope, "Strain-Rate Dependence of the Brittle-to-Ductile Transition Temperature in TiAl," *MRS Proceedings*, vol. 646, p. KK3, 2000.
- [124] F. Appel, U. Lorenz, M. Oehring, U. Sparka, and R. Wagner, "Thermally activated deformation mechanisms in micro-alloyed two-phase titanium amminide alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 233, no. 1-2, pp. 1–14, 1997.
- [125] R. Cao, M. X. Lei, J. H. Chen, and J. Zhang, "Effects of loading rate on damage and fracture behavior of TiAl alloys," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 465, no. 1-2, pp. 183–193, 2007.
- [126] X. Zan, Y. Wang, Y. Xia, and Y. He, "Strain rate effect on the tensile behavior of Duplex Ti–46.5Al–2Nb–2Cr intermetallics at elevated temperatures," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 498, no. 1-2, pp. 296–301, 2008.
- [127] R. Gnanamoorthy and Y. Mutoh, "High-temperature strength and fracture toughness in gamma-phase titanium aluminides," *Journal of Materials Science*, vol. 28, pp. 6631–6638, 1993.
- [128] K. S. Chan and D. S. Shih, "Fundamental aspects of fatigue and fracture in a TiAl sheet alloy," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 29, no. 1, pp. 73–87, 1998.
- [129] E. Gall, "Einfluss des Kugelstrahlens auf die Ermüdungsfestigkeit der Titanaluminid- Legierung Ti-48Al-2Cr-2Nb bei 750 °C," Bachelorarbeit, KIT, Karlsruhe, März 2020.

- [130] I. S. Raju and J. C. Newman, "Stress-intensity Factors for Circumferential Surface Cracks in Pipes and Rods under Tension and Bending Loads," in *Fracture Mechanics: Seventeenth Volume*, J. H. Underwood, R. Chait, C. W. Smith, D. P. Wilhem, W. R. Andrews, and J. C. Newman, Eds. West Conshohocken, PA 19428-2959: ASTM International, 1986, pp. 789–789–17.
- [131] R. Mévrel, "State of the art on high-temperature corrosion-resistant coatings," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 120-121, pp. 13–24, 1989.
- [132] N. P. Sivagnanam Chandra, Y. Otsuka, Y. Mutoh, and K. Yamamoto, "Effect of coating thickness on fatigue behavior of TiAlN coated Ti-alloys," *International Journal of Fatigue*, vol. 140, p. 105767, 2020.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Binäres Phasendiagramm Ti-Al nach Schuster und Palm	7
2.2	Gitterstruktur der α_2 -Phase (Ti ₃ Al) und der γ - Phase (TiAl)	8
2.3	Einteilung möglicher Gefüge nach Leyens et al.	9
2.4	Schematische Darstellung einer stabilen Hysterese	11
2.5	Temperatur- und Frequenzinfluss auf die Lebensdauer von wellig und planar gleitenden Materialien [43]	13
2.6	Parisdiagramm zur Beschreibung der Risswachstumsrate $\frac{da}{dN}$ in Abhängigkeit der zyklischen Spannungsintensität ΔK [37]	15
2.7	Plastische Verformung und Hertz'sche Pressung in der Werkstückoberfläche durch Verfestigungsstrahlen [57]	19
2.8	Verformungsverhalten des verwendeten Werkstoffes 48-2-2 bei Raumtemperatur und bei 750°C unter Zug- und Druckbeanspruchung	21
2.9	Versetzungsstrukturen in TiAl	22
2.10	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Bruchdehnung und die 0,1 % Dehngrenze von Ti-48Al [65]	24
2.11	Einfluss des Sauerstoffgehaltes auf die Mikrohärtigkeit von TiAl [65]	24
2.12	Spannungswöhlerkurve bei Raumtemperatur und $R = -1$ von unbeschichtetem Ti-45Al-8Nb (TNM) und mit Ti-60Al-13Cr-1Y beschichtet nach Voroxidation bei 850°C für 300 h [19]	30
3.1	Lichtmikroskopische Aufnahme des Duplex Gefüges	37
3.2	Schnittplan zum Herausrodieren der Proben.	39
3.3	Geometrie der Ermüdungsproben	39

3.4	Tiefenverlauf der Mikrohärtigkeit in der Messstrecke gedrehter und geschliffener Proben	40
3.5	Mikrostruktur der TiCrAlY-Beschichtung nach 300 Ein-Stunden-Zyklen bei 850 °C	42
3.6	Mikrostruktur der TiCrAlYSi-Beschichtung nach 300h bei 850 °C	43
3.7	Mikrostruktur der SiAl-MS Beschichtung nach 300h bei 850 °C .	44
3.8	Mikrostruktur der SiAl-PC Beschichtung nach 300h bei 850 °C . .	45
4.1	Schematische Entnahme der Längsschliffe (entnommen aus [107])	48
5.1	Lebensdauer des Grundmaterials bei Raumtemperatur und bei 750 °C	57
5.2	Vergleich der Bruchflächen nach Ermüdungsversuchen bei Raumtemperatur und bei 750 °C	58
5.3	Wöhlerkurve des Grundmaterials bei unterschiedlichen Belastungsfrequenzen bei 750 °C	62
5.4	Bruchzeit des Grundmaterials bei unterschiedlichen Belastungsfrequenzen bei 750 °C	62
5.5	Plastische Dehnungsamplitude über der auf die Bruchlastspielzahl normierten Lebensdauer bei 750 °C	65
5.6	Einfluss der Versuchsfrequenz auf das Verformungsverhalten bei 750 °C	65
5.7	Vergleich der Bruchflächen unter Frequenzeinfluss	67
5.8	Bruchfläche mit interkristallinem Anteil nach Prüfung mit 50Hz .	68
5.9	Bruchflächen Frequenzeinfluss	70
5.10	Anzahl und Art der Sekundärrisse des nicht voroxidierten Grundmaterials nach Beanspruchungsamplitude und Versuchsfrequenz .	71
5.11	Tiefenverlauf der Mikrohärtigkeit [86]	79
5.12	Verlauf der Eigenspannungen Röntgendiffraktometrie	80
5.13	Verlauf der mit der Bohrlochmethode bestimmten Eigenspannungen [86]	81
5.14	Vergleich der Bruchflächen kugelgestrahlter Proben	83
5.15	Wöhlerkurve des Grundmaterials und kugelgestrahlter Proben nach Anrissort bei 750 °C [86]	84

5.16	Wöhlerkurve des Grundmaterials und voroxidierter Proben bei 750 °C	88
5.17	Mikrohärteverlauf des Grundmaterials und voroxidierter Proben bei 750 °C	89
5.18	Vergleich der Bruchflächen voroxidierter Proben	91
5.19	Wöhlerkurve des Grundmaterials, voroxidierter und beschichteter voroxidierter Proben	96
5.20	Mikrohärteverlauf der Grundmaterials und voroxidierter Proben bei 750 °C	97
5.21	Vergleich der Sekundärrisse in den unterschiedlichen Oxidationsschutzschichten	98
5.22	Sekundärrissdichte der verschiedenen Beschichtungen nach Ermüdungsbelastung bei 230 MPa und 245 MPa bei 750 °C	99
5.23	Vergleich der Bruchflächen beschichteter Proben bei 260 MPa . .	100
5.24	Vergleich der Bruchflächen beschichteter Proben bei 245 MPa . .	101
5.25	Vergleich der Bruchflächen beschichteter Proben bei 230 MPa . .	102
A.1	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 230 MPa und 0,5 Hz . . .	139
A.2	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 260 MPa und 0,5 Hz . . .	140
A.3	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 290 MPa und 0,5 Hz . . .	140
A.4	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 230 MPa	141
A.5	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 260 MPa	142
A.6	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 290 MPa	142
A.7	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 230 MPa und 50 Hz	143
A.8	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 260 MPa und 50 Hz	144
A.9	Weibullstatistik des Grundmaterials bei 290 MPa und 50 Hz	144
A.10	Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials bei 230 MPa	145
A.11	Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials bei 260 MPa insgesamt	146
A.12	Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials mit Rissinitiierung im Volumen bei 260 MPa	146

A.13 Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials mit Rissinitiierung
von der Oberfläche bei 260MPa 147

A.14 Weibullstatistik des voroxidierten Materials bei 230MPa 148

Tabellenverzeichnis

3.1	Chemische Zusammensetzung des Grundwerkstoffes TiAl 48-2-2	36
5.1	Abschätzung der Dehnrate bei verschiedenen Beanspruchungsamplituden und Frequenzen	64

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Formelzeichen

A	Fläche	mm ²
b	Breite	mm
F	Kraft	N
f	Frequenz	Hz
h	Höhe	mm
l	Länge	mm
n	Zählvariable	-
T	Temperatur	°C
t	Zeit	s
ε	Dehnung	-
ν	Querkontraktionszahl	-
σ	Spannung	MPa

Indizes

el	elastisch
exp	Exposition
in	inelastisch
pl	plastisch

Abkürzungen

γ -TiAl	Titanaluminide, die hauptsächlich aus der γ -Phase bestehen
48-2-2	verwendeter Grundwerkstoff Ti-48Al-2Cr-2Nb (in At.-%)
CVD	Chemical Vapor Deposition
DLR	Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt, Köln
HCF	High Cycle Fatigue
IFM	Institute for Ferrous Metallurgy, Gliwice, Polen
LCF	Low Cycle Fatigue
MS	Magnetron Sputtering
PC	Pack Cementation
PVD	Physical Vapor Deposition
R	Lastverhältnis von Minimalspannung zu Maximalspannung
RT	Raumtemperatur
SUT	Silesian University of Technology, Katowice, Polen

A Anhang

A.1 Weibullstatistik Grundmaterial

A.1.1 0,5Hz Versuche

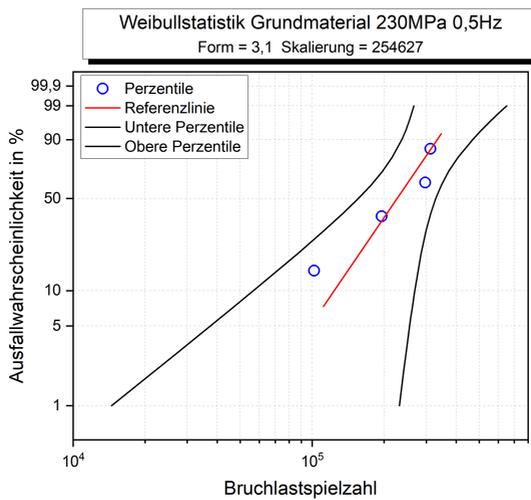


Abbildung A.1: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 230 MPa und 0,5 Hz

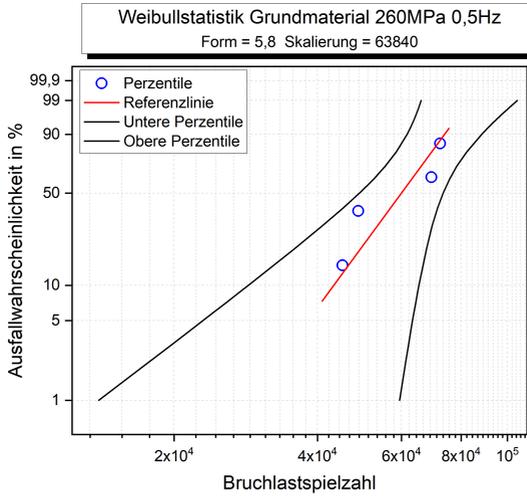


Abbildung A.2: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 260 MPa und 0,5 Hz

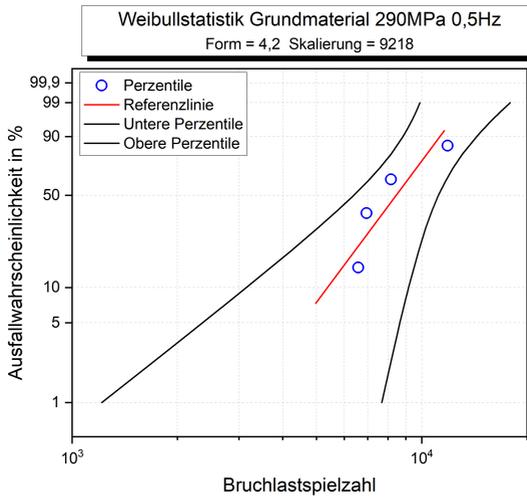


Abbildung A.3: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 290 MPa und 0,5 Hz

A.1.2 5Hz Versuche

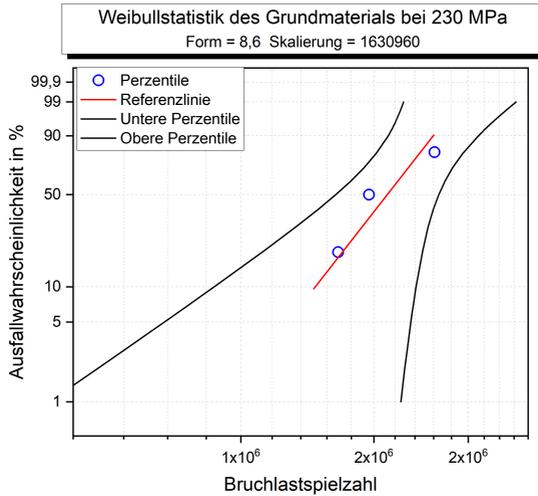


Abbildung A.4: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 230 MPa

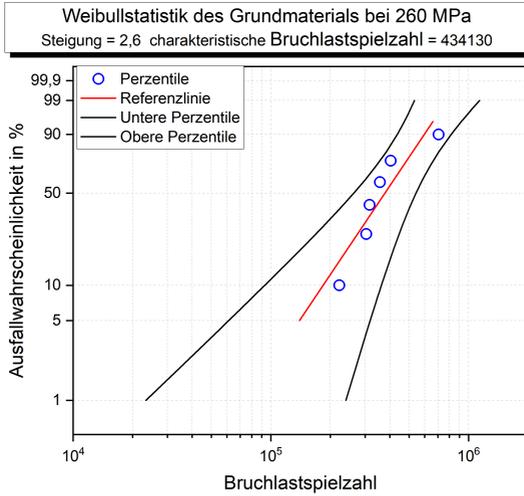


Abbildung A.5: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 260 MPa

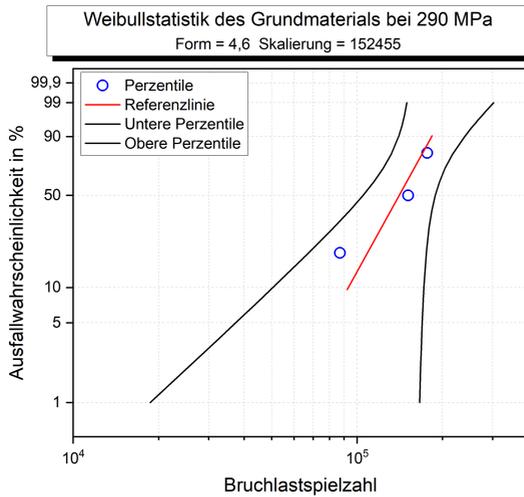


Abbildung A.6: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 290 MPa

A.1.3 50Hz Versuche

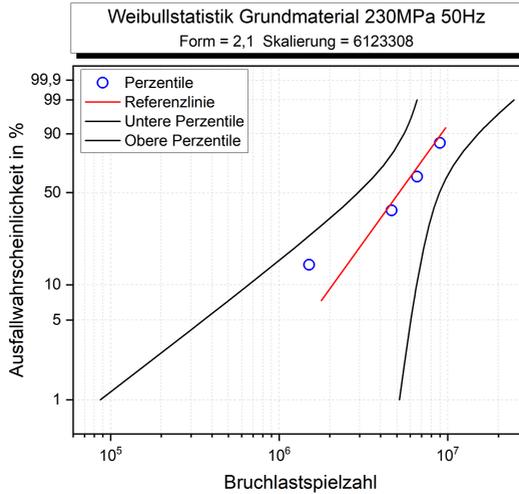


Abbildung A.7: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 230MPa und 50Hz

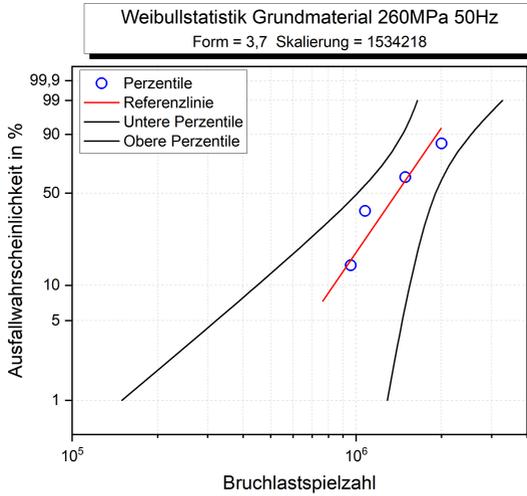


Abbildung A.8: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 260MPa und 50Hz

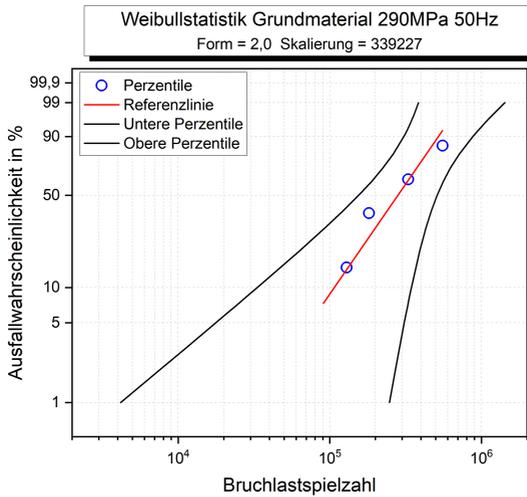


Abbildung A.9: Weibullstatistik des Grundmaterials bei 290MPa und 50Hz

A.2 Weibullstatistik kugelgestrahlt

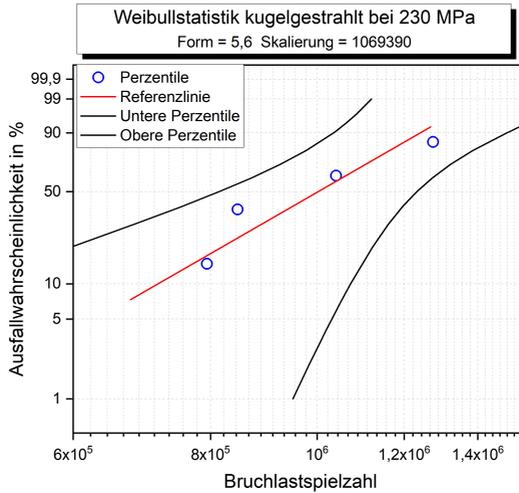


Abbildung A.10: Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials bei 230 MPa

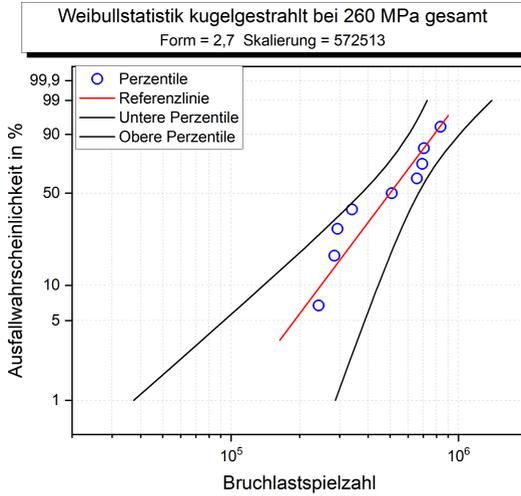


Abbildung A.11: Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials bei 260MPa insgesamt

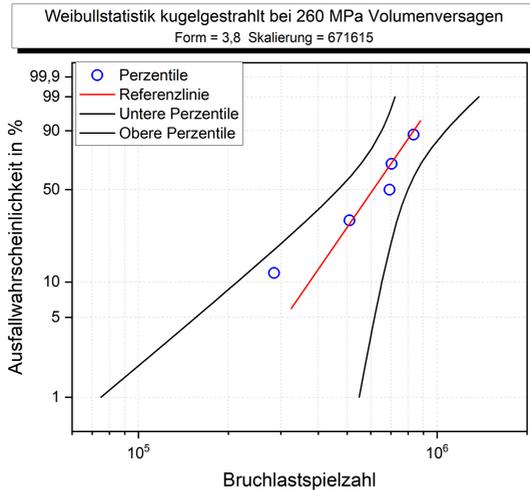


Abbildung A.12: Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials mit Rissinitiierung im Volumen bei 260MPa

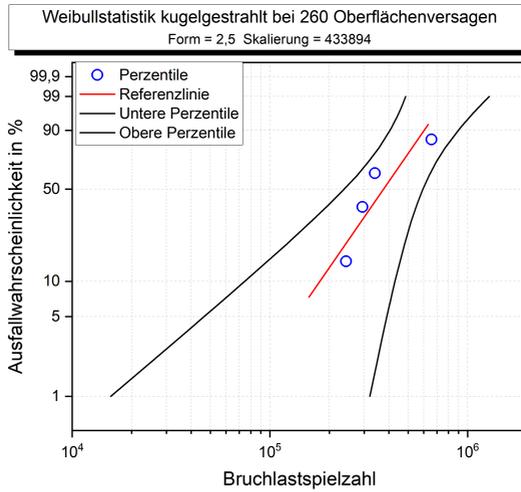


Abbildung A.13: Weibullstatistik des kugelgestrahlten Materials mit Rissinitiation von der Oberfläche bei 260 MPa

A.3 Weibullstatistik Voroxidation

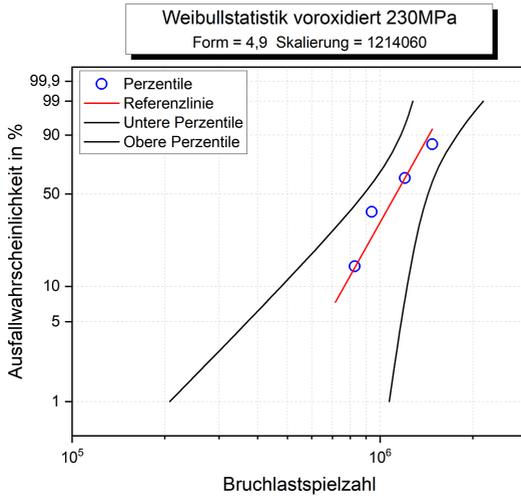


Abbildung A.14: Weibullstatistik des voroxidierten Materials bei 230MPa