

Untersuchung zum isothermen und sauerstofffreien Umformen eingekapselter Titanhalbzeuge

Isothermes und sauerstofffreies Umformen von Titan

J. Möckelmann, J. Siring, J. Peddinghaus, H. Wester, K. Brunotte, B.-A. Behrens

ZUSAMMENFASSUNG Das isotherme Schmieden von Titanlegierungen resultiert durch die Verwendung von Schutzgas in einem hohen prozesstechnischen Aufwand, der durch eine Stahlmantelung des Titans verringert werden kann. In dieser Untersuchung werden Grenzflächeneffekten zwischen Ummantelung und Titan in Abhängigkeit der Passung, dem Einsatz von Trennmitteln sowie anschließender Temperaturbehandlung betrachtet. Die Charakterisierung der Schmiedeteile erfolgt lichtmikroskopisch und mittels Härteprüfungen.

STICHWÖRTER

Umformtechnik, Schmieden

Study on the isothermal and oxygen-free forming of encapsulated semi-finished titanium parts

ABSTRACT The isothermal forging of titanium alloys leads to a large amount of process engineering efforts due to the use of inert gas, which can be reduced by encasing the titanium in steel. This study evaluates boundary effects between encasing and billet, depending on the fit, the use of release agents and subsequent temperature treatment. Light microscopy and hardness tests are used for characterizing the forgings.

1 Einleitung

Aufgrund des guten Verhältnisses zwischen Dichte und Festigkeit weist Titan (Ti) ein großes Leichtbaupotenzial auf, das für technische Anwendungen immer bedeutsamer wird [1]. Zudem hat es eine gute Korrosionsbeständigkeit und kann thermisch wie mechanisch hoch belastet werden [2]. Vor allem im Vergleich zu Stahl, der etwa die doppelte Dichte von Ti aufweist sowie gleich hohe mechanischen Festigkeiten, wird das Potenzial für die Anwendung von Ti-Bauteilen deutlich. Bei der spanenden Bearbeitung von Ti sind im Vergleich zu Stählen einige Einschränkungen zu berücksichtigen, zum Beispiel führt die geringe Wärmeleitfähigkeit von Ti zu erhöhten Verschleißbeanspruchungen des Werkzeugmaterials [3].

Neben diesen Nachteilen der Zerspanung von Ti ist auch das Recycling der entstandenen Späne aufgrund hoher Prozesskosten und fehlender Technologien kaum möglich [4]. Deswegen wird im Folgenden auf die Formgebung des Werkstoffs mit dem häufigsten Umformverfahren zur Herstellung von endkonturnahen Bauteilen aus Ti und Titanlegierungen (kurz: Ti-Leg.), dem Schmieden, eingegangen. Durch die Umformung und nachgelagerte Wärmebehandlung wird die Kombination von Formgebung und gleichzeitige Einstellung von mechanischen Eigenschaften über die Variation der Gefüge ermöglicht [5].

Bei der umformtechnischen Herstellung von Ti-Bauteilen gilt es, einige Randbedingungen wie etwa die Umformtemperatur zu beachten. So ist die Nutzung der Kaltmassivumformung aufgrund der vorliegenden Materialeigenschaften von Ti schwierig umzusetzen [6], da bei niedrigen Temperaturen im Titan eine spröde hexagonal-dichtest gepackte α -Phase vorliegt. Zusätzlich gilt es

bei der Kaltumformung die hohe elastische Rückfederung und Neigung zur Rissbildung zu beachten. Bei hohen Temperaturen wird eine duktilere kubisch-raumzentrierte β -Phase gebildet, zum Beispiel weist die Ti-Leg. Ti-6Al-4V (Ti-64) eine Übergangstemperatur von $T_{\beta} = 995^{\circ}\text{C}$ auf [5, 7].

In dieser Arbeit wird die Legierung Ti-6Al-4V genutzt, welche eine sogenannte α - β -Legierung ist und ein ausgedehntes Zweiphasen-Gebiet aufweist. Daher muss eine erhöhte Temperatur zur umformtechnischen Herstellung genutzt werden. Eine weitere große Herausforderung beim Umformen von Ti bei höheren Temperaturen ist die Affinität gegenüber aktiven Gasen wie Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff [7]. Durch die Aufnahme dieser Elemente wird die Duktilität herabgesetzt und damit auch die Umformbarkeit. Die Folge ist eine Versprödung des Materials im Randbereich, welche zu Rissbildung führen kann. Diese Erscheinung wird als α -Case bezeichnet und entsteht durch die stabilisierende Wirkung der aufgenommenen aktiven Gase. Diese spröde Schicht kann dabei typischerweise eine Dicke von bis zu $60\text{ }\mu\text{m}$ erreichen [8]. In der industriellen Anwendung werden daher Aufmaße für umgeformte Ti-Bauteile eingeplant und durch eine spätere spanende Nachbearbeitung entfernt. Dabei richtet sich die Höhe des Aufmaßes nach der gewählten Methode des Schmiedens.

Beim Gesenkschmieden führt der Kontakt des Bauteils mit dem Gesenk zu dessen Abkühlung, wodurch das enge Temperaturfenster zur Umformung des Ti im oberflächennahen Bereich nicht eingehalten werden kann [9]. Deswegen werden beim isothermen Schmieden die Schmiedegesenke auf die Temperatur des Halbzeuges aufgeheizt, wobei diese Temperatur während des Prozesses gehalten wird. Dies stellt während der Umformdauer

Tabelle. Versuchsmatrix der eingekapselten Ti-Halbzeuge.

Probenbezeichnung	Passung Ti/Stahl	Trennmittel	Wärmebehandlung	Abkühlung
Referenz	Spießpassung	-	-	Wasserabkühlung
Mit Trennmittel	Spießpassung	Graphit	-	Wasserabkühlung
Presspassung	Presspassung	-	-	Wasserabkühlung
Wärmebehandelt	Presspassung	-	1 h bei 1100 °C	Ofenabkühlung

eine gleichmäßige Temperaturverteilung über den Halbzeugquerschnitt sicher.

Im Vergleich zum konventionellen Schmieden wird durch die Möglichkeit der endkonturnahen Herstellung beim isothermen Schmieden weniger Aufmaß für die anschließende Zerspanung benötigt [10]. Das isotherme Schmieden erfordert durch hohe thermische und mechanische Belastungen geeignete hochwärmefeste Werkzeugwerkstoffe wie Molybdänbasislegierungen oder Nickelbasislegierungen, da bei diesem Prozess die Werkzeuge auf die gleiche Temperatur (bis zu 1200 °C) wie die Halbzeuge gebracht werden. Des Weiteren werden manche Prozesse zusätzlich unter Schutzgas durchgeführt, um die Neigung zur Sublimation zu verringern [1]. Zur Erhöhung der Lebensdauer dieser Gesenke können entweder Keramiken wie in der Arbeit von *Ohuchi et al.* [11] eingesetzt werden oder verschleißreduzierende Beschichtungen auf die Oberfläche appliziert werden [12].

Um die Bildung von Oxidations- oder Diffusionsschichten auf der Ti-Oberfläche zu verhindern, können zusätzlich hochtemperaturbeständige Schutzschichten wie beispielsweise ein flüssiges Mittel mit Glasparkeln auf der Werkzeugoherfläche [13] oder ein kombiniertes Beschichtungssystem aus Glas und Grafit als Ummantelung um das Halbzeug genutzt werden [14]. Dies hat jedoch hohe Prozesskosten zur Folge und reduziert somit die Wirtschaftlichkeit des Gesamtprozesses [15].

Eine weitere Werkstoffklasse sind die Titanaluminide, die im Vergleich zu den Titanlegierungen bessere thermophysikalische Eigenschaften aufweisen, allerdings wird die Prozessführung durch die eingeschränkte Duktilität erschwert [3]. Ein Ansatz zur umformtechnischen Verarbeitung von Titanaluminid wurde von *Zhang et al.* [16] vorgestellt. Die Forschenden haben den Einfluss der Nutzung von mehreren Folien aus Edelstahl oder Glas um das Ti-Halbzeug untersucht. Dabei wurde herausgefunden, dass durch die Nutzung dieser Folien die Abkühlung des Ti-Halbzeugs verringert werden kann. Als weiteren Ansatz zur Formgebung von Ti-6Al-4V wird das Schmieden von in Stahl eingekapseltem Pulver von *Careau et al.* diskutiert [17]. Dabei entsteht zwischen dem Ti und der Kapsel eine intermetallische Phase, die auf Grund ihrer Sprödigkeit zur späteren Entfernung genutzt wurde.

Das Ziel des hier vorgestellten Projektes besteht in der isothermen Umformung von Titan ohne die Verwendung einer regulären Werkzeug- und Umgebungstemperierung. Dadurch soll der prozesstechnische Aufwand reduziert werden unter Beibehaltung der Vorteile dieses Verfahrens. Dafür wird der Ansatz von *Zhang et al.* [16] modifiziert, indem anstatt von Folien eine massive Einkapselung wie bei *Careau et al.* verwendet wird [17]. Die dickere Wandung der Stahlkapsel soll während des Schmiedens als Wärmespeicher und Isolierung fungieren. Außerdem weist Stahl eine geringere Sensitivität gegenüber einer Abkühlung auf. Der genannte Ansatz wird bei der Umformung eines massiven Halbzeugs aus Ti-6Al-4V untersucht.

Potenziell können die hohen energetischen und wirtschaftlichen Einsparungen im prozesstechnischen Aufwand sowie das geringere Zerspanvolumen des Ti den Aufwand für den zusätzlich aufzubringenden Stahl deutlich übersteigen.

Im Fokus dieser Betrachtung ist die Grenzfläche zwischen der Stahlkapsel und dem Titanhalbzeug. Dabei wird der Einfluss der Passung zwischen Stahlkapsel und Titankapsel auf die Grenzschicht untersucht. Die Forschungsfragen bestehen darin, ob und unter welchen Bedingungen sich eine intermetallische Phase ausbildet. Dabei ist bei einer Spießpassung zwischen Titanhalbzeug und Kapsel während der Erwärmung im Ofen der Kontakt nur am Kapselboden gegeben, da der Wärmeausdehnungskoeffizient von Stahl ($\alpha = 19 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$) größer ist als der Koeffizient der Ti-Leg. ($\alpha = 8,6 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1}$) [18, 19]. Durch den Spalt zwischen den Komponenten und somit eine schlechtere Wärmeübertragung sollten die isothermen Bedingungen sichergestellt werden, gleichzeitig behindert der Spalt eine endkonturnahe Fertigung. Bei der ausgewählten Presspassung ist der Kontakt zwischen den Materialien maximal bis zu einer Temperatur von 428 °C gegeben.

Zudem soll die Auswirkung einer Temperaturbehandlung auf die Ausbildung der intermetallischen Phase untersucht werden. Durch die Einbringung von Trennmittel soll die Entstehung einer intermetallischen Schicht und somit Anbindung der Materialien aneinander verhindert werden. So kann sichergestellt werden, dass ein Spalt zwischen der Kapsel und dem Ti-Halbzeug vorliegt. Inwiefern dies durch die schlechtere Wärmeübertragung zu isothermen Bedingungen beiträgt und somit das Schmiedeergebnis verbessert wird, wird untersucht. In der Untersuchung wird außerdem evaluiert, ob die Verwendung der Einkapselung die Bildung des sogenannten α -Case verhindert oder der in der Kapsel befindliche Sauerstoff bereits zur Bildung von diesem führt. Durch das genannte Vorgehen wird der Nachweis der Machbarkeit des Vorgehens angestrebt.

2 Experimentelle Durchführung

Diese Studie untersucht verschiedene Konzepte zur Kapselung der Ti-Leg. Ti-6Al-4V in einer Stahlhülle. Es wurde vor allem die Bedeutung der Grenzfläche zwischen dem Ti-Halbzeug und der Stahlkapsel bei der Umformung untersucht, um die genannten Forschungsfragen zu beantworten. Im Anschluss an die Schmiedeversuche wurden mikroskopische Untersuchungen und Härteprüfungen durchgeführt, um die Bauteile zu charakterisieren.

Zur Verdeutlichung des Konzepts wurde ein Zylinder der Titanlegierung ohne Kapsel an Umgebungsatmosphäre umgeformt. Um die Grenzflächeneffekte zwischen der Stahlkapsel und dem Titanzylinder im Anschluss zu untersuchen, wurden die Passungen zwischen diesen variiert, Trennmittel eingebracht und danach eine Wärmebehandlung durchgeführt (**Tabelle**).

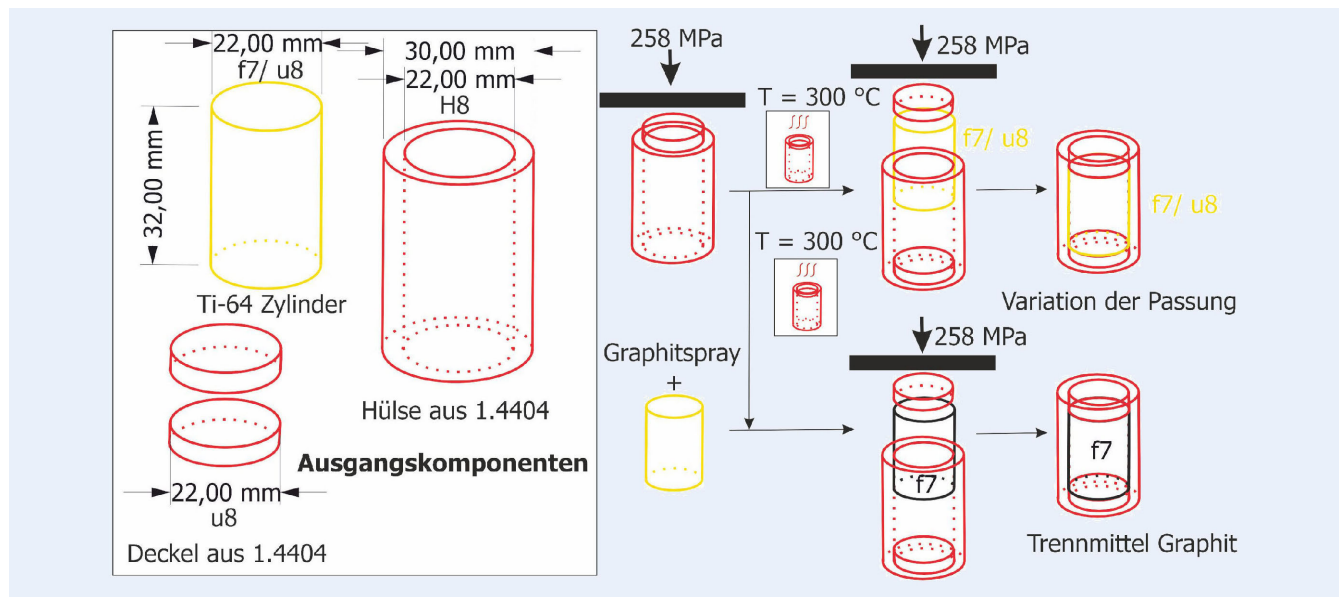


Bild 1. Schematische Darstellung des Vorgehens zur Einkapselung der Titanhalbzeuge in Stahlhülsen. Grafik: IFUM

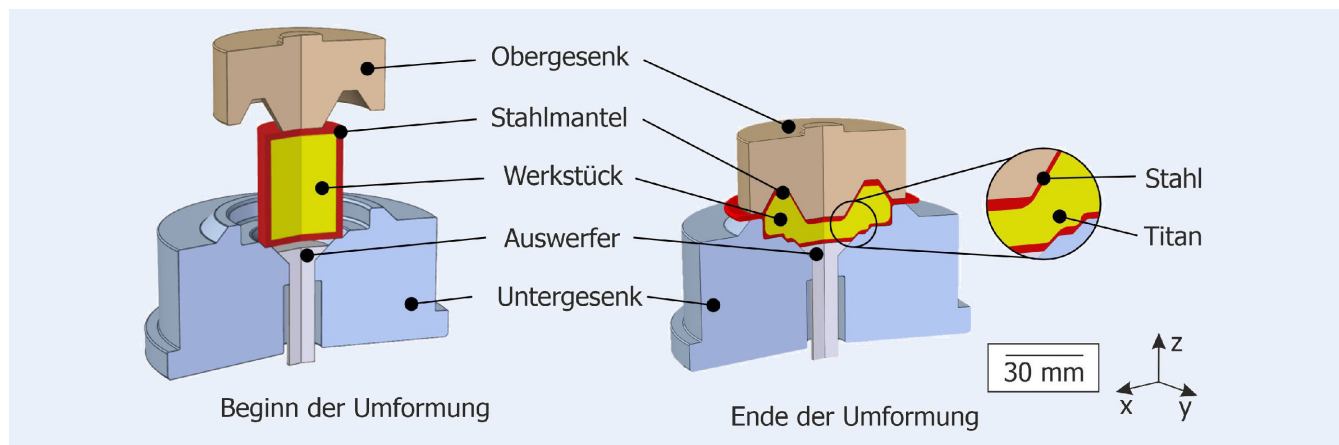


Bild 2. Schema der Werkzeuggeometrie und des Ablaufs zum Gesenkschmieden von stahlummantelten Ti-Halbzeugen. Grafik: IFUM

Die Einkapselung erfolgte wie in **Bild 1** schematisch dargestellt. Der Aufbau ist mit zwei Deckeln aus 1.4404 symmetrisch.

Zunächst wurde in die Hülse aus dem Stahl 1.4404 der Boden der Kapsel mit der Handpresse AC Hydraulic A/S Typ „PJ20H“ mit einer Flächenpressung von 258 MPa eingepresst. Danach wurde die Hülse mit dem eingepressten Boden für 30 min bei 300 °C in einem Umluftofen erwärmt, um das Ti ohne Verkanten einzupressen. Im Anschluss wurde der zweite Deckel eingepresst. In diesen Versuchen wurde die Passung zwischen Hülse und Ti variiert. Dies ist in Bild 1 zu erkennen. Auf eine der Ti-Proben wurde als Trennmittel Grafit „SC 42 B“ der Firma Dr. Fritsch aufgetragen. Dafür wurde der Ti-Zylinder mit dem Grafit Spray besprüht und 15 min ausgelagert, damit der Alkohol, der als Lösungsmittel dient, verdampfen kann.

Bild 2 veranschaulicht die Werkzeuggeometrie und den Ablauf des Schmiedevorgangs.

Das Werkzeug zeigt konkave und konvexe Konturen, um unterschiedliche Spannungszustände in den Grenzflächen zwischen Kapselung und Titankern zu erzeugen. Die Umformung der Kapseln fand an einer Spindelpresse des Typs „PSR 160“ der Firma Weingarten mit einer Nennkraft von 2500 kN bei 30 % der

Gesamtenergie und mit einer Grathöhe von 3 mm statt. Für eine gleichmäßige Temperaturverteilung wurden die in Stahl eingekapselten Ti-Zylinder eine Stunde bei 1100 °C in einem Umluftofen erhitzt. Vor der Umformung wurde als Schmiermittel Grafit auf das Gesenk gesprüht. Die Werkzeugtemperatur betrug für das Untergesenk 200 °C und für das Obergesenk 150 °C. Die eingekapselten Halbzeuge wurden mit einer Zange in die Presse eingelegt. Dabei betrug die Transferzeit circa 15 s. Nach der Umformung wurden die Bauteile für circa 30 s in Wasser abgeschreckt. Pro Versuchsreihe wurden zwei Proben umgeformt. Eine der bereits umgeformten Kapseln mit einer Presspassung wurde im Anschluss bei 1100 °C für eine Stunde einer Temperaturbehandlung unterzogen. Im Anschluss fand die Abkühlung im Ofen statt. Dadurch kam es zu einer langsamen, gleichmäßigen Verringerung der Temperatur innerhalb der Probe.

Die Mikrostruktur und der Materialfluss wurden anhand von mittels Kroll-Reagenz geätzten Querschliffen lichtmikroskopisch charakterisiert. Die Aufnahmen wurden mit einem Polarisationsmikroskop in unterschiedlichen Vergrößerungen von 50, 200 und 500 erstellt. Für die mikroskopischen Untersuchungen wurden zwei Positionen betrachtet (**Bild 3 a**).

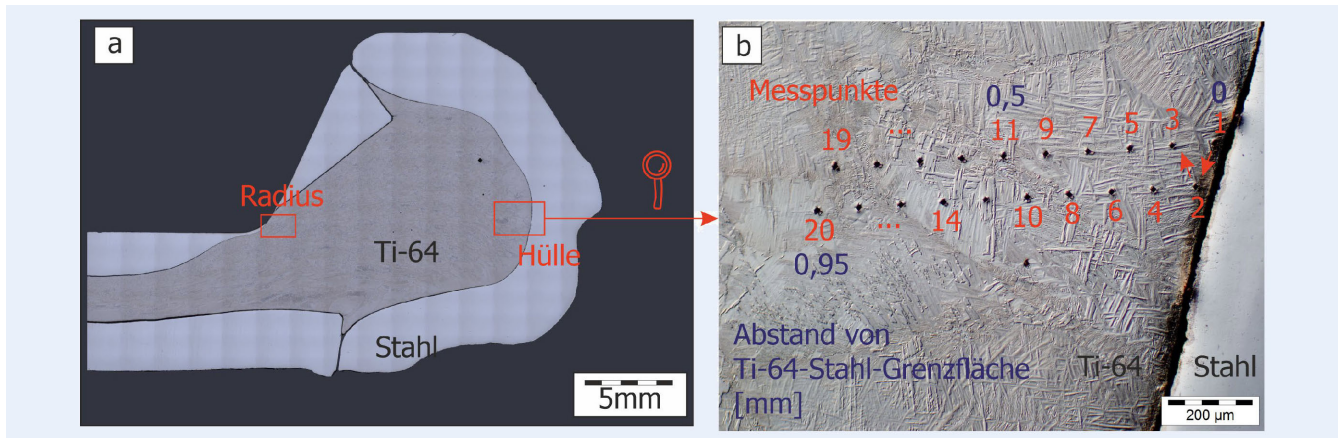


Bild 3. a) Darstellung der Positionen für mikroskopische Detailaufnahmen, b) Anordnung der Härtemesseindrücke der Mikrohärtmessung. Grafik: IFUM

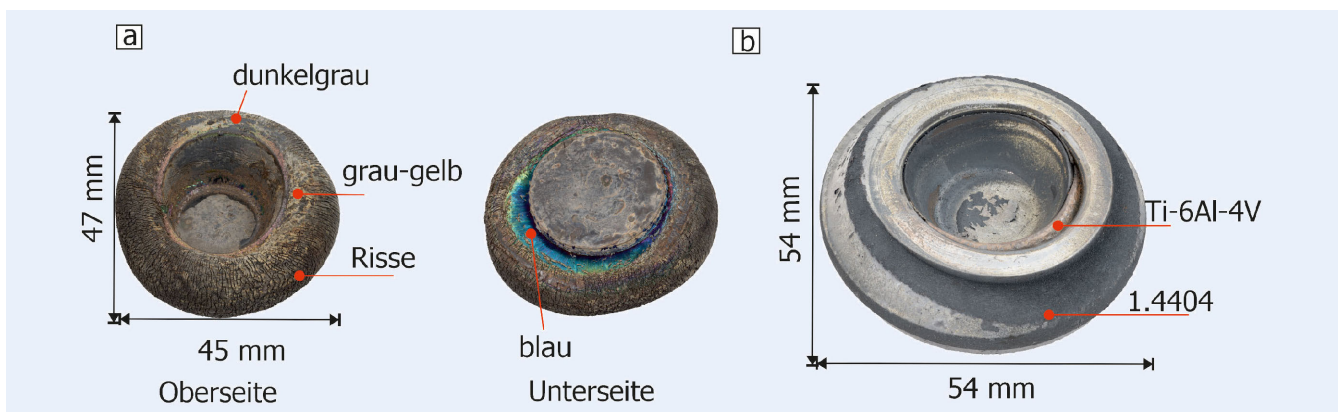


Bild 4. Fotografien der umgeformten Bauteile a) der Ti-6Al-4V-Zylinder und b) der mit Stahl umhüllten Ti-6Al-4V-Zylinder. Grafik: IFUM

Die Härteprüfungen wurden bei HV 0,05 nach DIN EN ISO 6507-1 durchgeführt [20]. Um entlang einer Linie eine dichte Positionierung der Messpunkte zu ermöglichen und gleichzeitig die Abstände zwischen den Härteeindrücken sicherzustellen, sind die Messpunkte versetzt angeordnet, wie in Bild 3 b dargestellt. In dieser Untersuchung fand die Charakterisierung jeweils für ein geschmiedetes Bauteil pro Variante statt, um die Machbarkeit des Vorgehens zu evaluieren.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Vergleich der Bauteile mit und ohne Kapselung

Die Auswertung der untersuchten Bauteile erfolgt zunächst anhand des makroskopischen Erscheinungsbilds hin zu der Mikrostruktur und der Mikrohärt. Die Probe ohne Stahlummantelung zeigt in der makroskopischen Betrachtung aufgrund der Reaktion mit dem Sauerstoff eine Verfärbung der Oberfläche (Bild 4 a).

Abhängig von Temperatur und Dauer, mit der die Probe bei dieser Temperatur behandelt wurde, veränderte sich die Farbe der Ti-Legierung [21]. Durch verschiedene Temperaturen entstanden einerseits unterschiedliche Oxidschichtdicken. Bei dünnen Schichtdicken wurden Interferenzeffekte und somit unterschiedliche Färbungen des Ti hervorgerufen. Andererseits waren abhängig von der Temperatur unterschiedliche Oxide mit variierenden Farben stabil. Mit zunehmender Schichtdicke erscheinen die Oxide dunkelgrau, da das Reflexionsverhalten verändert wurde [21].

Das Bauteil zeigt die in der Literatur genannte dunkelgraue Schicht. Auf dem Bauteil sind feine Risse mit einer Vorzugsorientierung in axialer Richtung zu sehen. Diese sind durch tangentialen Zugspannungen begründet, welche lokal die Festigkeit der Randzone überschreiten. Die oberste Oxidschicht, die während der Aufheizung der Probe entstanden ist, wurde durch die Umformung aufgerissen. Vor allem auf der Unterseite der Probe sind hell- bis dunkelblaue Verfärbungen sichtbar, die auch unter der aufgerissenen grauen Schicht vorliegen. Die Oxidschicht, die sich im Anschluss gebildet hat, weist abhängig von der lokalen Temperatur unterschiedliche Farben auf, die durch die unterschiedlichen Schichtdicken der Oxidschicht zu begründen sind.

Das ungeformte Bauteil eines beispielhaft eingekapselten Ti-6Al-4V-Halbzeugs ist in Bild 4 b dargestellt. Das Ti ist nach der Umformung nicht mehr vollständig von der Hülle umschlossen. Zwischen dem Deckel und der Hülle ist das Ti herausgeflossen. Das ausgetretene Ti ist nicht in den charakteristischen Farben angeläufen. Auf der Oberfläche des Ti sind keine Rissnetzwerke und auch keine vereinzelt Risse zu erkennen. Dies lässt darauf schließen, dass die ausgeprägten Oxidschichten der Probe ohne Ummantelung bereits während des Aufheizens im Ofen entstehen. Durch die rasche Abkühlung in Wasser nach der Umformung kommt es nur kurz bei hoher Temperatur zum Kontakt des Ti im Kern mit der Atmosphäre. Hülle und Deckel haben sich bei allen Proben sichtlich aufgespalten. Folglich muss in weiteren Versuchen das generelle Kapseldesign angepasst werden, damit

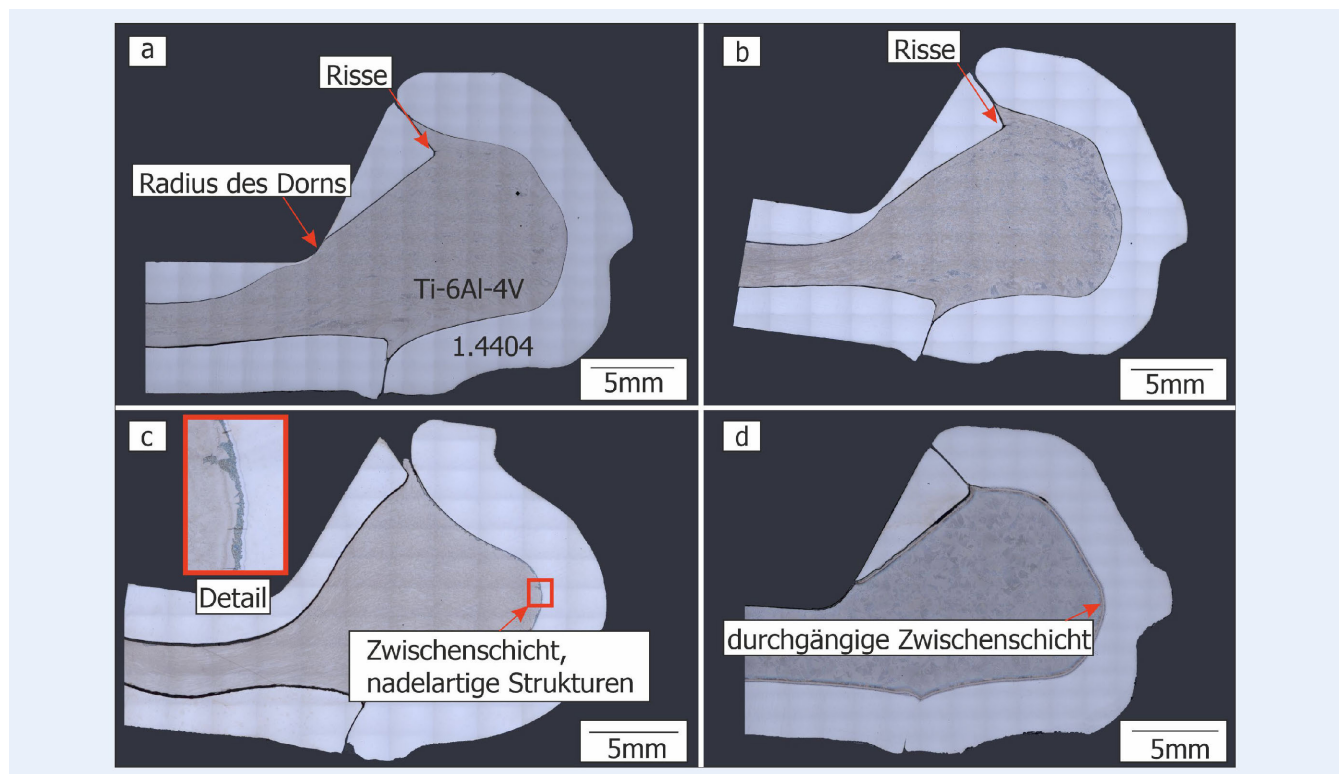


Bild 5. Mikroskopische Übersichtsaufnahmen der Querschliffe: a) Referenz, b) mit Trennmittel, c) einer Presspassung und d) einer Presspassung mit anschließender Temperaturbehandlung. Grafik: IFUM

Proben hergestellt werden können, die auch nach der Umformung vor einer Reaktion mit aktiven Gasen geschützt sind.

3.2 Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahmen der Querschnitte

Nach der Analyse des makroskopischen Erscheinungsbilds der geschmiedeten Bauteile werden die mikroskopischen Übersichtsaufnahmen der Querschliffe diskutiert (**Bild 5**).

Auf die Probe mit einer Spielpassung zwischen Ti-Zylinder und Hülse wird als Referenz verwiesen, die Übersichtsaufnahme ist in Bild 5 a zu erkennen. Durch das Eindringen des Dorns des Obergesenks in den Stahldeckel wurde dieser im Radius des Dorns stark ausgedünnt. In einem Bereich ist das Ti nicht von Stahl bedeckt und kommt somit nach der Umformung in direkten Kontakt mit der Umgebungsluft. Zudem liegt das Ti in den entstandenen Lücken zwischen der Hülse und jeweils dem Deckel der Kapsel vor. Das Ti hat in diesen Bereichen große lokale Umformung erfahren, die in der Mitte der Radien zu kleinen Rissen geführt haben. Grundsätzlich kann daraus geschlossen werden, dass die Umformung auch hohe lokale Umformgrade erlaubt, es allerdings bei kleinen Radien zu Rissen kommt. Die Wandstärke der Kapsel von 4 mm sorgte außerhalb des bereits diskutierten Dornbereichs für eine gleichmäßige Bedeckung des Ti. Zwischen dem Ti und der Ummantelung ist aufgrund der gewählten Spielpassung nach der Umformung ein Spalt vorhanden.

Der Querschnitt des Bauteils, bei dem zwischen der Ti-Leg. und der Kapsel Grafit als Trennmittel verwendet wurde, ähnelt der Referenzprobe ohne Grafit (Bild 5 b). Im Dornbereich ist der Stahlmantel weniger stark ausgedünnt, wobei auch im Dornbereich das Ti vom Stahldeckel bedeckt ist. Dieses Verhalten ist

über die ganze Probe zu beobachten. Durch den Einsatz des Trennmittels zwischen Ti und Stahl wird die Reibung zwischen diesen verringert. Dies könnte zu einer gleichmäßigen Ausdünnung der Stahlkapsel geführt haben.

In Bild 5 c ist der Querschliff der Probe mit einer Presspassung zwischen dem Ti-Zylinder und der Stahlhülse dargestellt. Aus der Kapsel ist Ti zwischen dem Deckel und der Hülse ausgetreten. An der Grenzfläche zwischen der Stahlhülse und dem Ti ist eine Zwischenschicht zu erkennen, die sich in der Mikrostruktur von den beiden bereits genannten Materialien unterscheidet. Diese Schicht ist feinkörnig und von feinen Rissen durchzogen. Die Dicke der gebildeten Schicht ist im unteren Bereich homogen. Dagegen sind im oberen Bereich ungleichmäßige Strukturen sichtbar, die nadelähnlich in Richtung des Ti zeigen (exemplarisch in Bild 5 c rot markiert). Durch die Presspassung herrscht ein besserer Kontakt verglichen mit der Spielpassung, wodurch die Zwischenschicht entsteht.

Der Einfluss der Temperaturbehandlung auf eine Probe, bei der eine Presspassung zwischen der Kapsel und dem Ti vorliegt, ist in der Übersichtsaufnahme in Bild 5 d erkennbar. Während der Umformung ist der Deckel deutlich ausgedünnt worden. Im Vergleich zu der Probe mit einer Presspassung ohne die Wärmebehandlung (Bild 5 c) weicht die Umformung beziehungsweise Ausdünnung der Stahlkapsel in den dargestellten mikroskopischen Aufnahmen ab. Die Unterschiede sind aufgrund der gleichen Probengeometrie unter denselben Umformbedingungen nicht zu erwarten. Insgesamt ergaben sich lokale Unterschiede über die gesamte Probe. Da das Schliffbild nur einen Bruchteil der Probe darstellt, weichen diese teilweise stark ab. Durch die Temperaturbehandlung ist eine durchgängige Zwischenschicht entstanden. An dem Stahldeckel kommen teilweise Bestandteile

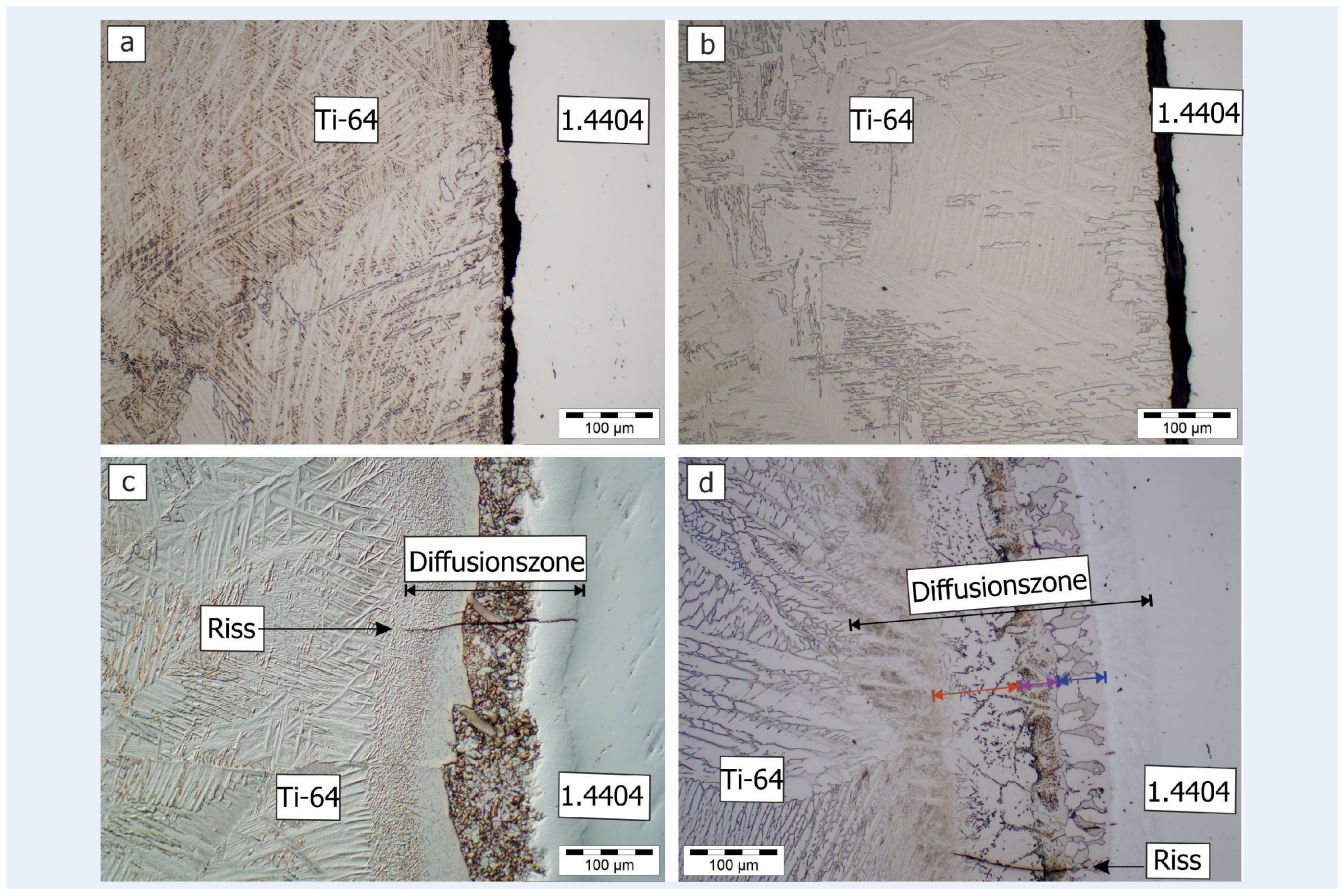


Bild 6. Mikroskopische Aufnahmen der Querschnitte im Hülsenbereich: a) Referenz, b) mit Trennmittel, c) einer Presspassung und d) einer Presspassung mit anschließender Temperaturbehandlung. Grafik: IFUM

der Zwischenschicht vor. Laut Careau *et al.* werden in der Diffusionszone zwischen dem gewählten Stahl und Ti die Phasen TiFe , NiTi_2 sowie komplexe Oxide erwartet [17]. Folglich kann angenommen werden, dass sich die Zwischenschicht der beiden Proben mit einer Presspassung aus diesen Phasen zusammensetzt.

3.3 Lichtmikroskopische Detailaufnahmen der Querschnitte

Die Positionen der lichtmikroskopischen Untersuchungen im Bereich zwischen der Stahlhülle und dem Ti-Zylinder sind im Material- und Methodenteil veranschaulicht (siehe Bild 3 a). Im Folgenden wird die Mikrostruktur der umgeformten Bauteile anhand von lichtmikroskopischen Aufnahmen diskutiert (Bild 6).

In Bild 6 a ist die Referenzprobe zu erkennen. Die Mikrostruktur des Ti (links in der Aufnahme) ist nadelig und besteht aus der α - (hell) und β -Phase (dunkler). Dies ist die Mikrostruktur, die nach der Versuchstemperatur und einer Wasserabkühlung erwartet wird [3]. Zwischen dem umgeformten Ti und der Stahlummantelung ist, wie auf der Übersichtsaufnahme in Bild 5, ein Spalt zu erkennen. In dieser Aufnahme ist an der Grenzschicht keine Anreicherung der α -Phase zu dem sogenannten α -Case zu sehen. Die mit der α -Phase angereicherte äußerste Schicht des Ti ist meist bis zu einer Tiefe zwischen 60–70 μm vorzufinden [22]. Bei der gewählten Vergrößerung und Präparation sollte diese Schicht erkennbar sein. Durch die Begrenzung der Sauerstoff-

zufuhr auf das im Spalt befindliche Volumen ist die Bildung der α -angereicherten Schicht verhindert.

Die Mikrostruktur der Probe, bei der Grafit als Trennmittel eingesetzt wurde, ist vergleichbar zur Referenzprobe (Bild 6 b). Ein Unterschied besteht in dem gleichmäßigeren Abstand zwischen dem umgeformten Ti und der Kapsel. Dies wird durch die zusätzliche Schicht des Grafits als Trenn- und Schmiermittel hervorgerufen. Dadurch sind die Trennung und die Entfernung des Kapselmaterials nach der Umformung potenziell ohne Rückstände an dem Ti möglich.

Bei der Verwendung einer Presspassung zwischen dem Ti-Zylinder und der Stahlkapsel ist in der Übersichtsaufnahme in Bild 5 eine weitere Schicht an der Grenzfläche zu erkennen. In der Detailaufnahme in Bild 6 c wird deutlich, dass die Veränderung in der Grenzschicht umfassender ist. Der Stahl zeigt in der Randzone eine Veränderung, da eine dunklere Färbung hin zum Ti sichtbar ist. Außerdem ist eine Veränderung des Ti-Gefüges zu erkennen. Zwischen Stahl und Ti ist eine grobkörnige Schicht mit unterschiedlichen Phasen zu sehen. Laut Literatur [17, 23] bilden sich zwischen Ti-Pulver und einer Edelstahlkapsel bei einer Wärmebehandlung wie auch durch verschiedene Umformoperationen eine intermetallische Phase und Oxide. Durch die Diffusionszone verläuft ein Riss mit einer Länge von circa 200 μm (Bild 6 c). Dieser beginnt in der dunklen Zone des Stahls, verläuft durch die Zwischenschicht und endet in dem Gefüge des Ti, das feinkörnig ist. Intermetallische Phasen weisen im Vergleich zur Ti-Leg. oder dem Stahl eine erhöhte Sprödigkeit auf, was in Kombination mit

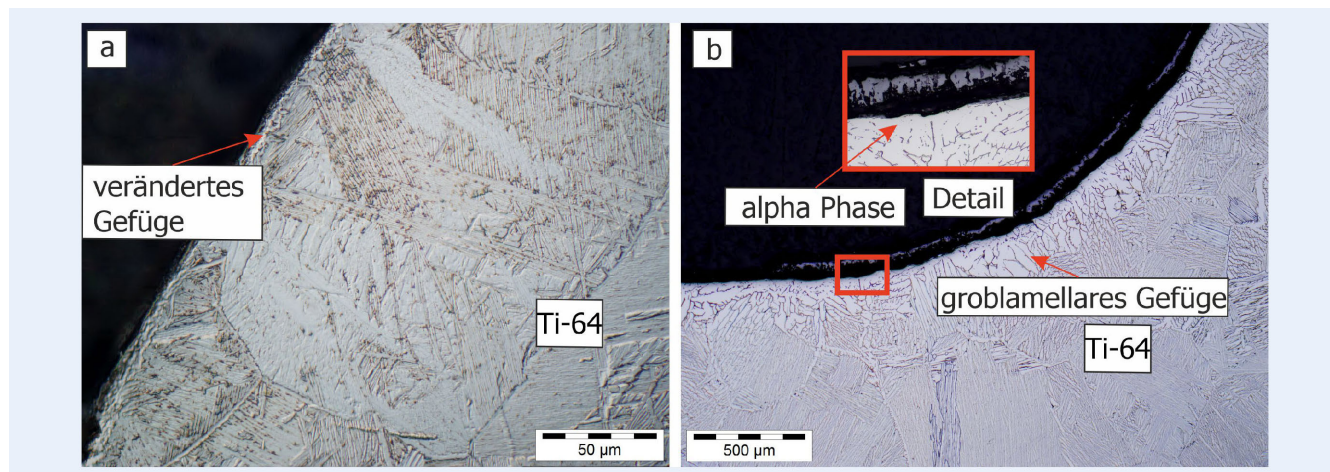


Bild 7. Mikroskopische Aufnahmen der Querschnitte im Radiusbereich der umgeformten Bauteile: a) Referenz und b) einer Presspassung mit anschließender Temperaturbehandlung. Grafik: IFUM

der hier entstehenden Rissbildung nach der Umformung die Schlussfolgerung erlaubt, dass hier eine intermetallische Phase vorliegen wird.

In der mikroskopischen Aufnahme der Probe mit Presspassung und anschließender Temperaturbehandlung ist links im Bild die Stahlkapsel und rechts die Ti-Leg. zu erkennen (Bild 6 d). Die Mikrostruktur der Ti-Leg. zeigt Lamellen, was bei einer Temperatur über der β -Transus-Temperatur und einer anschließenden Ofenabkühlung zu erwarten ist [3]. Wie bereits auf den Übersichtsaufnahmen in Bild 5 deutlich wird, ist nach der Temperaturbehandlung die Grenzschicht zwischen dem Ti und dem Stahl ausgeprägter. Die Diffusionszone umfasst circa 350 μm . Drei unterschiedliche Phasen sind innerhalb der Diffusionszone zu erkennen, die jeweils eine homogene Dicke aufweisen (farbige Pfeile in Bild 6 d). Die Temperatur von $T = 1100^\circ\text{C}$ für 60 min während der Wärmenachbehandlung führt zur Beschleunigung von Diffusionsvorgängen. Die Unterscheidung der Phasen ist mit den lichtmikroskopischen Aufnahmen nicht möglich und erfordert zum Beispiel die Analyse der elementaren Zusammensetzung mittels EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie).

In der Aufnahme ist ein Riss zu sehen, der in der Diffusionszone beginnt und am Beginn des Ti endet. Da die Zwischenschicht laut der Literatur aus spröden intermetallischen Phasen besteht, ist der Abbau von Spannungen in Form von Rissen in dieser Zone zu erwarten. Eine Anreicherung der α -Phase ist wie auch bei den anderen Aufnahmen im Randbereich zwischen der Hülse und der Ti-Leg. nicht zu erkennen. Folglich kann durch die Verwendung einer Kapsel die Bildung der α -Schicht verhindert werden, wenn die Kapsel das Ti vollständig vor und nach der Umformung bedeckt ist. Insgesamt traten bei keiner der Proben im Titan Risse auf, die auf eine zu starke Abkühlung unter die β -Transus-Temperatur hindeuten. Das Konzept der Kapselung ermöglicht folglich Schmieden unter isothermen Bedingungen.

Im Vergleich zu den zuvor erläuterten Aufnahmen des äußeren Bereichs ist in **Bild 7** der Radiusbereich des Bauteils dargestellt.

An dieser Position ist nach der Umformung das Ti der Referenzprobe nicht von der Stahlummantelung bedeckt (Bild 7 a). Die gewählte starke Vergrößerung ist nötig, um zu bestimmen, inwieweit sich der α -Case ausgebildet hat. In der Aufnahme ist im Randbereich eine Veränderung der Mikrostruktur erkennbar (mit Pfeil verdeutlicht). Die veränderte Schicht weist eine Schichtdicke

von ungefähr 10 μm auf. Die gebildete Schicht kann auf eine Oxidschicht oder den Beginn des α -Cases zurückgeführt werden.

Bild 7 b zeigt den Radiusbereich der Probe nach der Temperaturbehandlung. Dieser ist ebenfalls nach der Umformung nicht von Stahl bedeckt. Der Randbereich des Ti, der in direktem Kontakt zur Umgebungsatmosphäre steht, weist eine 50 μm dicke Schicht mit überwiegend der hellen α -Phase auf. Daran schließt sich eine ungefähr 150 μm dicke Schicht an, in der ein groblamellares Gefüge und somit ein großer α -Phasenanteil vorliegt. Die Veränderung des Gefüges ist auf die Reaktion des Sauerstoffs aus der Atmosphäre mit der Ti-Leg. zurückzuführen. Die Ausprägung der α -Schicht nimmt mit steigender Temperatur und Zeit zu [24]. Dies ist in den Aufnahmen zu beobachten: Die Referenzprobe zeigt einen dünneren α -Case, da die Zeit bei den hohen Temperaturen unter Luftatmosphäre kurz war. Dahingegen ist die α -Anreicherung im Randbereich bei der Probe, die im Anschluss an die Umformung bei den hohen Temperaturen behandelt wurde, ausgeprägter.

3.4 Mikrohärteuntersuchung

Die Ergebnisse der Referenzprobe mit Spielpassung und der Probe mit Presspassung nach einer Temperaturbehandlung werden exemplarisch diskutiert. Die Untersuchung der hergestellten Probenkörper soll zum einen die intermetallische Phase und zum anderen die α -Schicht nachweisen. Grundsätzlich umfasst die Diffusionszone zwischen Ti und einer rostfreien Stahllegierung die σ -Phase Fe_2Ti , FeTi , Cr_2Ti und $\text{Fe}_2\text{Ti}_4\text{O}$ [25]. Bei den zwischen Stahl und Ti-Leg. vorliegenden intermetallischen Phasen ist ein Anstieg der Härte zu erwarten [26]. Das Vorliegen der α -Schicht von Ti-Leg. im Randbereich führt ebenfalls zu einem Anstieg der Härte [27]. In **Bild 8** sind die Ergebnisse der Härteprüfungen für die Referenzprobe sowie die Probe mit einer Presspassung und anschließender Temperaturbehandlung dargestellt (für die Messpositionen vergleiche Bild 3 b).

Um die abzubildenden Merkmale auflösen zu können, ist die Verwendung von HV 0,05 notwendig. Die Position von 0 mm ist dabei die äußerste Schicht des Ti zum Stahl. Die Messung der Härte im eingekapselten Bereich der Referenz ist rot dargestellt. Durch den Abschluss des Titans von der Umgebungsatmosphäre kann kein zusätzlicher Sauerstoff zu dem in der Kapsel befind-

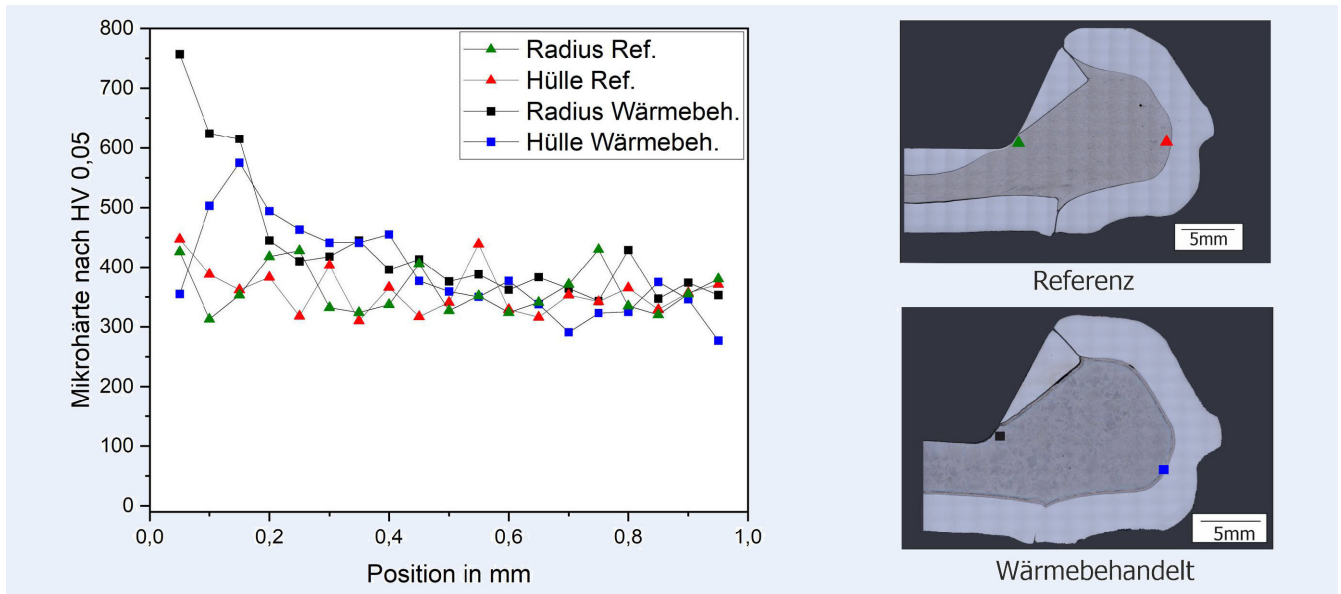


Bild 8. Härteprüfung der umgeformten Bauteile der Referenzprobe sowie der Probe mit Presspassung und einer anschließenden Temperaturbehandlung. In den mikroskopischen Aufnahmen sind die Messpositionen gekennzeichnet. Grafik: IFUM

lichen nachdiffundieren. Dies ist durch den nicht vorhandenen α -Case, der bei der Eindiffusion von Sauerstoff stabilisiert wird, bestätigt. Die Messwerte zeigen abhängig vom Abstand zur Grenzfläche schwankungsbehaftetes Verhalten auf konstantem Niveau. Die Abweichungen sind auf die Anordnung der Messpunkte zurückzuführen, da abhängig von der Position unterschiedliche Körner und Phasen beziehungsweise Orientierungen vorliegen.

An der Messreihe im Dornbereich, die grün eingefärbt ist, sind erneut Schwankungen auf einem konstanten Niveau zu erkennen, die auf die lokal unterschiedliche Mikrostruktur zurückzuführen sind. Da die Probe nach der Umformung in einem Wasserbad auf Raumtemperatur abgeschreckt wurde, ist die Zeit, in welcher die Probe hohen Temperaturen der Luftatmosphäre ausgesetzt war, geringer. Ein deutlicher Anstieg der Härte ist an der Grenzfläche des Ti nicht zu erkennen. Folglich liegt der α -Case bei der Referenzprobe nicht in einem mit der Mikrohärtuntersuchung detektierbarem Umfang vor.

Die Untersuchung der Probe mit einer Presspassung zwischen Ti und der Stahlhülse zeigt in den lichtmikroskopischen Aufnahmen im Randbereich unterschiedliche Phasen. Am Übergang vom Stahl zu der Zwischenschicht und letztlich dem Übergang in die reine Ti-Leg. sind die unterschiedlichen Härtewerte mit den vorliegenden Phasen zu begründen. Der Stahl weist eine geringere Härte auf als die Ti-Leg. und dessen Härte ist geringer als die Härte der intermetallischen Phasen. Dies bestätigt also die Hypothese der Ausbildung einer intermetallischen Schicht zwischen dem Stahl und dem Ti. Die Härtewerte sind, verglichen mit den anderen Messwerten, in den Positionen ab 0,7 mm geringer. Dies könnte mit der Diffusion der Legierungselemente in die Reaktionszone und einer daraus folgenden Entfestigung zu begründen sein.

Die Härte Daten bei dieser Probe im Dornbereich, an dem nach der Umformung die Einkapselung verdrängt war, zeigt bei den ersten drei Messwerten die in diesen Versuchen größten gemessenen Härten von bis zu 757 HV. In den mikroskopischen Aufnahmen ist zu erkennen, dass im Dornbereich keine weitere Phase

vorliegt. Durch die Diffusion des Sauerstoffs in das Ti wird durch die α -stabilisierende Wirkung des Sauerstoffs die harte α -Phase gebildet. Die Dicke dieser Schicht beträgt rund 150 μm . Dies kann aus der erhöhten Härte in diesem Bereich geschlossen werden. Der Anstieg der Schichtdicke im Vergleich zur Literatur ist mit einer erhöhten Temperatur dieser Untersuchungen von 1100 °C zu 930 °C (Literatur) zu begründen [22].

4 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Studie erfolgte die Umformung von mit Stahl eingekapselten Titanhalbzeugen, um einen neuen Ansatz für das Schmieden unter isothermen Bedingungen zu ermöglichen. Dabei wurde der Fokus auf Grenzflächeneffekte gelegt. Dabei wurden unterschiedliche Passungen zwischen Ti und Stahlhülse, der Einsatz von Trennmittel und eine nachfolgende Temperaturbehandlung untersucht. Durch die Verwendung einer Einkapselung um die Titanhalbzeuge werden ausgeprägte Oxidschichten wie beim nicht-eingekapselten Schmieden verhindert.

Die in diesen Versuchen gewählte Deckelgeometrie schloss nach den Schmiedeversuchen nicht luftdicht ab, da der Deckel während der Umformung stark ausgedünnt wird. Durch angepasste numerische Auslegung des Kapselaufbaus soll in weiteren Versuchen diese Problematik vermieden werden. Im Hülsenbereich ist eine Wandstärke von 4 mm ausreichend und dort ist die Bedeckung des Ti auch nach der Umformung vollständig. Bei der Verwendung einer Spielpassung zwischen dem Ti-Zylinder und der Stahlhülse entstand nach dem Schmieden in dem Bereich, der nicht von der Stahlhülle bedeckt ist, eine etwa 10 μm dicke α -Phasen-Schicht. Dies ist auf die geringe Zeit bei den erhöhten Temperaturen durch eine Wasserabkühlung zurückzuführen.

Durch die Verwendung einer Grafitsschicht auf dem Ti-Zylinder ist eine gleichmäßigere Ausdünnung der Stahlummantelung zu erkennen. Die Verwendung einer Presspassung zwischen der Stahlhülle und dem Ti-Zylinder führte während der Erwärmung der Probe zu der Ausbildung einer Zwischenschicht, die laut der Literatur aus einer intermetallischen Phase besteht. Dadurch

könnte in der weiteren Nachbearbeitung nach dem Schmiedeprozess aufgrund dessen Sprödhheit die Kapsel entfernt werden, auch wenn es zu einer stoffschlüssigen Verbindung kommt. Eine anschließende Temperaturbehandlung führt zu einer ausgeprägteren Zwischenschicht, in der unterschiedliche Strukturen sichtbar sind. An einer Position, die nicht von der Stahlummantelung bedeckt ist, kam es zur Ausbildung des erwarteten α -Case. Die α -Schicht weist laut der Härtemessung eine Schichtdicke von rund 150 μm auf.

Nachdem der grundsätzliche Nachweis der Forschungshypothese gelungen ist, soll im weiteren Projektverlauf die Wandstärke der Stahlkapsel variiert werden. Dabei liegt der Fokus auf dem Einfluss der Wandstärke auf die Temperatur des Ti-Zylinders vor und während der Umformung. Die Abwägung soll vorgenommen werden zwischen endkonturnaher Fertigung bei einer geringen Wandstärke und geringem Werkstoffeinsatz gegen die Sicherstellung der Temperatur des Ti-Halbzeugs. Die Auslegung der Hülse wird dabei mit numerischen Simulationen unterstützt.

In weiteren Versuchen soll die unterschiedliche Ausdünnung der Stahlkapsel trotz gleicher Umformbedingungen in einem größeren statistischen Umfang untersucht werden. Des Weiteren soll basierend auf den Ergebnissen ein numerischer Modellansatz entwickelt werden, um basierend auf einer geforderten Bauteilgeometrie und unter Berücksichtigung der plastischen Deformation der Kapsel eine Werkzeug- und Kapselgeometrie abzuleiten. Nach erfolgreicher Umsetzung und experimenteller Validierung wird die gleiche Geometrie konventionell ohne Kapsel hergestellt, um eine vergleichbare Gegenüberstellung dieses Prozessansatzes mit dem Stand der Technik in der Titanumformung zu erlauben. Zudem wird zukünftig die gebildete Zwischenschicht mit dem Rasterelektronenmikroskop und der energiedispersiven Röntgenspektroskopie analysiert, um dessen Zusammensetzung zu bestimmen und das Vorkommen der intermetallischen Schicht zu verifizieren.

Insgesamt kann durch die Verwendung der Kapsel das Zerspanvolumen, das zur Entfernung der α -angereicherten Schicht notwendig ist, reduziert werden. Außerdem wird der anlagentechnische Aufwand reduziert, da reguläre Gesenke zum Stahlschmieden und kein Schutzgas verwendet wird.


FÖRDERHINWEIS

Gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – Projektnummer 461918196.

Literatur

- [1] Klocke, F.: *Fertigungsverfahren 4*. Heidelberg: Springer-Verlag 2017, doi.org/10.1007/978-3-662-54714-4
- [2] Bergoint, D.: Einsatzmöglichkeiten und Produktion von Titanbauteilen. *Lightweight Design* 6 (2013) 6, S. 58–63, doi.org/10.1365/s35725-013-0304-7
- [3] Peters, M.: *Titan und Titanlegierungen*. Weinheim: Wiley-VCH 2002, doi.org/10.1002/9783527611089
- [4] Shial, S. R.; Masanta, M.; Chaira, D.: Recycling of waste Ti machining chips by planetary milling: Generation of Ti powder and development of in situ TiC reinforced Ti-TiC composite powder mixture. *Powder Technology* 329 (2018), pp. 232–240, doi.org/10.1016/j.powtec.2018.01.080
- [5] Leyens, C.; Peters, M.: *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*. Weinheim: Wiley-VCH 2003, doi.org/10.1002/3527602119
- [6] Gottstein, G.: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Heidelberg: Springer-Verlag 2007, doi.org/10.1007/978-3-540-71105-6
- [7] Adam, P.: *Fertigungsverfahren von Turboflugtriebwerken*. Basel: Birkhäuser Basel 2013, doi.org/10.1007/978-3-0348-8769-4
- [8] Terlinde, G.; Witulski, T.; Fischer, G.: Schmieden von Titan. In: Peters, M.; Leyens, C. (Hg.): *Titan und Titanlegierungen*. Weinheim: Wiley-VCH 2007, S. 291–311, doi.org/10.1002/9783527611089.ch11
- [9] Semiatin, S. L.; Seetharaman, V.; Weiss, I.: The thermomechanical processing of alpha/beta titanium alloys. *JOM* 49 (1997) 6, pp. 33–39, doi.org/10.1007/BF02914711
- [10] Chen, C. C.: Recent Advancement in Titanium Near-Net-Shape Technology. *JOM* 34 (1982) 11, pp. 30–35, doi.org/10.1007/BF0338136
- [11] Ohuchi, K.; Nakazawa, Y.; Matsuno, K.: Ceramic isothermal forging die. U.S. Patent US4984445A, 1991
- [12] Corti, C. W.; Luthi, R.; Vogt, E.: Process for the isothermal forging of a work piece. U.S. Patent US4228670A, 1980
- [13] Um, B. Y.: Forging process for titanium alloys. U.S. Patent US5603235A, 1997
- [14] Watmough, T.; Schey, J. A.: Hot forming of titanium and titanium alloys. U.S. Patent US3635068A, 1970
- [15] IKB Deutsche Industriebank: Wechselkurse und Rohstoffe. Internet: www.ikb.de/research/wechselkurse-rohstoffe. Zugriff am 25.09.2024
- [16] Zhang, J.; Kutzsche, A.; Rosenberg, K. et al.: A Novel Canning Technology for Forging of Gamma-TiAl Alloys. *Materials Science Forum* 546–549 (2007), pp. 1421–1426, doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.546-549.1421
- [17] Germain Careau, S.; Tougas, B.; Ulate-Kolitsky, E.: Effect of Direct Powder Forging Process on the Mechanical Properties and Microstructural of Ti-6Al-4V ELI. *Materials* (Basel, Switzerland) 14 (2021) 16, #4499, doi.org/10.3390/ma14164499
- [18] Yan, Z.; Liu, W.; Tang, Z. et al.: Effect of thermal characteristics on distortion in laser cladding of AISI 316L. *Journal of Manufacturing Processes* 44 (2019), pp. 309–318, DOI.ORG/10.1016/j.jmapro.2019.06.011
- [19] Yakout, M.; Elbestawi, M. A.; Veldhuis, S. C.: A study of the relationship between thermal expansion and residual stresses in selective laser melting of Ti-6Al-4V. *Journal of Manufacturing Processes* 52 (2020), pp. 181–192, doi.org/10.1016/j.jmapro.2020.01.039
- [20] DIN EN ISO 6507-1: *Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Vickers – Teil 1: Prüfverfahren, Ausgabe 2024-01-00*
- [21] Sun, J.; Lu, H.; Wang, Z. et al.: High-temperature oxidation behaviour of Ti65 titanium alloy fabricated by laser direct energy deposition. *Corrosion Science* 229 (2024) #111866, doi.org/10.1016/j.corsci.2024.111866
- [22] Deshmukh, V.; Kadam, R.; Joshi, S. S.: Removal of alpha case on titanium alloy surfaces using chemical milling. *Machining Science and Technology* 21 (2017) 2, pp. 257–278, doi.org/10.1080/10910344.2017.1284558
- [23] Germain Careau, S.; Ulate-Kolitsky, E.; Tougas, B.: Direct Powder Forging—A New Approach for near Net Shape Processing of Titanium Powders. *Powders* 2 (2023) 1, pp. 21–31, doi.org/10.3390/powders2010002
- [24] Sefer, B.: *Oxidation and Alpha-Case Phenomena in Titanium Alloys used in Aerospace Industry: Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo and Ti-6Al-4V*. Dissertation, Luleå tekniska universitet, 2016
- [25] Ghosh, M.; Chatterjee, S.: Diffusion bonded transition joints of titanium to stainless steel with improved properties. *Materials Science and Engineering: A* 358 (2003) 1–2, pp. 152–158, doi.org/10.1016/S0921-5093(03)00298-3
- [26] Li, W.; Yan, L.; Karnati, S. et al.: Ti-Fe intermetallics analysis and control in joining titanium alloy and stainless steel by Laser Metal Deposition. *Journal of Materials Processing Technology* 242 (2017), pp. 39–48, doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2016.11.010
- [27] Gaddam, R.; Sefer, B.; Pederson, R. et al.: Study of alpha-case depth in Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo and Ti-6Al-4V. *IOF Conference Series: Materials Science and Engineering* 48 (2013), #012002, doi.org/10.1088/1757-899X/48/1/012002




Jytte Möckelmann, M.Sc. 

moeckelmann@ifum.uni-hannover.de

Tel. +49 511 / 762-18280

Foto: IFUM

Janina Siring, M.Sc. 

Julius Peddinghaus, M.Sc. 

Hendrik Wester, M.Sc. 

Dr.-Ing. Kai Brunotte 

**Prof. Dr.-Ing. Bernd-Arno
Behrens** 

Leibniz Universität Hannover

Institut für Umformtechnik

und Umformmaschinen IFUM

An der Universität 2, 30823 Garbsen

ifum.uni-hannover.de

info@ifum.uni-hannover.de

LIZENZ



Dieser Fachaufsatz steht unter der Lizenz Creative Commons
Namensnennung 4.0 International (CC BY 4.0)