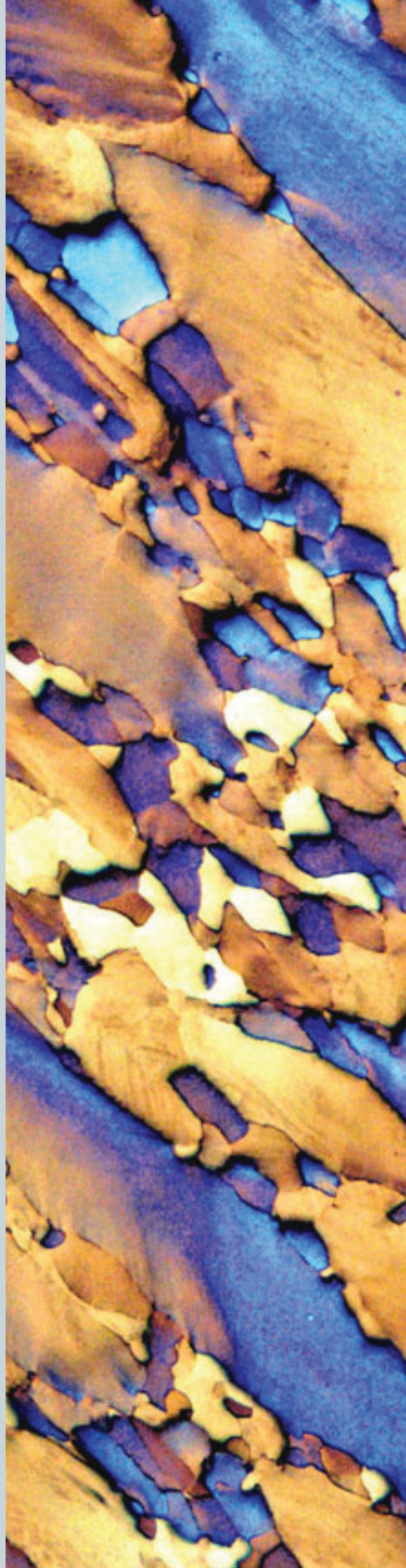


//////////

TITAN

Bewährtes materialografisches
Wissen

APPLICATION NOTE





METALLOGRAFISCHE PRÄPARATION VON TITAN

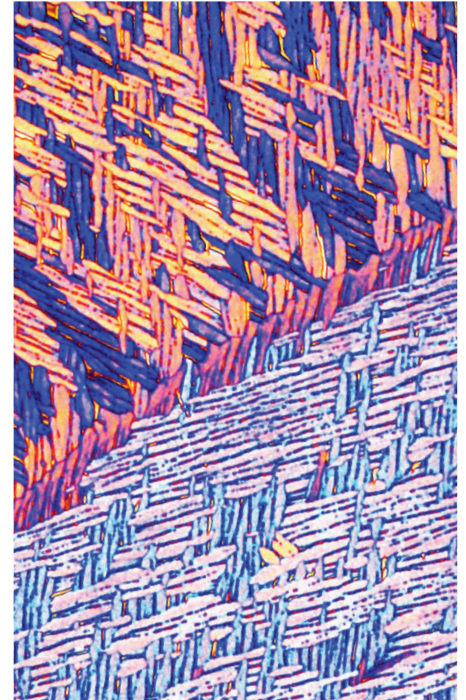
Titan ist ein relativ junges Metal und teuer herzustellen, aber seine hervorragenden Eigenschaften wie hohe Festigkeit bei gleichzeitig niedriger Dichte, und ausgezeichneter Korrosions- und Hitzebeständigkeit, haben Titan und seine Legierungen zu einem gefragten und vielseitig verwendbaren Werkstoff gemacht.

Titan ist besonders beständig gegen eine Reihe von Chemikalien. Durch seine hohe Affinität zu Sauerstoff bildet es eine dünne, dichte und stabile, selbstheilende Oxidschicht, die einen effektiven Schutz gegen beginnende Korrosion bietet. Zusätzlich sind Titan und seine Legierungen durch das gute Verhältnis von Festigkeit zu Gewicht geeignet zur Anwendung in kritischen Bereichen.

Titan und seine Legierungen werden besonders in der Luft- und Raumfahrt verwendet, und in der chemischen und medizintechnischen Industrie wo Sicherheit unabdingbar ist. Daraus ergibt sich, dass der Qualitätsprüfung in der Herstellung und Weiterverarbeitung eine tragende Rolle zukommt.

Dadurch wird die **Metallografie von Titan** zu einem integralen Bestandteil in der Produktion, von der Überwachung des ersten Herstellungsvorgangs, über Prüfen der Porosität bei Gußteilen bis zur Kontrolle der Wärmebehandlungen. Zusätzlich spielt Metallografie eine Rolle bei der Forschung und Entwicklung von Titanlegierungen und Produkten.

Titan ist ein sehr zähes Metall und neigt zu mechanischer Verformung. Dieser Aspekt muß bei den mechanischen Abtragsprozessen während des Trennens, Schleifens und Polierens berücksichtigt werden.



Martensitisches Gefüge in der wärmebeeinflussten Zone einer Rohrschweißung. Farbbätzung nach Weck, 1000x

Lösungen für die metallografische Präparation

Trennen:

Titan kann beim Trennen schnell überhitzen und große Grate bilden:

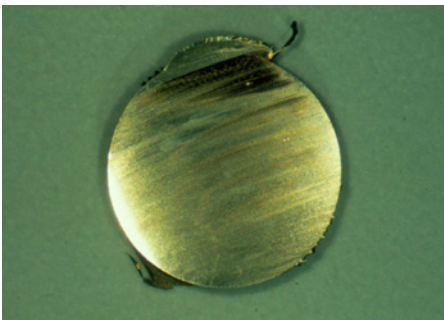


Abb. 1

Schleifen und Polieren:

Auf Grund seiner Zähigkeit verformt Titan leicht und bildet Kratzer:

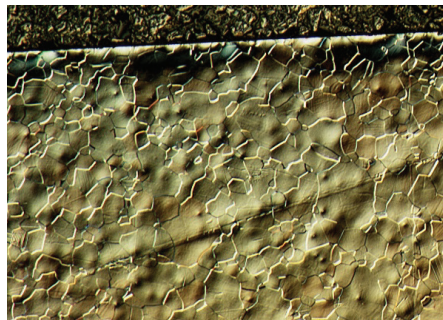


Abb. 2

Differential Interferenz Kontrast, 50x



LÖSUNG

- ✓ Spezialtrennscheibe für Titan
- ✓ Chemisch-mechanisches Polieren.
- ✓ Elektrolytisches Polieren

HERSTELLUNG UND VERWENDUNG VON TITAN

Die Herstellung von Titan läuft in drei Stufen ab:

1. Der erste Schritt ist die Erzeugung von Titanschwamm und beinhaltet das Chlorieren von Rutilerz (TiO_2). Chlorgas und Koks reagieren zusammen mit dem Erz zu Titan-Tetrachlorid. Dieses wird durch Destillation gereinigt und mit Magnesium zu Titanschwamm und Magnesiumchlorid reduziert.
2. Dieser Titanschwamm wird zu Pulver zerkleinert, mit Schrott und/oder Legierungselementen wie Vanadium, Aluminium, Molybdän, Zinn und Zirkonium versetzt und in einem Vakuum Lichtbogenofen zu Titanrohblöcken geschmolzen.
3. Diese Blöcke von der ersten Schmelze werden dann zur zweiten Schmelze als Abbrandelektrode im Vakuumschmelzverfahren verwendet. Für sehr reines Titan mit einer sehr homogenen Struktur kann eine dritte Schmelze erfolgen.

In einem ersten Verarbeitungsprozess werden die Gußblöcke, entweder zylindrische mit 15 Tonnen, oder viereckige mit 10 Tonnen, zu kleineren Knüppeln,

Brammen, Stangen und Platten heissgeschmiedet. Da Gußblöcke ein grobes Gefüge haben welches zu Rißbildung neigt, müssen während des Schmiedens die Abläufe und Temperaturen genau kontrolliert werden.

Die Endprodukte sind Schmiedeteile für die Luft- und Raumfahrt und Brammen und Stangen zur Weiterverarbeitung zu Stäben, Draht, Blech oder Platten. Abb. 3 zeigt einen Fehler an einer gewalzten Stange bei welcher graues Oxid in die Oberfläche eingewalzt wurde.

Die weitere Verarbeitung beinhaltet die Herstellung von Produkten durch Schmieden, Strangpressen und Warm- und Kaltumformung. Das Warmumformen von Titan ist nicht nur ein Formungsprozess sondern auch eine Methode die Herstellung eines gewünschten Gefüge zu kontrollieren. Durch seine hohe Festigkeit und geringe Dichte ist Titan in der Luft- und Raumfahrt zu einem tragenden Werkstoff geworden. Zur Anwendung kommen Kompressorringe, Scheiben, Röhren und Abdeckbleche für Gasturbinenmotoren. In der Flugzeugkonstruktion wird Titan für Rahmen im Unterbau, Motoraufhän-

gung, und Teile des Kontrollmechanismus verwendet, sowie Bleche, Nieten und Schrauben für den äußeren Rumpf.

Die hervorragende Korrosionsbeständigkeit und Bioverträglichkeit machen Titan zum idealen Werkstoff für die chemische, medizinische und Lebensmittelindustrie, und für Meeresforschung und Entwicklung. Durch die passive Oxidschicht hat es eine hohe Korrosionsbeständigkeit unter anderem gegen Salzlösungen, Salpetersäurelösungen, Meerwasser, Körperflüssigkeiten und Obst- und Gemüsesaft. Typische Teile sind Reaktionsgefäße, Wärmetauscher, Ventile und Pumpen. In der prothetischen Chirurgie wird Titan für Implantate, künstliche Knochen, Herzpumpen und -ventile verwendet. Die am meisten verwendete Legierung für diese Produkte ist Ti-6Al-4V.

In Verbindung mit Design ist Titan zu einem beliebten Material für teure Konsumartikel wie Schmuck, Golfschläger, Brillen, Fahrräder und Uhren geworden, und in der Architektur wird es für dekorative Außenverkleidungen verwendet (Abb. 4).

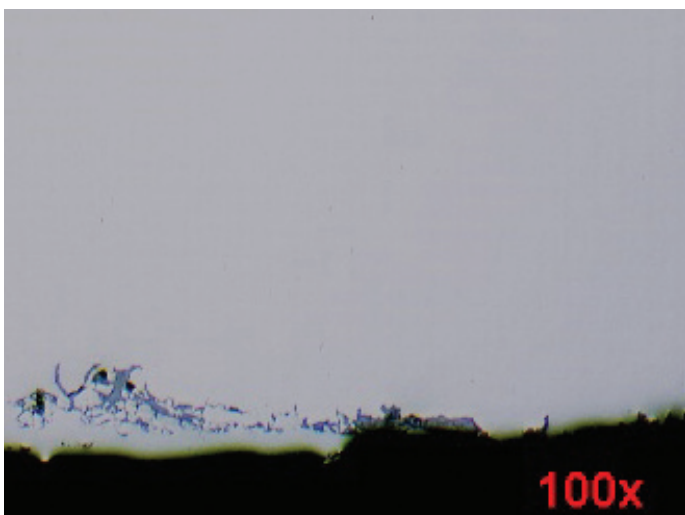


Abb. 3: In die Oberfläche einer Stange eingewalzte, graue Oxidhaut.

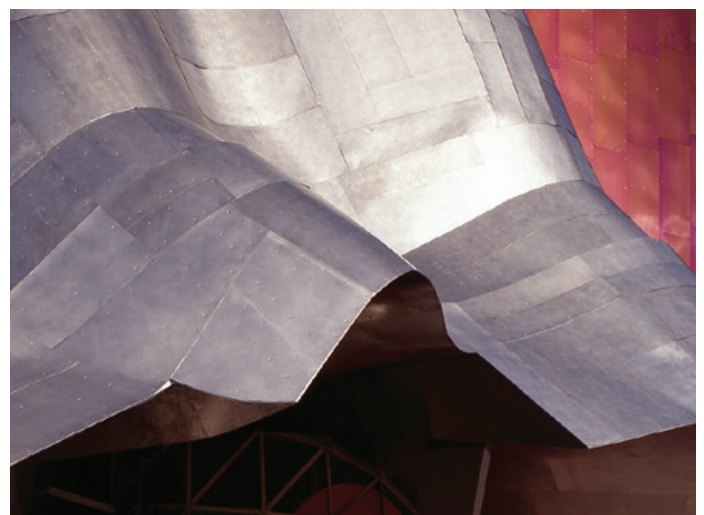


Abb. 4: Eingang Experience Music Project, Seattle,

SCHWIERIGKEITEN BEI DER PRÄPARATION VON TITAN



Trennen



Einbetten



Schleifen und Polieren

Das Hauptproblem bei der Präparation von Titan für die mikroskopische Gefügebeurteilung ist seine hohe Zähigkeit, welche das Trennen, Schleifen und Polieren von Titan erschweren. Mit den folgenden Empfehlungen werden besondere Hinweise gegeben wie dieses typische Verhalten von Titan überwunden werden kann.

Empfehlungen für die Präparation von Titan

Trennen: Auf Grund seiner hohen Zähigkeit wird bei der mechanischen Bearbeitung von Titan ein langer Span erzeugt. Dies macht das Trennen mit herkömmlichen Alu-miniumoxid-Trennscheiben ineffizient. Dadurch kann während des Trennens leicht eine Überhitzung entstehen (siehe Abb.1). Deswegen empfiehlt es sich, eine speziell für diesen Zweck entwickelte Siliziumkarbid Trennscheibe für Titan zu verwenden (z.B. 20SXX).

Bei dem Trennen von Titan entwickelt sich auch ein ganz typischer Geruch der sehr durchdringend werden kann wenn große oder viele Stücke getrennt werden. Für diesen Fall sollte ein Abzug an die Trennmaschine angeschlossen werden.

Einbetten: In den Betrieben in denen Titan erschmolzen wird, werden hauptsächlich größere Schliffe von Gußblöcken, Knüppeln und Brammen uneingebettet metallografisch vorbereitet. Für kleinere Teile die eingebettet werden müssen, z.B. Bleche, Drähte, Nieten, empfiehlt sich sowohl Warm-

einbetten mit Phenolharz (MultiFast), als auch Kalteinbetten mit Epoxidharz (EpoFix).

Schleifen und Polieren: Das Hauptproblem bei der Präparation von Titan ist die hohe Zähigkeit. Der Werkstoff neigt sehr schnell zu Verformungen und Kratzern. Deshalb ist eine chemisch-mechanische Politur sehr wichtig. Die beschriebene automatische 3-Stufen Methode in Tabelle 1 hat sich als ideal für sehr gute, reproduzierbare Ergebnisse erwiesen.

Im Gegensatz zu anderen Siliziumdioxiden wurde OP-S speziell für die Verwendung mit chemischen Zusätzen entwickelt ohne zu gelieren, und eignet sich deswegen gut für das Polieren von Titan.

Bei dem chemisch-mechanischen Poliervorgang wird das Reaktionsprodukt des Wasserstoffperoxid mit dem Titan ständig durch das Siliziumdioxid von der Probenoberfläche entfernt, die dadurch verformungsfrei bleibt. Hinweise in der einschlägigen Literatur erwähnen auch Mischungen mit Salpeter- und Flußsäure zum chemisch-

Tabelle 1 - Präparationsmethode

Schleifen

STUFE	PG	FG
Unterlage	MD-Mezzo	MD-Largo
Abrasiv	Typ	Diamant
	Größe	#220
Suspension/ Schmiermittel	Wasser	DiaPro Allegro/Largo 9
	UpM	300
Kraft [N]/ Probe	40***	30
Zeit (Min.)	Bis plan	5

Polishing

STUFE	OP
Unterlage	MD-Chem
Abrasiv	Typ
	Kolloidales SiO ₂
Suspension/ Schmiermittel	Größe
	0.04 µm
Suspension/ Schmiermittel	OP-S*
UpM	150
Kraft [N]/ Probe	30 pro Probe
Zeit (Min.)	5**

Tabelle 1 zeigt eine allgemeine, automatische Präparationsmethode für Titan und Titanlegierungen mit 6 nicht eingebetteten Proben mit 30 mm Ø, fest eingespannt. Bitte beachten, dass die Polierzeit in Abhängigkeit von der Reinheit und der Oberfläche variieren kann. * 90 ml OP-S gemischt mit 10 ml H₂O₂ (30%). ** Die Polierzeit hängt von der Probenfläche ab. Sehr große Proben müssen länger poliert werden als kleine. *** auf 25 N reduzieren bei Einzelproben um den Pencil-Effekt zu vermeiden. Hinweis: während der letzten 10 Sekunden der OP-S Politur wird die rotierende Scheibe mit Wasser abgespült. Dadurch werden Proben, Tuch und Probenhalter gereinigt.

SCHWIERIGKEITEN BEI DER PRÄPARATION VON TITAN

mechanischen Polieren von Titan. Diese Mischungen wirken vielleicht schneller, Struers empfiehlt sie aber nicht da sie korrosiver als Wasserstoffperoxid sind und die richtigen Sicherheitsmaßnahmen im Umgang mit diesen Säuren berücksichtigt werden müssen. Für das Arbeiten mit Wasserstoffperoxid sollen Schutzhandschuhe getragen werden.

Wenn diese Art des chemisch-mechanischen Polierens nicht verwendet wird, bleibt die Oberfläche der Titanprobe verkratzt und es ist so gut wie unmöglich mit Diamantpolieren eine gute Politur zu erzielen. Im Gegensatz zu dem gebräuchlichen Diamantpolieren mit feiner werdenden Korngrößen, verursacht das Diamantpolieren bei Titan ständig neue, mechanische Verformung die eine verschmiert und verkratzte Probenoberfläche erzeugt (siehe Abb. 7). Wenn diese Verformungsschicht erst mal vorhanden ist, ist es schwer sie mit der Siliziumdioxid-Wasserstoffperoxid-Mischung wieder zu entfernen. Deshalb sollte das Diamantpolieren generell vermieden werden, besonders bei reinem Titan.

Die Präparationszeit hängt von der Probenoberfläche und der Legierung ab. Je größer die Probe und je reiner das Titan um so länger die Polierzeit mit der Siliziumdioxid-Wasserstoffperoxid-Mischung, was bis zu 10 Minuten dauern kann, für ganz reines Titan sogar bis zu 45 Minuten. Die Oberfläche einer gut polierten, ungeätzten Titanprobe erscheint im Lichtmikroskop weiß, und man muß so lange polieren bis dieses Stadium der Oberfläche erreicht ist.

Durch den sehr sorgfältigen Herstellungsprozess sind Titan und seine Legierungen sehr sauber. Das bedeutet, dass kleine, schwarze Punkte auf einer polierten Probenoberfläche keine Verunreinigungen oder Gefügebestandteile darstellen, sondern dass es sich dabei um Überreste der mechanischen Verformung vom Schleifen handelt. Das chemisch-mechanische Polieren muß so lange fortgesetzt werden bis diese Artefakte entfernt sind. Wenn die Oberfläche gut poliert ist kann man ohne Ätzung im polarisierten Licht das Gefüge sehen (siehe Abb. 8). Tabelle 1 enthält eine generelle, automatische Präparationsmethode für Titan und Titanlegierungen, für 6 un-eingebettete

Proben, 30 mm Durchmesser, im Halter eingespannt. Bitte beachten, dass die Polierzeit von der Reinheit des Titan und der Probengröße abhängt.

Hinweis: Bei der Verwendung von Siliziumdioxid (OP-S) ist zu beachten, dass das Poliertuch vor dem Polieren zuerst angefeuchtet werden muß. Außerdem ist es wichtig, dass man am Ende des Poliervorgangs, ungefähr 10-15 Sekunden bevor das Poliergerät anhält, Wasser aufgedreht werden muss, das OP-S von Proben, Halter und Tuch wäscht. Danach werden die Proben einzeln unter fließendem Wasser gereinigt, mit Ethanol abgespült und mit einem starken Luftstrom getrocknet. Falls OP-S Reste auf den Proben zurückbleiben muss die Reinigung wiederholt werden. Effizient und reproduzierbar können Proben mit der automatischen Reinigungsstation Lavamin gereinigt werden.

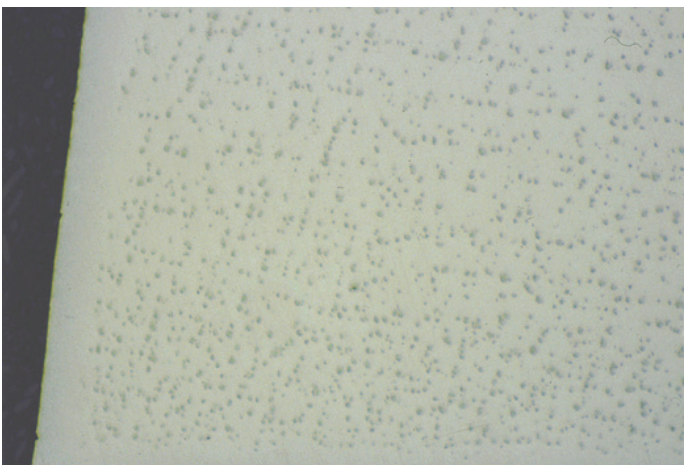


Abb. 7: Titan nach Diamantpolitur mit 3 µm mit Verformung und Kratzer.

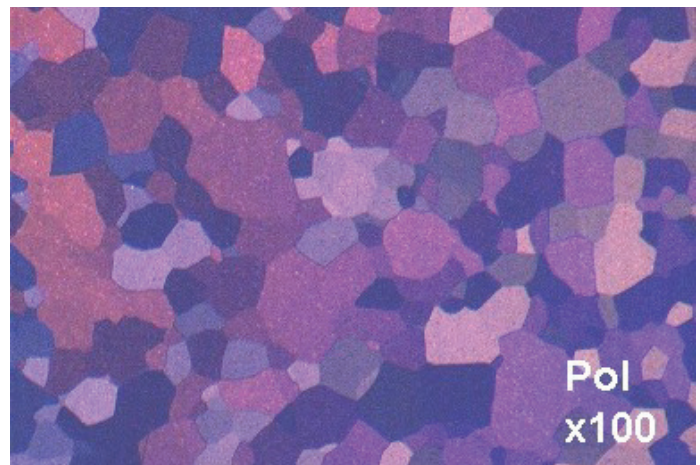


Abb. 8: Querschliff einer Stange aus Reintitan, elektrolytisch poliert, polarisiertes Licht, 100x

SCHWIERIGKEITEN BEI DER PRÄPARATION VON TITAN



Automatische
Reinigungsstation

Als Alternative zum mechanischen Polieren kann das elektrolytische Polieren empfohlen werden, besonders wenn schnelle Ergebnisse gewünscht sind.

Die elektrolytische Poliermethode eignet sich besonders aus folgenden Gründen: Schnelligkeit der Ergebnisse, einfache Durchführung, und Reproduzierbarkeit. Außerdem hinterläßt das elektrolytische Polieren keine mechanische Verformung auf der Probenoberfläche. Das kann besonders bei der Anwendung in der Forschung interessant sein. α Legierungen die ein homogenes Gefüge haben, sind besonders zum elektrolytischen Polieren geeignet, aber auch α - β Legierungen können elektrolytisch poliert werden. Zum elektrolytischen Polieren muß die Probenoberfläche bis zur Körnung 1200 vorgeschliffen werden. Tabelle 2 enthält eine generelle Methode zum elektrolytischen Polieren von Titan und Titanlegierungen. Nach dem elektrolytischen Polieren kann die Probe mit polarisiertem Licht betrachtet werden, oder chemisch geätzt werden (für Ätzmittel siehe „Ätzen und Gefügeinterpretation“).



Elektrolytische Präparation - Struers LectroPol-5

Tabelle 2 - Präparationsmethode

Schleifen

STUFE 			PG 	FG 	OP 
	Unterlage		Foil/Paper	MD-Largo	MD-Chem
	Abrasiv	Typ	SiC	Diamant	Kolloidales SiO ₂
		Größe	#320	9 µm	0.04 µm
	Suspension/ Schmiermittel		Wasser	DiaPro Allegro/Largo 9	OP-S*
	UpM		300	150	150
	Kraft [N]/ Probe		15	20	20
	Zeit (Min.)		Bis plan	5	25 (oder länger)

Tabelle 2 zeigt eine allgemeine, automatische Präparationsmethode für reines Titan mit 6 nicht eingebetteten Proben mit 30 mm Ø, fest eingespannt. * 80% OP-S + 10% H₂O₂ (30%) + 10% NH₄OH (25%)

Tabelle 3 - Elektrolytisches Polieren

Gerät:	LectroPol-5
Elektrolyt:	A3
Maskenauschnitt:	1 cm ²
Temperatur:	Room temperature 18-20°C
Fließgeschwindigkeit:	10-15
Spannung:	35-45 V
Zeit:	20-30 sec.

Tabelle 3 zeigt eine allgemeine, automatische Präparationsmethode für reines Titan mit 6 nicht eingebetteten Proben mit 30 mm Ø, fest eingespannt.

ÄTZEN UND GEFÜGEINTERPRETATION

Wie schon erwähnt, kann die Probenoberfläche eines gut polierten Titanschliffs im ungeätzten Zustand im polarisierten Licht betrachtet werden. Der Kontrast bei dieser Beleuchtungsart ist nicht immer ausgeprägt, aber ideal um zu kontrollieren ob die Politur ausreichend ist.

Die am häufigsten verwendete Ätzung für Titan ist die nach Kroll:

- 100 ml Wasser
- 1-3 ml Flußsäure
- 2-3 ml Salpetersäure

Die Konzentration kann je nach Legierung variieren und kann dementsprechend angepasst werden. Die β -Phase wird dunkelbraun gefärbt. Mit der Ätzung nach Weck kann Titan auch farbgeätzt werden:

- 100 ml Wasser
- 5 g Ammonium-bifluorid

Metallurgie und Gefüge

Kommerzielles Titan und Titanlegierungen sind in 4 Gruppen unterteilt: kommerzielles reines Titan; α - und α -ähnliche Legierungen wie Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo; α/β Legierungen von denen Ti-6Al-4V die bekannteste ist; β -Legierungen mit hohem Vanadium-, Chrom- und Molybdängehalt.

Titan liegt unterhalb von 882°C als hexagonales α -Titan vor, oberhalb dieser Temperatur geht es in kubisch raumzentriertes β -Titan über.

Diese Umwandlung ermöglicht Legierungen mit α -, β - oder α/β -Mischgefügen und die Möglichkeit für Wärmebehandlungen und thermo-mechanische Behandlungen.

Der Zusammenhang zwischen Warmumformung, Wärmebehandlung, Gefüge und Materialeigenschaften in der Herstellung von Titan ist sehr komplex. Im Folgenden werden nur einige der herkömmlichsten Arten von möglichen Titangefügen beschrieben.

Es gibt vier Gruppen von handelsübliche Güten von Titan und Titanlegierungen: Reintitan, α und „near α “ Legierungen, wie Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo; α/β Legierungen, von denen Ti-6Al-4V die bekannteste ist, und β Legierungen die einen hohen Anteil von Vanadium, Chrom und Molybdän enthalten.

Abb. 9 zeigt das α Gefüge eines Reintitan welches durch Biegen verformt wurde. Die Zwillingsbildung durch die mechanische Verformung ist deutlich zu sehen.

Abb.10 zeigt das α/β Gefüge einer geschmiedeten Ti-6Al-4V Legierung eines orthopädischen Implantats, Ätzung nach Kroll.

Abb.11 zeigt das α/β Gefüge einer Ti-6Al-4V Legierung mit einer weißen „ α -case“ Schicht. Ätzung nach Weck. Obwohl die Warmumformung unter kontrollierter Atmosphäre abläuft, kann Titan schon bei niedrigen Temperaturen Sauerstoff aufnehmen, welches zu einer harten Randschicht führt, „ α -case“ genannt. Diese spröde Schicht kann nur mechanisch entfernt werden. (Hinweis: Mit der Ätzung nach Kroll kann „ α -case“ nicht sichtbar gemacht werden, sondern nur mit der Bifluorid Ätzung).

In der Abb.12 ist das β -Gefüge eines Längsschnitts durch eine Platte zu sehen, die Legierung ist Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr. Sie wird in der Luftfahrt wegen ihrer hervorragenden mechanischen Eigenschaften verwendet. Ätzung: Anlaufätzung.

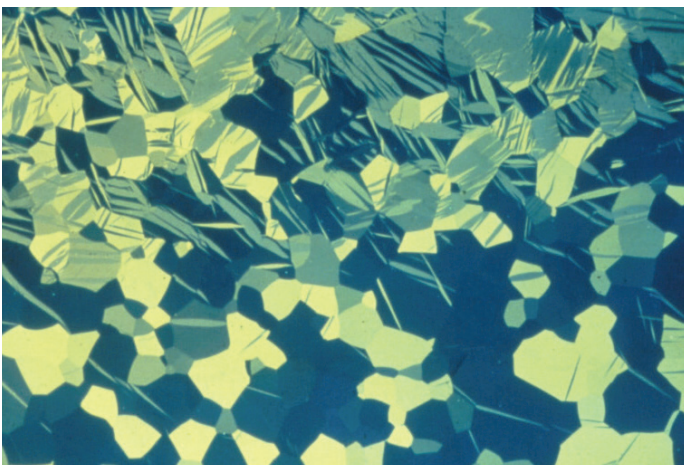


Abb. 9: Kornstruktur eines Reintitan, polarisiertes Licht, 100x

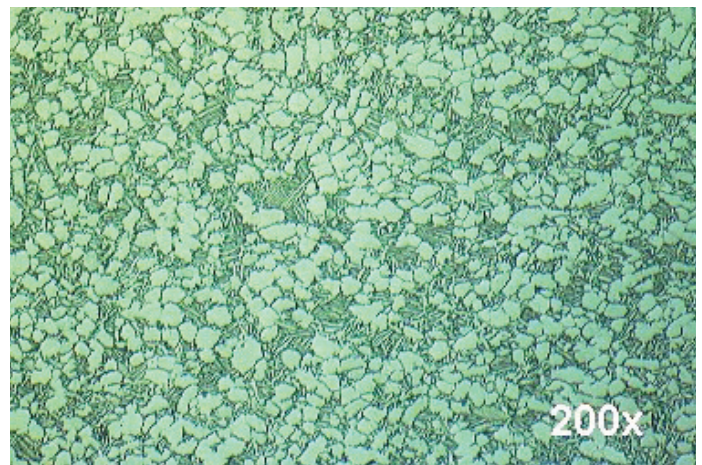


Abb.10: Gefüge einer geschmiedeten α/β Ti-6Al-4V Legierung, 400x

ZUSAMMENFASSUNG

Titan ist ein sehr zähes Metall mit hoher Festigkeit bei geringer Dichte, und ausgezeichneter Korrosionsbeständigkeit und Bioverträglichkeit. Seine Zähigkeit verlangt eine bestimmte metallografische Präparation, wie die Verwendung von speziellen Trennscheiben und chemisch-mechanisches Polieren mit einer Mischung aus Siliziumdioxid und Wasserstoffperoxid. Diese erprobte Poliermethode ergibt auf automatischen Geräten gleichmäßig gute und reproduzierbare Ergebnisse.

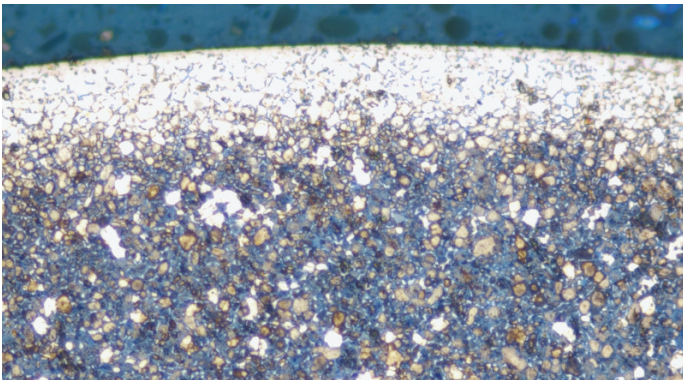


Abb.11: α - β Ti-6Al-4V Legierung mit einer weißen, spröden „ α case“ Randschicht, 50x

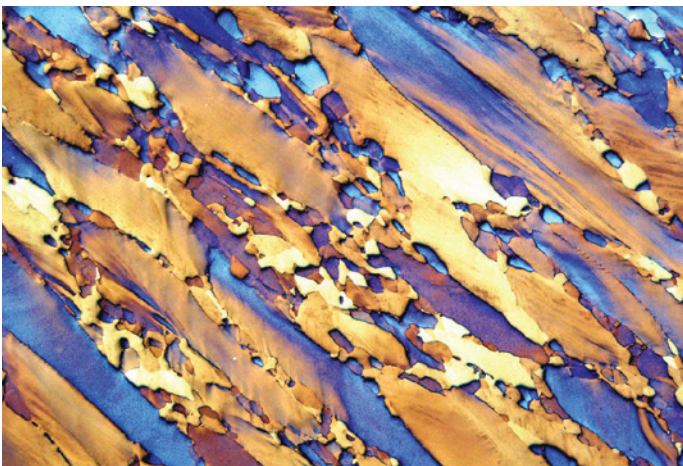


Abb.12: β Gefüge einer Ti-15V-3Al-3Sn-3Cr Legierung, Anlaufätzung, 50x

APPLICATION NOTE

Metallografische Präparation von Titan

Bill Taylor,
Struers Ltd, Glasgow

Elisabeth Weidmann,
Struers A/S, Kopenhagen

Danksagung:

Wir bedanken uns bei der Fa. Aesculap, Tuttlingen, Deutschland, für spezifische Informationen über Titan, und die Erlaubnis zur Wiedergabe der Abb. 5, 6 und 11. Wir bedanken uns bei Wah Chang North, Albany, Oregon, USA, für das zur Verfügung gestellte Probenmaterial, und Hr. Paul Danielson von Albany Research Center, Albany, Oregon, USA, für die Farbphotographien auf der ersten Seite und Abb. 12.

Wir danken der Fa. Lindberg, Aabyhoj, Dänemark für die Erlaubnis zur Wiedergabe des Brillenmodells Air Titanium, und Experience Music Project, Seattle, USA für die Wiedergabe von Abb. 4.

Bibliografie:

Metals Handbook, Desk edition, ASM, 1984



Detail eines Brillengestells aus Titan. Die hohe Festigkeit und Zähigkeit von Titan machen Schrauben und Löten an diesen Brillengestellen unnötig.