

Additive Fertigung und Eigenschaften der metastabilen Titanlegierung Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr

Frank Schubert¹, Daniel Knoop², Jonas Haller¹, Lothar Kroll¹, Anastasiya Toenjes^{2,3}

¹ Technische Universität Chemnitz, Institut für Strukturleichtbau, Chemnitz, Deutschland

² Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien – IWT, Bremen, Deutschland

³ Universität Bremen, Bremen, Deutschland

Kurzfassung

Die additive Verarbeitung der Titanlegierung Ti-6Al-4V mittels pulverbettbasiertem Laserstrahlschmelzen (LPBF) ist gut erprobt und in der Luftfahrt bereits im Serieneinsatz. Dabei gibt es erhebliche Einschränkungen hinsichtlich Bauteilgestaltung und erzielbarer Maßhaltigkeit. Die Ursache dafür findet sich im thermischen Eigenspannungsprofil des Legierungssystems, was zu einem erheblichen Bauteilverzug infolge der additiven Fertigung führen kann. Daher müssen derartige Komponenten sehr steif ausgeführt werden oder es ist ein hoher Einsatz von zusätzlichem Stützmaterial erforderlich. Zur Lösung dieses Problems können metastabile Titanlegierungen, wie etwa Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, herangezogen werden. Der vorliegende Beitrag umfasst die LPBF-Verarbeitung der Legierung Ti-5553 mit robusten Prozesskenngrößen, resultierender Oberflächengüte sowie die Untersuchung geeigneter Wärmebehandlungen mit zugeordneten mechanischen Eigenschaften.

Additive manufacturing of titanium Ti-6Al-4V by means of laser powder bed fusion (LPBF) is well established and already in use in civil aviation. However, there are considerable limitations regarding component design and achievable dimensional accuracy. The reason for this can be found in thermal residual stresses of the alloy, which can lead to significant component distortion due to additive manufacturing. Therefore, such components have to be designed very rigid or a high use of additional support material is required. To address this problem, metastable titanium alloys, such as Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr, can be used. The present contribution covers LPBF processing of Ti-5553 with robust process parameters, resulting surface quality as well as investigations regarding suitable heat treatments with associated mechanical properties.

1. Einleitung

Im Rahmen des Luftfahrtforschungsvorhabens „AMELA“ untersucht die TU Chemnitz gemeinsam mit dem Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien - IWT metastabile Titanlegierungen für den pulverbettbasierten metallischen 3D-Druck (LPBF). Diese sollen hinsichtlich ihrer Verarbeitungseigenschaften und den resultierenden Materialkennwerten signifikante Vorteile gegenüber dem etablierten Ti-6Al-4V aufweisen.

Insbesondere das Legierungssystem Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553) verspricht einen robusten additiven Fertigungsprozess [1] mit einem eigenspannungsarmen Aufbau von Proben und Bauteilen im β -Zustand. Durch Anwendung geeigneter Wärmebehandlungen lässt sich das Gefüge in weiten Bereichen einstellen [2-3], woraus eine hohe Eignung für Luftfahrtanwendungen resultieren [4-5] kann.

2. Experimentelles Vorgehen

Für die Untersuchungen wurde Argon-verdüstertes sphärisches Pulvermaterial von der Firma Eckart TLS verwendet. Dieses weist eine LPBF-übliche Korngrößenverteilung von 15-63 μm auf. Unter Argon-Atmosphäre wurden daraus Würfelproben (vgl. Abbildung 1) mit einer Kantenlänge von 10 mm in einer LPBF-Anlage vom Typ

EOS M290 gefertigt. Die Substratplatte wurde dazu auf 200°C vorgeheizt.

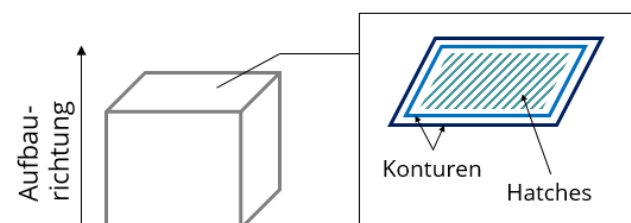


Abbildung 1: Würfelprobe mit Kennzeichnung der Aufbaurichtung und Scanvektoren

Zur Identifizierung geeigneter Prozesskenngrößen für das innere Materialvolumen (Hatches) wurden für zwei ausgewählte Schichtdicken (s) folgende Parameterfelder hinsichtlich Laserleistung (P) und Scangeschwindigkeit (v) aufgespannt (vgl. Tabelle 1).

Tabelle 1: Untersuchte Prozessparameter für Ti-5553

s [μm]	P [W]	v [mm/s]
30	150 - 250	775 - 1.300
60	310 - 350	1.050 - 1.450

Die Proben wurden nach Fertigstellung jeweils in Aufbaurichtung (Längsschliff) und normal zu dieser (Quer-

schliff) getrennt, poliert und mit Hilfe optischer Mikroskopie bezüglich der resultierenden Materialdichte untersucht.

Darauf aufbauend wurde für beide Schichtdicken eine Erhöhung der Oberflächenqualität angestrebt. Dazu erfolgte die Optimierung der Randparameter (Konturen), welche maßgeblich die Oberflächenrauheit bestimmen. Folgende Parameter wurden dazu untersucht (vgl. Tabelle 2):

Tabelle 2: Untersuchte Konturparameter für Ti-5553

s [μm]	P [W]	v [mm/s]
30	130 - 210	700 - 925
60	220 - 250	1.350 - 1.550

Zur Analyse der resultierenden Oberflächentopografie für den Konturbereich wurden Längsschliffe angefertigt und diese mittels optischer Mikroskopie ausgewertet. Dieses Vorgehen erlaubt Rückschlüsse auf die Größe der anhaftenden Partikel, die Strukturabweichungen in Bezug auf die Soll-Geometrie sowie die Erkennung der Poren im Konturbereich.

Die abschließende Bewertung der Oberflächenrauheit wurde mit dem finalen Prozessparametersatz für eine Schichtdicke von 60 μm anhand von Proben durchgeführt, deren additive Fertigung im Winkel α von $40^\circ \leq \alpha \leq 90^\circ$ zur Substratebene erfolgte (vgl. Abbildung 3).

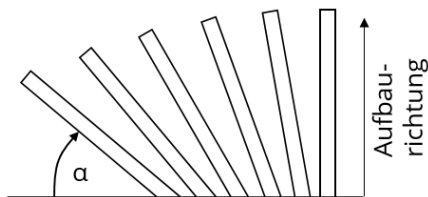


Abbildung 3: Proben zur Bestimmung der Oberflächenrauheit, aufgebaut im Winkel α zur Substratebene

In diesem Zusammenhang ließ sich das taktile Tastschnittverfahren, zur Ermittlung von Linienkennwerten R_a , und das optische Verfahren (Alicona), zur Ermittlung von Flächenkennwerten S_a , vergleichend gegenüberstellen.

Zur Planung geeigneter Wärmebehandlungen von additiv verarbeitetem Ti-5553 musste zunächst der Ausgangsgefüge analysiert werden.

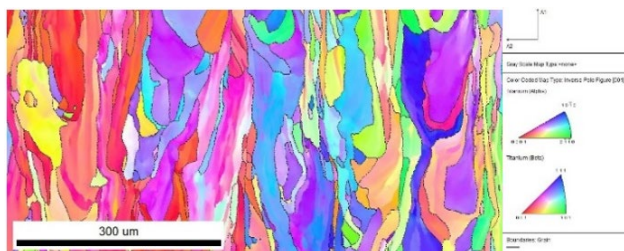


Abbildung 4: β -Gefüge einer additiv gefertigten Ti-5553-Probe, Schichtdicke 30 μm , analysiert mittels EBSD

Mittels Röntgenbeugung (XRD) und Elektronenrückstreubeugung (EBSD) ließ sich feststellen, dass ein reines β -Gefüge vorliegt (vgl. Abbildung 4).

In der Literatur werden drei mögliche Wärmebehandlungen für Ti-5553 vorgeschlagen [2]:

- Lösungsglühen und Abschrecken (ST)
- Lösungsglühen, Abschrecken und Auslagern (STA)
- Beta-Glühen, langsam abkühlen, Auslagern (BASCA)

Aufgrund des reinen β -Gefüges kann auf ein Lösungsglühen mit nachfolgendem Abschrecken verzichtet werden. Dies macht die Wärmebehandlung für Bauteile unterschiedlichster Größenklassen zugänglich und senkt das Verzugsrisiko signifikant.

In einem ersten Schritt zur Identifizierung geeigneter Wärmebehandlungsregime wurden die Anteile von α - und β -Titan in Abhängigkeit der Glüh- und -dauer ermittelt. Die Wärmebehandlung der Proben erfolgte im Vakuum und als Analyseverfahren wurden die Rückstreuerelektronen am Rasterelektronenmikroskop (REM-BSE) ausgewertet. Folgende Wärmebehandlungszustände bilden den Untersuchungsgegenstand (vgl. Tabelle 4):

Tabelle 4: Wärmebehandlungsparameter für Ti-5553

Temp. [$^\circ\text{C}$]	500	500	600	600	700	700
Zeit [h]	1	2	1	2	1	2

Begleitend zur mikrostrukturellen Gefügeanalyse mittels REM erfolgte die Ermittlung quasistatischer Materialkennwerte anhand von einachsigen Zugversuchen. Aus den Ergebnissen ließ sich eine vielversprechende Wärmebehandlung ableiten, auf deren Basis auch Schwingproben gegläht wurden. Nach deren spanender Nachbearbeitung auf einen Durchmesser von 4,0 mm folgten einachsige Ermüdungsprüfungen mit $R = -1$ bei einer Prüffrequenz $f = 90$ Hz.

3. Ergebnisse und Diskussion

3.1. LPBF-Prozessparameter

Aus den Ergebnissen zu den Dichtewerten für eine Schichtdicke von 30 μm geht hervor (vgl. Tabelle 5), dass das untersuchte Ti-5553 ein sehr breites Prozessfenster besitzt. In Abhängigkeit des erforderlichen Energieeintrags zum prozesssicheren Umschmelzen des Materials, finden sich für nahezu jeden untersuchten Leistungs- oder Geschwindigkeitsbereich valide Prozesskenngrößen, welche eine relative Materialdichte von $>99,9\%$ zu lassen.

Tabelle 5: Relative Materialdichte Ti-5553, Schichtdicke 30 µm

		P [W]				
		150	175	200	225	250
v [mm/s]	775	99,82%	99,46%	99,32%	99,52%	99,68%
	850	99,96%	99,92%	99,94%	99,91%	99,93%
	925	99,99%	99,99%	99,98%	99,94%	99,95%
	1.000	99,99%	99,99%	99,97%	99,98%	99,98%
	1.075	99,94%	99,93%	99,99%	99,97%	99,96%
	1.150	99,92%	99,95%	99,97%	99,99%	99,99%
	1.225	99,91%	99,98%	99,98%	99,94%	99,96%
	1.300	99,74%	99,95%	99,95%	99,96%	99,95%

Die getroffene farbliche Klassifizierung von grün (zu bevorzugen) bis rot (ungünstige Parameterkombination) berücksichtigt nicht nur die relative Materialdichte, sondern auch Größe, Art und Verteilung der Poren. So besitzt beispielsweise der rot klassifizierte Parameter mit einer Leistung von 250 W und einer Scangeschwindigkeit von 775 mm/s (vgl. Abbildung 4, links) eine zu hohe Volumenenergie, was die Bildung von Keyholes (sphärische Gaseinschlüsse) begünstigt und daher nicht zu bevorzugen ist.

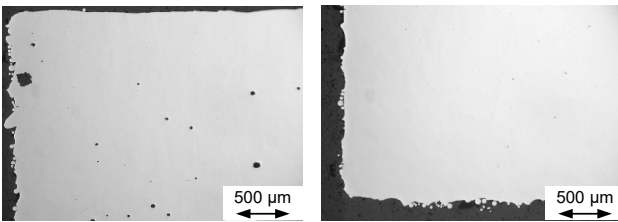


Abbildung 4: Lichtmikroskopaufnahmen von Ti-5553, Schichtdicke 30 µm, links: P = 250 W, v = 775 mm/s; rechts: P = 225 W, v = 1.150 mm/s

Die Kombination 225 W und 1.150 mm/s hingegen (vgl. Abbildung 4, rechts) besitzt nahezu keine optisch nachweisbaren Poren. Darüber hinaus ist dieser Parametersatz robust gegenüber Prozessschwankungen, da weder die Reduzierung noch die Steigerung vom Energieeintrag die Dichte signifikant beeinflussen.

Ein ähnliches robustes Verhalten zeigt sich auch bei Verwendung einer Schichtdicke von 60 µm (vgl. Tabelle 6). Das untersuchte Parameterfeld umfasst größtenteils Materialdichten von >99,9 %.

Tabelle 6: Relative Materialdichte Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

		P [W]				
		310	320	330	340	350
v [mm/s]	1.050	99,83%	99,91%	99,96%	99,96%	99,90%
	1.150	99,97%	99,94%	99,98%	99,89%	99,98%
	1.250	99,91%	99,99%	99,99%	99,96%	99,99%
	1.350	99,99%	99,99%	99,99%	99,96%	99,98%
	1.450	99,99%	99,99%	99,99%	99,98%	99,96%

Selbst die höchst untersuchte Energiedichte der Parameterkombination P = 350 W und v = 1.050 mm/s (vgl. Abbildung 5, links) erzeugt nur vereinzelt kleine Poren, welche keiner Regelmäßigkeit folgen. Als bevorzugte Kombination lässt sich P = 320 W und v = 1.450 mm/s (vgl. Abbildung 5, rechts) ableiten. Neben einer gewissen Reserve bezüglich Prozessschwankungen ist hier insbesondere eine hohe Produktivität zu erwarten.

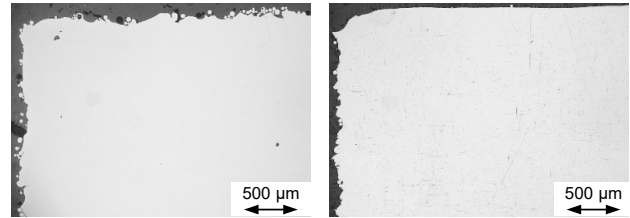


Abbildung 5: Lichtmikroskopaufnahmen von Ti-5553, Schichtdicke 60 µm, links: P = 350 W, v = 1.050 mm/s; rechts: P = 320 W, v = 1.450 mm/s

3.2. Konturparameter

Bei Betrachtung der Ergebnisse zu den Konturparametern ist festzustellen, dass eine Reduktion der eingebrachten Energie nicht mit der Verbesserung der Oberflächengüte korreliert. Es ist zu erkennen, dass bei konstanter Scangeschwindigkeit eine zu geringe Laserleistung ein unregelmäßiges Schmelzverhalten hervorruft (vgl. Abbildung 6, links). Die Strukturabweichungen können in diesem Fall den Durchmesser des größten Partikels aus der Pulverfraktion übersteigen.

Wird die eingebrachte Energie um einen geringen Betrag erhöht, so haften zunächst vermehrt Partikel aus dem Pulverbett am gefertigten Bauteil. Die Strukturabweichung entspricht dann der Korngrößenverteilung des Pulvers (vgl. Abbildung 6, Mitte).

Wird die Leistung weiter gesteigert, so gelangen die Partikel aus dem Pulverbett, welche direkten Kontakt mit dem Schmelzbad aufweisen, teilweise in dieses hinein. Durch dieses partielle Anschmelzen können die resultierenden Strukturabweichungen einen geringeren Wert als der Durchmesser des größten Partikels aus der Kornfraktion aufweisen (vgl. Abbildung 6, rechts).

Bei weiterer Leistungserhöhung verliert sich dieser Vorteil und es kommt wieder zum Anhaften von Pulverpartikeln.

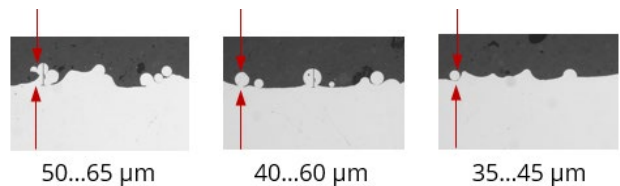


Abbildung 6: Konturbereich Ti-5553 mit steigender Leistung von links nach rechts (v = konst.)
In der nachfolgenden Tabelle 7 sind die ermittelten Strukturabweichungen für die untersuchten Schichtdicken mit den definierten Parameterfeldern dargestellt.

Tabelle 7: Strukturabweichungen von Ti-553 in Abhängigkeit der Konturparameter [µm]

Schichtdicke 30 µm					
P [W]					
v [mm/s]		150	170	190	210
	775	55 ... 95	40 ... 50	45 ... 50	50 ... 60
	850	50 ... 65	45 ... 60	45 ... 60	35 ... 45
	925	85 ... 125	45 ... 65	30 ... 65	40 ... 55
Schichtdicke 60 µm					
P [W]					
v [mm/s]		220	230	240	250
	1.350	50...85	50...70	50...95	45...65
	1.450	60...85	45...65	40...55	65...80
	1.550	40...70	40...75	40...75	50...85

Aus den Ergebnissen geht hervor, dass für eine geringe Schichtdicke von 30 µm ein breites Feld an validen Konturparametern existiert, bei welchen die Strukturabweichungen den größten Partikeldurchmesser nicht überschreiten. Da für höhere Schichtdicken (in diesem Beispiel 60 µm) ein größeres Schmelzbad benötigt wird, ist in diesem auch mehr thermische Energie gespeichert. Als Folge treten vermehrt Partikel aus dem Pulverbett mit diesem in Interaktion, wodurch sich die Oberflächenrauheit erhöht. Eine robust erreichbare Zielgröße kann bei einer Kornfraktion bis 63 µm mit 50...70 µm abgeschätzt werden.

3.3. Oberflächenrauheit

Die Oberflächenrauheit der additiv gefertigten Proben wurde an deren Seitenflächen ermittelt. Diese können entweder zur Substratplatte geneigt sein (Downskin - d) oder sich im jeweiligen Bauabschnitt direkt auf dem Materialvolumen befinden (Upskin - u). Für einen senkrechten Aufbau ($\alpha = 90^\circ$) befinden sich u und d jeweils auf dem Materialvolumen und sollten eine vergleichbare Rauheit aufweisen.

Werden die ermittelten Messwerte aus dem taktilen (vgl. Abbildung 7) und optischen Messverfahren betrachtet (vgl. Abbildung 8), so lässt sich ableiten, dass für Aufbauwinkel von 90° bis 70° beide Verfahren quantitativ vergleichbare Ergebnisse erzielen.

Da mit sinkendem Aufbauwinkel die Strukturabweichungen stetig zunehmen, sind höhere Messwerte bezüglich der Rauheit insbesondere für den Downskin zu erwarten. Beide Verfahren liefern qualitativ vergleichbare Tendenzen, jedoch sind die Linienkennwerte Ra nicht in der Lage lokale Strukturabweichungen hinreichend genau zu erfassen. Aus diesem Grund sollte auf Flächenkennwerte zurückgegriffen werden.

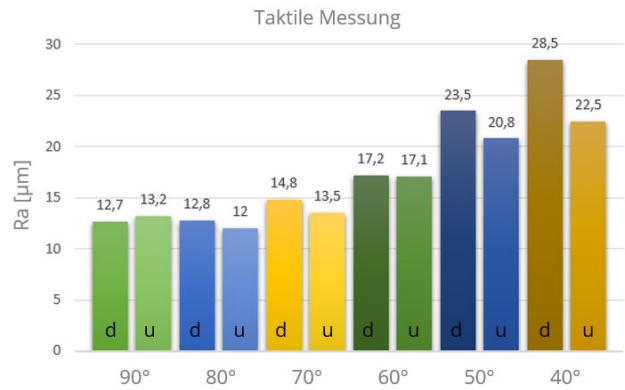


Abbildung 7: Taktile Ermittlung der Linienkennwerte Ra an Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

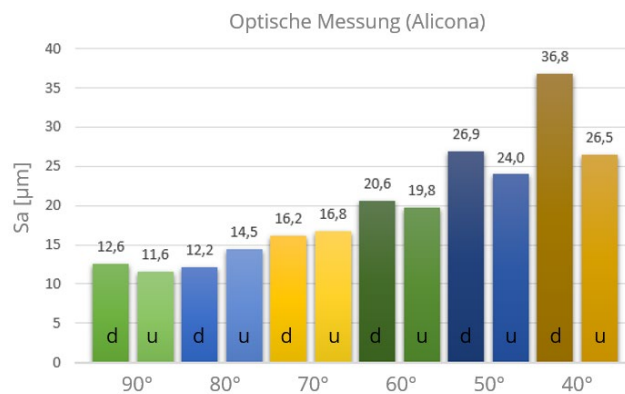


Abbildung 8: Optische Ermittlung der Flächenkennwerte Sa an Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

3.4. Wärmebehandlung

Zur Entwicklung einer angepassten Wärmebehandlung für additiv verarbeitetes Ti-5553 wurden zunächst die α - und β -Phasen in Abhängigkeit von der Temperatur und Dauer der Wärmebehandlung aus Tabelle 4 ermittelt (vgl. Tabelle 8). Für Kennwerte bei 500°C ist aufgrund der feinen Gefügeausprägung keine Messung mittels REM-BSE möglich.

Tabelle 8: Gefügeanteile von α - und β -Ti in Abhängigkeit von -den Wärmebehandlungsparametern

WB-Zustand	α -Ti	β -Ti
as-built (XRD, EBSD)	-	100%
600°C, 1h	67,5%	32,5%
600°C, 2h	59,5%	40,5%
700°C, 1h	55,3%	44,7%
700°C, 2h	61,0%	39,0%

Die Ergebnisse zeigen, dass eine gezielte Anpassung der Phasenanteile mit Hilfe der Wärmebehandlung möglich ist. Darüber hinaus lassen sich damit auch die Korngrößen beeinflussen, welche in direktem Bezug zu den mechanischen Kennwerten stehen (vgl. Abbildung 9).

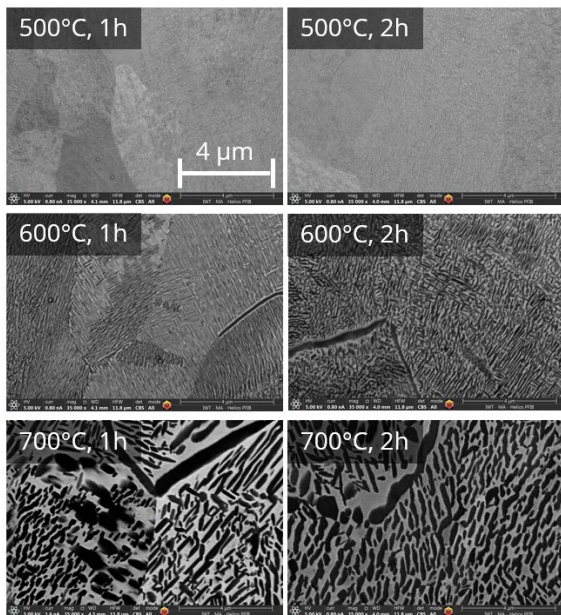


Abbildung 9: REM-BSE Aufnahmen von Ti-5553 in Abhängigkeit der Wärmebehandlung (α -Phase dunkel, β -Phase hell)

Bei einer Wärmebehandlungstemperatur von 500°C sind mittels REM lediglich Korngrenzen sichtbar. Eine Visualisierung der Phasen wird erst ab 600°C möglich. Mit steigender Temperatur und -dauer oberhalb von 600°C ist bei Ti-5553 ein Kornwachstum festzustellen.

3.5. Mechanische Kennwerte

Aus den statischen Materialkennwerten für beide untersuchte Schichtdicken (vgl. Abbildung 10 und 11) lässt sich ableiten, dass mit steigender Wärmebehandlungstemperatur eine Zunahme der Bruchdehnung (gepunktete Linien) einhergeht.

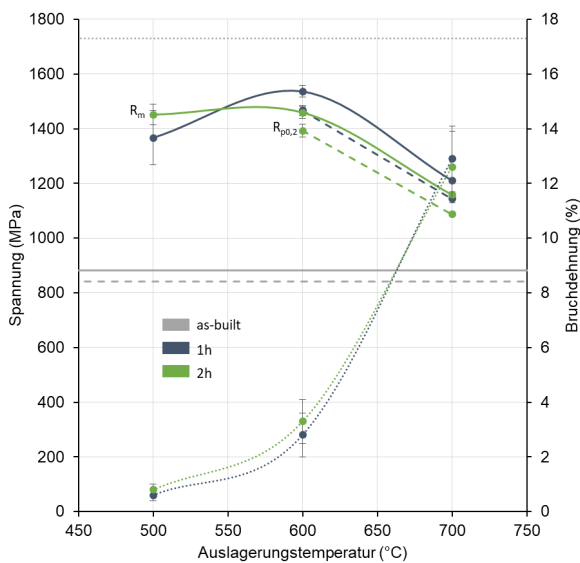


Abbildung 10: Statische Festigkeitskennwerte Ti-5553, Schichtdicke 30 µm

Gleichzeitig nehmen bei Auslagerungstemperaturen oberhalb 600°C die erreichbaren Festigkeitskennwerte

(R_m – durchgezogene Linien, $R_{p0.2}$ – unterbrochene Linien) ab.

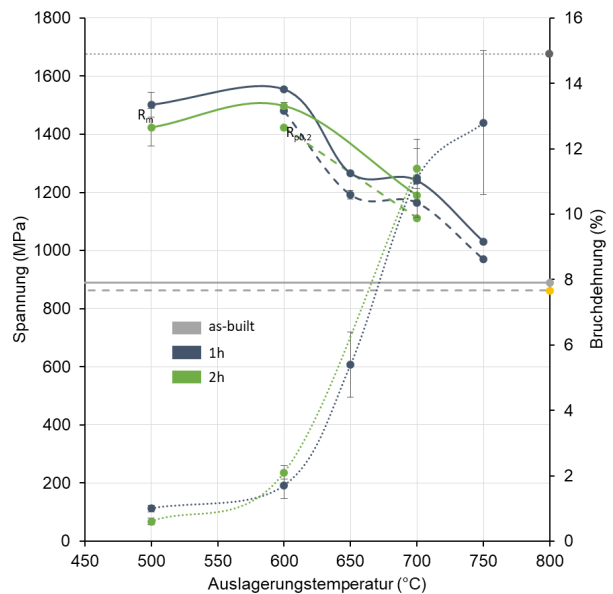


Abbildung 11: Statische Festigkeitskennwerte Ti-5553, Schichtdicke 60 µm

Werden die ermittelten Festigkeiten und Bruchdehnungen der beiden Versuchsreihen quantitativ gegenübergestellt, so lässt sich feststellen, dass die Proben mit 30 µm Schichtdicke eine geringfügig höhere Bruchdehnung aufweisen als welche, die mit 60 µm Schichtdicke gefertigt wurden. Die Ursache dafür findet sich darin, dass der additive Aufbau kleinerer Schichten zu einem feineren Gefüge mit einer höheren Anzahl von Korngrenzen führt. Das Versagen selbst erfolgt entlang dieser Korngrenzen.

Für die Ermittlung von Wöhlerlinien wurde anhand der Festigkeitskennwerte die Wärmebehandlungstemperatur und -dauer von 700°C und 2h gewählt. Da bei LPBF-Komponenten das Auftreten von Materialimperfectionen – wie z.B. Poren – nicht ausgeschlossen werden kann, wurden parallel zum Auslagern im Vakuum auch Proben mittels Heiß-Isostatischem Pressen (HIP) bei einem Druck von 200 MPa und gleichen Wärmebehandlungsparametern nachverdichtet. Die erzielten Kennwerte sind in Abbildung 12 dargestellt.

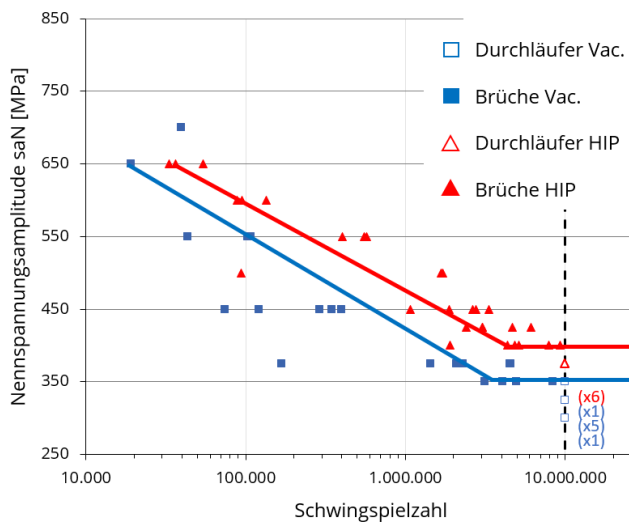


Abbildung 12: Dynamische Festigkeitskennwerte von Ti-5553 bei 700°C/2h, Vakuum und HIP

Vakuumgeglühte Schwingproben (blaue Kurve) weisen eine deutlich höhere Streuung als nachverdichtete (rote Kurve) Prüfkörper auf. Ebenso lässt sich durch HIP das Festigkeitsniveau um ca. 50 MPa erhöhen. Die erzielbare Dauerfestigkeit von Ti-5553 mit den untersuchten Wärmebehandlungsparametern und HIP übersteigt 350 MPa.

4. Zusammenfassung

Das Materialsystem Ti-5553 lässt sich robust und prozesssicher mittels LPBF verarbeiten. Die Prozessfenster sind sowohl für kleine als auch große Schichtdicken sehr breit, woraus sich hochproduktive Verarbeitungsprozesse ableiten lassen. Bedingt durch die vorteilhaften thermophysikalischen Eigenschaften der Legierung ist

auch eine hohe Oberflächengüte erzielbar. Die resultierenden Strukturabweichungen liegen bei günstiger Prozesssteuerung im Größenbereich der zugrundeliegenden Pulverpartikel.

Während und nach dem additiven Aufbauprozess liegt im Ti-5553 reines β -Gefüge vor. Dieses besitzt eine moderate Festigkeit und ist von einer hohen Bruchdehnung geprägt. Durch eine anschließende Wärmebehandlung, vorzugsweise mit HIP, lassen sich die mechanischen Eigenschaften auf den jeweiligen Anwendungsfall anpassen. Das Spektrum reicht dabei von höchstfest und spröde ($R_m = 1.500 \text{ MPa}$, $A = 1\%$) bis hin zu hochfest und duktil ($R_m = 1.150 \text{ MPa}$, $A = 11\%$).

Auch die dynamischen Festigkeiten liegen mit $>350 \text{ MPa}$ bei 10^7 Lastwechseln in einem vielversprechenden Bereich für technische Anwendungen. Dies ist ausreichend um auch hochdynamisch belastete Bauteile, wie etwa aus Luftfahrt-Hydrauliksystemen, mittels LPBF umsetzen zu können.

Danksagung / Angaben zu Fördermittelgebern

Die Autoren danken dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz für die Förderung des Projektes im Rahmen des Luftfahrtforschungsprogramms VI-1.



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Literaturverzeichnis

- [1] Zopp, C.; Blümer, S.; Schubert, F.; Kroll, L. (2017): Processing of a metastable titanium alloy (Ti-5553) by selective laser melting, in: Ain Shams Engineering Journal, 2017, Vol. 8, Iss. 3, pp. 475-479.
- [2] Cotton, J.D., Briggs, R.D., Boyer, R.R. et al. (2015): State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications, in: JOM 67, 2015), pp. 1281-1303.
- [3] Ramachandiran, N.; Asgari, H.; Dibia, F.; Eybel, R. et al. (2023): Effects of post heat treatment on microstructure and mechanical properties of Ti5553 parts made by laser powder bed fusion, in: Journal of Alloys and Compounds, 2023, Vol. 938, 168616.
- [4] Boyer, R.R.; Briggs, R.D. (2005): The use of β titanium alloys in the aerospace industry, in: Journal of Materials Engineering and Performance, 2005, Vol. 14, Iss. 6, pp. 681-685.
- [5] Singh, P.; Pungotra, H.; Kalsi, N.S. (2017): On the characteristics of titanium alloys for the aircraft applications, in: Materials Today: Proceedings, (2017, Vol. 4, Iss. 8, pp. 8971-8982.