

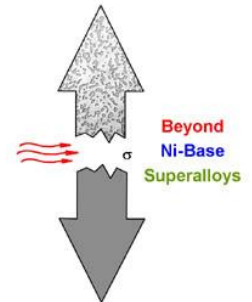
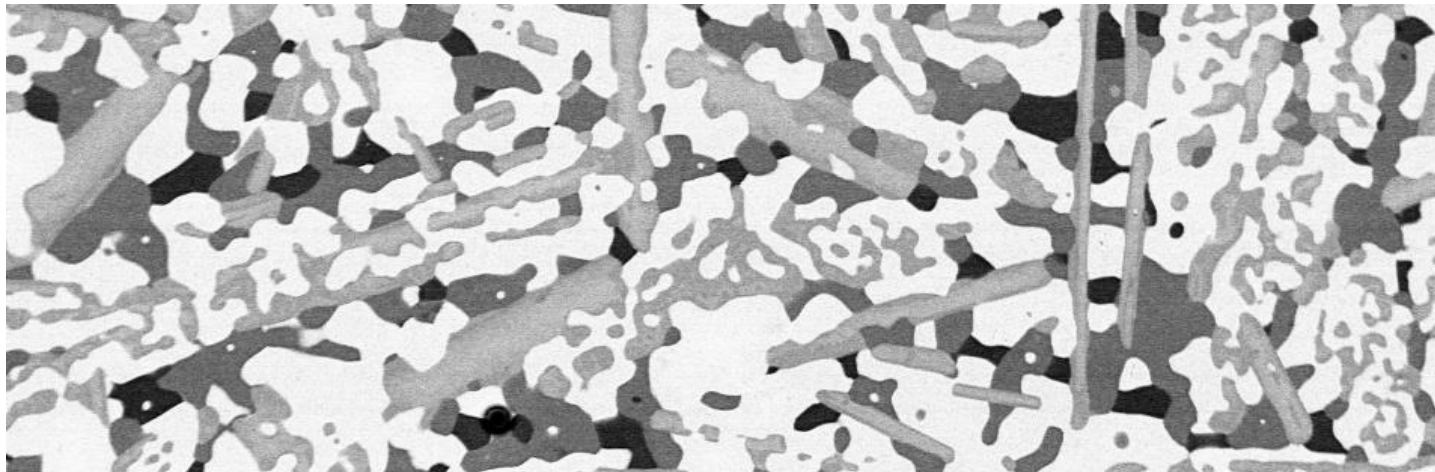
Neuartige Mo-Si-B-Ti Legierungen für den Hochtemperatureinsatz

D. Schliephake¹, M. Heilmaier¹, M. Azim², B. Gorr², H.-J. Christ²

¹ *Institut für Angewandte Materialien, Karlsruher Institut für Technologie*

² *Lehrstuhl für Materialkunde und Werkstoffprüfung, Universität Siegen*

Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde (IAM-WK)



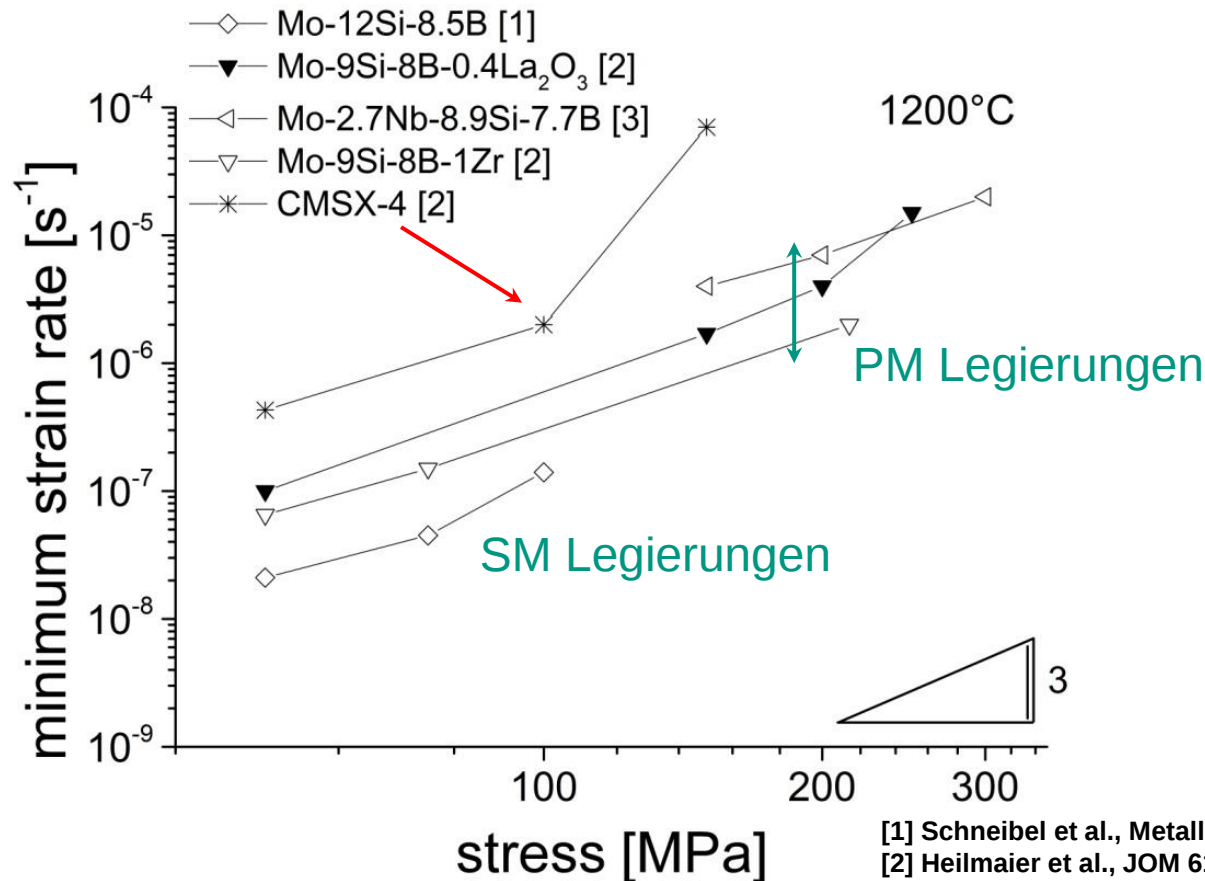
Deutsche
Forschungsgemeinschaft
DFG

Gliederung

- Motivation: Warum sind Mo-Si-B Legierungen bei hohen Temperaturen vielversprechend?
- Background: Mo-Si-B Phasendiagramm
- Weshalb Ti als Legierungselement in Mo-Si-B?
- Ergebnisse:
 - Oxidationswiderstand
 - Kriechverhalten
 - Mikrostruktur und Phasentransformation
- Zusammenfassung und Ausblick

Motivation

Mo-Si-B Legierungen zeigen bei hohen Temperaturen bereits höheren Kriechwiderstand als Ni-Basis SX



[1] Schneibel et al., Metall. Mater. Trans. A, 36A, 2005.

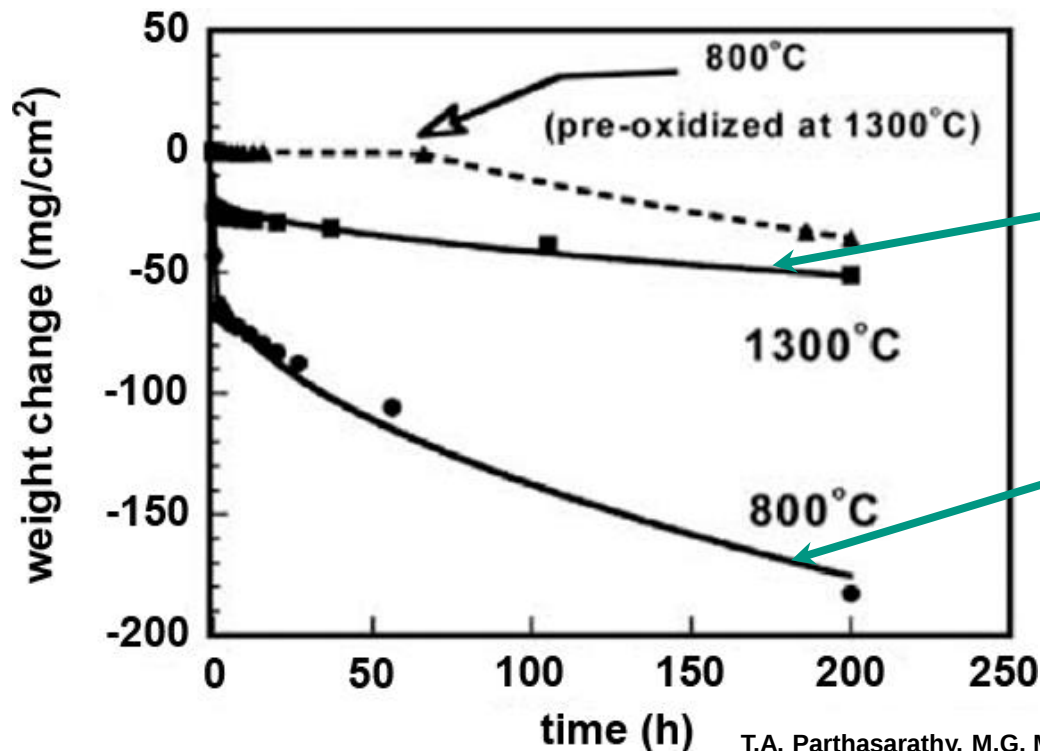
[2] Heilmaier et al., JOM 61 (7), 2009.

[3] Jèhanno et al., Mater. Sci. Eng. A, 463, 2007.

Motivation

Jedoch:

- niedrige Bruchzähigkeit bei RT, $K_{IC} = 10 \dots 18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$
- Oxidationsbeständigkeit ausbaufähig
- Dichte sehr hoch, $\rho = 9.6 \text{ g/cm}^3$, vgl. Ni-base $8.2\text{-}9 \text{ g/cm}^3$



Schützende Bor-Silikat-Glasschicht bei hohen T

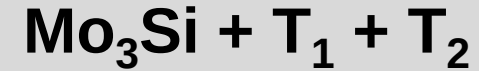
Katastrophale Oxidation bei niedrigen T („Pesting“)

T.A. Parthasarathy, M.G. Mendiratta, D.M. Dimiduk, Acta Materialia 50 (2002) 1857-1868.

Background: Mo-Si-B Phasendiagramm



Oxidations-/Kriechwiderstand hoch
Bruchzähigkeit adäquat



Oxidations-/Kriechwiderstand sehr hoch
Bruchzähigkeit niedrig

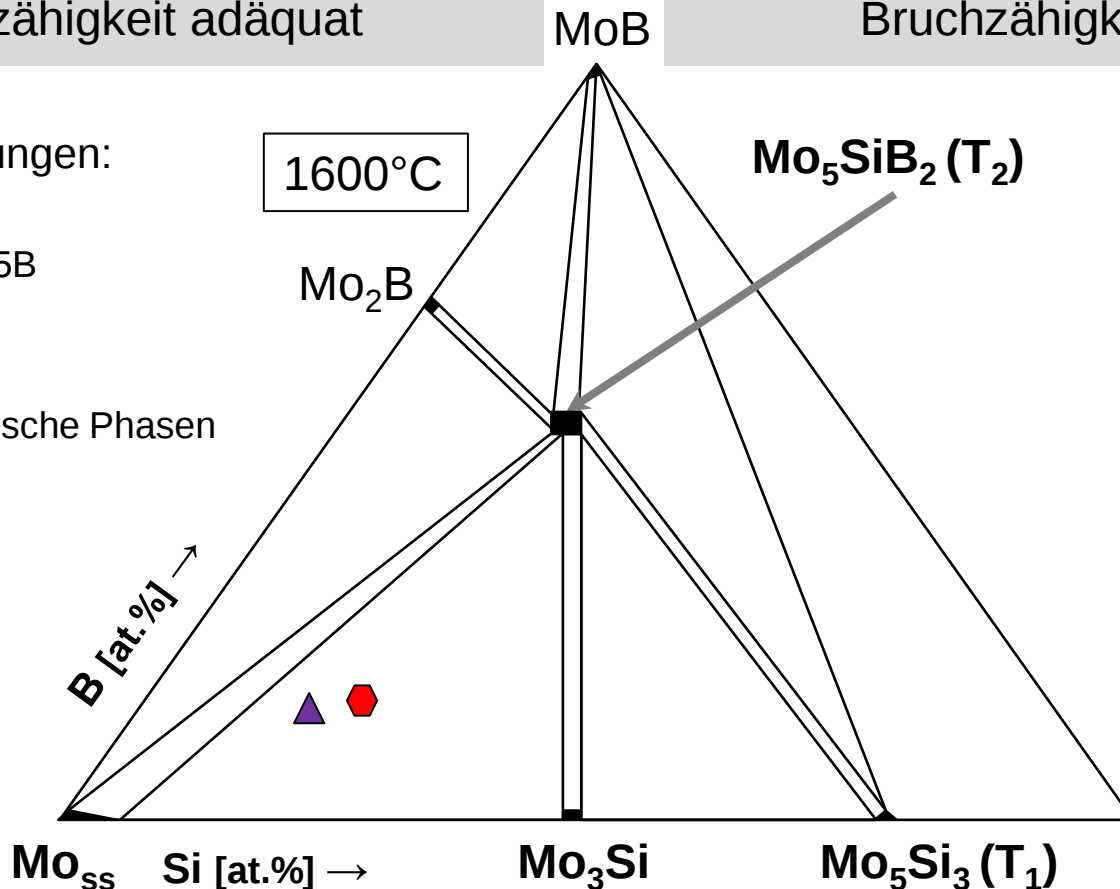
Typische Legierungen:

Mo-12.5Si-8.5B

Mo-9Si-8B

50-60% intermetallische Phasen

$T_m \geq 2000^\circ\text{C}$



schematisch nach
Nowotny et al. 1957
Nunes, Perepezko et al., 1997

Background: Mo-Si-B Phasendiagramm



Oxidations-/Kriechwiderstand hoch
Bruchzähigkeit adäquat



Oxidations-/Kriechwiderstand sehr hoch
Bruchzähigkeit adäquat

Typische Legierungen:

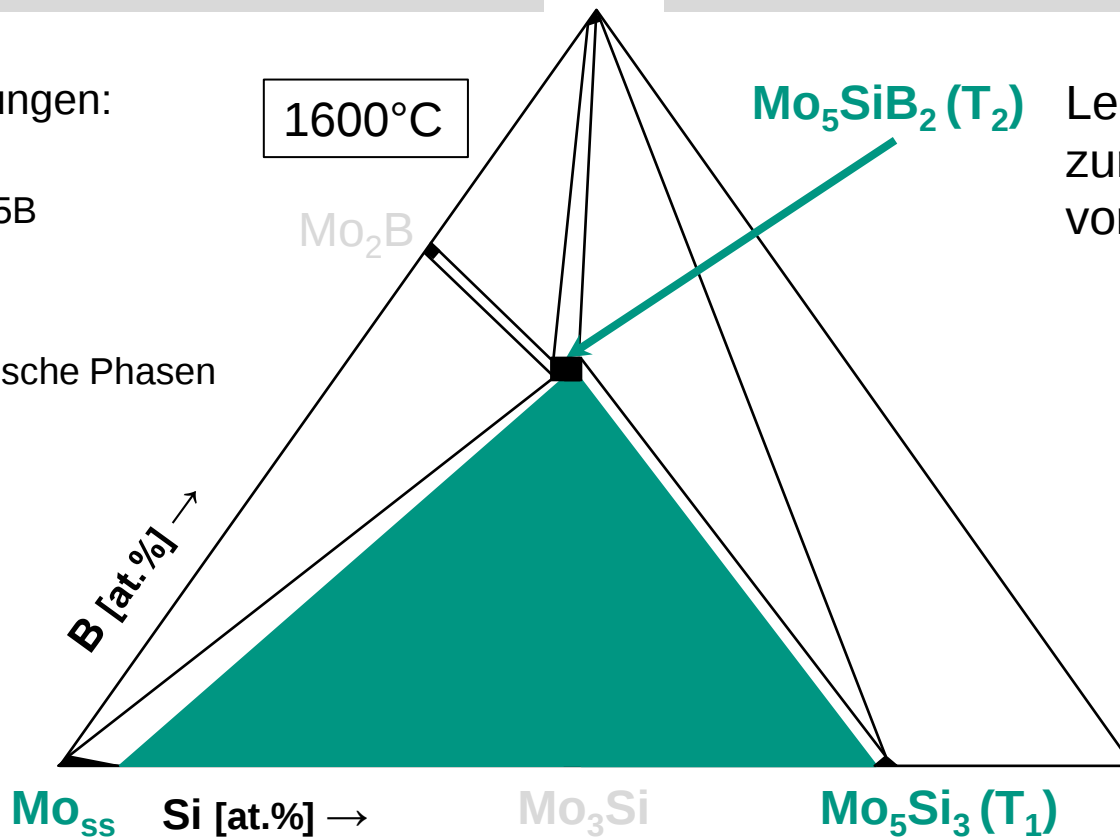
◆ Mo-12.5Si-8.5B

▲ Mo-9Si-8B

50-60% intermetallische Phasen

$T_m \geq 2000^\circ\text{C}$

1600°C



Legierungselemente zur Stabilisierung von T_1 :

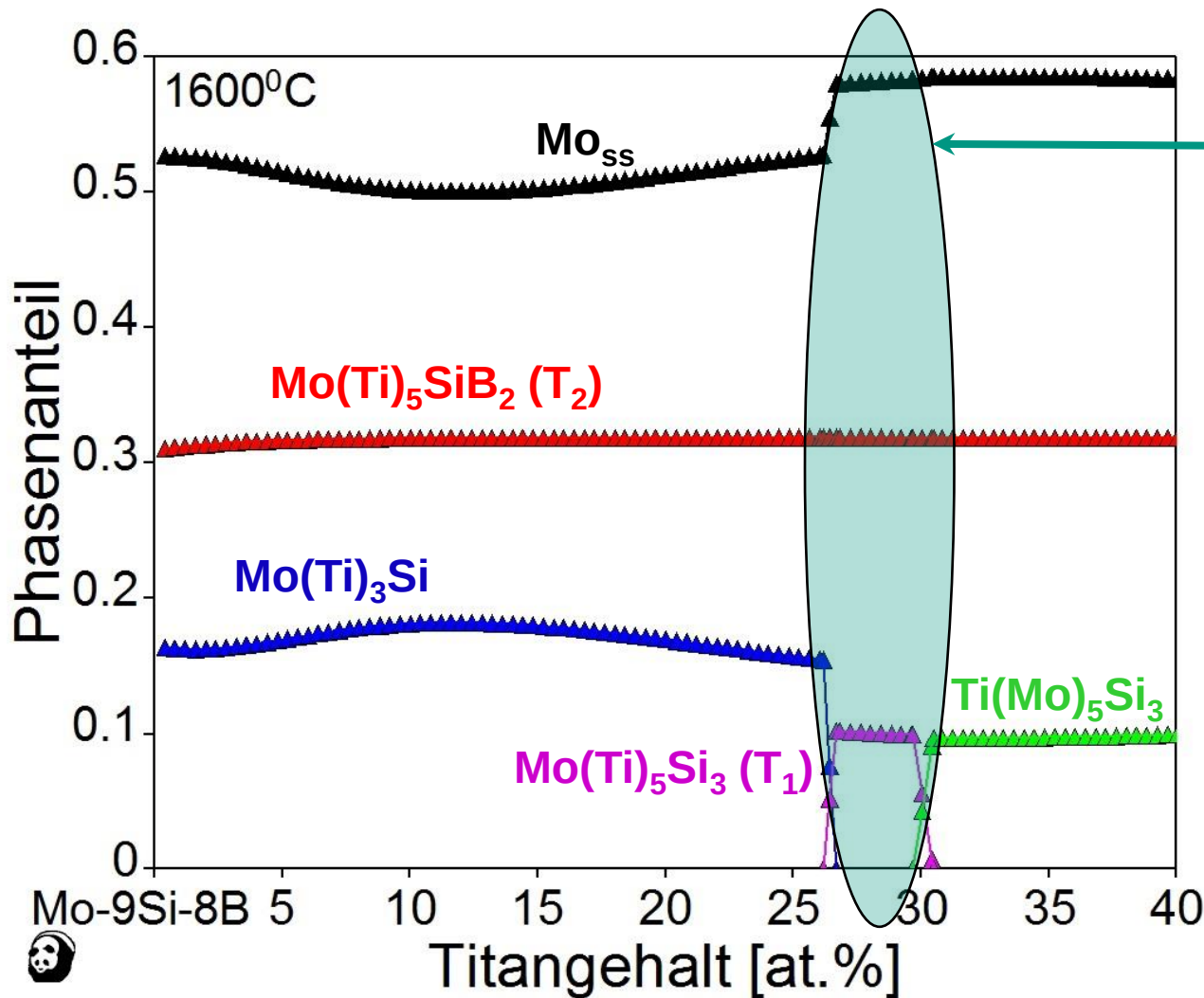
W, Ta ($\rho \uparrow$)

Nb (Ox. $\downarrow$)

Ti ($\rho \downarrow$)

schematisch nach
Nowotny et al. 1957
Nunes, Perepezko et al., 1997

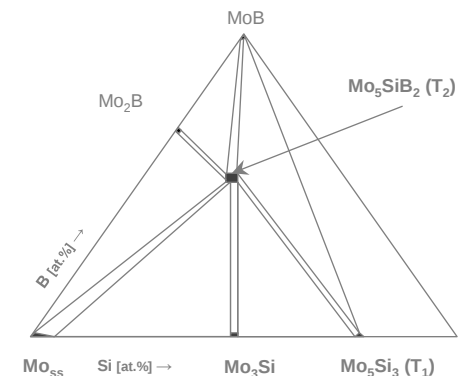
Weshalb Titan als Legierungselement?



Mo_{ss} + T₁ + T₂

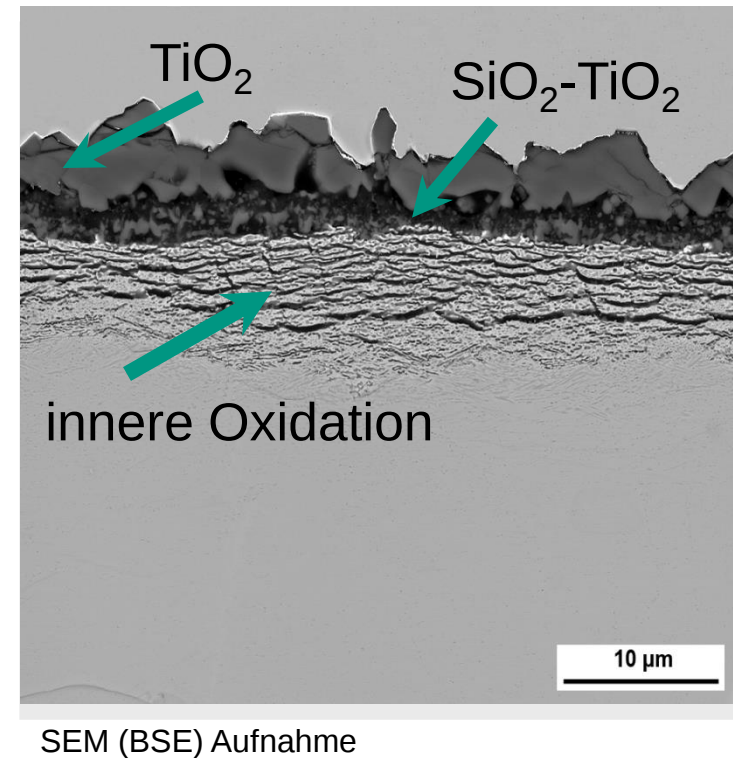
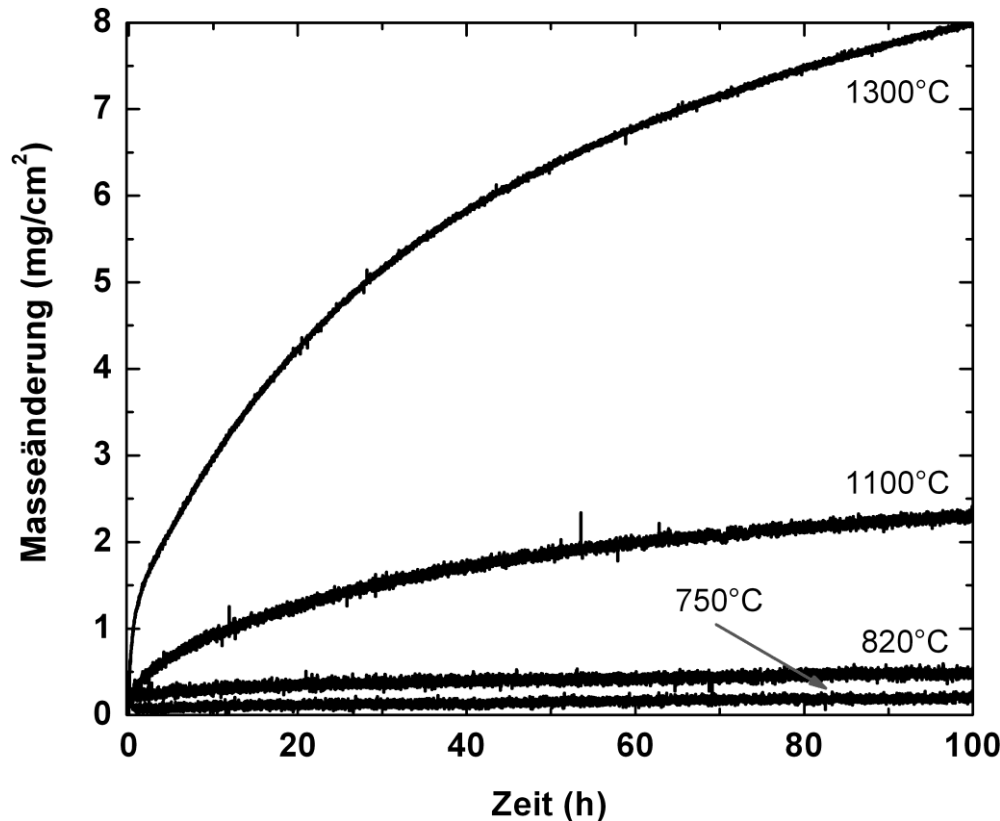
Mo₅Si₃ sollte ergeben:

- Kriechwiderstand höher
- Oxidationsbeständigkeit besser



Oxidationsverhalten von **monolitischen $\text{Mo}(\text{Ti})_5\text{Si}_3$** (= Mo-37Si-40Ti)

Lichtbogengeschmolzen und homogenisiert bei 1600°C/100h, Oxidation an Luft



→ **Gewichtszunahme sogar im Pesting Regime (600 – 850 °C)**

Burk et al., Scripta Mater., **66**, 2012.

Mehrphasige Mo-Si-B-Ti Legierungen

Legierungen wurden lichtbogengeschmolzen
und homogenisiert bei 1600°C/150h

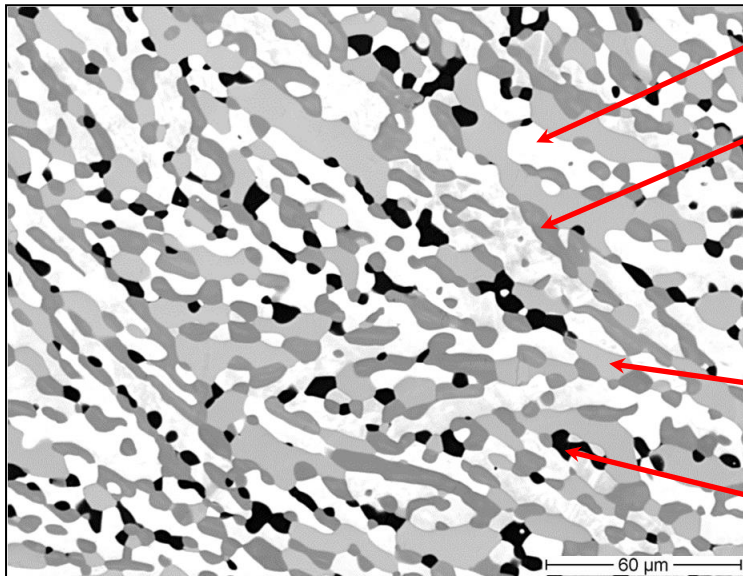
Oxidationsversuche an Luft

Kriechversuche im Vakuum ($<10^{-6}$ hPa)

Gefüge der Legierungen

Mo-12.5Si-8.5B-27.5Ti [at.%]

$\rho = 7.7 \text{ g/cm}^3$



Mo_{ss}

Mo(Ti)₅SiB₂

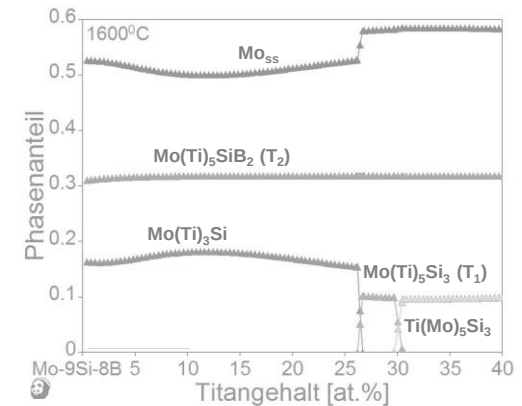
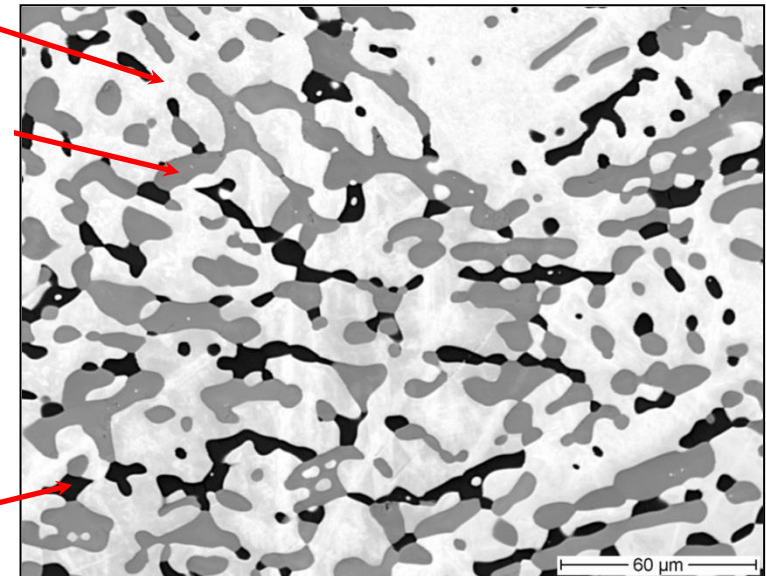
Kein
Mo(Ti)₅Si₃

Mo(Ti)₃Si

Ti(Mo)₅Si₃

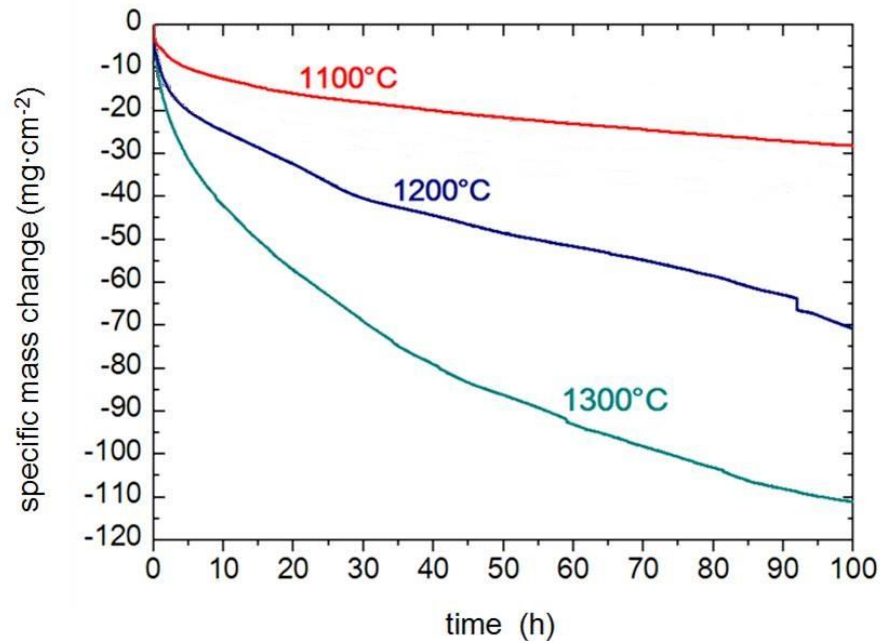
Mo-9Si-8B-29Ti [at.%]

$\rho = 7.8 \text{ g/cm}^3$

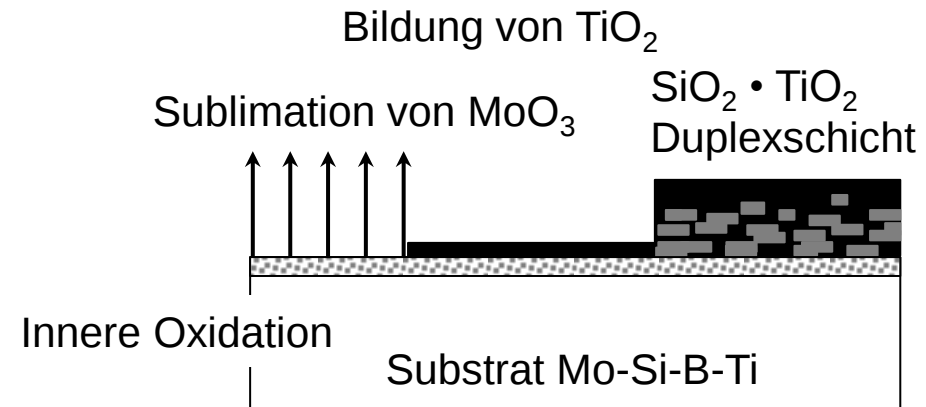


Oxidationsverhalten mehrphasiger Mo-Si-B-Ti Legierungen

Mo-9Si-8B-29Ti zwischen 1100 – 1300°C



Schematischer Verlauf des Oxidationsverhaltens:

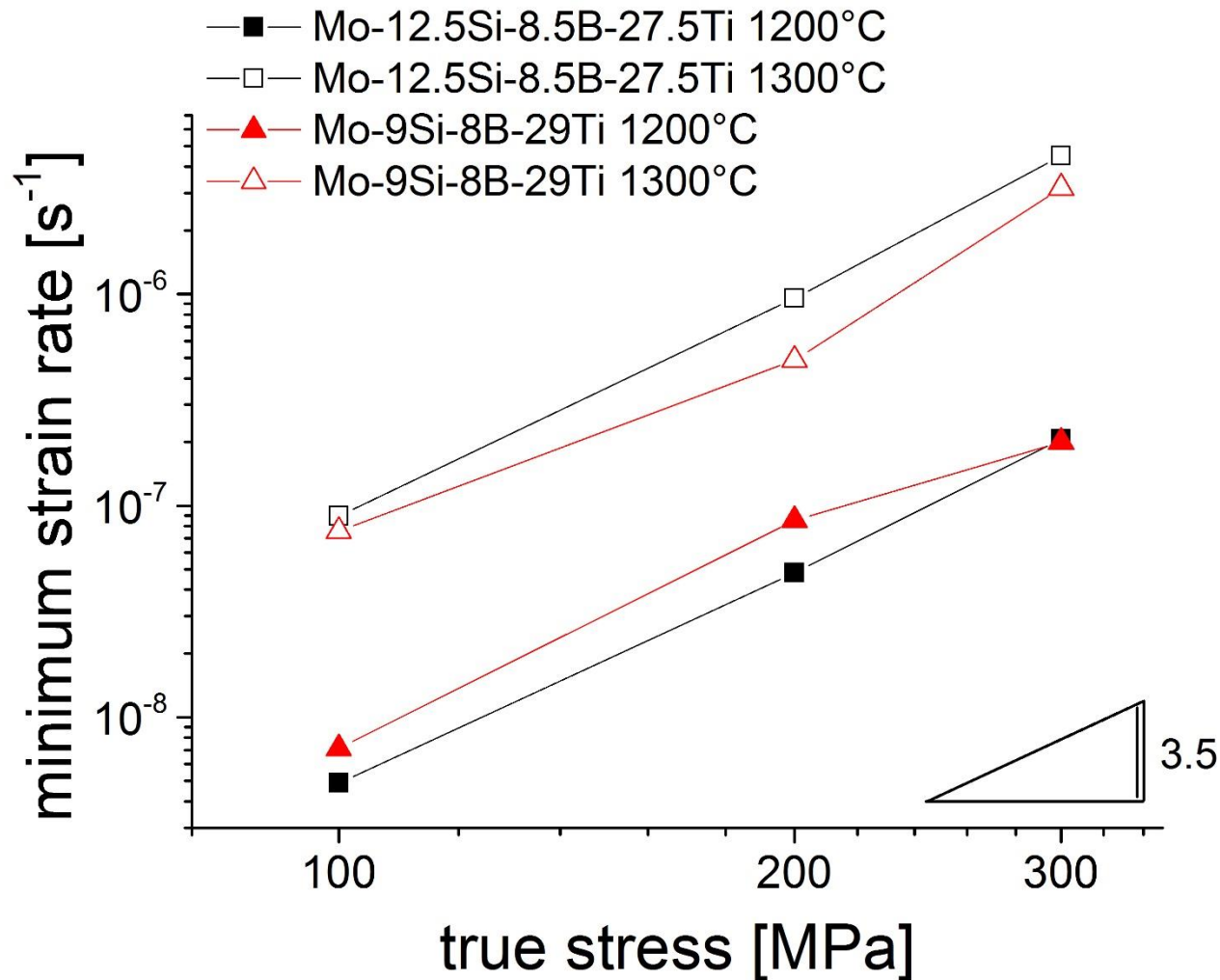


Vergleich mit Referenzlegierung Mo-9Si-8B

Problem: TiO_2 als Matrix stark durchlässig für O_2

→ Ziel sollte *kontinuierliche SiO_2 -Matrix* sein

Kriechverhalten mehrphasiger Mo-Si-B-Ti Legierungen



Kriechverhalten mehrphasiger Mo-Si-B-Ti Legierungen

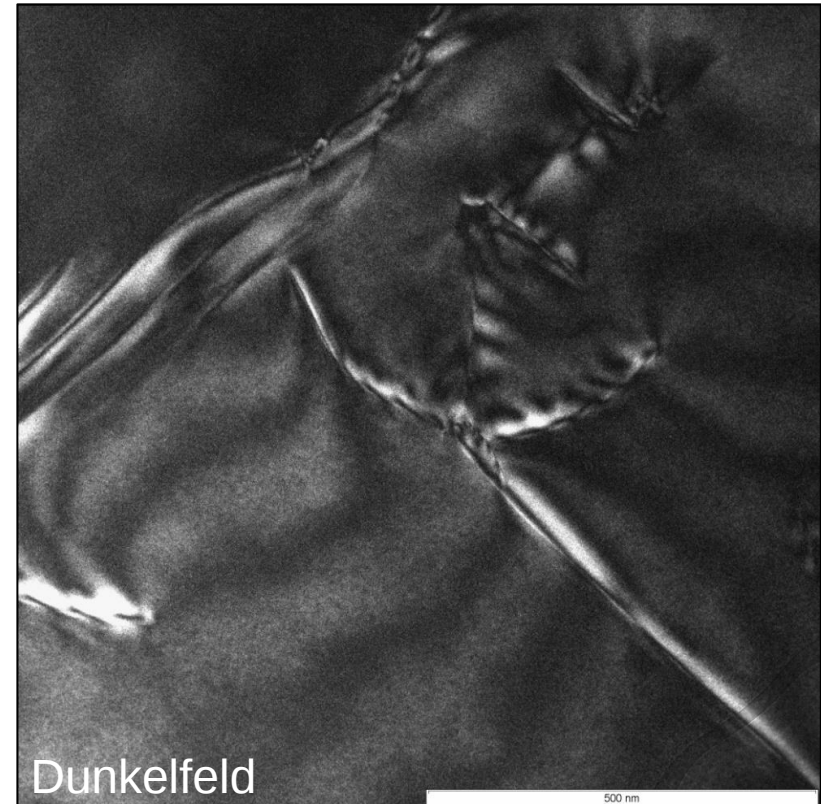
- Nahezu identisches Kriechverhalten unerwartet, da unterschiedliche Anteile intermetallische Phasen

Mo-12.5Si-8.5B-27.5Ti → 62% IP

Mo-9Si-8B-29Ti → 39% IP

- Mehrphasige Verformung (inkl. $\text{Mo}(\text{Ti})_3\text{Si}$) würde zu nahezu identischen Volumenanteilen verformbarer Phasen führen (ca. 70%)

→ TEM Untersuchungen zeigen Versetzungen in Mo_{ss} und den IP $\text{Mo}(\text{Ti})_3\text{Si}$ und $\text{Ti}(\text{Mo})_5\text{Si}_3$

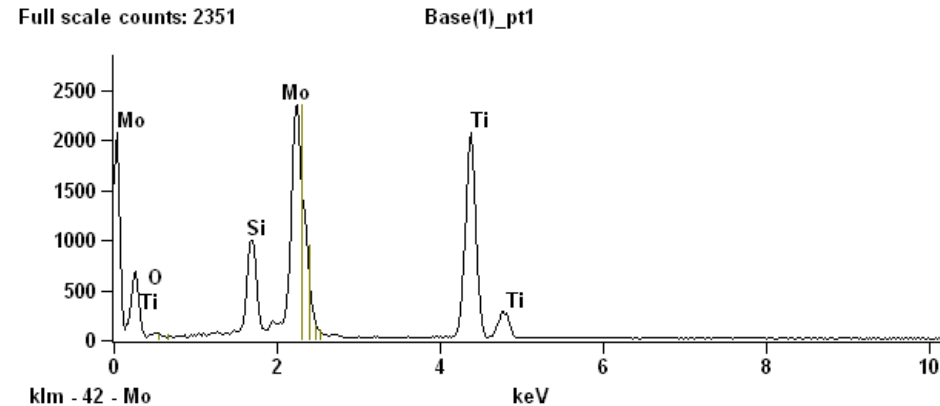
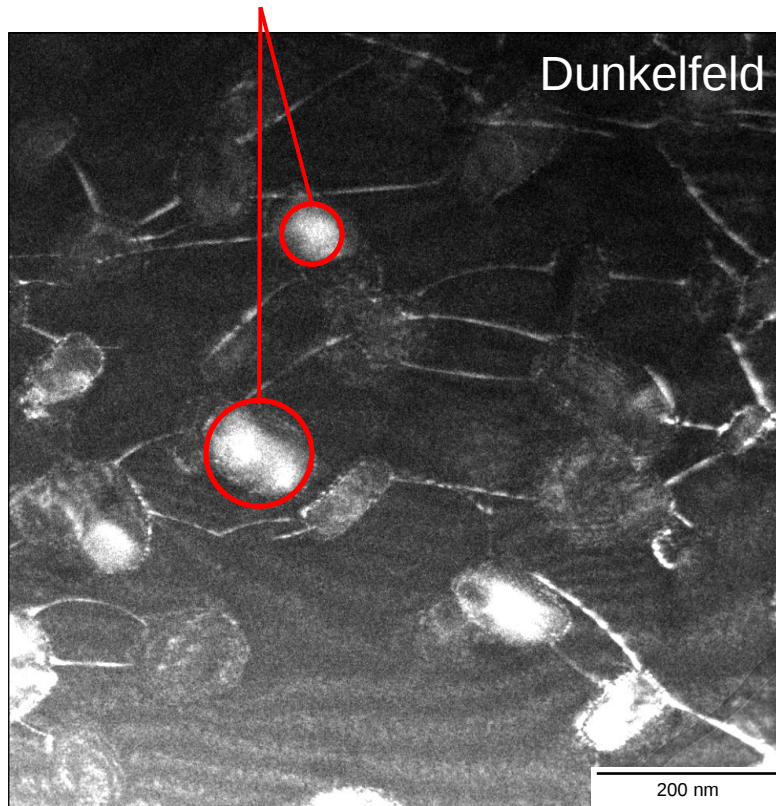


$\text{Mo}(\text{Ti})_3\text{Si}$, ZA [101],
gekrochen bei 1300°C/200MPa

Kriechverhalten mehrphasiger Mo-Si-B-Ti Legierungen

Mo_{ss} , ZA [113], gekrochen bei 1300°C/200MPa

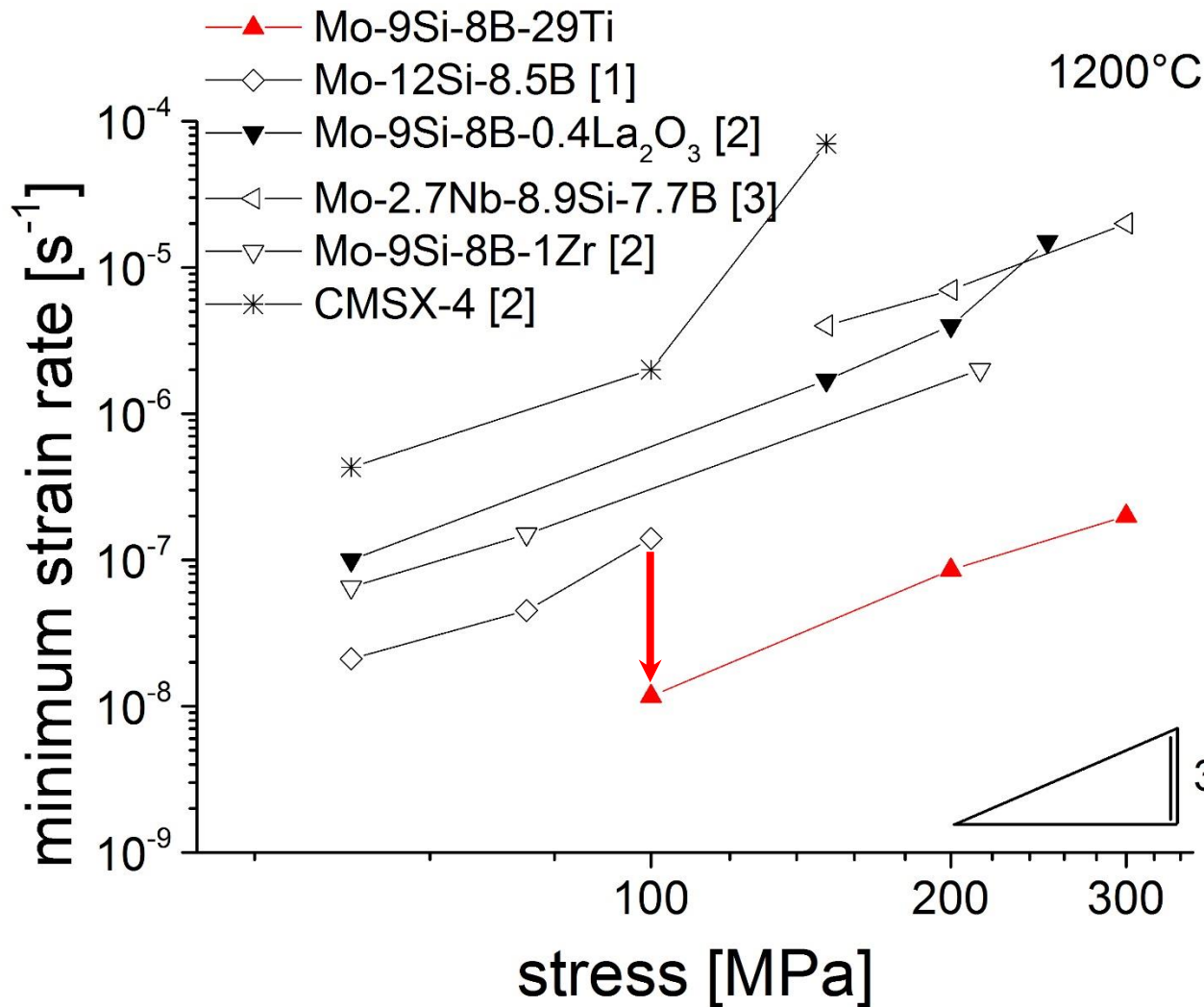
Ti-Silizide



→ Si/(Ti+Mo) entspricht
in etwa $\text{Ti}(\text{Mo})_5\text{Si}_3$

Element	At.%
Mo	44
Si	20
Ti	34
O	1,5

Vergleich des Kriechwiderstandes mit der Literatur



- 2 Größenordnungen besser als CMSX-4
- 1 Größenordnung besser als PM Mo-Si-B
- Mischkristallhärtung durch Ti in Mo_{ss}
- Teilchenhärtung durch Ti(Mo)₅Si₃ Ausscheidungen in Mo_{ss}

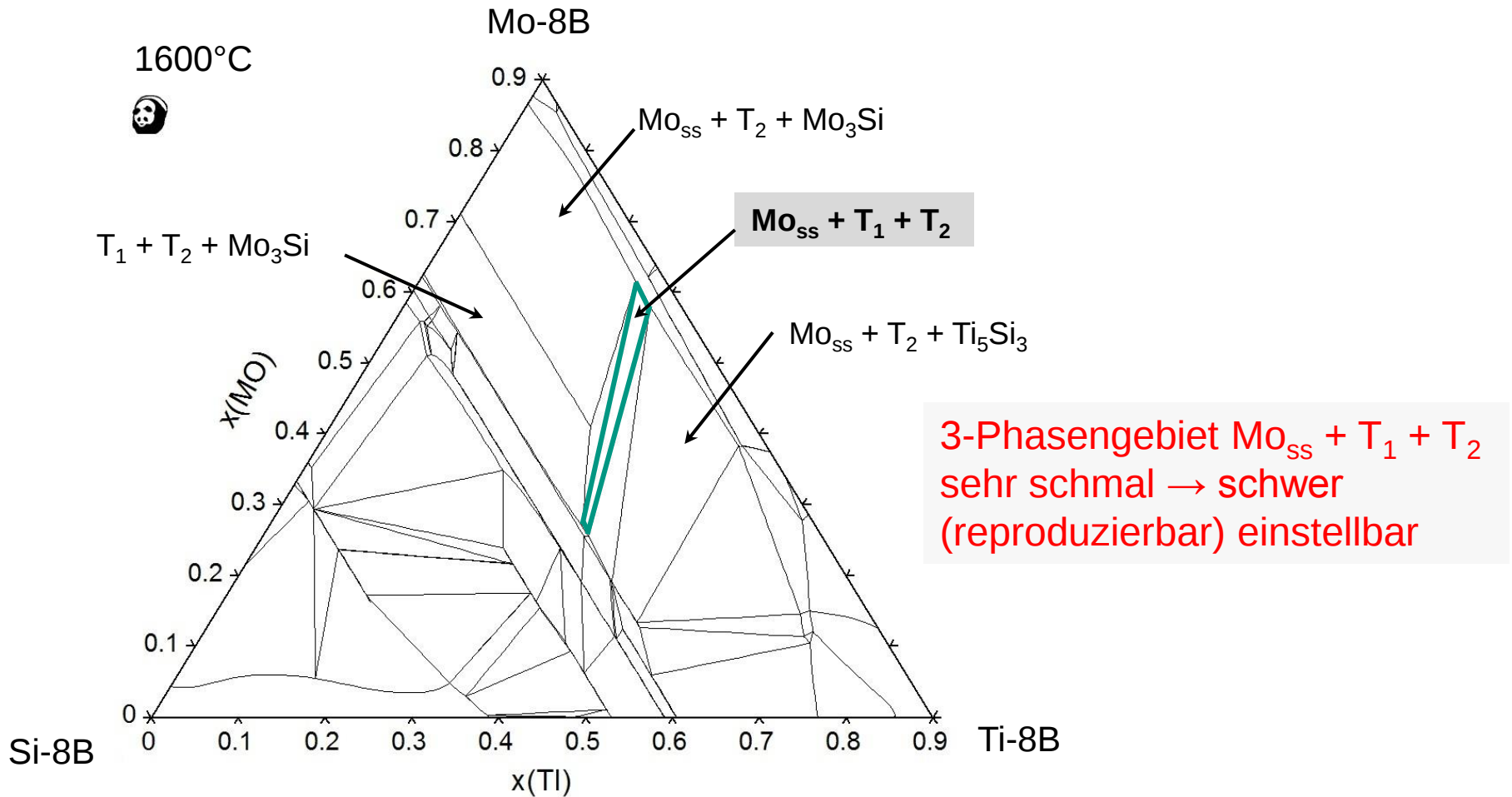
[1] Schneibel et al., Metall. Mater. Trans. A, 36A, 2005.

[2] Heilmaier et al., JOM 61 (7), 2009.

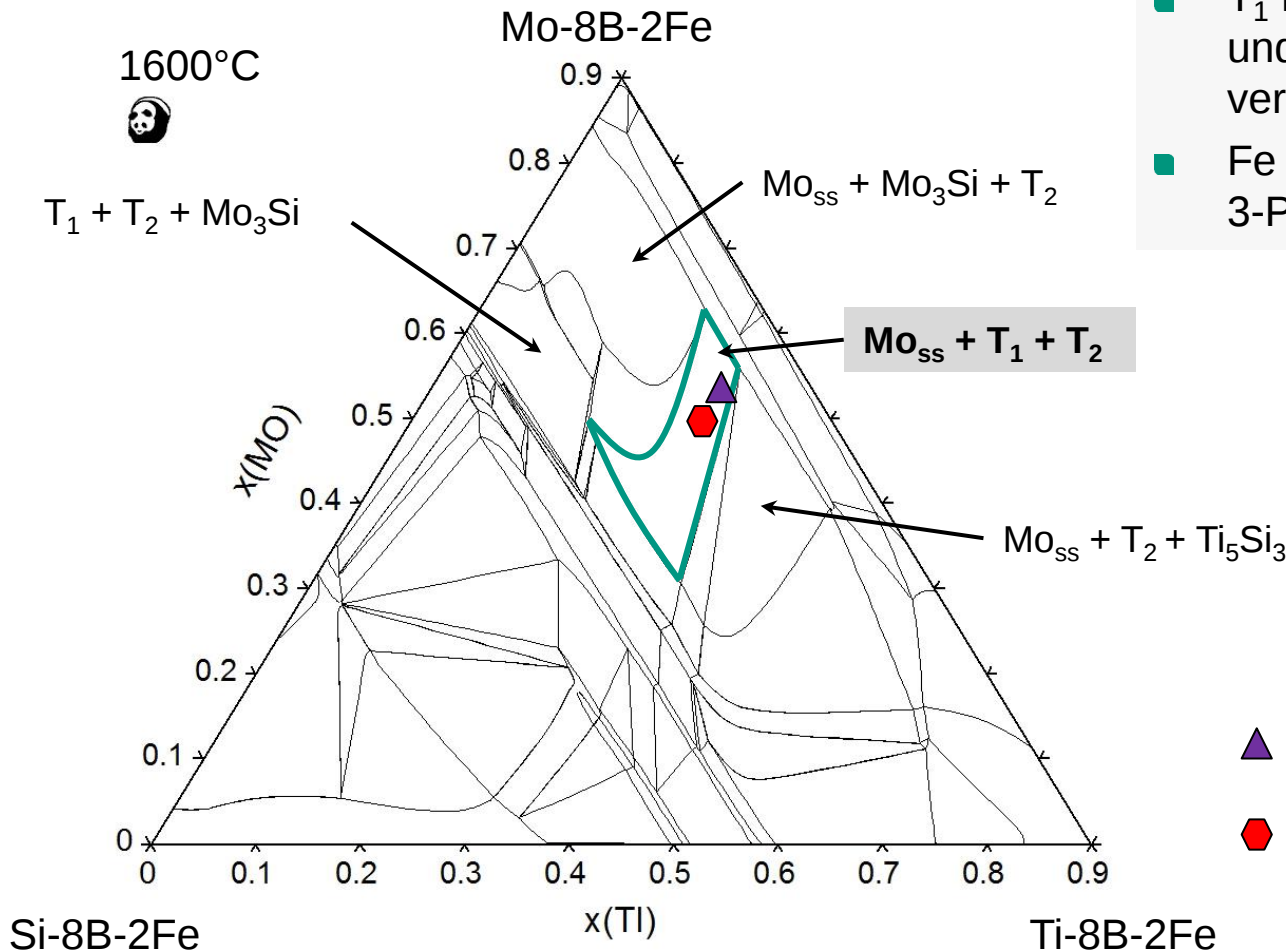
[3] Jèhanno et al., Mater. Sci. Eng. A, 463, 2007.

Warum entsteht nicht die erwartete $\text{Mo}(\text{Ti})_5\text{Si}_3$ Phase?

Isothermer Schnitt von Mo-Si-Ti-8B bei 1600°C



Isothermer Schnitt von Mo-Si-Ti-8B-2Fe bei 1600°C



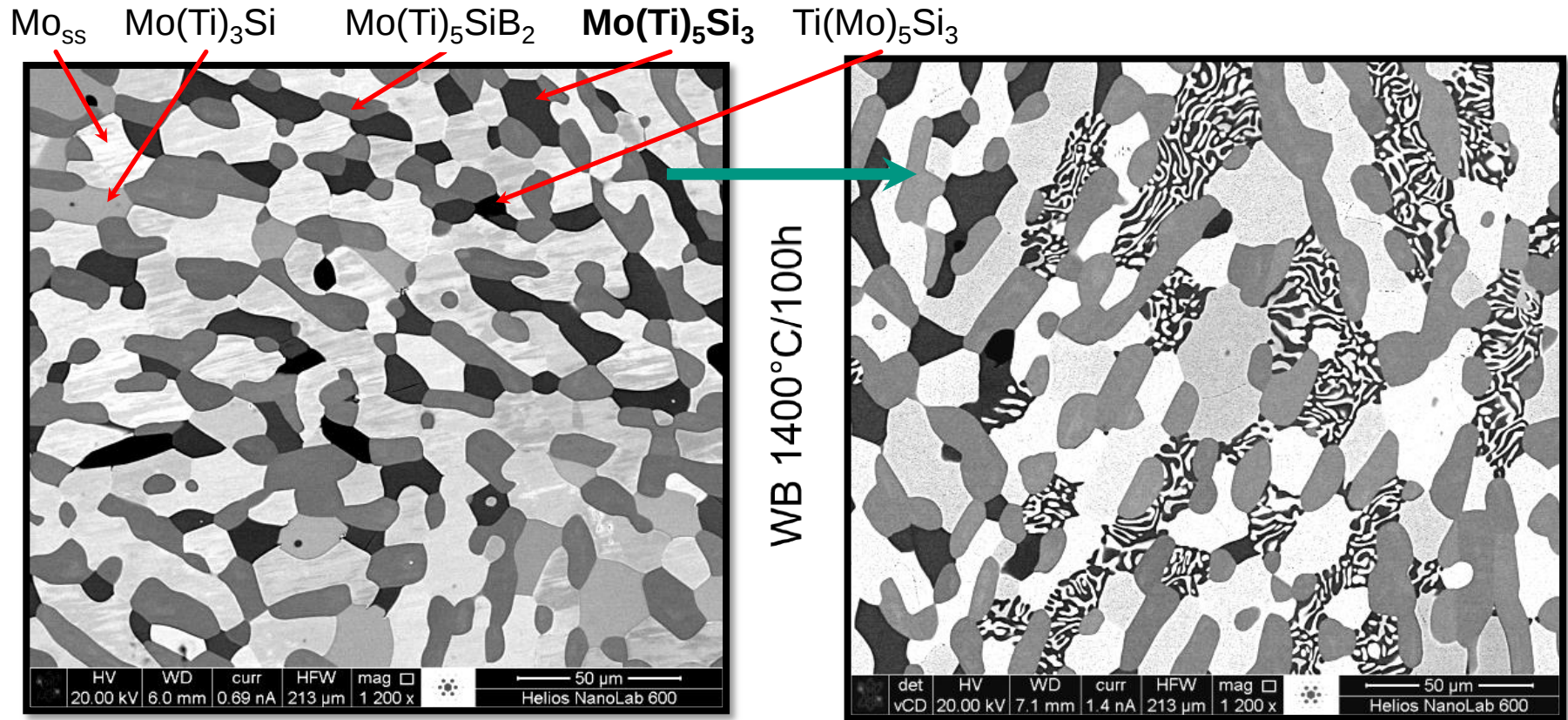
- T_1 Phase sollte Oxidations- und Kriechwiderstand verbessern
- Fe erweitert das $\text{Mo}_{\text{ss}} + T_1 + T_2$ 3-Phasengebiet

▲ Mo-9Si-8B-29Ti-2Fe

⬡ Mo-12.5Si-8.5B-27.5Ti-2Fe

Mo-12.5Si-8.5B-27.5Ti-2Fe

Lichtbogengeschmolzen und homogenisiert bei 1600°C/100h



Umwandlung von Mo(Ti)₃Si in Mo_{ss} + Mo(Ti)₅Si₃ (eutektoid)

Zusammenfassung und Ausblick

- Titan bietet Vorteile in Mo-Si-B Legierungen:
 - Erhöht Kriechwiderstand
 - Substitution von $\text{Mo}(\text{Ti})_3\text{Si}$ durch $\text{Mo}(\text{Ti})_5\text{Si}_3$ führt eventuell zu verbessertem Oxidationsverhalten → wird untersucht
 - Reduziert die Dichte unterhalb derer für Ni-basis Superlegierungen
- Endgültige Zusammensetzung wird noch untersucht
- Übertragung auf PM Route geplant

Vielen Dank für ihre Aufmerksamkeit!

Dank auch an die DFG für die Finanzierung im Rahmen der DFG Forschergruppe 727 „Beyond Ni-base Superalloys“.

Im besonderen U. Glatzel und C. Hochmuth für die Unterstützung bei den TEM Untersuchungen!

