

Untersuchungen zum Mechanismus des Fluor-Mikrolegierungseffektes bei der Oxidation von TiAl

H.-E. Zschau, M. Schütze, H. Baumann¹, K. Bethge¹

E-Mail: zschau@dechema.de

gefördert durch: DFG

Laufzeit: 01.04.2001 bis 31.03.2003

¹Institut für Kernphysik (IKF) der J. W. Goethe-Universität Frankfurt am Main

Einführung

Die Bildung einer langsam wachsenden Al_2O_3 - Schicht an der Oberfläche verbessert entscheidend die Oxidationsbeständigkeit von γ -TiAl. Dies wird u. a. erreicht durch Zugabe von Fluor. Die für den Fluor-Mikrolegierungseffekt notwendige Fluormenge wurde in 1./2 für die F-Ionenimplantation und für die Behandlung mit verdünnter HF ermittelt. Gleichzeitig wurde das in [3] formulierte Modell für die Bildung der Al_2O_3 - Schicht durch den selektiven Transport von Halogenen über die Gasphase bestätigt. Dabei zeigte sich, dass eine deutlich größere F-Zugabe erfolgen muss als ursprünglich angenommen wurde. Das Ziel dieser Untersuchung besteht zum einen im Bestimmen der F-Verluste während der Aufheizphase bis 1000°C/Luft. Zum anderen soll geklärt werden, ob die Art der F-Zugabe einen Einfluss auf diese F-Verluste besitzt.

Material und Methoden

Das gegossene γ -TiAl wurde in Kupons von (8x8x1) mm³ geschnitten und mit SiC Papier auf 4000 grit poliert. Die Mikrostrukturuntersuchung zeigt einen geringen Anteil der α_2 -Ti₃Al-Phase (lamellare Struktur) innerhalb der γ -TiAl-Phase. Die F-Implantation erfolgte am 60 kV-Implanter des IKF mit einer Dosis von 2.04×10^{17} F cm⁻² / 20 keV. Die verdünnte HF (0.11 m-%) wurde als Tropfen auf die Proben aufgetragen und trocknete ein. Die Proben wurden jeweils an Luft auf Temperaturen zwischen 400°C und 1000°C aufgeheizt und anschließend 1 Stunde oxidiert. Mittels PIGE wurden die F-Tiefenprofile am 2.5 MV Van de Graaff-Beschleuniger des IKF bestimmt. Metallografische und REM-Untersuchungen schlossen sich an.

Ergebnisse: F-Verlust nach F-Ionenimplantation

In [2] wurde als optimale Dosis für das Auftreten des Fluor-Mikrolegierungseffektes der Bereich $(1.2) \times 10^{17}$ F cm⁻² bei einer Ionenenergie von 20 keV gefunden. Experimentell und mittels Computersimulationen mit dem Programm T-DYN (vgl. Abb. 1) entspricht dieser Dosis ein maximaler F-Gehalt in Oberflächennähe von (25..45) at.-%. Ein hoher F-Verlust tritt zwischen 400°C und 500°C auf (Abb.2), der vorwiegend durch Abdampfen von TiF₄ verursacht wird (Abb. 3). Bei höheren Temperaturen werden die Profile flacher, wobei eine F-Diffusion in das Metall beobachtet wird (Abb. 4). Ab 800°C bildet sich eine dünne Al_2O_3 - Schicht an der Oberfläche, die als Diffusionsbarriere für das Fluor wirkt. Den Verlauf des

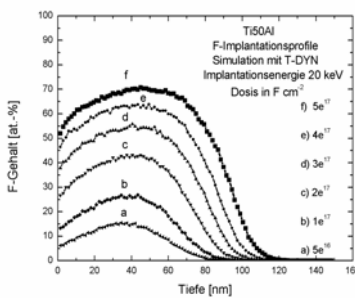


Abb. 1: F-Implantationsprofile in TiAl. Simulation mit T-DYN.

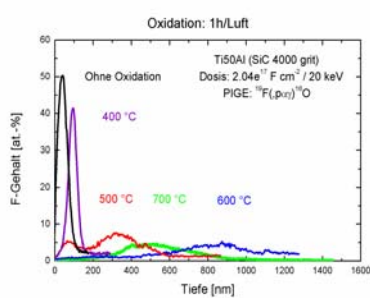


Abb. 2: Mit PIGE erhaltene F-Profile (impl. Proben, Oxidation 1h/Luft).

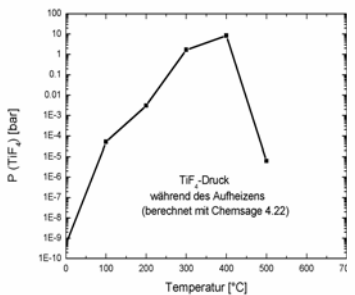


Abb. 3: TiF₄-Partialdruck als Funktion der Temperatur (ber. mit CHEMSAGE 4.22).

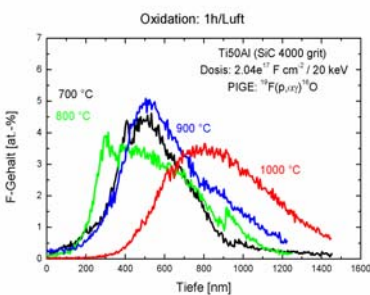


Abb. 4: Mit PIGE erhaltene F-Profile (impl. Proben, Oxidation 1h/Luft).

Abhängigkeit von der Oxidationstemperatur zeigen die Abb. 5 und 6. Der F-Gehalt im Maximum des F-Tiefenprofils – also an der Phasengrenze Oxid/Metall – besitzt einen signifikanten Abfall zwischen 400°C und 500°C. Der in Abb. 6 dargestellte integrale Fluor-Gehalt dagegen nimmt bis ca. 700°C ab und weist anschließend bis 1000°C kaum Verluste auf.

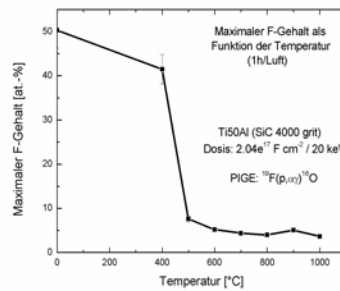


Abb. 5: F-Verlust an der Oxid/Metall Phasengrenze beim Aufheizen (1h/Luft).

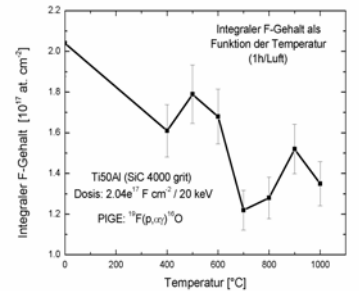


Abb. 6: Integraler F-Verlust beim Aufheizen (1h/Luft).

Ergebnisse: F-Verlust nach HF-Behandlung

Die mit HF behandelten Proben zeigen bereits bei einer Oxidation von 400°C/1h einen hohen F-Verlust (Abb.7). Das weitere Verhalten ist durch eine relativ langsame Abnahme des maximalen bzw. des integralen F-Gehaltes charakterisiert (Abb. 8-10). Ab 800°C bildet sich eine dünne Aluminiumoxidschicht an der Oberfläche.

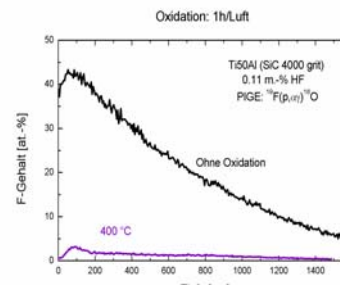


Abb. 7: F-Profile mittels PIGE (HF Proben, Oxidation 1h/Luft).

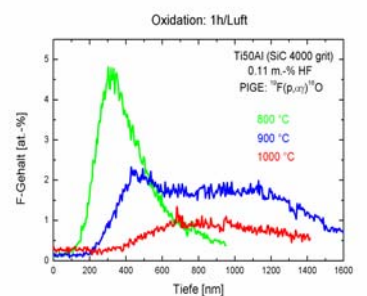


Abb. 8: F-Profile mittels PIGE (HF Proben, Oxidation 1h/Luft).

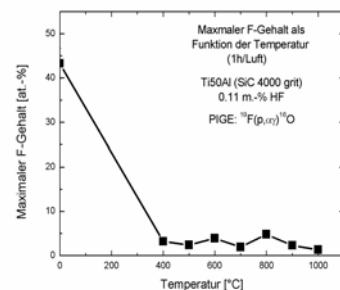


Abb. 9: F-Verlust an der Oxid/Metall Phasengrenze beim Aufheizen (1h/Luft).

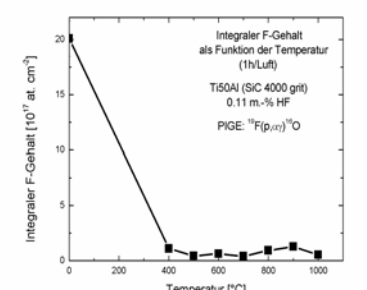


Abb. 10: Integraler F-Verlust beim Aufheizen (1h/Luft).

Literatur

- 1/1/ H.-E. Zschau, V. Gauthier, G. Schumacher, F. Dettenwanger, M. Schütze, H. Baumann, K. Bethge, Oxidation of Metals, 59 (2003) 183.
- 2/ H.-E. Zschau, V. Gauthier, M. Schütze, H. Baumann, K. Bethge, Proc. Internat. Symposium Turbomat, Bonn, 17.-19.6.2002, 210-214.
- 3/ M. Schütze, M. Hald, Mat. Sci. Eng., A239-240 (1997) 847.