

# PRÄPARATIONSHILFE

# TITAN

## EINFÜHRUNG

Titan ist ein Metall, das auf der Erde reichlich vorhanden ist, dessen Gewinnung und Reinigung jedoch nicht einfach ist. Es wurde Ende des 18. Jahrhunderts vom Mineralogisten William Gregor entdeckt, aber erst 1939 entwickelte William Justin Kroll ein industrielles Herstellungsverfahren. Infolgedessen sind die immer noch relativ hohen Kosten einer der Hauptnachteile von Titan.

### TITAN

Symbol: **Ti**

Ordnungszahl: **22**

Dichte: **4,5**

Molare Masse: **47,9g.mol<sup>-1</sup>**

Schmelzpunkt: **1670°C**

## VERARBEITUNG

Der Herstellungsprozess von Titan trägt den Namen seines Entwicklers: den Kroll-Prozess, der aus zwei Schritten besteht.

- Die erste Stufe besteht aus der Reaktion der Titanoxide mit Kohlenstoff und Chlor (ein Vorgang, der als "Carbochlorierung" bezeichnet wird), um Titan-tetrachlorid zu erhalten. Diese Reaktion läuft so ab:



- Der zweite Schritt ermöglicht die Gewinnung von festem Titan durch Reduktion des  $\text{TiCl}_4$  mit Magnesium:



Das erhaltene Titan liegt in Form eines porösen Feststoffs vor, der als "Schwamm" bezeichnet wird. Dieser Schwamm wird dann eingeschmolzen, um reines Titan oder die gewünschte Titanlegierung zu erhalten (nach Zugabe zu der Metallschmelze). Das Titan wird zu einem Barren wieder verfestigt.

Diese Barren können durch maschinelle Bearbeitung oder Schmieden in Halbzeuge (Brammen, Knüppel, Blüten) und dann durch verschiedene Vorgänge (Walzen, Schmieden, Extrudieren usw.) in fertige Produkte (Stangen, Spulen, Platten, Kabel usw.) umgewandelt werden.

## EIGENSCHAFTEN UND VERWENDUNGEN

Titan ist ein sehr bemerkenswertes Metall. Es hat ausgezeichnete mechanische Eigenschaften (gute Dauerfestigkeit, hohe Elastizität, Hitze- und Kryotechnik, akzeptable Kriechfestigkeit usw.) mit einer Dichte von etwa 60% der von Stahl (Titan = 4,5 < Stahl  $\approx$  7,8). Seine spezifische Festigkeit (Verhältnis von mechanischer Festigkeit zu Dichte) ist daher höher als die von Aluminium oder Stahl.

Zusätzlich zu seiner sehr guten Dichte weist Titan auch in den aggressivsten Umgebungen eine außergewöhnliche Korrosionsbeständigkeit auf (höher als die von rostfreien Stählen). Diese Beständigkeit in Kombination mit seiner Biokompatibilität und dem niedrigen Elastizitätsmodul (110.000 MPa) macht es zu einem idealen Metall für den medizinischen Bereich.

Es ist zu beachten, dass Titan hitze- und mechanisch behandelt wird, um seine physikalisch-chemischen Eigenschaften zu verändern.

[Es gibt vier Klassen von Titanlegierungen:](#)

**UNLEGIERTES TITAN** wird hauptsächlich im chemischen Bereich wegen seiner Korrosionsbeständigkeit und seiner Kaltverformbarkeit verwendet. Es hat eine ausgezeichnete Schweißbarkeit. Beispiel der Klasse: T40.

**DIE ALPHA-LEGIERUNGEN  $\alpha$**  weisen ebenfalls eine ausgezeichnete Schweißbarkeit auf, sind jedoch schwer kalt zu formen und nicht wärmebehandelbar. Sie werden für kryogene Anwendungen, Luft- und Raumfahrtteile und in der chemischen Industrie eingesetzt.

Beispiel der Klasse: TA5E.

- **DIE ALPHA-BETA-LEGIERUNGEN  $\alpha + \beta$**  bieten aufgrund ihrer Wärmebehandlungsfähigkeit, ihrer Zusammensetzung und damit ihrer unterschiedlichen Eigenschaften die meisten Möglichkeiten. Sie werden für Luftfahrtteile (Bauwerke, Turbojets usw.) oder für marine und biomedizinische Anwendungen verwendet. Andererseits sind sie schwieriger zu schweißen. Beispiel der Klasse: TA6V.

- **BETA-LEGIERUNGEN  $\beta$**  bieten eine hervorragende Kombination mechanischer Eigenschaften: Härte - Duktilität - Ermüdungsbeständigkeit. Sie sind schweißbar, aber dennoch nicht wärmebehandelbar. Diese Legierungen werden hauptsächlich für stark beanspruchte strukturelle Luft- und Raumfahrtteile verwendet.

Beispiel für die Qualität: Ti.10.2.3.

=> Eine fünfte Kategorie kann ebenfalls definiert werden: **INTERMETALLISCHE TIAL-VERBINDUNGEN**. Sie sind Legierungen aus Titan, Aluminium (im Allgemeinen zwischen 45 und 48%) und Additivelementen. Sie sind für Hochtemperaturanwendungen (Luftfahrt, Automobil usw.) von Interesse. Beispiel für die Qualität: TiAl47Nb2Cr2.

Der Großteil des Titans wird jedoch in Form von Titandioxid ( $\text{TiO}_2$ ) verwendet, das ein ausgezeichnetes Pigment und / oder Verdickungsmittel ist. Es wird anschließend für Farben, Kunststoffe, Papier, Kosmetika, Sonnencremes usw. verwendet.



## METALLOGRAPHISCHE PRÄPARATION

Im Allgemeinen beeinflussen Verarbeitungs- und Umwandlungsvorgänge sowie die verschiedenen mechanischen und thermischen Behandlungen die Eigenschaften und Mikrostrukturen von Titan und seinen Legierungen. All diese Einflüsse führen dann zur Realisierung metallographischer Qualitätskontrollen wie: Mikrostrukturuntersuchungen, Porositäts- und / oder Heterogenitätsforschung, Einschlusssauberkeit, Härteprüfungen, Härtungskontrollen, Korngrößenkontrollen usw.

Um eine hervorragende Inspektionsfläche zu erhalten, sind verschiedene Schritte im Präparationsvorgang erforderlich, von denen jeder, unabhängig vom Material, genauso wichtig ist, wie der nächste. Diese Schritte haben folgende Reihenfolge:

- Das Aufschneiden des zu untersuchenden Produkts (falls erforderlich), genannt "TRENNEN".
- Standardisierung der Geometrie der entnommenen Probe (falls erforderlich), genannt "EINBETTEN".
- Verbesserung des Oberflächenzustands dieser Probe, genannt "SCHLEIFEN & POLIEREN".
- Charakterisierung der Probe: Sichtbarmachung der Mikrostruktur der Probe durch ein Ätzreagenz (falls erforderlich) namens "ÄTZEN" und mikroskopische Untersuchungen (optisch oder elektronisch).

=> Jeder dieser Schritte muss sorgfältig ausgeführt werden, da sonst die nachfolgenden Schritte nicht ordnungsgemäß erfolgen können.

## TRENNEN

Der Zweck des Trennens besteht darin, einen genauen Abschnitt eines Produkts zu entfernen, um eine geeignete Oberfläche für die Inspektion frei zu legen, ohne die physikalisch-chemischen Eigenschaften des Metalls zu verändern. Mit anderen Worten ist es wichtig, eine Erwärmung oder Verformung des Metalls zu vermeiden, die zu einer Gefüge-Veränderung oder einer Kaltverfestigung führen könnte. Das Trennen ist ein grundlegender Schritt, der die weitere Präparation und Inspektion von Teilen voraussetzt.

Das breite Angebot von PRESI an Trenn- und Präzisionstrennmaschinen mit mittlerer und großer Trenn-Kapazität, kann an alle Anforderungen hinsichtlich Schnittgenauigkeit, Dimensionierung oder Menge der zu trennenden Produkte, angepasst werden:



Abb. 1: MECATOME T210



Abb. 2: MECATOME T330



Abb. 3: EVO 400

Jede der Trennmaschinen im Sortiment, ist mit den entsprechenden Verbrauchsmaterialien und Zubehörteilen ausgestattet. Die Spannsysteme und die Auswahl dieser Verbrauchsmaterialien sind immer ein wesentliches Element für den Erfolg eines metallografischen Schnitts.

Das Spannen, d. h. das Fixieren des Werkstücks, ist ebenfalls wesentlich. Wenn das Werkstück nicht gut geklemmt wird, kann der Schnitt Risiken für das Verbrauchsmaterial, das Werkstück und die Maschine darstellen.

Darüber hinaus ist Titan beim metallografischen Schneiden sehr brennempfindlich, was es umso wichtiger macht, die geeigneten Verbrauchsmaterialien und Parameter zu bestimmen.

**VERBRAUCHSMATERIAL**

Alle Trennmaschinen werden mit einer Schmier- / Kühlflüssigkeit verwendet, die eine Mischung aus Wasser und Rostschutzadditiv ist, um einen sauberen Schnitt ohne Überhitzung zu erzielen. Das Additiv schützt auch die Probe und die Maschine vor Korrosion.

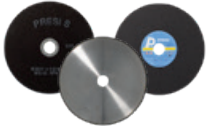
 <b>TITAN UND LEGIERUNGEN</b>	
<b>Präzisionstrennen</b>	UTW S Ø180 MNF
<b>Trennen mittel großer Proben</b>	T MNF F
<b>Trennen großer Proben</b>	T MNF

Tabelle 1: Auswahl der richtigen Trennscheibe

=> Die Wahl der Trennscheibe ist entscheidend, um einen übermäßigen Verschleiß oder sogar den Bruch der Trennscheibe zu vermeiden. Die Härte des Werkstücks bestimmt die Trennscheibenauswahl.

## EINBETTEN

Proben können aufgrund ihrer komplexen Form, Zerbrechlichkeit oder geringen Größe schwierig zu handhaben sein. Durch die Einbettung sind sie einfacher zu handhaben, indem ihre Geometrie und Abmessungen standardisiert werden.

=> Das Erreichen einer qualitativ hochwertigen Einbettung ist wichtig, um zerbrechliche Materialien zu schützen und gute Präparationsergebnisse für das Polieren und zukünftige Analysen zu erzielen.

Vor der Einbettung sollte die Probe gesäubert werden und Schneidrate sind zu entfernen. Eine Reinigung mit Ethanol (in einem Ultraschallbad für noch mehr Effizienz) ist ebenfalls möglich. Dies ermöglicht es dem Harz, so gut wie möglich an der Probe zu haften und reduziert somit die Schrumpfung (Raum zwischen dem Harz und der Probe).

Wenn der Schrumpf zu groß ist, kann dies zu Problemen beim Polieren führen. Schleifkörner können sich in diesem Raum festsetzen und zu einem späteren Zeitpunkt freigesetzt werden, wodurch die Gefahr der Entstehung von Kratzern auf der Probe und der Polierfläche besteht. In diesem Fall wird empfohlen, zwischen den einzelnen Schritten, die Probe in ein Ultraschallgerät zu legen.

Es gibt zwei Einbettmöglichkeiten:

- **DIE WARMEINBETTUNG** wird bevorzugt verwendet für Kanteninspektionszwecke oder nach der metallografischen Präparation zur Vorbereitung für eine Härteprüfung. **Diese Option erfordert eine Warmeinbettmaschine/ -presse.**



Abb. 4: MECAPRESS 3

Die für die Warmeinbettung erforderliche Maschine ist die Mecapress 3:

- Vollautomatische Warmeinbettpresse.
- Einfach zu bedienen.
- Ihr Speicher, Ihre Prozessanpassung und ihre Ausführungsgeschwindigkeit machen Sie zu einer hochpräzisen Maschine.
- Die Warmeinbettmaschine hat 6 verschiedene Formdurchmesser von 25.4-50 mm.

### PLUSPUNKT

Einer der Hauptvorteile dieses Verfahrens besteht darin, dass es perfekt parallele Flächen bietet.

- **KALTEINBETTUNG** ist zu bevorzugen:
- Wenn die zu untersuchenden Teile zerbrechlich / druckempfindlich sind
- Wenn sie eine komplexe Geometrie haben, z. B. eine Wabenstruktur.
- Wenn eine große Anzahl von Teilen in Serie eingebettet werden soll.

**Das Kalteinbettverfahren kann angewendet werden mit:**



Abbildung 5: Druckmontagevorrichtung

### PLUSPUNKT

Verbessert die Qualität erheblich, insbesondere durch Reduzierung des Schrumpfs, Optimierung der Transparenz und Erleichterung der Einbettimprägnierung.



## PLUSPUNKT

Maschine zur Vakuumimprägnierung poröser Materialien mit einem Epoxidharz.

Abbildung 6: Vakuummontagevorrichtung:  
POLY'VAC

Kalteinbettmittel bieten aufgrund der Kapillarwirkung des flüssigen Harzes nicht immer eine plane Fläche auf der Rückseite. Vor dem ersten Schleifschritt wird diese konkave Oberfläche (Meniskus) durch einen kurzen Schleifschritt mit Schleifpapier entfernt. Wichtig ist, dass bei diesem Vorgang die beiden Seiten der Einbettung parallel sind.

## VERBRAUCHSMATERIAL

Um den Anforderungen der Benutzer gerecht zu werden, bietet PRESI eine ganze Reihe von Kalteinbettformen an. Das Kalteinbettverfahren hat verschiedene Einbettformen mit diversen Durchmesser von Ø 20 – 50 mm. Diese sind in verschiedene Typen unterteilt: optimierte Formen mit der Bezeichnung «KM2.0», Gummi-, Teflon- oder Polyethylenformen. Die Kalteinbettung ist auch flexibler als die Warmeinbettung, weil es unterschiedliche Einbettformen für spezifische Anforderungen gibt.


		<b>TITAN UND LEGIERUNGEN</b>
<b>Warmeinbettprozess</b>	Epoxid Phenol Allyl Phenol - leitend ** Acryl- Kupfer Pulver**	
<b>Kalteinbettprozess</b>	KM-U KM-B 2S* KM-CO**	

Tabelle 2: Auswahl des richtigen Einbettmittels

\* Geeignet für sehr große Serien

\*\* Leitfähige Einbettmittel für SEM-Beobachtungen

Titan wird sehr oft mit einem Rasterelektronenmikroskop (REM) beobachtet.

## SCHLEIFEN UND POLIEREN

Die letzte und entscheidende Phase in der Probenpräparation ist das Schleifen und Polieren. Das Prinzip ist einfach, jeder Schritt verwendet ein feineres Schleifmittel als der vorherige. Ziel ist es, eine plane Oberfläche zu erhalten ohne Kratzer und ohne Artefakte, die die Durchführung metallographischer Kontrolluntersuchungen, wie mikroskopische Analysen, Härteprüfungen, Mikrostruktur- oder Messungen, beeinträchtigen würden.

PRESI bietet eine breite Palette an manuellen und automatischen Schleif- und Poliermaschinen mit einer großen Auswahl an Zubehör für alle Anforderungen an, vom Vorpolieren bis zum Superfinish und Polieren von Einzel- oder Serienproben.

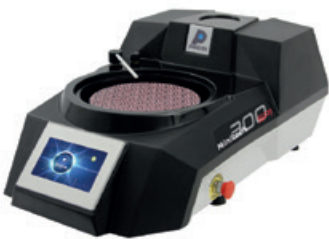


Abb. 7:

MINITECH 300 SPI

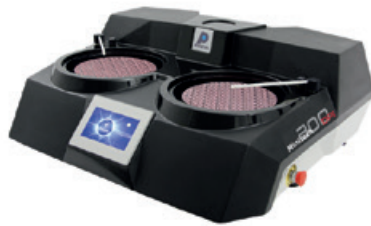


Abb. 8:

MINITECH 300 DP1 und DP2



Abb. 9:

MECATECH 250 SPI



Abb. 10:

MECATECH 300 SPC

**Die MINITECH-Reihe von manuellen Schleif- und Poliermaschinen** umfasst die fortschrittlichsten Technologien. Sie sind benutzerfreundlich, zuverlässig und robust und bieten eine einfache Antwort auf alle Anforderungen.

**Die MECATECH-Reihe von automatischen Schleif- und Poliermaschinen** ermöglicht es sowohl manuell als auch automatisch zu Schleifen und zu Polieren. Mit seinen fortschrittlichen Technologien und einer Motorleistung von 750 bis 1500 W konzentriert sich die gesamte Erfahrung von PRESI auf dieses sehr vollständiges Sortiment. Unabhängig von Probenanzahl oder -größe garantiert die MECATECH ein optimales Schleif- oder Polierergebnis.

Titan ist auf ganz besondere Weise zu polieren, es ist relativ weich und neigt zu Aushärtung und plastischer Verformung. Infolgedessen neigt das Material während eines Polierprozesses, bei dem das Material normalerweise durch das Schleifmittel geschliffen / entfernt wird, in diesem Fall dazu, zu schmieren. Dies ist als "Buttering" bekannt. Dieses Phänomen ist unerwünscht und behindert die mikroskopische Beobachtung erheblich.

Titan hat daher seine eigenen spezifischen Polierprozesse, um eine hervorragende Untersuchungsoberfläche zu gewährleisten.

### VERBRAUCHSMATERIAL UND POLIERPROZESSE

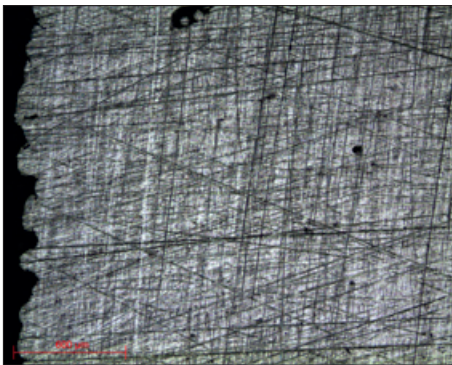
Alle folgenden Schleif- und Polierprozesse sind für die automatische Probenpräparation angegeben (für das manuelle Schleifen und Polieren: Berücksichtigen Sie nicht die Kopf-Parameter). Die Präparationsprozesse dienen zur Information und Beratung.

Alle ersten Schritte jeder Schleif- und Polieranleitung werden als "Nivellieren" bezeichnet und bestehen darin, Material schnell zu entfernen, um eine plane Oberfläche der Probe (und des Einbettmittels) zu erhalten. Die unten angegebenen Parameter sind standardisiert und können daher nach Bedarf geändert werden.

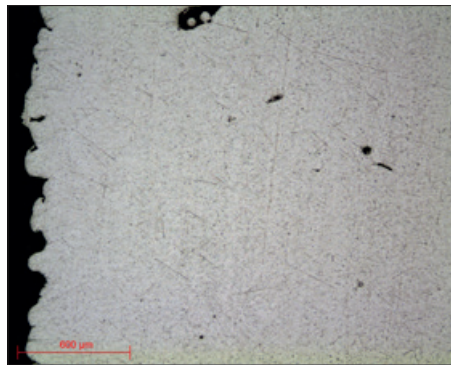
Der Probenandruck variiert je nach Probengröße, im Allgemeinen gilt jedoch Folgendes: 1 daN pro 10 mm Einbettdurchmesser für die Schleifschritte (z. B. Ø 40 mm = 4 daN), dann die Kraft bei jedem Polierschritt mit einer Schleifsuspension um 0,5 daN reduzieren.

## POLIERPROZESS n°1

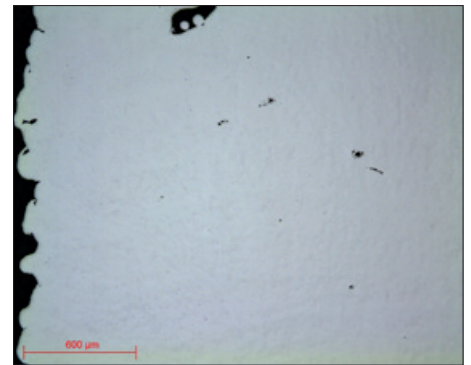
N°	Verbrauchsmaterial	Suspension / Lubrikant	Arbeitsplatte (U/min)	Kopf (U/min)	Rotationsrichtung von Arbeitsplatte / Kopf	Zeit (mm)
1	Sic P320	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
2	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	5'
3	SUPRA	SPM / Wasser	150	100	→ ←	5'



Mikroskopische Aufnahme 1:  
Oberflächenzustand P320 - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 2:  
Oberflächenzustand TOP 9µm -  
Objektiv x5



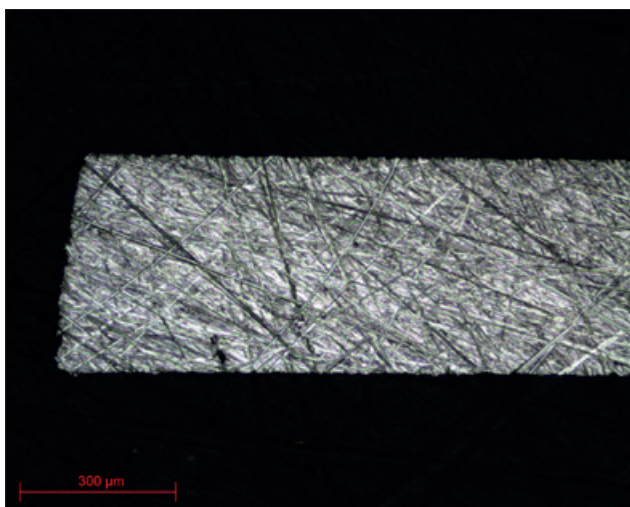
Mikroskopische Aufnahme 3:  
Oberflächenzustand SUPRA SPM -  
Objektiv x5

## POLIERPROZESS n°2

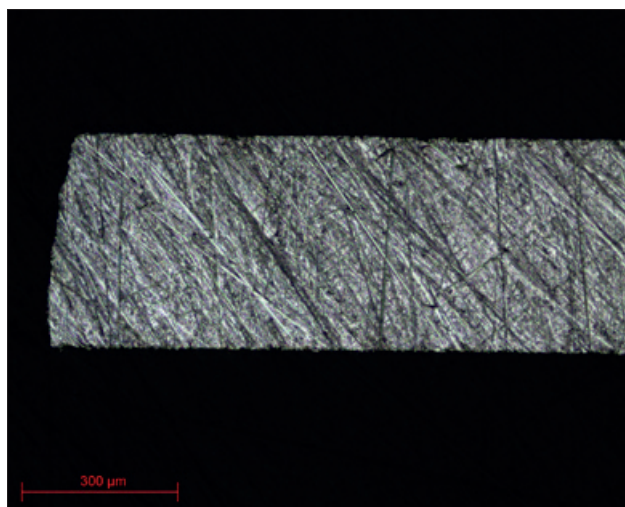
N°	Verbrauchsmaterial	Suspension / Lubrikant	Arbeitsplatte (U/min)	Kopf (U/min)	Rotationsrichtung von Arbeitsplatte / Kopf	Zeit (mm)
1	SiC P320	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
2	SiC P600	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
3	SiC P1200	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
4	SiC P2400	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
5	SiC P4000	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
6	SUPRA	SPM / Wasser	150	100	→ ←	5'

## POLIERPROZESS n°3

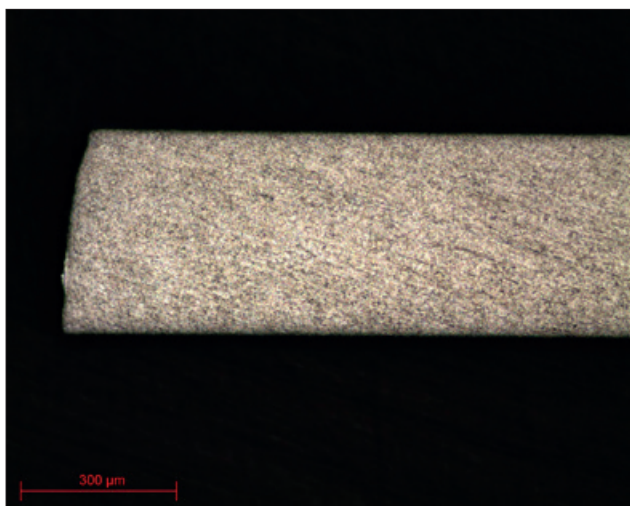
N°	Verbrauchsmaterial	Suspension / Lubrikant	Arbeitsplatte (U/min)	Kopf (U/min)	Rotationsrichtung von Arbeitsplatte / Kopf	Zeit (mm)
1	SiC P320	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
2	SiC P1200	Ø / Wasser	300	150	→ →	1'
3	RAM	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> N°4 / Wasser	150	100	→ ←	2'
4	SUPRA	SPM / Wasser	150	100	→ ←	3'



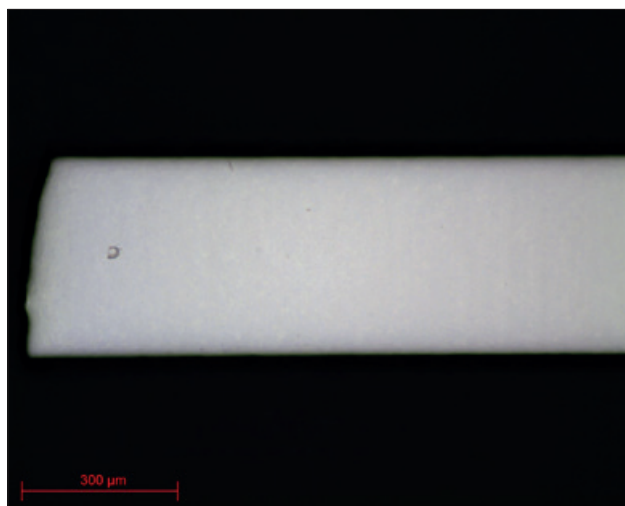
Mikroskopische Aufnahme 4: Oberflächenzustand P320 - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 5: Oberflächenzustand P1200 - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 6: Oberflächenzustand RAM Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nr. 4 - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 7: Oberflächenzustand SUPRA SPM - Objektiv x5

Die oben angegebenen Polierprozesse sind vollständig und in ihrer Gesamtheit durchzuführen. Der Superfinish-Schritt unter Verwendung einer kolloidalen Siliciumdioxid-Suspension ist obligatorisch. Es liefert eine hervorragende Inspektionsoberfläche, die frei von Kratzern oder Schmiereffekten ist. In dem speziellen Fall, in dem kolloidales Siliciumdioxid nicht geeignet ist, wurde jedoch eine Alternative entwickelt. Das SPM kann durch eine Suspension von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - PRESI N ° 2 mit den gleichen Parametern ersetzt werden.

=> **Der Polierprozess Nr. 1** ist das vielseitigste Polierverfahren, welches bei den meisten Titansorten wirksam ist und daher bietet dieser Polierprozess eine hervorragende Inspektionsoberfläche..

=> **Der Polierprozess Nr. 2** ist ein traditionelles Titan-Polierverfahren. Der Vorteil liegt darin, dass Diamantsuspensionen fehlen, welche während des Polierverfahrens Kratzer verursachen könnten oder aufgrund der Härte vom Titan in die Grundmatrix eingedrückt werden könnten. Das Polieren mit Diamanten sollte auf das Nötigste beschränkt werden, da es dazu neigt, die Oberfläche der Probe zu verschmieren.

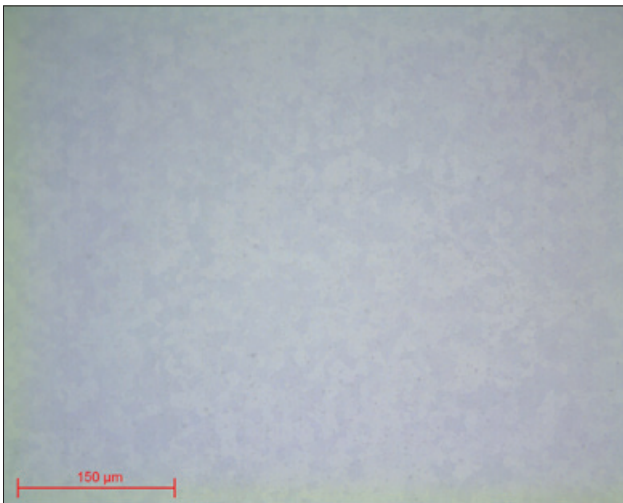
=> **Der Polierprozess Nr. 3** wurde speziell zum Polieren eines sehr weichen Titans, d. h. unlegierten Titans (zum Beispiel T40), entwickelt. Die Diamantsuspension darf in diesem Fall nicht verwendet werden.

Nach dieser Präparation können die polierten Proben direkt ohne metallographisches Ätzen beobachtet werden. Darüber hinaus ermöglicht die Titan-Metallographie eine sehr gute Untersuchung der Struktur unter der Verwendung eines optischen Mikroskops und der Hilfe eines Polarisationslichtfilters.

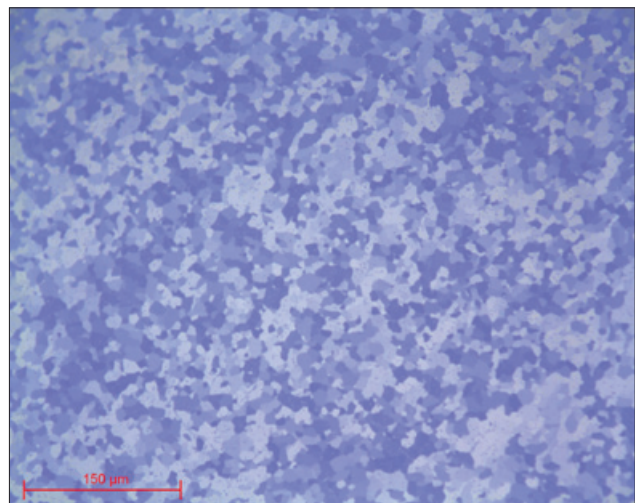
Das metallographische Ätzen von Titan wird üblicherweise unter Verwendung des Kroll-Reagens durchgeführt: einer Lösung von 3 ml Flußsäure und 6 ml Salpetersäure für 100 ml Wasser. Das Ätzen erzeugt Unterschiede im Relief und / oder in der Farbe zwischen den verschiedenen Bestandteilen, so dass sie inspiziert werden können.

## MIKROSKOPIE

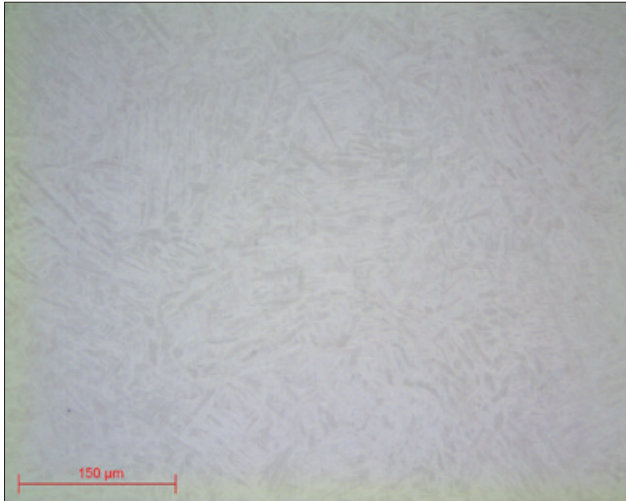
Alle vorgestellten mikroskopischen Aufnahmen wurden mit der **PRESI VIEW**-Software erstellt:



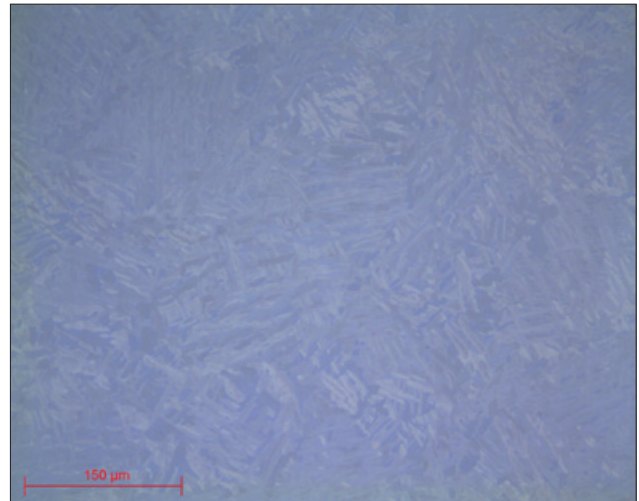
Mikroskopische Aufnahme 8: TA6V unbehandelt bis SPM-Objektiv x20 poliert



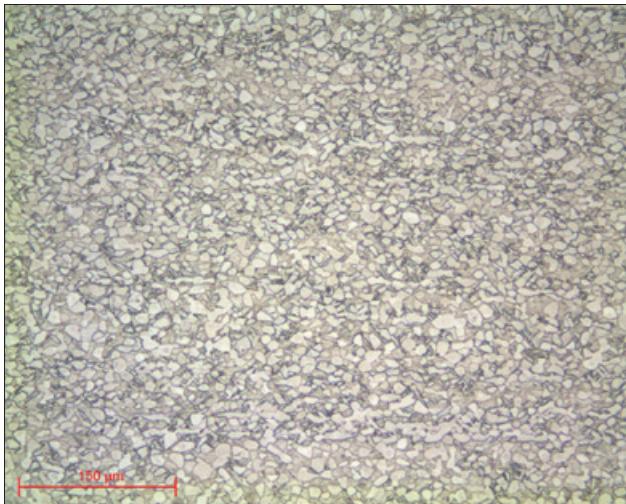
Mikrophotographie 9: TA6V unbehandelt auf SPM poliert und Beobachtung unter polarisiertem Licht - Objektiv x20



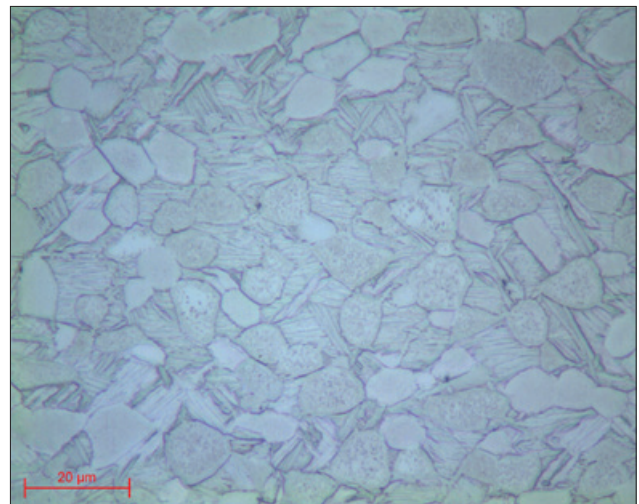
Mikroskopische Aufnahme 10: TA6V auf SPM-Objektiv x20 poliert



Mikrophotographie 11: TA6V auf SPM poliert und Beobachtung unter polarisiertem Licht - Objektiv x20



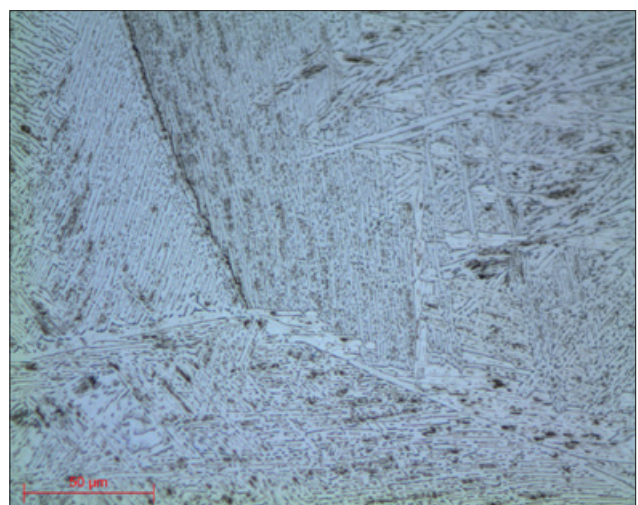
Mikroskopische Aufnahme 12: TA6V unbehandelte Kroll- Objektiv x20 TA6V-Reagenz geätzt



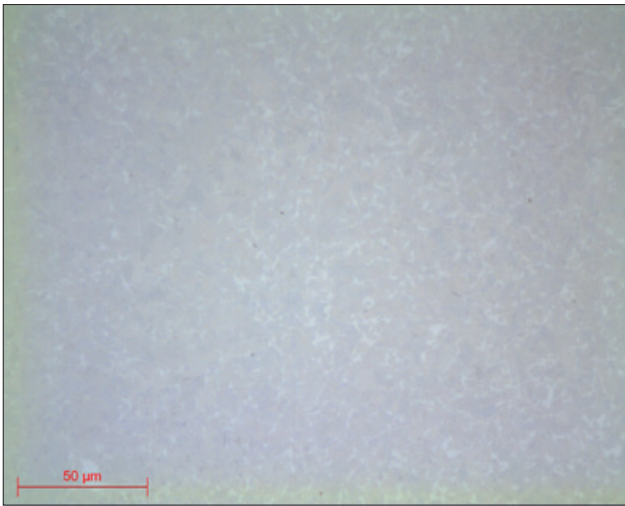
Mikroskopische Aufnahme 13: TA6V-unbehandelte Kroll- Objektiv x100 TA6V-Reagenz geätzt



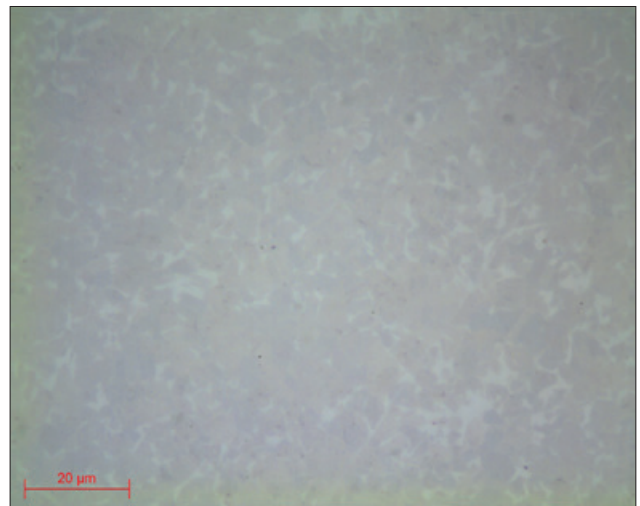
Mikroskopische Aufnahme 14: TA6V, behandelt mit Kroll - Objektiv x20 Reagenzätzen



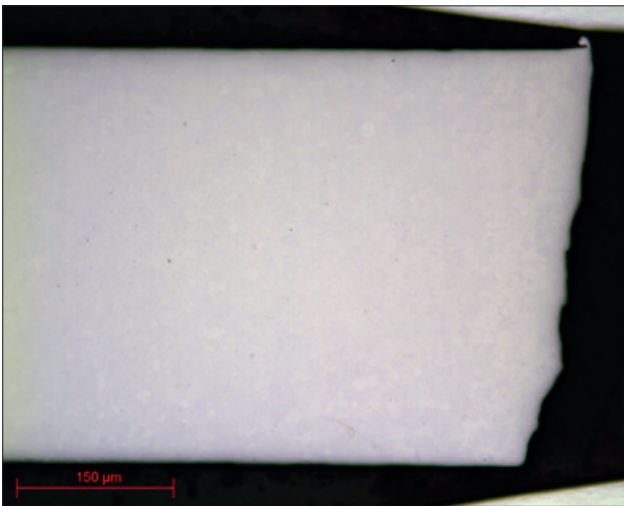
Mikroskopische Aufnahme 15: TA6V, behandelt mit Kroll - Objektiv x50 Reagenzätzen



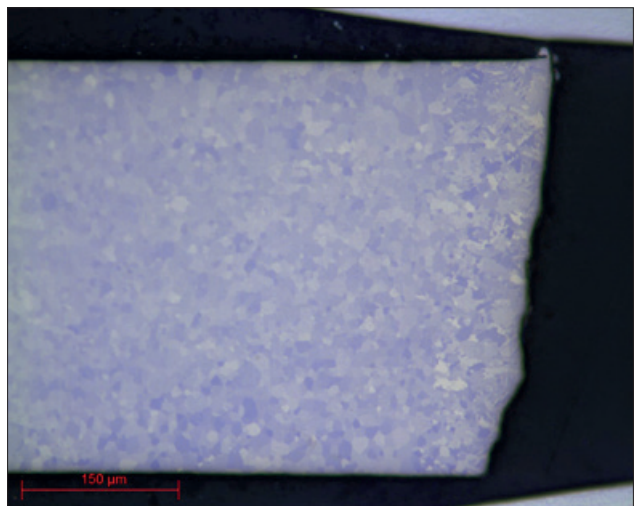
Mikroskopische Aufnahme 16: Intermetallische Verbindung TiAl, poliert auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N ° 2 - Objektiv x50



Mikroskopische Aufnahme 17: Intermetallische Verbindung TiAl, poliert auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> N ° 2 - Objektiv x100



Mikroskopische Aufnahmen 18: T40 auf SPM-Objektiv x20 poliert



Mikroskopische Aufnahme 19: T40 auf SPM-Beobachtung unter polarisierter Licht - Objektiv x20 poliert

**PRESI**  
www.presi.com

Tel. : +49 2331 736 78 70 | Email : presi.de@presi.com

