

**Nanostrukturierung von Titanlegierungen
durch thermomechanische Prozessketten:**
Methodik und Anwendung für medizinische Implantate

Vom Fachbereich Maschinenbau
an der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des Grades Doktor-Ingenieur (Dr.-Ing.)
genehmigte

Dissertation

von

Lukas Kluy

aus Bochum

Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing. P. Groche

Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Karsten Durst

Tag der Einreichung: 01.08.2024

Tag der mündlichen Prüfung: 19.11.2024

Darmstadt 2024

D17

Kluy, Lukas: Nanostrukturierung von Titanlegierungen
durch thermomechanische Prozessketten: Methodik und
Anwendung für medizinische Implantate

Darmstadt, Technische Universität Darmstadt,
Jahr der Veröffentlichung der Dissertation auf TUPrints: 2024

URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-288077

URI: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/id/eprint/28807>

Tag der mündlichen Prüfung: 19.11.2024

Veröffentlicht unter CC BY-SA 4.0 International

<https://creativecommons.org/licenses>

Danksagung

Die vorliegende Dissertation entstand während meiner Arbeit als Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der Technischen Universität Darmstadt. Mein besonderer Dank gilt dem Institutsleiter Prof. Dr.-Ing. Dipl.-Wirtsch.-Ing. Peter Groche für die Übernahme des Erstgutachtens sowie die konstruktiven Diskussionen, das in mich gesetzte Vertrauen und die damit verbundenen Freiräume. Prof. Dr.-Ing. Karsten Durst danke ich für die Übernahme des Koreferats, das große Interesse an der Dissertation und den fachlichen Austausch.

Für die finanzielle Unterstützung während meiner Forschungsarbeit danke ich dem Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF), dem Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz (BMWK) sowie der Joachim-Herz-Stiftung. Großer Dank gilt Lina Klinge und Carsten Siemers von der Titanarbeitsgruppe der Technischen Universität Braunschweig sowie Christopher Spiegel im Biofilm Lab und David Putzer von der Medizinischen Universität Innsbruck. Die fruchtbaren, hochgradig multidisziplinären Diskussionen und die gemeinsamen Werkstoff- und Biofilmversuche haben diese Arbeit maßgeblich geprägt. Ich danke Johannes Scherer für seine visionären Ideen, dem Team von ADVANTIQX und allen Teammitgliedern in den Projekten IdentiTI und DIAMOND für die großartige Zusammenarbeit, die meinen Horizont im Spagat zwischen Umformtechnik, Werkstoffwissenschaften, Mikrobiologie und Medizin enorm erweitert hat.

Ein herzlicher Dank an alle Kolleg:innen des PtU, den wissenschaftlichen Mitarbeitenden, dem Werkstattteam, der Verwaltung, Design und IT. Aus dem Kollegium will ich mich besonders bei Stefan Kraus, Fansun Chi und Nick Philippi für die kritische Durchsicht der Dissertation bedanken. Den vielen Studierenden, die mich in der Forschungstätigkeit unterstützt haben, gebührt große Anerkennung.

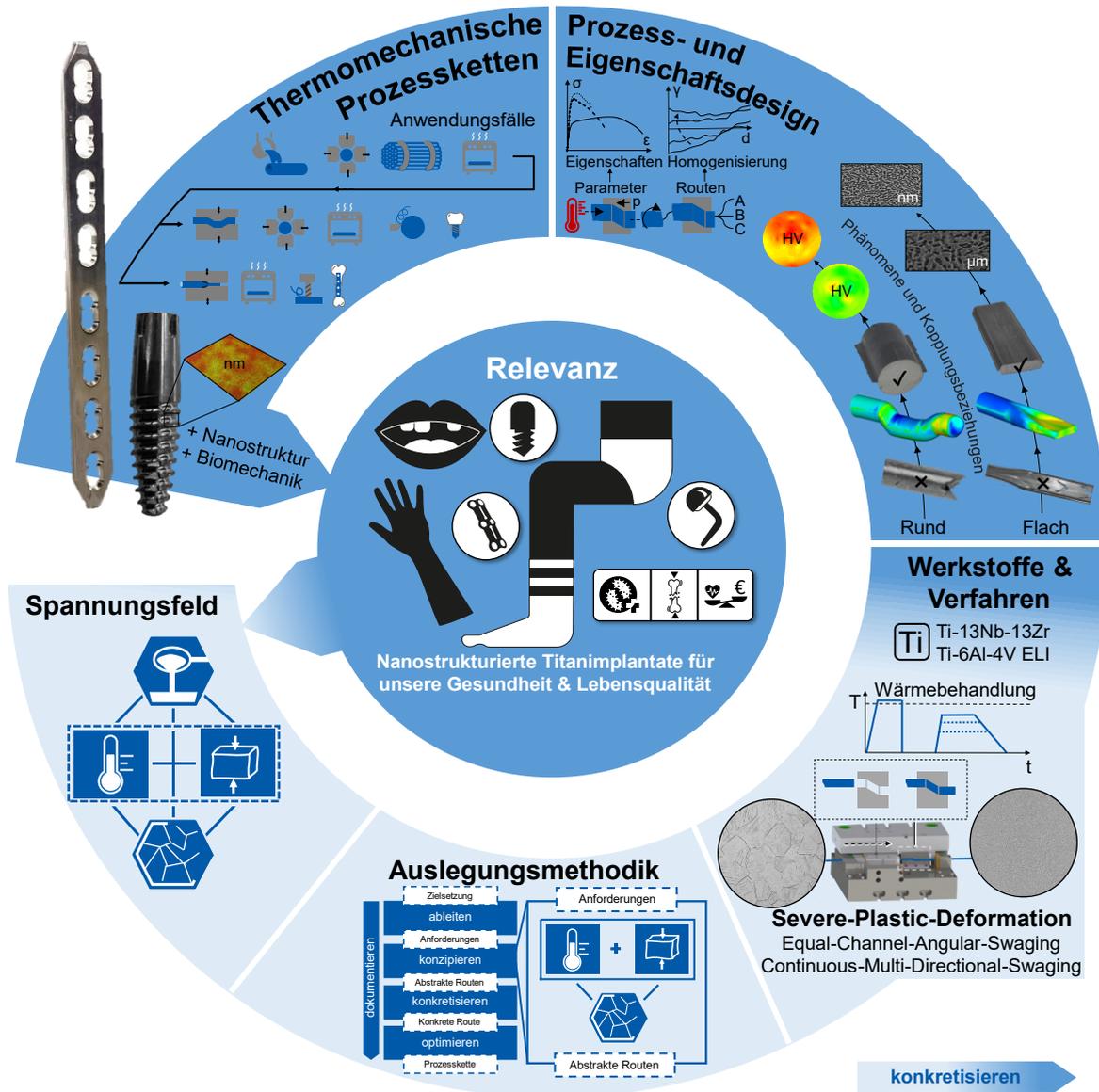
Ich danke meiner Familie und Freunden, die mich während des gesamten Ausbildungswegs begleitet haben. Großer Respekt gebührt meinem Onkel Matthias Zundel, der mich von der ersten Schweißnaht an bis hierher stets unterstützt hat:

– ohne ihn wäre ich nicht der Ingenieur, der ich heute bin.

Darmstadt, im August 2024

Lukas Kluy

Grafische Zusammenfassung



Kurzfassung

Antibiotikaresistente Bakterien verursachen in Europa jährlich 670.000 invasive Infektionen, an deren Folgen 33.000 Menschen sterben [EUR20]. Allein in der Chirurgie sind diese Bakterien für jede zehnte implantatassoziierte Infektion verantwortlich [SHO22]. Fortschrittliche Implantate auf Basis nanostrukturierter Titanlegierungen weisen antibakterielle Eigenschaften und eine erhöhte Biokompatibilität auf, um eine komplikationsfreie Einheilung zu gewährleisten. Die Herstellung der Nanostruktur stellt jedoch aufgrund komplexer Wechselwirkungen zwischen Materialeigenschaften und Prozessparametern eine Herausforderung dar.

In diesem Beitrag wird eine Methodik zur Gestaltung thermomechanischer Prozessketten entwickelt, um maßgeschneiderte mikrostrukturelle Eigenschaften in Titanlegierungen zu erzielen. Die Methodik besteht aus fünf systematischen Schritten zur Beherrschung der Komplexität der multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen zwischen Legierungszusammensetzung, Temperatur, Spannung und Mikrostruktur. Die Methodik wird auf die Nanostrukturierung der Titanlegierungen Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ) und Ti-6Al-4V ELI für Rund- und Flachmaterial angewendet. Die Prozessketten bestehen aus einer Kombination von Wärmebehandlungen und kontinuierlicher hochplastischer Umformung (Equal-Channel-Angular-Swaging und Continuous-Multi-Directional-Swaging). Die erforderlichen Spannungs- und Dehnungsverteilungen sowie die Prozessrouten und die mechanisch-mikrostrukturellen Effekte zur Erzielung einer homogenen Nanostruktur werden untersucht. Im Anschluss erfolgt die Herstellung von Dentalimplantaten und Osteosyntheseplatten aus NanoTNZ, welche die angestrebten Ziele einer verbesserten biomedizinischen Implantat-Knochen-Interaktion zur Entfaltung des gesellschaftlichen Nutzens erfüllen.

Die vorgestellte Methodik eröffnet somit einen Erkenntnisgewinn zur Beherrschung multiphysikalischer Kopplungsbeziehungen in kontinuierlichen thermomechanischen Nanostrukturierungsverfahren zur Erzielung maßgeschneiderter Eigenschaften in Titanlegierungen.

Abstract

Antibiotic-resistant bacteria cause 670,000 invasive infections in Europe every year, resulting in 33,000 deaths. In surgery, these bacteria are responsible for one in ten implant-associated infections. Advanced implants based on nanostructured titanium alloys have antibacterial properties and increased biocompatibility to ensure complication-free healing. However, the manufacturing of the nanostructure poses a challenge due to complex interactions between material properties and process parameters.

In this work, a methodology for the design of thermomechanical process chains is developed to achieve customized microstructural properties in titanium alloys. The methodology consists of five systematic steps to master the complexity of the multiphysical coupling relationships between alloy composition, temperature, stress and microstructure. The methodology is applied to the nanostructuring of titanium alloys Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ) and Ti-6Al-4V ELI for round and flat material. The process chains consist of a combination of heat treatments and continuous severe plastic deformation (Equal-Channel-Angular-Swaging and Continuous-Multi-Directional-Swaging). The required stress and strain distributions as well as the process routes and the mechanical-microstructural effects to achieve a homogeneous nanostructure are investigated. Subsequently, dental implants and osteosynthesis plates are manufactured using NanoTNZ, which meet the desired objectives of enhanced biomedical implant-bone interaction, thereby facilitating the realization of social benefits.

The presented methodology offers a novel opportunity to gain knowledge for mastering multiphysical coupling relationships in continuous thermo-mechanical nanostructuring processes to achieve customized properties in titanium alloys.

Inhaltsverzeichnis

| | |
|--|------------|
| Danksagung | I |
| Grafische Zusammenfassung | II |
| Kurzfassung | III |
| Abstract | IV |
| Formelzeichen und Abkürzungen | IX |
| 1 Einleitung | 1 |
| 2 Stand der Technik | 5 |
| 2.1 Metallische Werkstoffe | 5 |
| 2.1.1 Eigenschaften metallischer Werkstoffe | 5 |
| 2.1.2 Aufbau metallischer Werkstoffe | 6 |
| 2.1.3 Formänderung metallischer Werkstoffe | 9 |
| 2.2 Titan und Titanlegierungen | 14 |
| 2.2.1 Herstellung | 14 |
| 2.2.2 Reines Titan | 15 |
| 2.2.3 Titanlegierungen | 16 |
| 2.2.4 Titan und Titanlegierungen in der Medizintechnik | 19 |
| 2.3 Thermomechanische Prozessketten | 24 |
| 2.3.1 Verfahrensvarianten | 25 |
| 2.3.2 Änderung der makroskopischen Gestalt | 26 |
| 2.3.3 Änderung der mikroskopischen Gestalt | 27 |
| 2.3.4 Finite-Elemente-Methode thermomechanischer Prozesse | 27 |
| 2.4 Mikrostrukturentwicklung durch hochgradig plastische Umformung | 30 |
| 2.4.1 Mikrostrukturentwicklung | 30 |
| 2.4.2 Severe Plastic Deformation Verfahren | 33 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 2.4.3 | Severe Plastic Deformation von Titanwerkstoffen | 40 |
| 2.5 | Methodische Entwicklung technischer Systeme und Prozesse | 42 |
| 2.5.1 | Entwicklung technischer Systeme nach VDI-Richtlinie..... | 44 |
| 2.6 | Fazit..... | 46 |
| 3 | Motivation, Zielsetzung und Vorgehensweise..... | 47 |
| 3.1 | Ein zukunftsweisender Weg | 47 |
| 3.2 | Zielsetzung und Vorgehensweise..... | 50 |
| 3.2.1 | Multidisziplinäre Zusammenarbeit..... | 52 |
| 4 | Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten..... | 54 |
| 4.1 | Charakteristische Merkmale thermomechanischer Prozessketten..... | 55 |
| 4.2 | Entwicklungskriterien und Grundlage | 58 |
| 4.3 | Darstellung der Methodik..... | 59 |
| 4.3.1 | Zielsetzung ableiten..... | 60 |
| 4.3.2 | Prozessrouten konzipieren | 60 |
| 4.3.3 | Prozessroute konkretisieren | 64 |
| 4.3.4 | Prozessroute optimieren..... | 64 |
| 4.3.5 | Dokumentieren | 65 |
| 4.4 | Einordnung der aufgestellten Methodik in Bezug auf die Entwicklungskriterien..... | 65 |
| 4.5 | Zwischenfazit für die Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten..... | 66 |
| 5 | Versuchseinrichtungen, Werkstoffe und Methoden | 67 |
| 5.1 | Versuchseinrichtungen für die thermomechanischen Prozessketten | 67 |
| 5.1.1 | Umformmaschinen und Werkzeuge | 67 |
| 5.1.2 | Temperaturführung während der Umformung | 69 |
| 5.1.3 | Wärmebehandlung | 70 |
| 5.2 | Verwendete Werkstoffe | 70 |
| 5.2.1 | Titanlegierung Ti-6Al-4V ELI | 71 |

| | |
|---|------------|
| 5.2.2 Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr | 72 |
| 5.3 Versuchseinrichtungen für die Werkstoffanalytik..... | 73 |
| 5.3.1 Werkstoffkennwerte..... | 73 |
| 5.3.2 Mikrostruktur..... | 74 |
| 5.4 Virtuelle Modellbildung | 76 |
| 6 Anwendungsfall 1: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr für Dentalimplantate | 77 |
| 6.1 Zielsetzung und Anforderungen | 78 |
| 6.2 Prozessrouten konzipieren | 78 |
| 6.2.1 Prozesse | 79 |
| 6.2.2 Prozessparameter | 80 |
| 6.2.3 Werkstoffeigenschaften | 81 |
| 6.2.4 Prozessketten kombinieren | 81 |
| 6.3 Prozessroute konkretisieren | 95 |
| 6.4 Prozessroute optimieren | 97 |
| 6.5 Fazit zum Anwendungsfall 1 | 101 |
| 7 Anwendungsfall 2: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr für die Osteosynthese | 104 |
| 7.1 Zielsetzung und Anforderungen | 104 |
| 7.2 Prozessrouten konzipieren | 106 |
| 7.2.1 Prozesse | 106 |
| 7.2.2 Prozessparameter | 108 |
| 7.2.3 Werkstoffeigenschaften | 108 |
| 7.2.4 Prozessketten kombinieren | 108 |
| 7.3 Prozessroute konkretisieren | 119 |
| 7.4 Prozessroute optimieren | 122 |
| 7.5 Fazit zum Anwendungsfall 2 | 123 |

| | |
|--|------------|
| 8 Anwendungstransfer: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-6Al-4V ELI | 125 |
| 8.1 Zielsetzung und Anforderungen | 125 |
| 8.2 Prozessrouten konzipieren | 126 |
| 8.2.1 Prozesse..... | 126 |
| 8.2.2 Prozessparameter | 126 |
| 8.2.3 Werkstoffeigenschaften | 126 |
| 8.2.4 Prozesskette kombinieren | 127 |
| 8.3 Prozessroute konkretisieren | 130 |
| 8.4 Fazit zum Anwendungstransfer | 132 |
| 9 Zusammenfassung und Ausblick | 133 |
| 10 Literaturverzeichnis | 137 |
| Anhang | 154 |
| A1. Analytische Modelle | 154 |
| A2. Material- und Werkzeugmodelle | 156 |
| A3. Werkstoffbenchmark | 157 |
| A4. Frontloading-Ansatz für Energieeffizienz in der Umformtechnik | 158 |

Formelzeichen und Abkürzungen

Formelzeichen, lateinische Buchstaben

| Zeichen | Einheit | Bedeutung |
|--------------------|-------------------|---|
| A | - | Bruchdehnung |
| A ₀ | mm ² | Ausgangsfläche |
| A _g | - | Gleichmaßdehnung |
| C _{therm} | J/(kgK) | Wärmekapazitätsmatrix |
| D _{mech} | kg/s | Dämpfungsmatrix |
| E | GPa | Elastizitätsmodul |
| F | N | Kraft |
| F _{ext} | N | externe Kraft |
| F _n | N | Normalkraft |
| F _R | N | Reibkraft |
| G | GPa | Gleitmodul |
| HV | N/mm ² | Vickers-Härte |
| K _{mech} | N/m | Steifigkeitsmatrix |
| M _{mech} | kg | Massenmatrix |
| Q | W | Wärme |
| R _e | MPa | Streckgrenze |
| R _m | MPa | Zugfestigkeit |
| T | °C | Temperatur |
| T _β | °C | β-Transustemperatur |
| T _m | °C | Schmelztemperatur |
| a | nm | Gitterkonstante, Kantenlänge der Elementarzelle |
| l | mm | Länge |
| d | mm | Durchmesser |
| d ₀ | µm | Korngröße vor der Kornfeinung |
| d ₁ | µm | Korngröße nach der Kornfeinung |
| c _p | J/(kgK) | spezifische Wärmekapazität |
| e | - | Eulersche Zahl |
| f | Hz | Frequenz |
| k | MPa√m | Hall-Petch-Konstante |
| n | - | Verfestigungsexponent |

| | | |
|---|--------|-------------------------|
| p | Pa | Druck |
| r | mm | Radius |
| t | s | Zeit |
| v | mm/min | Vorschubgeschwindigkeit |

Formelzeichen, griechische Buchstaben

| Zeichen | Einheit | Bedeutung |
|---------------------------------|-------------------|--|
| α | 1/K | Wärmeausdehnungskoeffizient |
| α | - | Tieftemperaturphase, hexagonal |
| α' | - | α' - Martensit, hexagonal |
| α'' | - | α'' - Martensit, orthorhombisch |
| α_{einlauf} | Grad | Einlaufwinkel des Umformwerkzeugs |
| α_{flanke} | Grad | Flankenwinkel des Umformwerkzeugs |
| β | - | Hochtemperaturphase, kubisch raumzentriert |
| ω | - | Tieftemperaturphase, hexagonal |
| γ | - | Scherdehnung |
| ε | - | Dehnung |
| ε_a | - | analytische Vergleichsdehnung |
| ε_n | - | numerische Vergleichsdehnung |
| $\Delta\varepsilon_{\text{pl}}$ | - | Unterschied der plastischen Dehnung |
| $\varepsilon_{\text{therm}}$ | - | (thermischer) Emissionskoeffizient |
| η | - | Wirkungsgrad |
| μ | - | Reibkoeffizient |
| ν | - | Querkontraktionszahl |
| π | - | Kreiszahl |
| λ_{therm} | W/(mk) | (thermische) Wärmeleitfähigkeit |
| σ | MPa | Spannung |
| σ_N | N/mm ² | Kontaktnormalspannung |
| φ | - | Umformgrad |
| $\dot{\varphi}$ | 1/s | Umformrate |

Abkürzungen

| Abkürzung | Bedeutung |
|------------------|--|
| 2D | Zweidimensional |
| 3D | Dreidimensional |
| AC | engl. air cooling, Luftabkühlung |
| Al | Aluminium |
| ARB | Accumulative-Roll-Bonding |
| AR | engl. as received, wie erhalten |
| ASTM | engl. American Society for Testing and Materials, amerikanische Standardisierungsorganisation |
| C | Kohlenstoff |
| CP | engl. commercially pure, handelsüblich rein |
| CFU | engl. colony-forming unit, Zellzahl |
| CAD | Computer-Aided-Design |
| CAE | Computer-Aided-Engineering |
| DIN | Deutsches Institut für Normung |
| ECAP | Equal-Channel-Angular-Pressing |
| ECAS | Equal-Channel-Angular-Swaging |
| E-Modul | Elastizitätsmodul |
| EN | Europäische Norm |
| ELI | engl. extra low interstitial elements, Titanlegierung mit reduziertem Anteil an Verunreinigungen |
| FC | engl. furnace cooling, Ofenabkühlung |
| FEM | Finite-Elemente-Methode |
| hdp | hexagonal-dichteste Kugelpackung |
| HMP | Heinrich Müller Pforzheim |
| HPT | High-Pressure-Torsion |
| HV | Härteprüfverfahren nach Vickers |
| HV1 | Härteprüfverfahren nach Vickers mit einer Prüfkraft von 1 kN |
| HV10 | Härteprüfverfahren nach Vickers mit einer Prüfkraft von 10 kN |
| ISO | International Organization for Standardization |
| IfW | Institut für Werkstoffe, Technische Universität Braunschweig |
| kfz | kubisch-flächenzentriert |

| | |
|-----------|---|
| ISO | engl. International Organization for Standardization, Internationale Organisation für Normung |
| krz | kubisch-raumzentriert |
| N | Stickstoff |
| NanoTNZ | Nanostruktuierte Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr |
| Nb | Niob |
| O | Sauerstoff |
| OT | oberer Totpunkt |
| PtU | Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen, Technische Universität Darmstadt |
| REM | Rasterelektronenmikroskop |
| SPD | Severe-Plastic-Deformation |
| Ti | Titan |
| Ti-64 ELI | Titanlegierung Ti-6Al-4V extra low interstitial elements |
| TNZ | Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr |
| TU | Technische Universität |
| UFG | engl. ultrafine grained, ultrafeinkörnig |
| UT | unterer Totpunkt |
| VDI | Verein Deutscher Ingenieure |
| VAR | Vacuum Arc Remelting |
| V | Vanadium |
| vgl. | vergleiche |
| WQ | engl. water quenching, Wasserabschreckung |
| Zr | Zirkonium |

1 Einleitung

Die steigende Lebenserwartung und die damit einhergehende alternde Gesellschaft stellen eine der größten Herausforderungen des 21. Jahrhunderts dar. Dieser demografische Wandel führt zu einem erhöhten Bedarf an medizinischen Implantaten und Prothesen, um unsere Mobilität und Lebensqualität auch im hohen Alter zu erhalten [RIC16].

Gleichzeitig nehmen multiresistente Keime und Antibiotikaresistenzen weltweit zu [TAG22]. Die Weltgesundheitsorganisation WHO warnt gar vor einem *post-antibiotischen Zeitalter*, in der Antibiotika zur Infektionstherapie nicht mehr wirken. Selbst kleine Infektionen können somit zu lebensbedrohlichen Zuständen führen [REA14]. Die antimikrobielle Resistenz ist damit eine der größten globalen Gesundheitsbedrohungen für die Menschheit [WHO22]. Die Suche nach alternativen Therapiemöglichkeiten und antibakteriell wirkenden Werkstoffen für medizinische Implantate ist daher dringend erforderlich [BAN22].

Allein in Deutschland werden pro Jahr rund 1,3 Mio. Dentalimplantate, 160.000 Knieimplantate, 210.000 Hüftimplantate und 350.000 Knochenplatten mit einem Marktvolumen von 6 Mrd. Euro eingesetzt [GKV20].

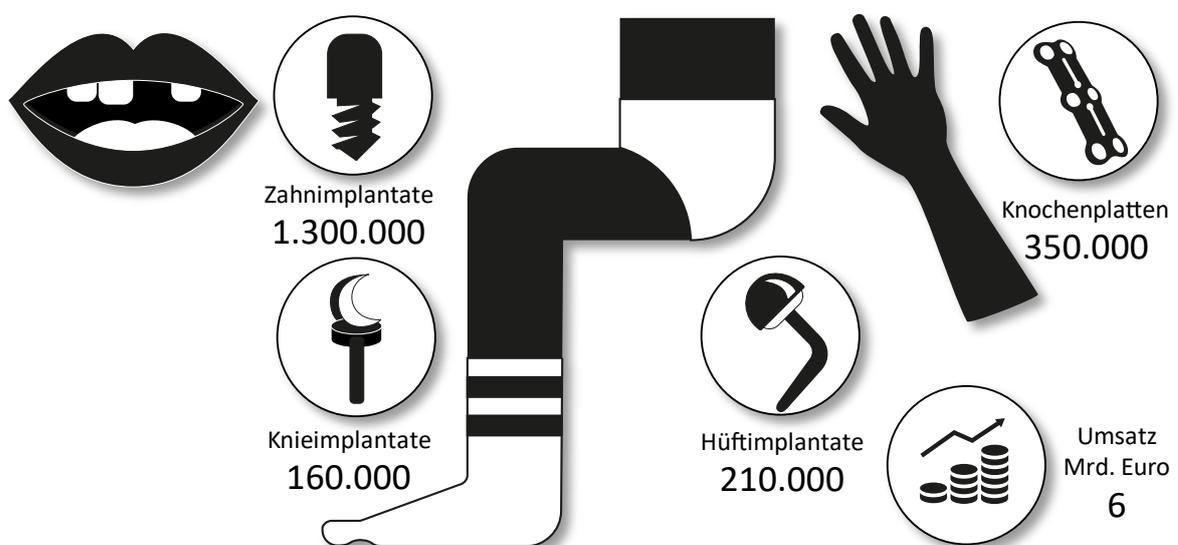


Abbildung 1: Kennzahlen zu Implantationen in Deutschland pro Jahr aus [GKV20]

Mit den konventionellen Implantatsystemen gehen bisher ungelöste Probleme einher, die insbesondere Infektionen und Entzündungen, Knochenrückgang, Implantatbrüche und Implantatlockerungen betreffen. Innerhalb der ersten zehn Jahre kommt es beispielsweise bei acht Prozent der mit Dentalimplantaten versorgten Patient:innen zu Implantatverlusten [DER16]. Etwa zwei Prozent der Gelenkersatzoperationen (wie Hüft- und Knieimplantate) werden von einer Infektion begleitet [SPI23]. Bei diesen Fällen liegt die Mortalitätsrate bei etwa 30 bis 40 Prozent [SLI18]. Dies bedeutet nicht nur eine gravierende Beeinträchtigung der Lebensqualität, sondern hat durch Folge- und Behandlungskosten auch eine große ökonomische Bedeutung für unser Gesundheitssystem [RIC16].

Bisherige Implantatsysteme bestehen aufgrund hoher Anforderungen an Korrosionsbeständigkeit, Wechselfestigkeit und Biokompatibilität meist aus Titanwerkstoffen [DWI24]. Um die Festigkeit zu erhöhen, werden Legierungselemente wie Aluminium und Vanadium eingesetzt, die aber für die Anwendung in der Medizin wegen toxischer Unverträglichkeiten als kritisch eingestuft werden [MÜL08]. Außerdem ist der Einsatz dieser Legierungen für Implantate wegen der vergleichsweise hohen Elastizitätsmoduln problematisch, da es an den Kontaktstellen zwischen Implantat und Knochenmaterial zu Knochenabbau und zu einer Lockerung der Implantate kommen kann [GEE09].

Nanostrukturierte Titanlegierungen sind ein vielversprechender Lösungsansatz, da sie aufgrund ihrer einzigartigen Eigenschaften eine verbesserte Biokompatibilität aufweisen und das Risiko von Infektionen reduzieren können [BRI22]. Darüber hinaus können optimierte Werkstoffeigenschaften wie Festigkeit, Duktilität und Korrosionsbeständigkeit eingestellt werden, die den Anforderungen des menschlichen Körpers besser als jedes andere Implantatmaterial entsprechen [MIS14]. Die nanostrukturierten Oberflächen regen Wechselwirkungen zwischen dem Implantat und den umliegenden Körperzellen an. Dies führt zu einer verbesserten Knocheneinheilung, da die Knochenzellen an das Implantat heranwachsen. Es kommt zu einem direkten strukturellen Verbund zwischen der Oberfläche des Implantats und des Knochenmaterials [KIM07]. Außerdem kann die Steifigkeit des Implantats an den Knochen angepasst werden, so dass Implantatverluste und biologische

Abstoßungsmechanismen aufgrund unterschiedlicher mechanischer Eigenschaften vorgebeugt werden kann [BRU19].

Obwohl die Herstellung von nanostrukturierten Titanlegierungen im Labormaßstab und deren Eigenschaften in einigen Forschungsarbeiten bereits nachgewiesen wurde, steht eine Übertragbarkeit auf die semi-industrielle¹ Produktion zur Versorgung möglichst vieler Patient:innen noch aus [MIS14]. Denn die Herstellung der nanokristallinen Struktur erfordert eine komplexe Prozessführung, was die Skalierbarkeit bisheriger Herstellungsverfahren limitiert [HEL08], [SEG18].

Aufgrund der dringenden Notwendigkeit langlebiger und infektionsarmer Implantate und der bestehenden Forschungslücke zur semi-industriellen Produktion der dafür notwendigen nanostrukturierten Titanhalbzeuge, beschäftigt sich die hier vorliegende Arbeit mit der Nanostrukturierung von Titanlegierungen durch thermomechanische Prozessketten. Es wird eine Methodik für deren Auslegung aufgestellt und die Anwendung für die Medizintechnik aufgezeigt.

Der Aufbau dieser Arbeit beginnt mit den Grundlagen im Stand der Technik (Kapitel 2). Dazu werden die Eigenschaften von Titan und Titanlegierungen erläutert, die Kristallgitter der einzelnen Titanphasen systematisch aufgearbeitet und auf die speziellen Anforderungen in der Medizintechnik eingegangen. Außerdem werden thermomechanische Prozessketten mit dem Schwerpunkt der umformtechnischen Herstellung von ultra-feinkörnigen Gefügen betrachtet.

Das Kapitel 3 erläutert die Forschungsfragen und Vorgehensweisen. In Kapitel 4 wird eine Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten aufgestellt. Darüber hinaus soll das in Kapitel 4.1 aufgestellte Spannungsfeld der multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen das Prozessverständnis stärken und Wirkzusammenhänge aufdecken. Das Kapitel 5 beschäftigt sich mit den Versuchseinrichtungen und Werkstoffen, die für die Untersuchungen verwendet werden.

¹ Der Begriff semi-industrielle Produktion bezeichnet in dieser Arbeit die Durchführung von Produktionsprozessen unter Bedingungen, die zwischen rein wissenschaftlicher Forschung und vollständig industrieller Produktion liegen. Ziel ist es, Skalierungseffekte zu untersuchen und den Übergang von der reinen Forschung zur kommerziellen Produktion zu erleichtern.

In den Kapiteln 6 und 7 wird die Methodik auf eine Titanlegierung der zweiten Generation (Ti-13Nb-13Zr) zur Herstellung von nanostrukturiertem Rundmaterial für Dentalimplantate und von Flachmaterial für Knochenplatten in der Osteosynthese angewendet. In Kapitel 8 erfolgt der Anwendungstransfer auf eine Titanlegierung der ersten Generation (Ti-6Al-4V ELI). Anhand der Anwendungsfälle werden die Wechselbeziehungen zwischen den Prozessparametern und den Werkstoffeigenschaften untersucht und die Herausforderungen bei der Nanostrukturierung sowie deren Lösungswege aufgezeigt.

Die vorliegende Arbeit schließt mit einer Zusammenfassung in Kapitel 9 ab und eröffnet den weiteren Forschungsbedarf in der Auslegung thermomechanischer Prozessketten für nanostrukturierte Titanlegierungen.

2 Stand der Technik

In diesem Kapitel werden die für diese Forschungsarbeit notwendigen Grundlagen erarbeitet. Zunächst werden die werkstoffwissenschaftlichen Aspekte von Metallen, insbesondere von Titan und Titanlegierungen und deren Einsatz in der Medizintechnik, erläutert. Anschließend erfolgt die Darstellung von thermomechanischen Prozessketten mit dem Schwerpunkt auf der Herstellung von ultra-feinkörnigen Gefügen. Das Kapitel wird mit den Grundlagen zur methodischen Entwicklung technischer Systeme und Prozesse abgeschlossen.

2.1 Metallische Werkstoffe

Die Werkstoffkunde ist die wissenschaftliche Basis für die Beobachtungen und Analysen der zu erforschenden thermomechanischen Prozessketten. Daher werden nun die Eigenschaften und der Aufbau metallischer Werkstoffe sowie deren Formänderung erläutert.

2.1.1 Eigenschaften metallischer Werkstoffe

Metallische Werkstoffe können sich nicht nur elastisch (reversibel) sondern auch plastisch (irreversibel) verformen. Die Umformbarkeit bezeichnet hierbei den Zusammenhang zwischen der Beanspruchung und der Formänderung eines Werkstücks. Die Umformbarkeit basiert auf der kristallinen Struktur der Metalle, die eine Verschiebung kleinster Werkstoffschichten ermöglicht. Der Zusammenhang zwischen der Spannung σ und der Dehnung ε eines Werkstücks lässt sich in einem Spannungs-Dehnungs-Diagramm auftragen. Dieses gibt die charakteristischen Eigenschaften für die Werkstoffe an. In der Abbildung 2 ist ein schematisches Spannungs-Dehnungsdiagramm dargestellt. Zur Ermittlung der Daten werden Werkstoffproben in eine Prüfmaschine eingespannt und belastet. Die Probe weist zuerst ein linear-elastisches Verhalten bis zur Streckgrenze R_e auf. Da einige Werkstoffe, wie bspw. Titanlegierungen, keine ausgeprägte Streckgrenze haben, kann die

Dehngrenze $R_{p0,2}$ bei 0,2 % plastischer Dehnung bestimmt werden [LEY10]. Es folgt das plastische Formänderungsverhalten mit der Gleichmaßdehnung A_g bis zur Zugfestigkeit R_m . Ab hier ist eine Einschnürung der Probe festzustellen, was zum Materialversagen in Form eines Bruches mit der Bruchdehnung A führt. [DOE16]

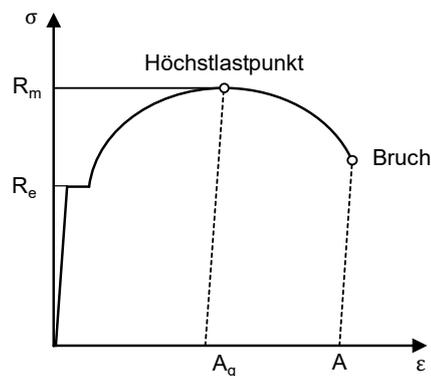


Abbildung 2: Technisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm nach [DOE16]

Die Spannung σ ist als Kraft F pro Ausgangsfläche A_0 und die Dehnung ε als Längenänderung Δl pro Ausgangslänge l_0 definiert. [ROO22]

$$\sigma = \frac{F}{A_0} \quad ; \quad \varepsilon = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (2-1)$$

Im elastischen Bereich gilt der Zusammenhang zwischen der Spannung σ und der Dehnung ε über den Elastizitätsmodul E . [ROO22]

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (2-2)$$

Die Zugfestigkeit R_m ist die maximale mechanische Zugspannung, die ein Werkstoff bis zur Einschnürung aushält und lässt sich aus der Kraft F_m sowie der Ausgangsquerschnittsfläche A_0 berechnen. [ROO22]

$$R_m = \frac{F_m}{A_0} \quad (2-3)$$

Die genannten Kennwerte können zum Vergleich von Werkstoffen und deren Zuständen herangezogen werden.

2.1.2 Aufbau metallischer Werkstoffe

Um das Werkstoffverhalten zu verstehen, ist eine Betrachtung des Werkstoffaufbaus notwendig. Metalle, zu denen auch die Titanlegierungen

gehören, sind unter normalen Erstarrungsbedingungen aus regelmäßigen Atomgittern aufgebaut, wobei verschiedene Atomkonfigurationen (Stapelfolgen) innerhalb der Gitter existieren können. Zur Beschreibung der Kristallstruktur von Metallen werden Elementarzellen als kleinstmögliche Einheiten verwendet, die sich in alle drei Raumrichtungen periodisch fortsetzen und so zu einer vollständigen, makroskopischen Gitterstruktur führen. Die Atomabstände in den drei Raumrichtungen werden als Gitterkonstanten bezeichnet. Je nach Symmetrie der Elementarzellen genügen zur Beschreibung eine (a) oder zwei (a, c) Gitterkonstanten. [BAR22]

Die in dieser Arbeit verwendeten Metalle kristallisieren in kubischen und hexagonalen Kristallsystemen. Bei den kubischen Kristallen wird zwischen kubisch-flächenzentrierten (kfz) und kubisch-raumzentrierten (krz) Kristallsystemen unterschieden. Darüber hinaus existieren hexagonal-dichteste Kugelpackungen (hdp). Diese Elementarzellen haben unterschiedliche Eigenschaften. Diese können beispielsweise bei Metallen wie Titan oder Stahl durch eine Wärmebehandlung und deren Werkstoffbestandteile eingestellt werden. Mit dieser Gefügeumwandlung kann auch die Zugfestigkeit beeinflusst werden. [DOE16]

In Abbildung 3 ist der Aufbau von Metallen dargestellt. Die Elementarzellen (A) mit den Gitterkonstanten a und c können als kfz, krz oder hdp auftreten. Zusammen bilden sie in einem idealisierten Kristallaufbau das Kristallgitter (B). Der reale Kristallaufbau fügt sich zu einer räumliche Kornstruktur zusammen (C). Wird diese räumliche Kornstruktur in einer Schnittebene getrennt, so lässt sich die zweidimensionale Struktur des realen Gefüges betrachten. Zur Analyse des realen Gefüges eignen sich Gefügebilder (D), auf denen die einzelnen Körner mit ihren Korngrenzen zu sehen sind. Es lassen sich darüber Rückschlüsse auf die Bestandteile des Werkstoffs, die Korngröße und das Werkstoffverhalten unter einer Beanspruchung ziehen. [BAR22]

Eisen ist beispielsweise allotrop, das heißt es nimmt temperaturabhängig verschiedene Gitterstrukturen ein. In einem Temperaturbereich unter 911 °C weist es ein krz-Gitter und oberhalb von 911 °C ein kfz-Gitter auf. Titan ist ebenfalls allotrop und besteht in einem Temperaturbereich unter 882 °C aus einem hdp-Gitter und darüber aus einem krz-Gitter. [KLO17]

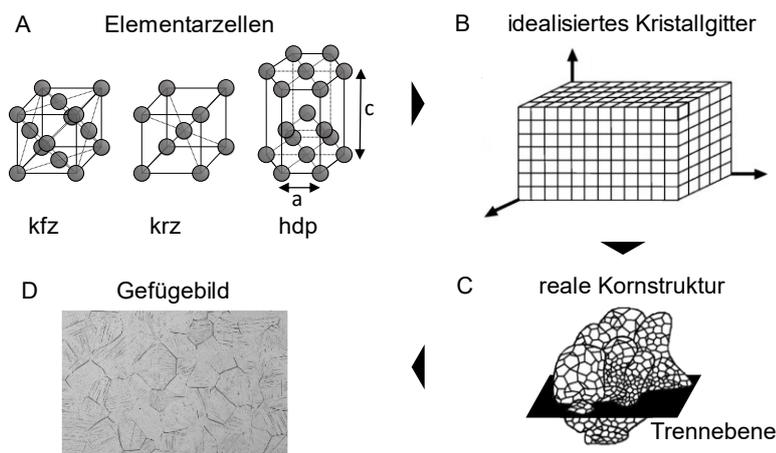


Abbildung 3: Werkstoffaufbau mit Elementarzellen (A), Kristallgitter (B), räumliche Kornstruktur (C) und Gefügebild (D) nach [KLO17]

Da die Erstarrung eines Metalls aus der Schmelze normalerweise an mehreren Stellen beginnt (eine Ausnahme ist die Einkristallherstellung), wachsen die periodischen Gitter mit regelmäßiger Atomanordnung als Körner in unterschiedliche Richtungen und stoßen aneinander. An diesen Stellen ist das regelmäßige Kristallgitter gestört, was als Korngrenze bezeichnet wird. Die mikroskopische Ausprägung der Gesamtanordnung wird als Gefüge bezeichnet. Sollten im Gefüge Bereiche mit unterschiedlichen Kristallgittern vorliegen, werden diese als Phasen bezeichnet. Anderenfalls ist das Gefüge einphasig. Ein Gefüge besteht also aus Körnern, Phasen, sowie Korn- und ggf. Phasengrenzen. [BAR22]

Um den technischen Anforderungen wie eine hohe Festigkeit und eine gute Korrosionsbeständigkeit zu genügen, bestehen Werkstoffe in der Regel aus mehreren Elementen und ihren Mikrostrukturen [WEI18]. Diese mehrphasigen Werkstoffe bestehen aus zwei oder mehreren verschiedenen Legierungskomponenten, die jeweils unterschiedliche mechanische, thermische oder chemische Eigenschaften aufweisen. Die Zusammensetzung der Mischphasen kann in Gewichtsprozent (Gew.-%, vgl. Kapitel 5.2) angegeben werden. Die Phasen sind von Zustandsgrößen wie dem Druck und der Temperatur sowie der Konzentration der Elemente abhängig. Die Phasenverteilung kann sowohl gleichmäßig als auch ungleichmäßig sein, was zu einer heterogenen Mikrostruktur führt [HOR19]. An den Grenzflächen zwischen den Phasen können sich Defekte und Grenzstrukturen ausbilden,

welche die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs beeinflussen. Mehrphasige Werkstoffe können ihren Zustand durch die Diffusion von Atomen in Abhängigkeit von der Zeit und der Temperatur verändern. Dies kann beispielsweise durch Korngrenzen- und Zwischengitterdiffusion erfolgen, welche durch Wärmebehandlungen aktiviert werden können (vgl. Kapitel 2.4.1). [BAR22]

Der erörterte Aufbau metallischer Werkstoffe lässt im nächsten Abschnitt Rückschlüsse auf die Formänderung zu.

2.1.3 Formänderung metallischer Werkstoffe

Mit dem kristallinen Gefügebau lässt sich das Werkstoffverhalten im zuvor dargestellten Spannungs-Dehnungs-Diagramm erläutern. Im linear-elastischen Bereich kommt es zu einer elastischen, reversiblen Formänderung. Das Kristallgitter wird hierbei elastisch geschert. Es gilt ein linearer Zusammenhang zwischen der Schubspannung τ und der Verschiebung γ über den Gleitmodul G . [DOE16]

$$\tau = \gamma \cdot G \quad (2-4)$$

Für die irreversible, plastische Formänderung sind Versetzungen als eindimensionale Gitterbaufehler in der Kristallstruktur bedeutsam. Es wird zwischen Stufen- und Schraubenversetzungen unterschieden, wobei in realen Kristallen oft Mischformen auftreten. Die Bewegung von Versetzungen bzw. die Versetzungswanderung durch den Kristall erfordert weniger Energie als die gleichzeitige Verschiebung ganzer Atomebenen. Diese Versetzungswanderung erfolgt bevorzugt entlang bestimmter Ebenen und Richtungen des Kristallgitters, den Gleitebenen und Gleitrichtungen, die zusammen ein Gleitsystem bilden. Die Gleitebenen sind die am dichtesten mit Atomen besetzten Ebenen innerhalb einer Elementarzelle. In diesen Ebenen sind die zwischenatomaren Bindungskräfte am geringsten. [DOE16]

Die Versetzungswanderung beginnt zuerst in der Ebene, in der die resultierende Schubspannung am größten ist. Die günstigste Orientierung für die Gleitebenen verläuft nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz im Zugversuch in einem Winkel von 45° . Die Gitterstrukturen weisen unterschiedliche Gleitsysteme auf. So sind im kfz-Gitter mit vier Gleitebenen und drei

Gleitrichtungen insgesamt zwölf Gleitsysteme und im krz-Gitter ebenfalls zwölf Gleitsysteme mit sechs Gleitebenen und zwei Gleitrichtungen vorhanden. Das hdp-Gitter verfügt lediglich über drei Gleitsysteme, weshalb hier eine größere Umformarbeit aufgebracht werden muss. Durch große Schubspannungen kann außerdem ein Teil des Gitters in eine spiegelbildliche Lage überführt werden. Diese Zwillingsbildung erfolgt vorwiegend bei hdp- und krz-Gittern, wenn niedrige Temperaturen und hohe Umformgeschwindigkeiten vorliegen. Die Abbildung 4 zeigt die elastische (A) und plastische Verformung (B, C) eines Gitters durch die Schubspannung τ und der elastischen Verformung γ . [KLO17]

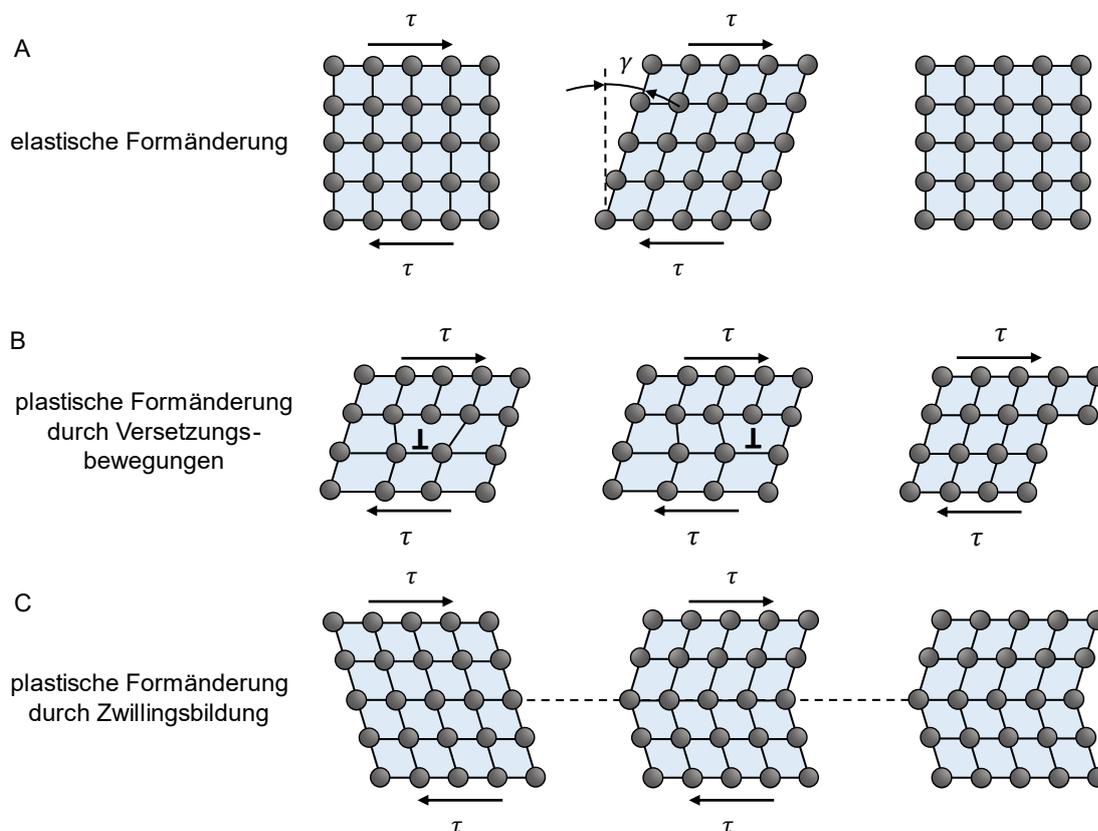


Abbildung 4: elastische und plastische Verformung des Kristallgitters und Versetzungsbewegung nach [KLO17]

Die Idealkristalle unterscheiden sich von den technisch verfügbaren Realkristallen. Diese haben Gitterfehler, wie in der Abbildung 5 dargestellt. Die Gitterfehler entstehen entweder gezielt beim Legieren von Metallen durch die Einlagerung von Fremdatomen oder ungewollt bei der Erstarrung aus der Schmelze und während der Umformung. Die Gitterfehler beeinflussen die Eigenschaften des Werkstoffs. Es wird zwischen punktförmigen, linienförmigen,

flächenhaften und räumlichen Gitterfehlern unterschieden. Die punktförmigen Gitterfehler sind nulldimensional und sind Einlagerungs- oder Substitutionsatome. Linienförmigen Gitterfehler sind die zuvor diskutierten Versetzungen. Die flächenhaften Gitterfehler sind zweidimensional und entstehen an Korngrenzen. Die räumlichen Gitterfehler sind dreidimensional und sind Leerstellen. [BAR22]

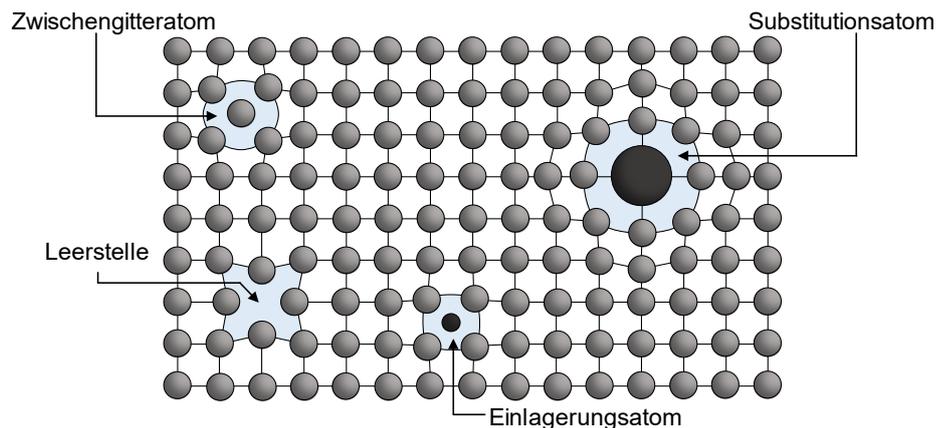


Abbildung 5: Gitterfehler nach [BAR22]

Im linear-elastischen Bereich beginnt die Versetzungsbewegung nach Überschreiten der Streckgrenze, die den Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich markiert. Im plastischen Bereich ist eine Kaltverfestigung des Materials festzustellen, was auf das Schneiden und die gegenseitige Behinderung von Versetzungen zurückzuführen ist. Die weitere Umformung ist nur über ungünstiger orientierte Gleitebenen bei höherem Spannungsbedarf möglich. Die Abbildung 6 zeigt diesen Zusammenhang. [BAR22]

Die Werkstoffkennwerte sind somit vom Umformgrad abhängig. So erhöhen sich die Dehngrenze R_e und die Zugfestigkeit R_m mit zunehmender Formänderung, die Bruchdehnung A verringert sich hingegen. [KUG09]

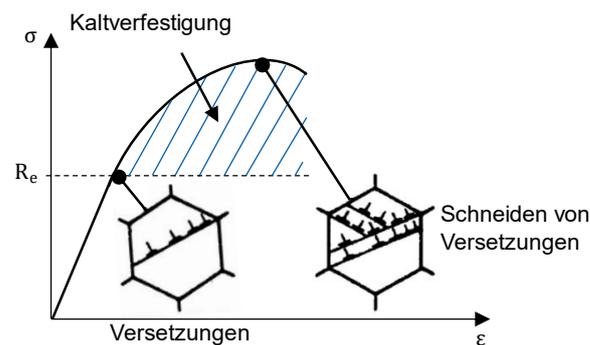


Abbildung 6: Kaltverfestigung in Anlehnung an [BAR22]

Ein weiterer Kennwert ist der Umformgrad. Bei der Umformung eines Körpers wird die Änderung eines Körpermaßes auf das augenblickliche Maß des Körpers bezogen. Es gilt dann für eine Höhenänderung des Körpers von h_0 zu h_1 der Umformgrad: [DOE16]

$$\varphi_h = \ln \frac{h_1}{h_0} \quad (2-5)$$

Der Gesamtumformgrad φ_{ges} lässt sich abhängig von der Anzahl der Umformstufen n berechnen:

$$\varphi_{\text{ges}} = \sum_{i=1}^n \varphi_i \quad (2-6)$$

Die Summe der drei Hauptformänderungen φ_1 , φ_2 und φ_3 in Richtung der Hauptachsen ist wegen der Volumenkonstanz null. Die Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}$ ist die zeitliche Differentiation des Umformgrads φ und ist definiert als:

$$\dot{\varphi} = \frac{d\varphi}{dt} \quad (2-7)$$

Um eine Aussage über die Bedingungen zur Ausbildung der Gleitebenen treffen zu können, gibt es Fließhypothesen. Diese Hypothesen der Plastizitätstheorie besagen, dass der Eintritt des plastischen Fließens nur vom Spannungszustand abhängig ist und dass die plastische Verformung unter Volumenkonstanz stattfindet. Eine Fließbedingung ist die Schubspannungshypothese nach Tresca-Mohr, die besagt, dass Fließen eintritt, wenn die größte Schubspannung τ_{max} eine kritische Schubfließspannung τ_f des Werkstoffs erreicht. [KLO17]

$$\tau_{\max} = \tau_f \quad (2-8)$$

Im Mohr'schen Spannungskreis ergibt sich die Schubspannung τ aus der maximalen Hauptspannung σ_1 und der minimalen Hauptspannung σ_3 und erreicht bei einem Winkel von $\beta = 45^\circ$ ein Maximum (vgl. dazu auch die Gleitvorgänge unter 45° in Abbildung 7).

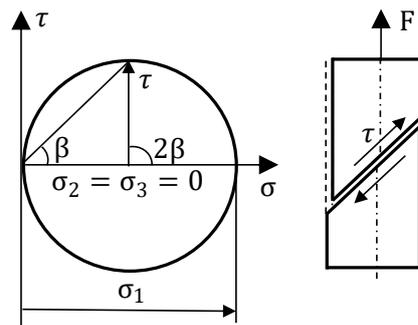


Abbildung 7: Schubspannungshypothese nach [KLO17]

$$\tau = \frac{1}{2} (\sigma_1 - \sigma_3) \cdot \sin(2\beta) \quad (2-9)$$

Die Formänderung mehrphasiger Werkstoffe unterscheidet sich von der in einphasigen Werkstoffen aufgrund der komplexen Mikrostruktur. Die Phasen können richtungsabhängige, unterschiedliche mechanische Eigenschaften aufweisen, was zu einer anisotropen Verformung und zu lokalen Spannungskonzentrationen führt [HOR19]. Bei einer hohen Verformung können zudem Phasentransformationen auftreten. Dies kann zu einer Änderung der Mikrostruktur führen und damit die Werkstoffeigenschaften beeinflussen. Die Formänderung ist insbesondere von Prozessparametern wie der Temperatur abhängig, welche die Aktivierung von Verformungsmechanismen und Phasenumwandlungen beeinflusst. Zudem spielen lokale Spannungs- und Verformungsgradienten eine Rolle, da sie eine inhomogene Verformung und die Bildung lokaler Deformationsstrukturen bedingen. [BAR22]

Nachdem nun die notwendigen Grundlagen metallischer Werkstoffe bekannt sind, wird im nächsten Kapitel auf den Werkstoff Titan und Titanlegierungen eingegangen.

2.2 Titan und Titanlegierungen

Titan ist das vierthäufigste Metall in der Erdkruste und wird den Nichteisenmetallen zugeordnet. In der Natur liegt es zunächst als eisenhaltiges Erz (Rutil, Anatas, Ilmenit) vor, welches hauptsächlich in den USA, Kanada und Australien abgebaut wird. Titan und Titanlegierungen weisen zwar herausragende Werkstoffeigenschaften wie eine hohe Zugfestigkeit bei geringer Dichte auf, sind jedoch im Vergleich zu Stahl oder Aluminium mit hohen Materialkosten verbunden, die auf den aufwändigen Herstellprozessen beruhen. Titan ist antimagnetisch und ist ein sehr schlechter Wärmeleiter mit geringer thermischer Ausdehnung. Der ursprünglich hauptsächlich in der Hochtechnologie eingesetzte Werkstoff besetzt heute immer mehr Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt, als biokompatibler Werkstoff in der Medizin, in der Kraftwerkstechnik und Chemie sowie in der Umwelttechnologie. [PET10]

2.2.1 Herstellung

Seit den frühen 1950er Jahren kann aus Erzen wirtschaftlich und qualitativ hochwertiges Titan hergestellt werden. Je nach technischer Anwendung ist das Produkt reines Titan oder eine Titanlegierung. Reintitan setzt sich aus über 99,2 % Titan und den Begleitelementen Sauerstoff, Kohlenstoff und Eisen zusammen. Die Titanlegierungen bestehen hauptsächlich aus Titan und den Zusätzen Aluminium, Vanadium, Zinn, Chrom oder Zirkonium. [ROO22]

Das meistverwendete Verfahren zur Gewinnung von Titan ist der von William Justin Kroll im Jahr 1940 erfundene Kroll-Prozess. Zunächst werden titanhaltige Erze mechanisch zu einem Pulver zermahlen und mit Wasser aufgeschwemmt, um die schwereren Erzanteile von den leichteren Titanoxiden zu trennen. Nach dieser Aufbereitung weist das Erz einen Titanoxidanteil von über 40 % auf. Danach wird das gereinigte Erz mit Koks vermischt und bei 800 °C bis 1000 °C in einem Ofen unter Chlor in Titan-tetrachlorid umgewandelt. Das Titanoxid TiO_2 reagiert mit dem Kohlenstoff C und dem Chlor Cl_2 zu Titan-tetrachlorid TiCl_4 und zu Kohlendioxid CO_2 . Nun wird das Titan-tetrachlorid in einem Kondensator verfestigt. Das metallische Titan Ti wird in einer Schutzgasatmosphäre durch Reduktion aus Titanchlorid mit Magnesium Mg oder Natrium Na gewonnen. Bei

Temperaturen zwischen 850 °C und 1000 °C wandelt sich das Titantetrachlorid in einer exothermen Reaktion zu Titanschwamm um. [LEY10]

Dieser Titanschwamm wird in einem Vakuumlichtbogenofen (Vacuum Arc Remelting, kurz VAR) zu einem kompakten, für die Weiterverarbeitung geeigneten Werkstoffzustand in Form von Brammen und Blöcken (Ingots) umgeschmolzen. Bei diesem Prozess können gezielt Legierungselemente hinzugegeben werden, um spezielle Werkstoffeigenschaften einzustellen. Eine der in dieser Arbeit verwendete Legierung Ti-13Nb-13Zr wird auf dieser Herstellroute eigens zu Ingots geschmolzen. Die Schmelzverfahren ermöglichen überdies, Titanschrott zuzuführen und somit den Recyclinganteil zu erhöhen. Die Duktilität und Geometrie eines Titaningots genügen den Anforderungen für den technischen Einsatz meist nicht, so dass der Ingot durch Schmieden oder Walzen bearbeitet und mittels Wärmebehandlungen homogenisiert wird. [ROO22]

2.2.2 Reines Titan

Reines Titan ist silberweiß, duktil und gut umformbar. Unterhalb der sogenannten β -Transustemperatur T_β von 882 °C liegt das α -Titan in einer hexagonal-dichtesten Kugelpackung (hdp) vor, darüber ist das Gefüge im kubisch-raumzentrierten (krz) β -Titan (vgl. Abbildung 8). [BAR22]

Diese beiden Titangitter bzw. -phasen haben unterschiedliche Eigenschaften. Die β -Phase besitzt im Vergleich zur α -Phase eine geringere Duktilität aber auch eine geringere Festigkeit. Außerdem ist die Diffusionsgeschwindigkeit in der β -Phase höher als in der α -Phase, so dass Umwandlungsprozesse im Allgemeinen in der β -Phase schneller ablaufen. [LEY10]

Der Schmelzpunkt T_m liegt bei 1677 °C. In der technischen Anwendung wird reinem Titan herstellungsbedingt Eisen und Sauerstoff beigemischt. Geringste Mengen an Sauerstoff von unter 0,4 % können schon die Festigkeit bis auf das Doppelte steigern. Gleichzeitig verschlechtert sich aber die Verformbarkeit und das Korrosionsverhalten. Die technisch reinen Titanlegierungen (commercially pure, kurz CP) werden nach der Festigkeit in vier Stufen (Grade 1 bis Grade 4) eingeteilt. [ROO22]

Reines Titan ist chemisch gegenüber der Atmosphäre, dem Meerwasser und oxidierenden Säuren sehr resistent. Grund dafür ist eine dünne, sehr dichte Deckschicht aus Titandioxid TiO_2 , die das Metall vor Korrosion schützt und sich schon bei Raumtemperatur ausbildet. Bei Temperaturen über 535 °C zersetzt sich diese schützende Deckschicht und die Metalloberfläche korrodiert. [ROO22]

2.2.3 Titanlegierungen

In der technischen Anwendung sind Titanlegierungen häufiger vorzufinden als Reintitan. Die Legierungselemente werden nach ihrer Wirkung in neutrale, α -stabilisierende und β -stabilisierende Elemente unterteilt. Ziel ist es, das Gefüge für die entsprechende Anwendung zu optimieren. So lässt sich beispielsweise das krz-Gitter bei höheren Temperaturen wegen einer größeren Anzahl an Gleitsystemen besser als das hdp-Gitter umformen. [LEY10]

Die Abbildung 8 zeigt den Einfluss der Legierungselemente auf das Zustandsdiagramm der Titanlegierung. Ausgehend vom neutralen Zustand (A), hier wird u.a. der Legierungszusatz Zirkon Zr zur Verringerung des E-Moduls eingesetzt, lässt sich das α -Gebiet hin zu höheren Temperaturen durch die Elemente Aluminium Al, Sauerstoff O, Stickstoff N und Kohlenstoff C erweitern (B). Diese Elemente werden α -stabilisierend genannt. [JAE15]

Die β -stabilisierenden Elemente wie Molybdän Mo und Vanadium V senken hingegen die Umwandlungstemperatur bis unter 25 °C . Hier wird zwischen β -isomorphen (u.a. Vanadium V und Niob Nb) (C) und β -eutektoiden Elementen (D) unterschieden. Die β -isomorphen Elemente bilden Mischkristalle mit Titan und die β -eutektoiden Elemente bilden intermetallische Phasen. [ROO22]

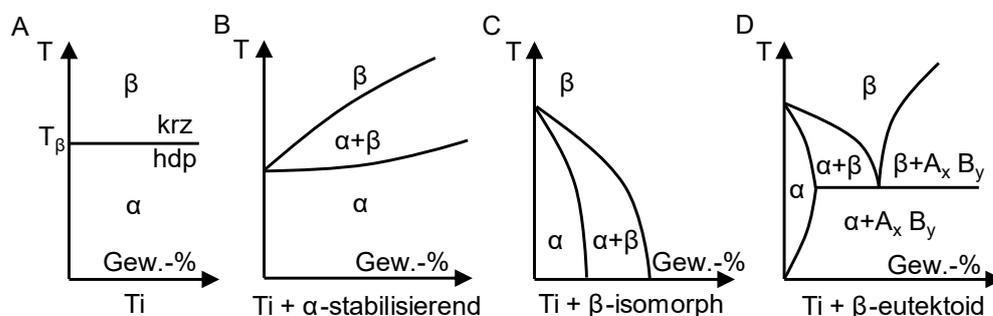


Abbildung 8: Zustandsdiagramme von Ti-Legierungen in Anlehnung an [ROO22]

In den folgenden Abschnitten werden die α - und β - sowie die $\alpha+\beta$ -Titanlegierungen charakterisiert und in der Tabelle 1 gegenübergestellt.

α -Titanlegierungen

Die α -Titanlegierungen weisen eine hohe Korrosionsbeständigkeit, eine geringe Verformbarkeit und Bruchzähigkeit sowie eine geringe Festigkeit auf. Werden geringe Anteile von β -Elementen hinzugegeben, so wird die Warmfestigkeit erhöht. Die bis etwa 600 °C temperaturbeständigen Legierungen werden beispielsweise in Flugzeugtriebwerken eingesetzt. [ROO22]

β -Titanlegierungen

Die β -Titanlegierungen weisen eine höhere Festigkeit und bessere Kaltumformbarkeit als die α -Titanlegierungen auf. Die hohe Festigkeit wird durch eine Mischkristallverfestigung und durch eine Wärmebehandlung eingestellt. Mit zunehmender Festigkeit geht die Kaltverformbarkeit allerdings zurück. Außerdem sind sie durch die gute Biokompatibilität, sehr gute Schwingfestigkeit und dem geringen E-Modul für Implantate in der Medizintechnik interessant. [LÜT07]

$\alpha+\beta$ -Titanlegierungen

Die $\alpha+\beta$ -Titanlegierungen können durch Wärmebehandlungen hohe Festigkeiten erreichen, wobei die Kaltverformbarkeit zurückgeht. Die Warmverformbarkeit ist gut. Die mit Abstand gebräuchlichste Titanlegierung ist Ti-6Al-4V, die insbesondere in der Luft- und Raumfahrtindustrie eingesetzt wird. [ROO22]

α' , α'' , ω -Phasen bei Titanlegierungen

Neben der α - und der β -Phase kann Titan in weiteren Phasen auftreten. Wird Titan oberhalb T_β erwärmt und durch eine ausreichend hohe Abkühlgeschwindigkeit, zum Beispiel durch eine Wasserabschreckung (WQ), stark unterkühlt, kann es sich bei einer Temperatur unterhalb von T_β diffusionslos zu einem martensitischen Gefüge umwandeln. Dieser thermisch induzierte Martensit hat ebenfalls eine hdp-Gitterstruktur, nur wird diese nicht α -Phase, sondern α' -Phase genannt. In β -Stabilisator reichen Legierungen kann die orthorhombische α'' -Phase (thermisch oder verformungsinduzierter Martensit) erzeugt werden. Dieses Gitter liegt zwischen der

kubischraumzentrierten β -Phase und der hexagonalen α -Phase [BAN09]. In einigen zweiphasigen Legierungen kann sich zudem eine thermisch induzierte ω -Phase (hdp) bilden, die zu einer starken Verfestigung aber auch zu einer Versprödung des Materials führt. [LÜT07]

(Kalt-) Umformbarkeit von Titanlegierungen

Die α - und $\alpha+\beta$ -Legierungen sind nur bei sehr hohen Temperaturen aufgrund des begrenzten Verformungs- und Verfestigungsvermögens der α -Phase (hdp) umformbar. Mit steigendem β -Volumenanteil sinkt die Umformtemperatur. Einige metastabile β -Legierungen lassen sich auch bei Raumtemperatur umformen (krz). Im nicht-ausgehärteten Zustand sind α -, β - und $\alpha+\beta$ -Legierungen duktil, wobei die Duktilität stark vom Gefüge abhängig ist. Lamellare Gefüge führen zu höheren Bruchzähigkeiten durch Rissablenkung als die fein globularen Gefüge. [PET10]

Bei Raumtemperatur neigt Titan zur Umformung durch Zwillingsbildung. Bei hohen Umformgeschwindigkeiten können adiabate Scherbänder entstehen. Durch die schlechte Wärmeleitfähigkeit kommt es zu einer lokalen Erwärmung, verbunden mit einer lokalen Entfestigung des Werkstoffes. Die Verformung beschränkt sich deshalb auf ein schmales Verformungsband (so genannte Verformungslokalisierung), was zum adiabaten Scherband führt und zum Versagen eines Bauteils führen kann. [SIE11]

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die diskutierten Legierungen und deren Eigenschaften mit der Skala sehr schlecht (--) bis sehr gut (++).

Tabelle 1: Eigenschaften von Titanlegierungen nach [PET10]

| | | Legierung | | |
|-------------|--------------------|-----------|---------|----------------|
| | | α | β | $\alpha+\beta$ |
| Eigenschaft | Festigkeit | - | ++ | + |
| | Duktilität | - / + | + / - | + |
| | Bruchzähigkeit | + | + / - | - / + |
| | Kaltverformbarkeit | -- | - / + | - |

2.2.4 Titan und Titanlegierungen in der Medizintechnik

Titanlegierungen werden wegen ihrer guten Biokompatibilität in der Medizintechnik unter anderem in der Osteosynthese und Endoprothetik eingesetzt. Wesentliche Anforderungen an Implantatwerkstoffe sind:

- Biokompatibilität
- Mechanische Eigenschaften
- Korrosionsbeständigkeit

Die Biokompatibilität beschreibt die Wechselwirkungen eines Werkstoffes mit dem Körper. Mögliche Wechselwirkungen sind Reaktionen mit dem Implantat oder mit Korrosionsprodukten, Elektronenfluss im Implantat und im lebenden Gewebe. Die Implantatbauteile verlangen unterschiedliche chemische und mechanische Funktionalitäten, wie eine hohe Verschleißbeständigkeit bei geringer Steifigkeit, um ein Knochenanwachsen zu stimulieren. Insbesondere ist eine hohe Korrosionsbeständigkeit gegenüber Körperflüssigkeiten und Enzymen erforderlich. [GEE09]

Unter den verschiedenen metallischen Biowerkstoffen weisen Titanlegierungen die höchste Eignung für den Einsatz als Implantatmaterial auf. Daher werden α - oder $\alpha+\beta$ -Titanlegierungen wie CP-Titan Grade 4 und Ti-6Al-4V ELI (die als medizinische Titanlegierung der ersten Generation bezeichnet wird) seit mehreren Jahrzehnten für die Osteosynthese und Endoprothetik verwendet [GEE09]. Die Abbildung 9 zeigt drei Anwendungsfälle von Titanlegierungen als Implantatwerkstoff in der Medizintechnik.

Ein Dentalimplantat (A) besteht aus dem Implantatkörper, dem Abutment und der Krone. Der Implantatkörper ist in der Regel eine Schraube und ermöglicht eine sichere Integration des Implantats in den Kieferknochen. Nach der Implantation erfolgt eine Einheilungsphase, während der das Implantat mit dem Knochen fusioniert, die als Osseointegration bezeichnet wird. Das Abutment ist ein Verbindungselement, das anschließend auf den Implantatkörper gesetzt wird. Es ragt aus dem Zahnfleisch heraus und dient als Befestigungspunkt für den Zahnersatz, wie zum Beispiel eine Krone aus Keramik, um eine ästhetisch ansprechende und funktionelle Wiederherstellung des Zahnbogens zu gewährleisten. [HAU04]

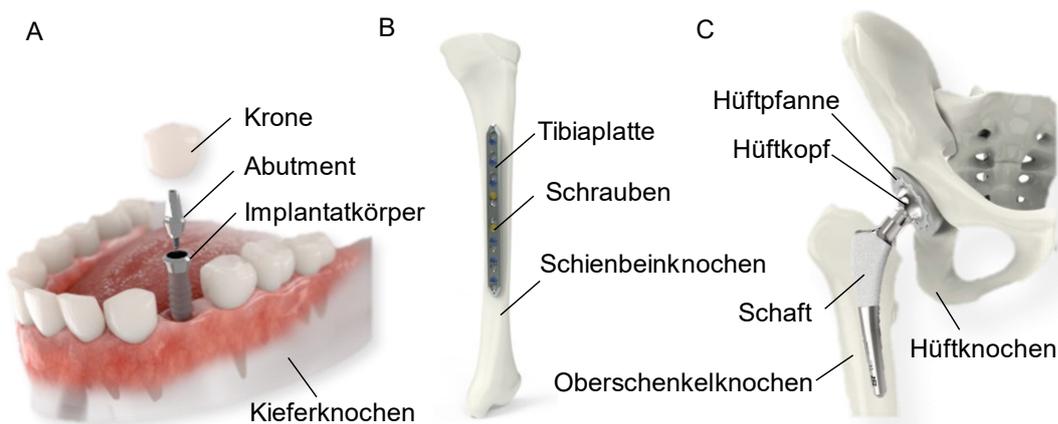


Abbildung 9: Typische Titanimplantate: Dentalimplantat (A), Osteosyntheseplatte (B) Hüftimplantat (C) in Anlehnung an [HAU04], [RUC21] und [TST24].

Osteosyntheseplatten (B) sind chirurgische Implantate, die zur Stabilisierung und Fixierung von Knochenbrüchen eingesetzt werden. Sie spielen eine wichtige Rolle in der orthopädischen Chirurgie, indem sie den gebrochenen Knochen in der richtigen Position halten und die Heilung unterstützen. Diese Materialien bieten eine ausreichende Festigkeit, um den gebrochenen Knochen zu stabilisieren. Bei der Operation werden die Fragmente des gebrochenen Knochens ausgerichtet und die Platte mit Schrauben oder Nägeln am Knochen fixiert. [RUC21]

Hüftimplantate (C) sind chirurgische Implantate, die verwendet werden, um geschädigte oder erkrankte Hüftgelenke zu ersetzen. Sie spielen eine entscheidende Rolle bei der Behandlung von Hüftarthrose, Hüftfrakturen und anderen Erkrankungen, die zu einer Beeinträchtigung der Hüftfunktion führen. Die Hüftpfanne ist eine künstliche Komponente, die den Teil des Hüftgelenks ersetzt, der sich im Becken befindet. Der Hüftkopf ist die künstliche Kugel, die den oberen Teil des Oberschenkelknochens ersetzt. Der Hüftschaft ist ein Stab, der in den Markraum des Oberschenkelknochens eingeführt wird, um zusätzliche Stabilität zu bieten. Bei der Implantation wird zunächst der geschädigte Teil des Hüftgelenks entfernt, und die Hüftpfanne wird im Beckenknochen verankert. Anschließend wird der Hüftschaft in den Oberschenkelknochen eingeführt, und der Hüftkopf wird aufgesetzt oder mit dem Hals verbunden. Die Komponenten werden sicher positioniert, um eine stabile Passform und Beweglichkeit des neuen Hüftgelenks zu gewährleisten. [RUC21]

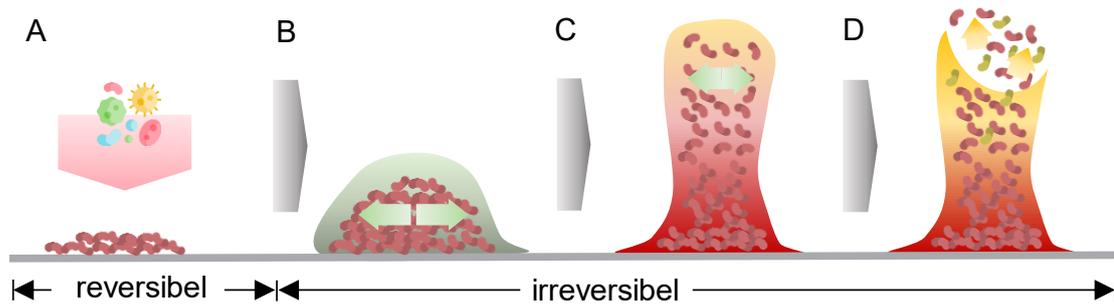


Abbildung 10: Biofilmbildung auf Titanoberflächen in vier Stadien: bakterielle Adhäsion (A), Biofilm-Bildung (B), Biofilm-Reifung (C) und Streuung von Zellen durch ausgereiften Biofilm (D) nach [BIO24].

Unter medizinischen Aspekten sind die in den folgenden Abschnitten erläuterten Wirkzusammenhänge zwischen der mikrobiellen Reaktion und dem Titanimplantat relevant und werden in den späteren Anwendungsfällen aufgegriffen.

Osseointegration und Biofilmbildung an Titanimplantaten

Entscheidend für die Einheilung von Titanimplantaten ist die Biofilmbildung, ein hochregulierter biologischer Prozess (siehe Abbildung 10). Nach der Implantation kommt es zu einer raschen Adsorption von Proteinen aus der umgebenden Gewebsflüssigkeit auf der Implantatoberfläche. Diese Proteine dienen als Ankerpunkte für knochenbildende Zellen, wie die Fibroblasten und Osteoblasten. Sie bilden eine stabile Matrix, die zur Osseointegration, also dem vollständigen Einwachsen des Implantats in den umgebenden Knochen führt. Gleichzeitig steht die Implantatoberfläche im Wettbewerb mit pathogenen Bakterien, die potenziell schädliche Biofilme bilden können. Die Bakterien können entweder durch eine Infektion während der ursprünglichen Implantatchirurgie eingeführt werden oder später über den Blutkreislauf an die Implantationsstelle gelangen. Das so genannte *Race to the Surface* beschreibt dabei die Konkurrenz zwischen der physiologischen Einheilung und den Versuchen der Bakterien, auf der Implantatoberfläche Biofilme zu bilden, um sich vor dem Angriff des Immunsystems und antimikrobiellen Substanzen abzusichern. Hierbei ist die Oberflächenbeschaffenheit des Titanimplantats von entscheidender Bedeutung. [RUC21]

Septische Implantatlockerung

Dringen Bakterien in das umgebende Gewebe und den Bereich um das Implantat ein und gewinnen das *Race to the Surface*, kann es zu einer septischen Implantatlockerung kommen. Dies führt zu Komplikationen in der Einheilphase. Zur Therapie und Entzündungshemmung werden Antibiotika eingesetzt. Handelt es sich allerdings um multiresistente Bakterien, ist die Wirkung der Antibiotika beschränkt und es bleibt in der Regel nur die Revisionsoperation. [RUC21]

Aseptische Implantatlockerung

Wohingegen bei der septischen Lockerung Bakterien beteiligt sind, ist die aseptische Lockerung auf ein anderes Phänomen zurückzuführen. Die Legierungen der ersten Generation (wie Ti-64 ELI) weisen einen Elastizitätsmodul zwischen 100 GPa und 120 GPa auf, der immer noch bis zu fünfmal höher ist als der des menschlichen Knochens (etwa 30 GPa). Dies führt zum *Stress Shielding*, was zu einer aseptischen Lockerung der Implantate und zum Implantatverlust führen kann. Das *Stress Shielding* ist auf unterschiedliche E-Moduli zwischen Implantat und Knochen zurückzuführen und kann zu einer veränderten mechanischen Belastung und zum Absterben der Knochenzellen und Lockerung des Implantats bis hin zum Implantatverlust führen. [ROB06]

Zytotoxische Legierungselemente

Das Korrosionsverhalten von Implantatwerkstoffen hat einen signifikanten Einfluss auf die Fremdkörperreaktionen in der Umgebung der Implantationsstelle und ist somit von entscheidender Bedeutung für die Biokompatibilität von Implantaten. Im menschlichen Körper kann es zu einer korrosionsbedingten Freisetzung von elementaren Ionen und somit zu toxischen Reaktionen kommen [KAN16]. Die Titanlegierung Ti-64 ELI enthält Vanadium, das selbst und auch seine Oxide zytotoxisch ist. Höhere Aluminiumkonzentrationen im Gehirn können zu Demenz führen. Darüber hinaus steht Aluminium im Verdacht, Brustkrebs und Alzheimer-Erkrankungen auszulösen [NAG05].

Biomedizinische Titanlegierungen der zweiten Generation

Daher konzentriert sich die Forschung der letzten Jahre auf die Einführung von Titanlegierungen in die Implantattechnologie, die nur unkritische Legierungselemente wie Molybdän, Niob, Zirkonium, Eisen und Silizium enthalten. Bei diesen sogenannten Implantatlegierungen der zweiten Generation wie Ti-13Nb-13Zr (β -reiche $\alpha+\beta$ -Legierung) werden kritische Legierungselemente vermieden und die Steifigkeit ist vergleichsweise gering. Darüber hinaus bieten diese Legierungen eine große Flexibilität zur Erhöhung ihrer Festigkeit. Obwohl es viele Vorteile und eine medizinische Norm (ASTM F1713) für die Legierung Ti-13Nb-13Zr gibt, wird sie noch nicht für Implantatanwendungen verwendet. Ein Grund sind die bisher wenig erforschten thermomechanischen Herstellrouten und Gefügemodifikationen. Diese eröffnen das Potential, überlegene mechanische, physikalische und biologische Eigenschaften zu erreichen. Dazu zählen eine hohe Festigkeit in Kombination mit einem moderaten Elastizitätsmodul sowie eine Mikrostruktur, die die Knochenhaftung verbessert und die Besiedlung mit Bakterien verhindert. [BRU20]

Die derzeit verwendeten Titanwerkstoffe erfüllen also weder die Oberflächenanforderungen noch die mechanischen Eigenschaften des zu ersetzenden Knochens, was zu Versagen aufgrund einer unzureichenden Verbindung mit dem angrenzenden Knochen, Knochenverlust, Implantatlockerung und Frakturen führt. Nanostrukturierte Titanlegierungen der zweiten Generation verfügen hingegen über eine einzigartige Kombination aus Oberflächen- und mechanische Eigenschaften, die denen des Knochens ähneln [GEE09]. Die Herstellung von nanostrukturierten Titanlegierungen kann prinzipiell durch thermomechanische Prozessketten gelingen, auf die im nächsten Kapitel eingegangen wird.

2.3 Thermomechanische Prozessketten

Thermomechanische Verfahren werden schon seit Jahrhunderten eingesetzt. Das Schmieden von Metall ist beispielsweise eine der ältesten Metallbearbeitungstechniken und lässt sich bis in die Bronze- und Eisenzeit zurückverfolgen. Ursprünglich wurden Metalle auf hohe Temperaturen im Schmiedefeuer erwärmt und mittels Hämmern in die gewünschte äußere Gestalt überführt. Die Kombination aus Erwärmung, mechanischer Formgebung und anschließender Abschreckung ermöglichte überdies schon damals das Einstellen von Materialeigenschaften wie beispielsweise eine hohe Festigkeit bei einer moderaten Duktilität. Typische Produkte waren Werkzeuge wie Messer und Töpfe für die Lebensmittelverarbeitung, Nägel und Hämmer für den Bau von Hütten sowie Waffen zur Verteidigung. [MCQ07]

Damals wie heute ist das Ziel thermomechanischer Verfahren, in der Kombination aus Wärmebehandlung und Umformung die Herstellung von Werkstoffen und Produkten mit bestimmten Eigenschaften zu erzielen. Heute spielen thermomechanische Verfahren insbesondere bei der Verarbeitung von Titanlegierungen eine zentrale Rolle, da sich Titanlegierungen im Allgemeinen nur schwer kalt umformen lassen (vgl. Tabelle 1). Außerdem können mit diesen Verfahren maßgeschneiderte Materialeigenschaften eingestellt werden. [LEY10]

Ziel der Verfahren kann entweder die Änderung der äußeren Gestalt sein, um komplexe Geometrien zu erzeugen (makroskopischer Maßstab), oder um die innere Gestalt zu verändern, um die Materialeigenschaften bei gleichbleibender Geometrie zu verbessern (mikroskopischer Maßstab), siehe Abbildung 11 A am Beispiel eines Hüftimplantats. Eine Kombination beider Änderungen ist auch möglich. Die Struktur des Werkstoffs ist dabei mit seinen Eigenschaften sowie der Verarbeitung für den gewünschten Einsatzzweck verknüpft. Diese Verknüpfung kann wie in Abbildung 11 B im Tetraeder der Werkstoffwissenschaften dargestellt werden. [VER14]

Die Abbildung 11 C veranschaulicht die Freiheitsgrade in der Prozessführung bei der thermomechanischen Verarbeitung von Titanlegierungen, welche die Schritte Umformung und Wärmebehandlung umfassen. [LEY10]

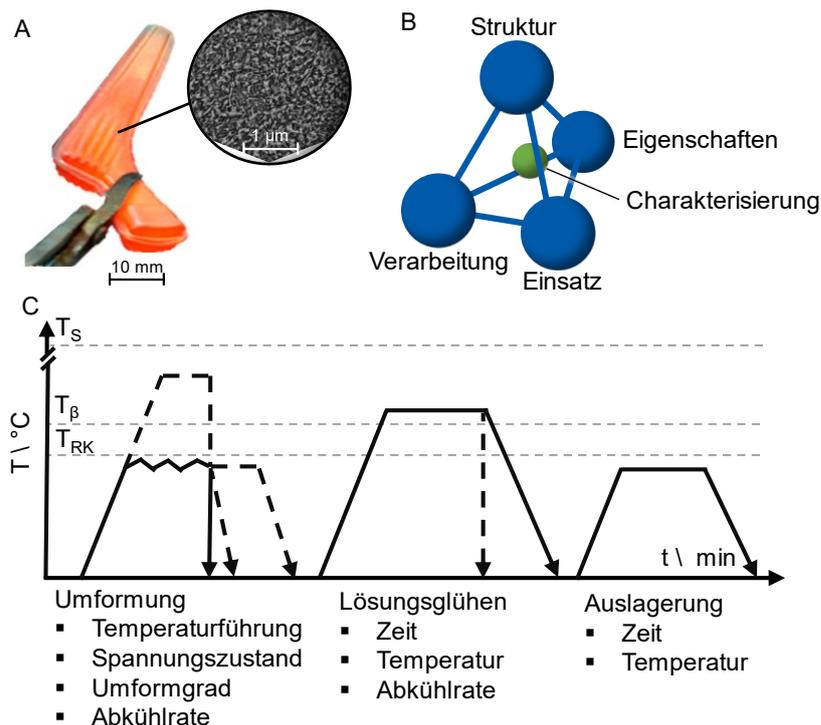


Abbildung 11: Makroskopische und mikroskopische Gestaltänderung am Beispiel eines Hüftimplantats (A) nach [TST24] und das Werkstoff-Tetraeder (B) nach [BAR22] sowie thermomechanische Verarbeitung (C) nach [LEY10].

2.3.1 Verfahrensvarianten

Die thermische Komponente von thermomechanischen Prozessketten umfasst häufig eine oder mehrere Wärmebehandlungen, die entweder vor, nach oder in die mechanische Komponente integriert sind. Diese Wärmebehandlungen führen zu Veränderungen der Werkstoffeigenschaften sowie zu einer Variation der Mikrostruktur bis hin zu verschiedenen Kristallzuständen (vgl. Kapitel 2.1). Bei Titanlegierungen ist insbesondere die β -Transustemperatur als Bezugsgröße für die Wärmebehandlungstemperatur entscheidend, bei der sich das Gefüge umwandelt (vgl. Kapitel 2.2 und Abbildung 11 C). Es gibt eine Vielzahl von Wärmebehandlungen, darunter Glühen und Auslagern. Es finden mehrere Prozesse statt, wie z. B. Erholung (Ausheilung von Gitterfehlern und Abbau von Spannungen ohne Neubildung des Gefüges) und Rekristallisation (Rekristallisationskeime ermöglichen die Kornfeinung oder das Kornwachstum und führen somit zur Neubildung des Gefüges). Bei Titanlegierungen kann eine Abschätzung der Rekristallisationstemperatur T_{RK} mittels der Gleichung (2-10) und der Kenntnis der Schmelztemperatur T_s erfolgen, die Berechnung erfolgt in

Kelvin [LEY10]. Darüber hinaus kann es nach der Wärmebehandlung verformter Werkstoffe zu einem Festigkeitsverlust oder -anstieg kommen. Parameter sind u.a. Zeit, Temperatur und Abkühlrate (vgl. Abbildung 11 C). [SEM20]

$$T_{\text{RK}} = 0,4 \cdot T_{\text{S}} \quad (2-10)$$

Das mechanische Verfahren ist in der Regel die plastische Verformung und wird durch Umformen erreicht. Bei der Umformung werden Metalle durch Kaltumformung (bei Raumtemperatur) oder (Halb-)Warmumformung (bei erhöhter Temperatur) plastischen Dehnungen ausgesetzt. Dabei werden meist Druck- oder Zugdruckzustände eingesetzt. Um möglichst hohe Dehnungen in einen Werkstoff einzubringen, wurden Verfahren zur hochgradig plastischen Verformung entwickelt, die mikrostrukturelle Veränderungen fördern. Einflussfaktoren sind die Temperatur, die Verformungsgeschwindigkeit und der Werkstofftyp bzw. die Legierungszusammensetzung. Insbesondere die Temperaturführung ist bei der Umformung von Titanlegierungen eine Herausforderung, da sich der Werkstoff bei der Umformung aufgrund der schlechten Wärmeleitfähigkeit erwärmen kann. [BAC20]

2.3.2 Änderung der makroskopischen Gestalt

Die makroskopische Gestalt bezieht sich auf die äußere Form, Geometrie und Abmessung eines Werkstücks. Die Wechselwirkung aus thermischer und mechanischer Komponente ermöglicht beispielsweise die gezielte Umformung von Metallwerkstücken in spezifische geometrische Formen. Die Umformverfahren nehmen Einfluss auf die makroskopische Gestalt von Metallwerkstücken, wobei die Art des Verfahrens eine entscheidende Rolle spielt. Beispielsweise ermöglicht das Warmschmieden oder das Warmwalzen die Umformung bei erhöhten Temperaturen, wodurch die Verformbarkeit des Materials verbessert wird. Kaltumformverfahren hingegen erfolgen bei Raumtemperatur und führen zu einer höheren Festigkeit des Werkstücks sowie einer präziseren Formgebung. Die makroskopische Gestaltänderung wird von verschiedenen Einflussfaktoren bestimmt, vornehmlich aber von der Geometrie der Umformwerkzeuge. [DOE16]

2.3.3 Änderung der mikroskopischen Gestalt

Die Änderung der mikroskopischen Gestalt stellt die Strukturveränderungen auf der Ebene der Metallkristalle dar. Während der thermomechanischen Prozesse können unterschiedliche mikroskopische Phänomene auftreten. In dieser Arbeit sind die bei der Umformung eingebrachten Versetzungen als Keimstellen für die Rekristallisation von besonderer Bedeutung. Somit kann es zur Kornfeinung, zum Kornwachstum und zur Phasenumwandlung kommen. Diese Vorgänge wirken sich direkt auf die mechanischen Eigenschaften des Metalls aus, indem sie die Kristallstruktur, Korngröße und Textur beeinflussen. Die Phasenumwandlung, wie beispielsweise die Martensittransformation, kann die Härte und Festigkeit bei Titanlegierungen beeinflussen. Darüber hinaus wird die Diffusion von Atomen und Legierungselementen zur Homogenisierung von Titanlegierungen eingesetzt. [SEM20]

2.3.4 Finite-Elemente-Methode thermomechanischer Prozesse

Aufgrund der gleichzeitig stattfindenden Verformungs-, Wärmeübertragungs-, Rekristallisations- und Kornwachstumsvorgänge sowie den Phasenumwandlungsmechanismen sind thermomechanische Prozesse sehr komplex. Zur Vorhersage und Analyse des Werkstoffverhaltens während der Umformung können thermo-mechanisch gekoppelte Simulationen nach der Finite-Elemente-Methode (FEM) durchgeführt werden. [KER22]

Die FEM ist ein numerisches Verfahren für die Berechnung von Spannungen, Verformungen und Temperaturen geometrisch beliebiger Bauteile. Dabei werden die Objekte (Halbzeuge, Werkzeuge) in eine endliche Anzahl einfacher, voneinander abhängiger Elemente diskretisiert. Diesen Elementen werden Eigenschaften, wie beispielsweise Materialkennwerte, zugewiesen und ein System von Differentialgleichungen aufgestellt (siehe Tabelle 2). [DOE16]

Bei der strukturmechanischen Analyse sind \mathbf{M}_{mech} , \mathbf{D}_{mech} , \mathbf{K}_{mech} die Massen-, Dämpfungs- und Steifigkeitsmatrizen und werden aus Material- und Geometriedaten berechnet. Die äußere Belastung wird über den Vektor der externen Kräfte \mathbf{F}_{ext} in die Gleichung eingebracht. Der Vektor \mathbf{u} enthält die zu berechnenden Knotenverschiebungen und Verformungen. Die Ableitungen $\dot{\mathbf{u}}$ und $\ddot{\mathbf{u}}$ sind die Geschwindigkeiten und Beschleunigungen. [KLO17]

Die thermische Analyse beschreibt die Wärmeübertragung und die Temperaturverteilung während eines Umformprozesses. Der Energieaustausch erfolgt zwischen dem Werkstück, dem Werkzeug und der Umgebung aufgrund eines Temperaturgradienten. Die Wärmeübertragung wird äquivalent zur vorherigen strukturmechanischen Betrachtung mittels der Matrizen der spezifischen Wärmekapazität C_{therm} , der Wärmeleitung bzw. Konduktivität K_{therm} , den Wärmequellen Q und dem Temperaturvektor T sowie seinem zeitlichen Gradienten \dot{T} aufgestellt. [KLE15]

Tabelle 2: Vergleich zwischen mechanischer und thermischer Analyse nach [KLE15]

| Mechanische Analyse | Thermische Analyse |
|---|--|
| $\mathbf{M}_{\text{mech}}\ddot{\mathbf{u}} + \mathbf{D}_{\text{mech}}\dot{\mathbf{u}} + \mathbf{K}_{\text{mech}}\mathbf{u} = \mathbf{F}_{\text{ext}}$ | $\mathbf{C}_{\text{therm}}\dot{\mathbf{T}} + \mathbf{K}_{\text{therm}}\mathbf{T} = \mathbf{Q}$ |
| \mathbf{M}_{mech} Massenmatrix | $\mathbf{C}_{\text{therm}}$ Wärmekapazitätsmatrix |
| \mathbf{D}_{mech} Dämpfungsmatrix | $\mathbf{K}_{\text{therm}}$ Wärmeleitungsmatrix |
| \mathbf{K}_{mech} Steifigkeitsmatrix | \mathbf{T} Temperaturvektor |
| \mathbf{u} Verschiebungsvektor | \mathbf{Q} Wärmequellen |
| \mathbf{F}_{ext} externe Kräfte | |

Um die mechanischen und die thermischen Gleichungen zu koppeln und die unbekannt Systemgrößen zu lösen, werden die Gleichungssysteme assembliert und unter Anwendung von Randbedingungen über die Zeit integriert. Die Integration wird numerisch ausgeführt, wobei zwischen expliziten und impliziten Verfahren unterschieden wird. [KLO17]

Explizite Verfahren behandeln den simulierten Vorgang als ein dynamisches, in Zeitschritte unterteiltes Problem. Die gesuchten Größen zum Zeitpunkt $t+\Delta t$ werden aus Gleichgewichtsbedingungen und Bewegungsgleichungen zum Zeitpunkt t berechnet. Explizite Verfahren eignen sich für dynamische Anwendungen oder Anwendungen mit nichtlinearen Vorgängen. [DOE16]

Implizite Verfahren berechnen die zum Zeitpunkt $t+\Delta t$ gesuchten Größen aus den Gleichgewichtsbedingungen zum Zeitpunkt $t+\Delta t$. Für diesen Berechnungsschritt sind bei Nichtlinearität mehrere Iterationen erforderlich, da Werte aus dem Zeitpunkt $t+\Delta t$ benötigt werden, die zu Beginn der Berechnung noch nicht vorliegen. Implizite Verfahren eignen sich besonders für die Berechnung von Systemen mit langsam veränderlichen Lasten. [DOE16]

Im FE-Modell werden die Verbindungen zwischen benachbarten Elementen durch Elementknoten gebildet. Informationen wie Kräfte, Verschiebungen und

Temperaturen werden ausschließlich über die Elementknoten übertragen und der veränderte Verlauf der Zustandsgrößen wie Spannungen und Verformungen wird innerhalb der Elemente durch Interpolationsfunktionen beschrieben. Dabei werden Polynome verwendet, wobei die Elementknoten die Stützstellen der Polynominterpolation sind. Die Ordnung der Polynome hängt von der Anzahl der Knoten auf den Elementkanten, der Anzahl der Unbekannten an den Knoten und den Gleichgewichtsbedingungen an den Knoten ab. [WAG19]

Die simultane Betrachtung der mechanischen und thermischen Analyse ermöglicht die Abbildung thermoelastischer und thermoplastischer Effekte. Einerseits führt die Wärme zu thermischen Dehnungen, temperaturabhängigen Materialeigenschaften und Randbedingungen. Andererseits erzeugt die Umformung wiederum Wärme und veränderte Kontaktbedingungen. In der Simulation werden beispielsweise die durch den Erwärmungsprozess veränderten Fließeigenschaften durch Zuweisung der werkstoffspezifischen, temperaturabhängigen Fließkurven und Wärmeübertragungskoeffizienten berücksichtigt. [KLE15]

Sollen Phasenübergänge und Korngrößen in der Simulation abgebildet werden, können thermo-chemo-mechanische Kopplungen eingesetzt werden [STE13]. Je nach Geschwindigkeit der Temperaturänderung kann es zu diffusionslosen und diffusionsgetriebenen Phasenumwandlungen kommen. Um diese Phasenumwandlungsvorgänge beim Abkühlen oder Aufwärmen zu beschreiben, werden üblicherweise Kinetiken oder phänomenologische Ansätze genutzt [VOL13]. Die materialabhängigen Konstanten dieser Modelle können mittels ZTU-Diagrammen (Zeit-Temperatur-Umwandlung) angepasst werden. Um das Kornwachstums- und Umwandlungsverhalten in Realversuchen studieren zu können, werden Simulatoren wie Dilatometer eingesetzt, die die Kalibrierung von Simulationen ermöglichen. [QIN09]

Letztlich stellt die exakte Modellierung des thermomechanischen Materialverhaltens und der Gefügeentwicklung noch immer ein großes Forschungsfeld dar. [KER22]

2.4 Mikrostrukturentwicklung durch hochgradig plastische Umformung

Die Eigenschaften metallischer Werkstoffe werden maßgeblich durch ihre Gefügestruktur sowie die darin befindlichen Körner beeinflusst. Daher werden die Klassifizierung und Mechanismen von Gefügestrukturen sowie die Herstellverfahren von feinkörnigen Werkstoffen in den folgenden Abschnitten erläutert.

2.4.1 Mikrostrukturentwicklung

Konventionelle metallische Werkstoffe weisen eine Korngröße oberhalb von $1\ \mu\text{m}$ auf und werden zusätzlich in grob- (engl. coarse grained, CG) und feinkörnig unterteilt. Bei durchschnittlichen Korngrößen zwischen $100\ \text{nm}$ und $1\ \mu\text{m}$ gilt ein Werkstoff als ultrafeinkörnig (engl. ultrafine grained, UFG), bei noch kleineren Korngrößen bis hinab zu $1\ \text{nm}$ als nanokristallin (engl. nanocrystalline, NC). Treten Mischformen unterhalb von $1\ \mu\text{m}$ auf, so wird in der Literatur und in der vorliegenden Arbeit der Begriff nanostrukturiert (engl. nanostructured, NS) verwendet.

Der Prozess der Nanostrukturierung bezieht sich in dieser Arbeit auf die gezielte Manipulation der Werkstoffstruktur auf der Nanometerskala, um spezifische Werkstoffeigenschaften auf der Oberfläche und im Längs- sowie Querschnitt zu erzielen. Im Gegensatz dazu konzentriert sich die Oberflächenbehandlung auf die Modifikation der äußeren Schicht eines Werkstoffs, ohne die innere Struktur signifikant zu verändern (bspw. mittels Laserinterferenzstrukturierung). [THA20]

Die Abbildung 12 zeigt eine schematische Darstellung der Werkstoffunterteilung nach ihrer entsprechenden Korngröße. [BOE12]



Abbildung 12: Unterteilung polykristalliner Werkstoffe entsprechend ihrer Korngröße nach [BOE12]

Werkstoffe mit konventioneller Korngröße weisen entweder eine hohe Festigkeit oder eine hohe Duktilität auf. Bisher ist es bei konventioneller Korngröße technisch nicht möglich, beide Eigenschaften zu vereinen. Ab einer Korngröße $< 1 \mu\text{m}$ können Werkstoffe jedoch beide Eigenschaften aufweisen. Bedingt durch ihre kleinen Korngrößen und eine homogene, equiaxiale Kornstruktur besitzen diese Werkstoffe im Vergleich zu grobkörnigen Werkstoffen herausragende Eigenschaften, wie eine hohe Härte und Festigkeit bei nur geringer Abnahme der Duktilität [BEH22]. Die UFG Werkstoffe weisen außerdem eine hohe Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit und eine verbesserte Ermüdungsfestigkeit auf [DEN13].

Entstehungsmechanismus ultrafeiner Körner durch Umformung und Rekristallisation

Ein Mechanismus, der zur Herstellung feinkörniger Werkstoffe führen kann, wird Kornfeinung genannt. Bei der Kornfeinung werden zunächst Versetzungen durch eine hochgradige Umformung in die Kornstruktur eingebracht. Diese Versetzungen dienen als Rekristallisationskeime zur Neubildung von feinen Körnern. Die Rekristallisation kann entweder dynamisch während der Umformung durch die dabei eingebrachte Wärme entstehen oder statisch durch eine anschließende Wärmebehandlung. Die Abbildung 13 zeigt die Mikrostrukturentwicklung. Durch große Dehnungen kommt es in den Körnern mit dem Korndurchmesser d_0 zur Erhöhung der Versetzungsdichte. Bei einer anschließenden Rekristallisation können die Subkorngrößen w zu Großwinkelkorngrößen d_1 umgewandelt werden. Die neuen Korngrößen behindern die Versetzungsbewegungen zusätzlich zu den bereits existierenden Korngrößen. Außerdem werden Gitterfehler abgebaut, was zu einer Verbesserung der Duktilität bei einer dennoch hohen Verfestigung führt. [BOE12]

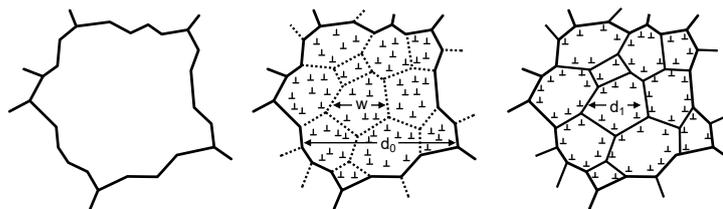


Abbildung 13: Mikrostrukturentwicklung mittels Kornfeinung von einem grobkörnigen zu einem feinkörnigen Gefüge nach [BOE12]

Einen Zusammenhang zwischen der Korngröße und der Festigkeit beschreibt die Hall-Petch-Beziehung. Die folgende Gleichung zeigt diesen Zusammenhang mit der Streckgrenze R_e , der theoretischen Streckgrenze im Einkristall σ_0 , der Hall-Petch-Konstante k und der mittleren Korngröße d . [ROO22]

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (2-11)$$

Die Festigkeit ist folglich umgekehrt proportional zu der Wurzel der Korngröße d . Je kleiner die Korngröße, desto größer wird der Widerstand gegen Versetzungsbewegungen und die Festigkeit nimmt zu. Die Abnahme der Korngröße führt damit zu einer höheren Zugfestigkeit ohne Verringerung der Zähigkeit, was sich von anderen Verfestigungsmethoden wie der Wärmebehandlung unterscheidet. [ROO22]

Sättigung in der Kornfeinung

Die Kornfeinung kann allerdings nicht zu beliebig kleinen Korngrößen führen, denn sie weist ab einer material- und dehnratenspezifischen Grenze eine Sättigung auf. Die Sättigung bezieht sich auf den Punkt, an dem die weitere Verfeinerung der Korngröße keine signifikante Verbesserung der mechanischen Eigenschaften oder anderer Materialeigenschaften mehr bewirkt. Diese Sättigung tritt bei ausreichend hohen Dehnungen auf, was zu minimalen Korngrößen im Nanometer- oder Submikrometerbereich führt. Eine weitere Dehnung verändert die durchschnittlichen Mikrostrukturmerkmale nicht, daher ist ein dynamisches Gleichgewicht zwischen der Entstehung verformungsbedingter Defekte (Leerstellen, Versetzungen und Grenzen) und deren Auflösung erforderlich [SET08]. Während Fehlstellen und Versetzungen an zahlreichen Korngrenzen leicht aufgelöst werden können, wurde festgestellt, dass die Korngröße und die Kornform durch die Migration von Korngrenzen erhalten bleiben. Obwohl thermisch erleichtert, werden diese Migrationsprozesse unterhalb einer bestimmten Verformungstemperatur athermisch. Eine Senkung der Verarbeitungstemperatur über diesen Übergangspunkt hinaus ermöglicht damit keine weitere Reduzierung der Korngröße. Bei der Sättigung ist die Verringerung der Korngröße nicht mehr der dominierende Faktor für die Verbesserung der Materialeigenschaften. Andere

Faktoren wie die Textur, die Zusammensetzung und die Defektstruktur des Materials können dann maßgebend werden. [TSU19], [EDA22]

Texturentwicklung durch die hohe plastische Deformation

Bei der Kornfeinung kann auch eine Texturentwicklung auftreten. Die Textur bezieht sich auf die bevorzugte Orientierung von Kristallen in einem Material. Die Textur kann durch verschiedene Mechanismen beeinflusst werden, darunter Gleiten, Versetzungsbewegung, Rekristallisation und Kornwachstum [BAL20]. Je nach Verfahrensart der Dehnung kann sich eine bestimmte richtungsabhängige Kristallorientierung ausbilden. Die Textur kann Auswirkungen auf die mechanischen und funktionellen Eigenschaften des Werkstoffs haben. Eine ausgeprägte Textur kann beispielsweise die Anisotropie der mechanischen Eigenschaften verstärken, sodass der Werkstoff in bestimmten Richtungen unterschiedliche mechanische Eigenschaften aufweist. [PAN16], [EDA22]

Phasenumwandlung durch die hohe plastische Deformation

Neben der Texturentwicklung können die eingebrachten Dehnungen zu einer Erhöhung der Temperatur und des Drucks im Werkstoff führen, was wiederum zu Phasenumwandlungen führen kann. Die Phasenumwandlung kann verschiedene Formen annehmen, abhängig von den spezifischen Eigenschaften des Materials und den Prozessbedingungen. Einige Materialien können zum Beispiel eine Umwandlung ihrer Kristallstruktur erfahren, wodurch sich ihre mechanischen Eigenschaften drastisch ändern können. [EDA22]

2.4.2 Severe Plastic Deformation Verfahren

Die Herstellung der UFG-Werkstoffe kann auf zwei Wegen erfolgen. Der erste Weg ist die Herstellung mittels Bottom-Up-Verfahren, bei denen Atome zu einem nanostrukturierten Werkstoff verbunden werden. Der zweite Weg ist die Herstellung mittels Top-Down-Verfahren, bei denen eine Kornverfeinerung aus einem massiven Werkstoff erreicht wird. [AZU08]

Bei den Bottom-Up-Verfahren wird zunächst ein sehr feinkörniges Pulver, z. B. durch das Hochenergie-Kugelmahlen, hergestellt. Anschließend erfolgt die Synthese des Pulvers durch das Sintern oder durch die additive Fertigung zu einem ultrafeinkörnigen Halbzeug [ABI22]. Diese synthetisierten Nanopartikel

werden bspw. zur Herstellung patientenindividueller Implantate und als Biosensoren in der Medizintechnik [DIR20], sowie für Hochleistungsmagnete für die Energiewende eingesetzt [GUT13]. Ein besonderes Merkmal der Syntheseverfahren ist die Möglichkeit einer individualisierten Formgebung, wodurch sie sich für die nachbearbeitungsarme und endkonturnahe Herstellung von nanostrukturierten Proben eignen. Darüber hinaus weisen sie aufgrund der Nanostruktur verbesserte mechanische Eigenschaften im Vergleich zu alternativen Herstellungsverfahren wie dem Gießen auf. Die Proben sind derzeit in ihrer Größe und Form limitiert, da die Syntheseverfahren meist begrenzte Bauräume aufweisen [HUA13]. Außerdem weisen sie eine geringe Restporosität auf [BAB23]. Durch Temperaturgradienten bei der Synthese kann es zu einer Richtungsabhängigkeit der Gefügestruktur sowie dem Kornwachstum kommen. Dies führt zu einem Zielkonflikt zwischen der erreichbaren Nanostruktur und den für das Endprodukt notwendigen mechanischen Eigenschaften [NAU23]. Ferner müssen die Temperaturgradienten bei der Gestaltung der Formen bedacht werden, um inhomogene Gefügestrukturen zu vermeiden. Sowohl das Mahlen als auch die Syntheseverfahren sind aufgrund hoher Temperaturen und/oder Drücke energieintensiv, was ein Hindernis für die industrielle Anwendung darstellt [AZU08]. Aktuelle Forschungsarbeiten untersuchen daher, die Temperatur und den Druck bei der Synthese zu reduzieren und diese in einen kontinuierlichen Prozess zu überführen. Allerdings führt dies derzeit noch zu inhomogenen Korngrößenverteilungen und zur Porosität. [BAN20], [KIM24]

Die Top-Down-Verfahren sind Gegenstand dieser Forschungsarbeit, weshalb diese nun detailliert behandelt werden.

Die Top-Down Kornfeinung wird durch Ultrahochverformung (engl. Severe Plastic Deformation, SPD) mit großen Dehnungen bei niedrigen Temperaturen erreicht. Es handelt sich um Umformprozesse, bei denen durch Dehnung eine Scherung im Material erzeugt wird, die zu einer Kornfeinung führt. Es setzt eine dynamische Rekristallisation der Körner ein. Eine Besonderheit der SPD-Verfahren ist, dass der Querschnitt der Proben konstant bleibt und damit eine Wiederholung möglich ist. Dadurch kann inkrementell ein sehr hoher Umformgrad erreicht werden. Es existieren eine Vielzahl an SPD-Verfahren, die

sich in diskontinuierliche und kontinuierliche Verfahren einteilen lassen. [AZU08]

Zu den diskontinuierlichen Verfahren zählen das multidirektionale Schmieden (Multi-Directional-Forging, MDF), High-Pressure-Torsion (HPT) und das Equal-Channel-Angular-Pressing (ECAP). Zu den kontinuierlichen Verfahren gehört beispielsweise das Accumulative-Roll-Bonding (ARB) und das Equal-Channel-Angular-Swaging (ECAS). [SEG18]

Die Abbildung 14 zeigt die Verfahren MDF, HPT, ARB und ECAP, die in den folgenden Abschnitten erläutert werden.

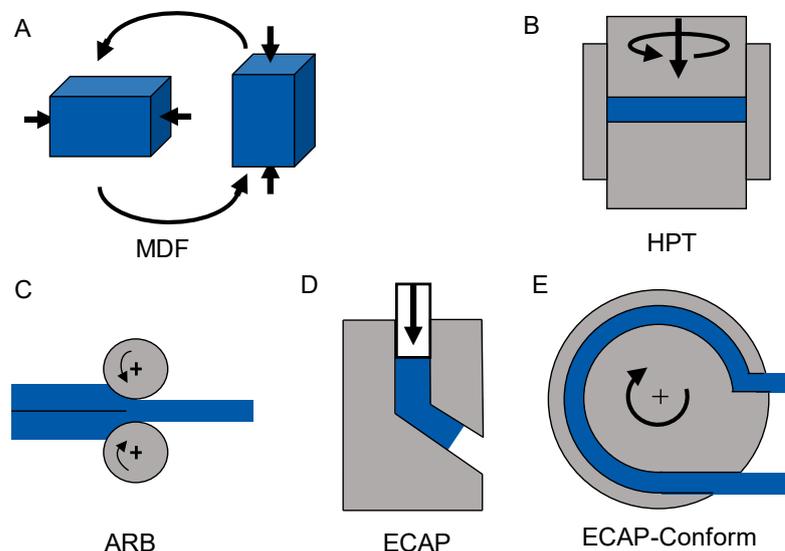


Abbildung 14: SPD-Verfahren Multi-Directional-Forging (A), High-Pressure-Torsion (B), Accumulative-Roll-Bonding (C), Equal-Channel-Angular-Pressing (D) und Equal-Channel-Angular-Pressing-Conform (E) nach [AZU08]

Multi-Directional-Forging (MDF)

Das Schmieden aus verschiedenen Richtungen (multidirektional) ist für die Metallumformung seit einigen Jahrhunderten von Interesse, um eine Homogenisierung von Schmiedeprodukten zu erreichen [EDA22]. Beim MDF-Verfahren wird die Probe wiederholt in drei orthogonalen Achsen geschmiedet, wobei die Probe zwischen den Durchgängen um 90° gedreht wird. Das MDF-Verfahren kann ohne oder mit Gesenken durchgeführt werden. Die Gesamtdehnung bei MDF ist die Akkumulation der in jedem Zyklus erreichten Dehnungen, was zu einer großen plastischen Dehnung führt [MOH19]. Wird MDF bei niedrigen Temperaturen (Kornwachstum bei höheren Temperaturen)

durchgeführt, kann das UFG-Gefüge entstehen. Die verfahrensbedingten Zugspannungen an den freien Oberflächen und der geringe hydrostatische Druck können zu Rissen und einer begrenzten Anzahl von Durchgängen führen, was die Hauptnachteile des MDF sind [NOD05].

High-Pressure-Torsion (HPT)

Bei der HPT-Umformung wird eine Probe zwischen zwei Gesenke positioniert. Der obere Stempel bringt Druck auf und dehnt die Probe unter Scherung durch eine Rotationsbewegung. Die hydrostatischen Druckspannungen und die Torsionsbewegung bringen eine Scherdehnung parallel zur Probenoberfläche auf und das UFG-Gefüge entsteht. Es lassen sich allerdings nur kleine Proben herstellen, sodass sich dieses Verfahren bisher auf Laboranwendungen beschränkt. [SEG18]

Accumulative-Roll-Bonding (ARB)

Ein kontinuierliches Herstellverfahren für UFG-Werkstoffe ist ARB und wird vorrangig für Blechbänder eingesetzt. Zuerst werden die Oberflächen zweier Bleche aufgeraut und diese unter Wärmezufuhr zusammengefügt. Anschließend werden die Bleche durch Walzen umgeformt und in der Blechdicke reduziert. Dieser Vorgang kann mehrfach wiederholt werden, indem die umgeformten Bleche wiederum quer zur Walzrichtung getrennt und erneut gefügt werden. Es konnten bereits UFG-Titan und UFG-Titanlegierungen mit diesem Prozess hergestellt werden [KEN11]. Das ARB zeichnet sich als kontinuierliches Herstellungsverfahren mit geringen Investitionskosten aus, da es herkömmliche Walzanlagen verwendet. Nachteilig wirken sich allerdings die aufwändige Oberflächenbehandlung der Bleche und die wiederholenden Prozessschritte aus. [EDA22]

Equal-Channel-Angular-Pressing (ECAP)

Bei der ECAP-Umformung wird ein Werkstück in einen Kanal eingelegt. Das Werkstück wird mit einem Stempel in einen zweiten, zum ersten Kanal abgewinkelten Kanal gedrückt. Im Übergangsbereich der Kanäle kommt es zu einer Scherung im Werkstück, wodurch Dehnungen eingebracht werden. Diese Umformung kann mehrfach durchgeführt werden, wobei die UFG-Struktur erzeugt wird. Dazu können verschiedene Verfahrensvarianten angewendet werden, die so genannten Routen (vgl. Abbildung 15). Wird das Werkstück in

der gleichen Orientierung wieder in das Umformwerkzeug eingelegt, handelt es sich um die Route A. Bei der Route B_A wird das Werkstück um 90° alternierend, bei Route B_C um 90° in die gleiche Richtung rotiert. Bei der Route C wird das Werkstück um 180° in die gleiche Richtung rotiert.

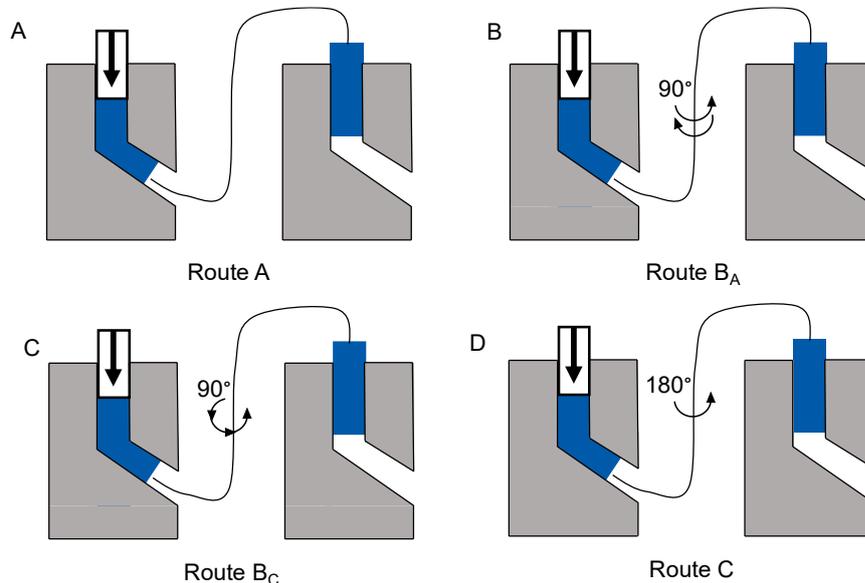


Abbildung 15: Umformrouten in ECAP mit Rotation um die Werkstücklängsachse nach [HEL08]

Die Routen führen aufgrund ihrer unterschiedlichen Dehnungspfade zu unterschiedlichen Gefügearprägungen. Eine Herausforderung bei der Umformung höherfester Werkstoffe wie Titan liegt in der reduzierten Duktilität. Lösungsansätze sind eine erhöhte Umformtemperatur und das Aufbringen eines Gegendrucks im Ausgangskanal. [HEL08]

Der Gegendruck (siehe Abbildung 16) bringt drei Eigenschaften mit sich. Erstens verhindert er eine unvollständige Formfüllung des Werkzeugs in der Scherebene, die so genannten Corner Gaps. Diese führen zu einer inhomogenen Scherverformung und damit zu inhomogenen mechanischen Eigenschaften über dem Probenquerschnitt [GRU23]. Zweitens wird der Reibungseinfluss auf die Ausbildung der Mikrostruktur verringert, sodass ein homogenes Gefüge über dem Probenquerschnitt entsteht. Die dritte Eigenschaft ist, dass sich auch sehr feste Materialien umformen lassen. Ohne Gegendruck bilden einige Werkstoffe während des Prozesses Schermarken und Scherrisse auf der Oberseite aus, die die Materialeigenschaften negativ beeinflussen.

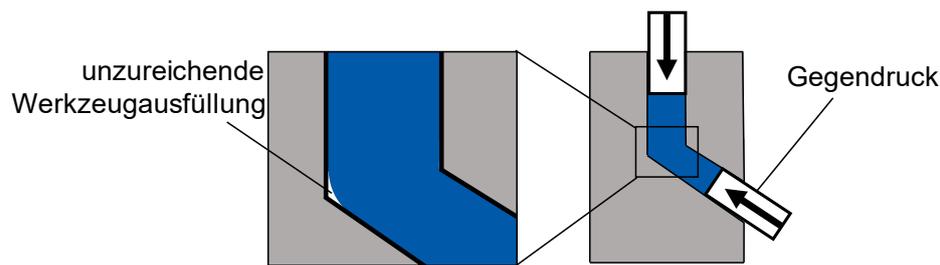


Abbildung 16: Gegendruck und unzureichende Werkzeugausfüllung nach [HEL08]

Diese Scherrisse entstehen durch die Zugspannungen nach dem Scherwinkel. Der Gegendruck verschiebt die Zugspannungen in den Druckspannungsbereich und verhindert die Rissbildung. Die durch die Druckspannung hervorgerufene hydrostatische Spannung verringert die im Material vorhandene Porosität und erhöht die Duktilität [BOE12]. In Untersuchungen wurde nachgewiesen, dass der Gegendruck Mikrorisse in durch ECAP umgeformten Werkstoffen verhindert. Wenn der Gegendruck einen bestimmten Wert übersteigt, kann es an der Unterseite der Probe zu einer Dehnungsüberhöhung kommen. Diese Dehnungsüberhöhung wirkt sich negativ auf die Homogenität des Gefüges aus. [HEL08]

Die Prozessgrenzen von ECAP sind die durch den maximalen Stempelhub begrenzte Probenlänge sowie hohe Prozesskräfte, die auf einen signifikanten Reibanteils zurückzuführen sind. Die Proben neigen außerdem zum Abknicken [GUP21]. Um diese Herausforderungen zu lösen, wurden Verfahren auf Basis des ECAP-Prozesses entwickelt, die in folgenden Abschnitten dargestellt werden.

ECAP-Conform

Das Prinzip des ECAP-Conform Verfahrens ist in der Abbildung 14 E schematisch dargestellt. Das Werkstück wird in die Nut eines Rades eingelegt. Die Rotation des Rades erzeugt Reibungskräfte, welche das Werkstück in einer Nut vorantreiben. Das Werkstück trifft auf ein Werkzeug (auch Abutment genannt), an dem es abgeschert wird. Da dieses Verfahren zwar ECAP-ähnlich ist, aber auf den Stempel verzichtet wird und damit das Ausknicken der Proben umgangen wird, können deutlich längere Werkstücke umgeformt werden. Deshalb zählt dieses Verfahren auch zu den kontinuierlichen SPD-Verfahren. Zusätzlich stellt es ein vielversprechendes Verfahren dar, um UFG-Titan-Vollmaterial in größeren Mengen als im Labormaßstab herzustellen. Allerdings

wird die Kommerzialisierung dieses Verfahrens bisher durch hohe Reib- und Prozesskräfte sowie die damit verbundene komplexe Prozessführung und Werkzeugbrüche behindert. [GHA23], [MED15], [HEL08]

Equal-Channel-Angular-Swaging (ECAS)

Ein weiteres kontinuierliches SPD-Verfahren ist ECAS. Im ECAS-Prozess wird das Material inkrementell durch oszillierende Werkzeuge umgeformt. Das am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt durch Görtan [GÖR14] entwickelte Verfahren ermöglicht die Scherung des Materials durch Zusammenfahren von geformten Backen bei einem kontinuierlichen Vorschub durch eine Vorschubeinheit. Dies führt zu einer Verbesserung der Produktivität und zu geringeren Prozesskräften bei der Herstellung von UFG-Werkstoffen gegenüber den bisher vorgestellten Verfahren. Die im Vergleich zum ECAP-Prozess geringen Prozesskräfte sind auf die minimierte Reibung durch die kurze Kontaktzeit zwischen Werkstück und Werkzeug zurückzuführen. [BRU10]

Die Abbildung 17 zeigt die Implementierung des ECAS-Prozesses auf einer Rundknetmaschine. Eine Rundstange wird in die Vorschubeinheit eingespannt. Diese sorgt durch eine Bewegung in axialer Richtung für einen kontinuierlichen Materialfluss. In der Rundkneteinheit befinden sich zwei Backen, die als Ober- und Untergesenk ausgeführt sind. Diese öffnen und schließen sich oszillierend, sodass das Material inkrementell umgeformt wird. Durch die Scherung des Werkstoffgitters entsteht das UFG-Gefüge. [GÖR14]

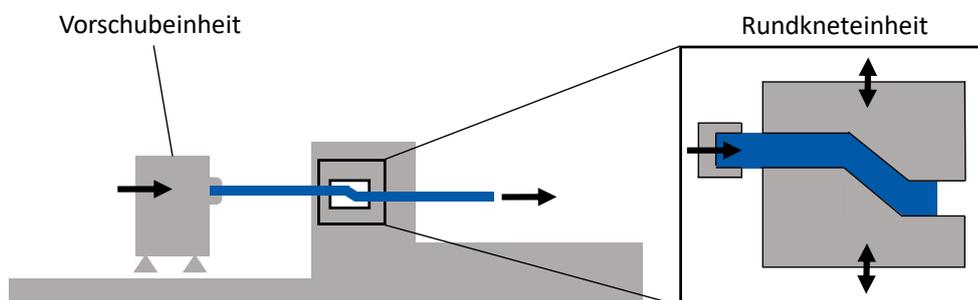


Abbildung 17: ECAS auf einer Rundknetmaschine nach [BRU10]

Bereits nach zwei Durchläufen kann eine mittlere Korngröße unter $1\ \mu\text{m}$ bei Kupfer und Reineisen erreicht werden. Das im ECAS-Verfahren verformte Werkstück weist gegenüber dem Ausgangszustand außerdem eine erhöhte

Zugfestigkeit auf. An der Rundknetmaschine wird zusätzlich ein Gegendruck auf das Werkstück über einen hydraulischen Gegenhalter ausgeübt. Eine zusätzliche Aufbringung von Druck auf das Werkstück gegen die Vorschubrichtung begünstigt die Kornfeinung. Dadurch wird das Werkstück gezwungen, den Kanal der ECAS-Werkzeughälften vollständig auszufüllen. In Untersuchungen mit Kuper zeigt sich, dass der Gegendruck die Umformung positiv beeinflusst. Eine Kupferprobe (Durchmesser 20 mm) wird mit konstanter Geschwindigkeit durch die oszillierenden Werkzeuge geschoben, wobei am Probenende eine konstante Gegenkraft von ca. 15 kN aufgebracht wird. Die Scherebenen bilden sich aus und es entsteht ein homogenes, feinkörniges Gefüge. [GÖR14] Der Spannungszustand verschiebt sich in den Druckbereich, was ein höheres Umformvermögen zur Folge hat. Die durch die Druckspannung hervorgerufene hydrostatische Spannung verringert die im Material vorhandene Porosität und erhöht die Duktilität. [BÖH12] Das Resultat ist eine dominante Scherung ohne Biegung.

Da es auf der Rundknetanlage durch den beengten Bauraum und Einspannung zum Knicken des Materials kommen kann, wurde der ECAS-Prozess durch Wießner [WIE22] auf eine Schnellläuferpresse übertragen. Die Zustellbewegung des Werkzeugs geht hierbei von dem oberen Werkzeug aus und das untere Werkzeug ist auf dem Pressentisch montiert. Das Werkstück wird durch eine Vorschubeinheit bei geöffneten Werkzeugen vorgeschoben. Bisher war kein Gegendruck möglich, sodass die unzureichende Werkzeugfüllung nicht verhindert und kein Druckspannungszustand erreicht werden konnte. Jedoch wurde eine signifikante Kornfeinung und damit eine magnetische Härtung von eisenbasierten Materialien nachgewiesen, was einen zukunftsweisenden Beitrag zur Energiewende darstellt. [WIE22]

2.4.3 Severe Plastic Deformation von Titanwerkstoffen

Die SPD Verfahren werden auf Titanwerkstoffe vornehmlich angewendet, um verbesserte mechanische und biomedizinische Eigenschaften für die Herstellung von Implantaten zu entwickeln [KUL15]. Insbesondere CP-Ti weist schon im grobkörnigen Zustand eine hohe Biokompatibilität mit lebenden Organismen auf, ist aber aufgrund der geringen Festigkeit in der Medizintechnik nur begrenzt einsetzbar. Hier werden SPD-Verfahren eingesetzt, um die

Festigkeit zu steigern und um bestehende Implantatwerkstoffe zu substituieren. Neben der besseren Biokompatibilität kann die Größe des Implantats verringert werden, so dass minimalinvasive chirurgische Eingriffe ermöglicht werden. [VAL12]

In der Literatur werden hauptsächlich die HPT-, ECAP- und ECAP-Conform-Verfahren eingesetzt. So wird beispielsweise durch eine kombinierte ECAP- und thermomechanische Behandlung eine starke Verringerung der Korngröße von 25 μm auf 150 nm beobachtet [VAL12]. Da das ECAP-Verfahren in der Probenlänge begrenzt ist, wird in den letzten Jahren verstärkt an einer Kombination aus ECAP-Conform mit nachgelagertem Rundkneten oder Drahtziehen und Wärmebehandlungsschritten geforscht. [KOP24], [PAL18]

Während des ECAP- und ECAP-Conform-Verfahrens wird eine hohe Dehnung in die Titanproben eingebracht, was wiederum zu einer erheblichen Kornfeinung führt. Eine solche Kornverfeinerung wird als der dominante Verfestigungsmechanismus für Titan angesehen [MED16], [DYA19]. Die UFG-Gefüge in Titan führen zu verbesserter mechanischer Festigkeit, guter Duktilität und in einigen Fällen zu verbesserter Biokompatibilität und Osseointegration. Neben der Kornfeinung hat die SPD-Bearbeitung durch verschiedene andere Mechanismen zu einer verbesserten Festigkeit von Ti beigetragen, darunter die Entwicklung von Substrukturen und einer starken Fasertextur, die Unterdrückung von Versetzungsbewegungen und Zwillingsbildung sowie die Anhäufung von Versetzungsdichten [DYA15]. Es hat sich jedoch gezeigt, dass sowohl das Mikrogefüge als auch die Textur von Titan in hohem Maße davon abhängen, welches SPD-Verfahren verwendet wird, was zu unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften wie Festigkeit, Duktilität und Ermüdung führt. [EDA22]

Unter den derzeit häufig verwendeten Titanlegierungen in zahnmedizinischen und orthopädischen Bereichen sind Titanlegierungen wie Ti-64 ELI aufgrund ihrer hohen mechanischen Festigkeit und relativ guten Biokompatibilität die meisteingesetzten Werkstoffe und daher von hohem Interesse zur Nanostrukturierung. Allerdings sind Aluminium und insbesondere Vanadium wegen cytotoxischen Reaktionen als Legierungsbeisätze problematisch und der Elastizitätsmodul gegenüber dem Knochen vergleichsweise hoch. Daher ist es von besonderem Interesse, den SPD-Ansatz als vielversprechenden Weg zur

Herstellung von nanokristallinen β -Ti-Legierungen aus den Ti-Mo- und Ti-Nb-Systemen zu nutzen. Diese Legierungen können gleichzeitig eine hohe Festigkeit, ein niedriges Elastizitätsmodul und eine ausgezeichnete Biokompatibilität aufweisen. [VAL20]

Für eine industrielle Großanwendung der SPD-Prozesse oder verwandter hochplastischer Umformverfahren für Titanlegierungen steht eine entsprechende Probenvergrößerung und ein kontinuierliches Verfahren noch aus. Erste Ansätze zeigt das ECAP-Conform auf, jedoch kommt es aufgrund der hohen tribologischen Lasten am Abutment bei Titanlegierungen zu Werkzeugbrüchen [PAL17]. Trotz der praktischen Anwendbarkeit von ECAP-Conform und seiner Fähigkeit, Legierungen zu verfestigen, erzwingen die anisotropen Materialeigenschaften selbst in diesem Fall eine wiederholte Bearbeitung, während die industrielle Skalierbarkeit und Prozessstabilität noch nachgewiesen werden müssen. Außerdem muss das Verfahren noch mit einem zweiten thermomechanischen Prozess kombiniert werden, um die mechanische Festigkeit zu übertreffen und das Potenzial von nanostrukturiertem Titan als Ersatz für andere Ti-Legierungen in medizinischen Anwendungen zu erschließen [POL13]. Somit reichen SPD-Verfahren alleine nicht aus, um neben der Strukturgröße auch notwendigen mechanischen Eigenschaften zu erreichen. Ein wichtiges Ziel für die Zukunft ist daher die Entwicklung eines industriereifen Massenprozesses zur hochplastischen Umformung mit integrierter oder anschließender Wärmebehandlung von Titanlegierungen. [GHA23], [HEL08], [STR20]

2.5 Methodische Entwicklung technischer Systeme und Prozesse

Als Grundlage für die Entwicklung einer Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten werden im Folgenden gängige Vorgehensweisen und Begriffe skizziert.

Der Begriff der *Methodik* stammt aus dem Griechischen und bedeutet übersetzt *Kunst des planmäßigen Vorgehens*. In der vorliegenden Arbeit bezeichnet der Begriff Methodik somit das Aufstellen einer theoretischen, systematischen Art des Handelns zum Erreichen vorbestimmter Ziele. Eine *Methode* beschreibt

hingegen die *konkrete Art und Weise der planmäßigen Durchführung*. Die Methodik bezieht sich somit auf den theoretischen Rahmen, der die Auswahl und Anwendung von Methoden leitet. [BAL09]

In der technischen Entwicklung kann eine Abgrenzung von Systemen, Prozessen und Produkten gemäß Bender [BEN21] erfolgen, die auch in der vorliegenden Arbeit verwendet wird.

Ein *technisches System* ist eine Kombination aus verschiedenen Komponenten, die zusammenarbeiten, um bestimmte Funktionen zu erfüllen oder ein bestimmtes Ziel zu erreichen. Diese Komponenten können physische Teile, Software, Mechanismen, Prozesse oder Daten davon sein.

Ein *technischer Prozess* ist ein Vorgang, durch den Materialien, Energien oder Informationen in neue Formen transformiert, gespeichert oder transportiert werden. Werden mehrere Prozesse miteinander verknüpft, entstehen Prozessketten. Prozessketten sind die Gesamtheit aufeinander einwirkender Vorgänge innerhalb eines technischen Systems.

Ein *technisches Produkt* ist ein Ergebnis eines technischen Prozesses oder einer Prozesskette, das einen praktischen Nutzen hat oder eine bestimmte Funktion erfüllt.

Es gibt verschiedene Vorgehensweisen, um technische Systeme, Prozesse und Produkte zu entwickeln, die je nach Art, Anforderungen, verfügbaren Ressourcen und anderen Faktoren eingesetzt werden können. Nach Bender [BEN21] sind die folgenden Voraussetzungen für ein planmäßiges Vorgehen zu erfüllen:

- Definition des Ziels und der Teilziele, um die Motivation zur Lösung einer Entwicklungsaufgabe zu offenbaren
- Bedingungen wie Rand- und Anfangsbedingungen aufdecken
- Vorurteile auflösen, um eine breite Lösungssuche zu ermöglichen
- Lösungsvarianten durch Abstrahieren und Konkretisieren suchen
- Beurteilen mit Blick auf Ziele und Bedingungen
- Entscheidungen ableiten

Ziel einer Methodik im Rahmen eines Entwicklungsprozesses ist es, die Iterationsschleifen so kurz wie möglich zu halten, um eine möglichst effektive

und effiziente Lösung zu ermöglichen [BEN21]. Eine Methodik ist dabei die Beschreibung eines planmäßigen und geregelten Vorgehens in Form einer Vorschrift oder Vorgabe. Der Einsatz geeigneter Methoden trägt dazu bei, die einzelnen Aktivitäten zu strukturieren und damit deren Ergebnisse transparent zu gestalten. Das systematische Vorgehen dient auch dazu, die Komplexität in der Prozessentwicklung zu reduzieren und zu beherrschen [VDI2221].

Grundlegende Methodiken lehnen sich an die Konstruktionslehre von Pahl und Beitz [BEN21], die Richtlinien des *Verein Deutscher Ingenieure* (VDI) für die Entwicklung technischer Produkte und Systeme [VDI2221] und das V-Modell zur Entwicklung mechatronischer und cyber-physischer Systeme [VDI2206] an. Der allgemeine Lösungsprozess lässt sich nach [BEN21] wie in Abbildung 18 in die Schritte Zielsuche, die Lösungssuche und die Lösungsauswahl gliedern. Dabei folgt der Prozess einem nicht streng-sequenziellen Vorgehen, das durch Nacharbeiten und Lernen sowie Abstimmung mit vor- und nachgelagerten Phasen charakterisiert ist.

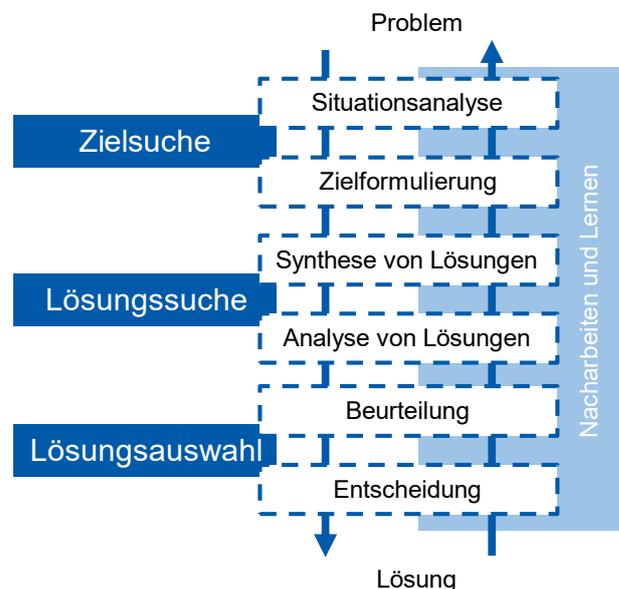


Abbildung 18: Allgemeiner Lösungsprozess, in Anlehnung an [BEN21]

2.5.1 Entwicklung technischer Systeme nach VDI-Richtlinie

Die VDI 2221 [VDI2221] ist eine Richtlinie des *Vereins Deutscher Ingenieure* (VDI) und befasst sich mit der Methodik zur Entwicklung technischer Produkte und Systeme. Sie gliedert den Entwicklungsprozess in vier Hauptphasen (siehe Abbildung 19):

In der *Informationsphase* (Phase I) werden alle relevanten Informationen und Anforderungen gesammelt, analysiert und bewertet. Dies umfasst die Festlegung der Randbedingungen, Ziele, Funktionen und Leistungsanforderungen des zu entwickelnden Systems. Ziel dieser Phase ist die Schaffung einer klaren und umfassenden Basis für den weiteren Entwicklungsprozess.

In der *Konzeptionsphase* (Phase II) werden verschiedene Konzepte und Lösungsansätze entwickelt, um die definierten Anforderungen zu erfüllen. Es werden Alternativen und Varianten untersucht, um die besten Lösungen zu identifizieren. Die Bewertung und Auswahl der Konzepte basieren auf definierten Kriterien und Zielen, wobei die prinzipiell umsetzbaren Lösungen weiterverfolgt werden.

In der *Ausarbeitungsphase* (Phase III) werden die ausgewählten Konzepte ausgearbeitet und in eine umsetzbare Form gebracht. Dies beinhaltet die Entwicklung von Detailkonstruktionen, Materialauswahl, technischen Spezifikationen und anderen spezifischen Aspekten des Systems. Ziel ist es, die ausgearbeiteten Konzepte in eine realisierbare Form zu überführen und die Umsetzbarkeit sicherzustellen.

In der *Realisierungsphase* (Phase IV) erfolgt die Umsetzung des Konzepts. Es werden Prototypen oder Modelle erstellt, Tests durchgeführt, die Fertigung vorbereitet und die Produktion gestartet. Ziel ist es, das entwickelte Produkt oder System entsprechend den festgelegten Spezifikationen und Standards zu fertigen und in den Betrieb zu bringen.



Abbildung 19: Entwicklung technischer Produkte und Systeme mit den Phasen der Entwicklung, in Anlehnung an [VDI 2221]

Auf dieser Vorgehensweise aufbauend wurden weitere Methodiken abgeleitet. Das *Simultaneous Engineering* und das *Concurrent Engineering* verwenden beispielsweise ähnliche Phasen, die allerdings parallel durchgeführt werden.

Dadurch werden Entwicklungszeiten reduziert und die interdisziplinäre Teamarbeit gefördert. [AHR24]

Ursprünglich aus der Softwareentwicklung stammend, geht das *V-Modell* davon aus, dass Software ein Teil eines komplexen Anwendungssystems ist und daher mitentwickelt und nicht isoliert betrachtet werden sollte. Das V-Modell integriert Testaktivitäten während des gesamten Entwicklungsprozesses, um sicherzustellen, dass die Anforderungen erfüllt werden und das System den erwarteten Standards entspricht. Es fördert eine systematische und interdisziplinäre Herangehensweise an die Entwicklung, was zur Qualitätssicherung und zu weniger Fehleranfälligkeit beitragen kann. [BOE79]

2.6 Fazit

Aus dem Stand der Technik geht hervor, dass Titanlegierungen aufgrund ihrer hohen Biokompatibilität als Implantatwerkstoffe geeignet sind. Zunehmende Antibiotikaresistenzen und der demographische Wandel erfordern jedoch eine Weiterentwicklung der Werkstoffe und Produktionsverfahren, um langlebige und infektionsarme Implantate zu ermöglichen.

Nanostrukturierte Titanlegierungen haben das Potenzial, die biomechanischen Herausforderungen heutiger Implantate zu überwinden. Die Herstellung dieser nanostrukturierten Titanlegierungen konnte in einigen Forschungsarbeiten im Labormaßstab demonstriert werden. Zudem wurden ihre antibakteriellen Eigenschaften für den Einsatz als Implantatwerkstoff nachgewiesen. Allerdings sind die produktionstechnischen Wechselwirkungen zwischen den Prozessparametern und den Werkstoffeigenschaften, welche für die Erzeugung einer homogenen Nanostruktur mit den erforderlichen biomechanischen Eigenschaften erforderlich sind, noch nicht vollständig durchdrungen. Dies erschwert einerseits die Herstellung der notwendigen Werkstoffeigenschaftskombinationen und behindert andererseits die Mengenskalierung bisheriger Herstellungsverfahren nach dem Bottom-Up- und Top-Down-Prinzip.

Somit lässt sich eine Forschungslücke hinsichtlich der Untersuchung von produktions- und werkstoffwissenschaftlichen Phänomenen bei der Nanostrukturierung von Titanlegierungen und der Entwicklung von semi-industriellen Nanostrukturierungsverfahren ableiten.

3 Motivation, Zielsetzung und Vorgehensweise

Aus dem Stand der Technik geht hervor, dass für die Herstellung innovativer Implantate auf Basis nanokristalliner Titanlegierungen die Erforschung thermomechanischer Prozessketten im semi-industriellen Maßstab erforderlich ist. Bisher stehen jedoch weder adäquate kontinuierliche Nanostrukturierungsverfahren² noch methodische Vorgehensweisen für die Auslegung von thermomechanischen Prozessketten zur Verfügung.

3.1 Ein zukunftsweisender Weg

Die alternde Gesellschaft und die zunehmende Resistenz von Bakterien gegen Antibiotika machen die Erforschung neuer Werkstoffe für die Gesundheit und Lebensqualität zu einer der dringendsten Aufgaben unserer Zeit [WHO22]. In den vorherigen Kapiteln wird ersichtlich, dass nanostrukturierte Titanlegierungen vielversprechende Ansätze zur Lösung der Herausforderungen bei medizinischen Implantaten (wie Lockerung, Bruch und Infektion) darstellen.

Jedoch besteht die technologische Barriere in den gegenwärtigen Produktionswegen vollkommen nanostrukturierter Titanlegierungen. Es ist bisher nicht möglich, Titanlegierungen mit einer homogenen Nanostruktur und den für Implantate notwendigen biomechanischen Eigenschaften in einer mengenskalierbaren, semi-industriellen Prozesskette herzustellen [STR20].

Der pulvermetallurgische Weg über den Bottom-Up-Ansatz führt zwar zu Nanostrukturen, die aber eine geringe Restporosität aufweisen [BAB23] und deshalb den mechanischen Eigenschaften nicht genügen. Darüber hinaus ist dieser Produktionsweg vergleichsweise energieintensiv [KIE10].

Der Weg über den Top-Down-Ansatz mittels hochgradig plastischer Umformung (SPD) ist bisher auf den Labormaßstab [SEG18] begrenzt und genügt den mechanischen Eigenschaften ohne zusätzliche Wärmebehandlung ebenfalls

² Eine Definition und Begriffsabgrenzung erfolgten in Kapitel 2.4.1.

nicht [KUR22]. Zwar werden Nanostrukturen bei hohen Festigkeiten erreicht, allerdings ist die Duktilität zu gering [WAN07].

Eine Möglichkeit zur Optimierung der mechanischen Werkstoffeigenschaften ist die Wärmebehandlung. Eine alleinige Wärmebehandlung ist allerdings auch nicht zielführend, da eine ausreichend hohe Versetzungsdichte als Keimstellen für die Rekristallisation zur Einstellung der mechanischen Werkstoffeigenschaften vorhanden sein muss. Diese hohe Versetzungsdichte kann wiederum bei Titanlegierungen durch hohe Umformgrade ($\varphi \geq 1$) entstehen [SCH19], [BRU19].

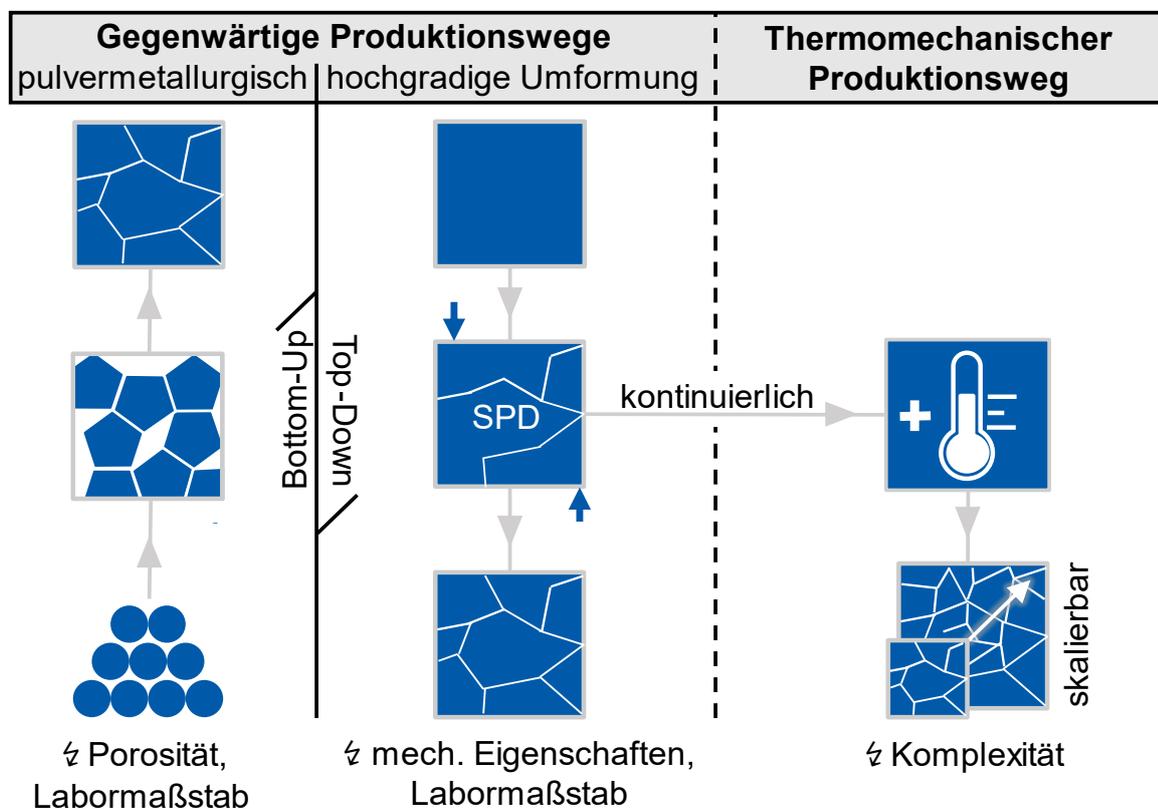


Abbildung 20: Ein zukunftsweisender Weg zur Herstellung nanostrukturierter Titanlegierungen, Vergleich der gegenwärtigen Produktionswege mit dem Weg über die kontinuierliche Nanostrukturierung durch thermomechanische Prozessketten.

Ein zukunftsweisender Weg führt daher über eine thermomechanische Prozesskette unter Nutzung von kontinuierlichen Umformverfahren und Wärmebehandlungen. Dieser Weg kann die Herausforderung der mangelnden Mengenskalierbarkeit und der unzureichenden Werkstoffeigenschaften bisheriger SPD-Prozesse überwinden und nanostrukturierte Titanimplantate einer Vielzahl von Patient:innen zugänglich machen.

Zwar werden thermomechanische Prozessketten schon seit Jahrhunderten in der Produktionstechnik eingesetzt, jedoch ist der Produktionsweg aus einer Kombination aus kontinuierlichen SPD-Prozessen und Wärmebehandlungen von einer komplexen Prozessauslegung und Prozessführung gekennzeichnet.

Die Erschließung dieses zukunftsweisenden Weges erfordert daher eine methodische Auslegungsstrategie. Insbesondere erfordert die Nanostrukturierung von Titanlegierungen eine sorgfältige Auslegung thermomechanischer Prozessketten, um die gewünschten Werkstoffeigenschaften zu erzielen. Die Nanostrukturierung erfolgt dabei nicht nur an der Oberfläche, sondern auch im Werkstoffinneren, wodurch herausragende biomechanische Eigenschaften erzielt werden können. Dazu werden die Gefügestruktur und die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffs durch gezielte mechanische Umformung und Wärmebehandlung modifiziert. Die Gestaltung der Prozessketten erfordert einen multidisziplinären Ansatz, der sowohl die Ingenieur- und Werkstoffwissenschaften als auch die Disziplinen des Anwendungsfeldes, wie die Medizin, einbezieht.

Die auf diesem zukunftsweisenden Weg entwickelten neuen Werkstoffe und fortschrittlichen Prozessketten können aufgrund ihrer effizienten Herstellungsrouten und ihres Eigenschaftsprofils dazu beitragen, unsere Lebensqualität zu verbessern und unseren Wohlstand zu sichern.

3.2 Zielsetzung und Vorgehensweise

Ziel dieser Arbeit ist die Entwicklung einer Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten für das Mikrostruktureigenschaftsdesign und die Erforschung umformtechnischer Phänomene bei der Nanostrukturierung von Titanlegierungen für medizinische Implantate.

Daraus ergeben sich folgende Forschungsfragen und Vorgehensweisen:

Forschungsfrage 1: Methodik

Welche zentralen Merkmale sollte eine allgemein anwendbare Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten für ein maßgeschneidertes Werkstoffeigenschaftsdesign nanostrukturierter Titanlegierungen aufweisen?

Zunächst werden multiphysikalische Kopplungsbeziehungen in thermomechanischen Prozessketten in Kapitel 4.1 herausgearbeitet, die das zu lösende Spannungsfeld darstellen. Darauf basierend wird in Kapitel 4.2 eine Methodik für die Auslegung von thermomechanischen Prozessketten zur Nanostrukturierung von Titanlegierungen abgeleitet.

Diese Methodik wird in den Kapiteln 6 und 7 beispielhaft für die Auslegung von thermomechanischen Prozessketten angewendet:

- Anwendungsfall 1: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ³) für Dentalimplantate
- Anwendungsfall 2: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ) für die Osteosynthese

Anschließend erfolgt im Kapitel 8 der Anwendungstransfer auf die Titanlegierung Ti-6Al-4V ELI. Im Folgenden werden die prozessketten-spezifischen Fragestellungen beschrieben.

³ Der Begriff NanoTNZ wird in der vorliegenden Arbeit für die Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr mit nanostrukturiertem Gefügestand verwendet (siehe auch Kapitel 2.4). Der Begriff wurde im Rahmen der Titanweltkonferenz 2023 unter Beteiligung des Autors der vorliegenden Arbeit in die wissenschaftliche Nomenklatur für Titanwerkstoffe eingeführt [E7], [SIE13].

Forschungsfrage 2: Zusammenhang von Prozessgrößen und Werkstoffeigenschaften

Wie beeinflusst die hochgradige Umformung die Mikrostruktur von Titanlegierungen und welche Auswirkungen hat dies auf die mechanischen Eigenschaften?

Um den grundlegenden Zusammenhang von Prozessgrößen und Werkstoffeigenschaften zu erforschen, werden kontinuierliche Severe-Plastic-Deformation Verfahren entwickelt und auf die Titanlegierungen Ti-13Nb-13Zr und Ti-6Al-4V ELI angewendet (Kapitel 6.2, 7.2 und 8.2). Mittels Finite-Elemente-Simulationen werden Prozessgrößen wie Werkzeuggeometrie und Gegendruck hinsichtlich der Homogenität der Dehnungsverteilung im Werkstoff untersucht. Die Simulationen werden anhand von Experimenten validiert und die Werkstoffeigenschaften vor und nach dem Umformprozess analysiert. Die mechanischen Eigenschaften und die metallografischen Gefügebilder erlauben Rückschlüsse auf die für die Gefügeumwandlung verantwortlichen Phänomene. Die gewonnenen Erkenntnisse erlauben im nächsten Schritt eine Konkretisierung der Prozessgestaltung.

Forschungsfrage 3: Prozessgestaltung und Nanostrukturkontrolle

Welche Prozessgrenzen bestehen, welche produktionsspezifischen Maßnahmen führen zur schädigungsfreien Umformung und welche thermomechanische Prozessroute ist zielführend?

Aufgrund ihrer hohen Festigkeit sind Titanlegierungen nur in engen Toleranzfeldern umformbar. Daher werden die Prozessgrenzen ermittelt und Maßnahmen für die schädigungsfreie Umformung durch angepasste Prozessparameter abgeleitet (Kapitel 6.3, 7.3 und 8.3). Dies soll eine reproduzierbare und homogene Nanostrukturierung zulassen. Zur Steigerung des Prozessverständnisses werden die Werkstoffeigenschaften hinsichtlich Homogenität der Gefügestruktur und erzielbarer mechanischer Eigenschaften entlang der thermomechanischen Routen untersucht. Die erlangten Erkenntnisse dienen der Ableitung einer zielführenden Route für den umgeformten und wärmebehandelten Werkstoff.

Forschungsfrage 4: Technologietransfer⁴

Wie muss die thermomechanische Prozesskette gestaltet sein, um die gewünschten Werkstoffeigenschaften im semi-industriellen Maßstab zu erreichen?

Die gewonnenen Erkenntnisse werden im Technologietransfer in den semi-industriellen Maßstab überführt (Kapitel 6.4 und 7.4). Hierbei ist eine sorgfältige Anpassung der Prozessparameter erforderlich, um die gewünschten Werkstoffeigenschaften effizient, anforderungsgerecht und endkonturnah zu erzielen. Dabei ist insbesondere auf die Weiterverarbeitbarkeit der Stangen und die Energieeffizienz zu achten. Abschließend werden die Anforderungen an Dental- und Osteosyntheseprodukte anhand von Demonstratoren evaluiert. Dies soll zukunftsweisende Wege zur Anwendung der nanostrukturierten Titanlegierungen und zur Entfaltung des gesellschaftlichen Nutzens aufzeigen.

3.2.1 Multidisziplinäre Zusammenarbeit

Der Autor hat im Rahmen seiner wissenschaftlichen Tätigkeit studentische Arbeiten und Projekte betreut, deren Ergebnisse und wissenschaftliche Erkenntnisse teilweise in die vorliegende Arbeit eingeflossen sind. Eine Übersicht ist im Literaturverzeichnis unter den Vermerken [S1] bis [S15] zu finden.

Durch die enge Zusammenarbeit in Forschungsprojekten mit Lina Klinge und Carsten Siemers von der Arbeitsgruppe für Titanwerkstoffe des Instituts für Werkstoffe (IfW) an der TU Braunschweig und Christopher Spiegel vom Biofilmlabor der Medizinischen Universität Innsbruck (BioFilmLab) sind Einflüsse auf diese Arbeit entstanden. Die hier erforschten produktionstechnischen Aspekte zur Umformung von nanostrukturierten Titanlegierungen gliedern sich daher in die Dissertationen von Lina Klinge (werkstoffwissenschaftliche Aspekte, [KLI25]) und Christopher Spiegel (mikrobiologische Aspekte, [SPI23]) ein. So werden beispielsweise die Wärmebehandlungen in Kapitel 6 und 7 zunächst im Labormaßstab in

⁴ Der Begriff des Technologietransfers bezeichnet hier den Prozess der Nutzbarmachung von Forschungserkenntnissen und technischen Wissens für die wirtschaftliche und gesellschaftliche Anwendung.

Präzisionskammeröfen am IfW entwickelt und anschließend auf den semi-industriellen Maßstab auf den Industriekammeröfen am PtU übertragen. Die mikrostrukturellen Untersuchungen, wie die Rasterelektronenmikroskopie, werden sowohl am IfW als auch am PtU durchgeführt. Die Ergebnisse der Biofilmversuche entstehen unter anderem im Rahmen eines Forschungsaufenthaltes des Autors im BioFilmLab. Ein Großteil der Ergebnisse führte zu einigen gemeinsamen Veröffentlichungen und Konferenzbeiträgen, die im Literaturverzeichnis aufgeführt sind.

Ohne den engen multidisziplinären Austausch und die gemeinsamen, iterativen Versuche wäre der im Folgenden diskutierte wissenschaftliche Fortschritt in der Nanostrukturierung von Titanlegierungen mit dem Fokus auf die produktionstechnische Forschung des Autors nicht möglich geworden.

4 Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten⁵

Obwohl thermomechanische Verfahren seit Jahrhunderten eingesetzt werden, fehlen Methodiken, die die spezifischen Herausforderungen in der kombinierten Auslegung von Wärmebehandlung und Umformung für das gezielte Mikrostruktureigenschaftsdesign von Titanlegierungen mit modernen Werkzeugen adressieren. Ansätze zur Schließung dieser Lücke sind für die Entwicklung innovativer Werkstoffe und Produkte unerlässlich.

Die Entwicklung und Auslegung von thermomechanischen Prozessketten erfordert ein multidisziplinäres Systemdenken, das sowohl thermische als auch mechanische Aspekte berücksichtigt. Dies ist erforderlich, um die Vorgänge und die Phänomene der Prozesse zielgerichtet vorherzusagen, deren Wechselwirkungen untereinander und deren Abhängigkeit von den Einflussgrößen des Systems zu quantifizieren sowie die Prozesskette gemäß den Zielen auszulegen.

In Abschnitt 4.1 werden charakteristische Merkmale von thermomechanischen Prozessketten für das Mikrostruktureigenschaftsdesign aufgestellt und in ein allgemeingültiges Spannungsfeld für deren Auslegung überführt. In den Abschnitten 4.2 und 4.3 wird eine in Anlehnung an die VDI 2221 abgeleitete Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten vorgestellt, die in den Kapiteln 6, 7 und 8 Anwendung findet.

⁵ Teile dieses Kapitels wurden bereits in [E2] und [E5] veröffentlicht.

4.1 Charakteristische Merkmale thermomechanischer Prozessketten

Die thermomechanische Verarbeitung ist durch multiphysikalische Kopplungsbeziehungen aus Werkstoffeigenschaften und Prozessparametern gekennzeichnet (siehe Abbildung 21, vgl. auch das Werkstoff-Tetraeder aus Abbildung 11), die ihre Auslegung komplex machen, wie:

- Legierungszusammensetzung und chemische Wechselwirkungen
- Temperatur und thermische Kopplung
- Spannungen und mechanische Kopplung
- Mikrostruktur und Phasenumwandlung

Legierungszusammensetzung: Die Wahl der Legierung und ihre chemische Zusammensetzung spielen eine entscheidende Rolle bei der Herstellung von Werkstoffen. Bei thermomechanischen Prozessen kann es zu chemischen Reaktionen zwischen der Legierung und der Umgebung kommen, die zu Veränderungen des Mikrogefüges und der mechanischen Eigenschaften führen. Die Wahl der Legierung kann einen erheblichen Einfluss auf die Steuerung des Prozesses und auf das Endprodukt haben. Vgl. hierzu die Stabilisatoren für Titanlegierungen in Kapitel 2.2.3. [SHA23]

Temperatur: Die Temperatur ist ein Schlüsselparameter in thermomechanischen Prozessen. Die Erwärmung oder Abkühlung eines Materials kann die Mikrostruktur verändern, indem sie Phasenübergänge, Kristallwachstum oder Diffusionsprozesse hervorruft. Diese thermischen Effekte haben einen erheblichen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften und die Festigkeit des Werkstoffs. Bei Titanlegierungen ist hier insbesondere die Transustemperatur zu nennen (vgl. Kapitel 2.2). [TEK21]

Spannungen: Mechanische Spannungen, die durch Kräfte oder Verformungen entstehen, können das Gefüge verformen oder verändern. Diese Spannungen können aufgrund von Temperaturänderungen und Legierungseffekten variieren. Die Spannungsverteilung im Material beeinflusst die mechanischen Eigenschaften und das Schädigungsverhalten (vgl. Kapitel 2.1). [TEK21]

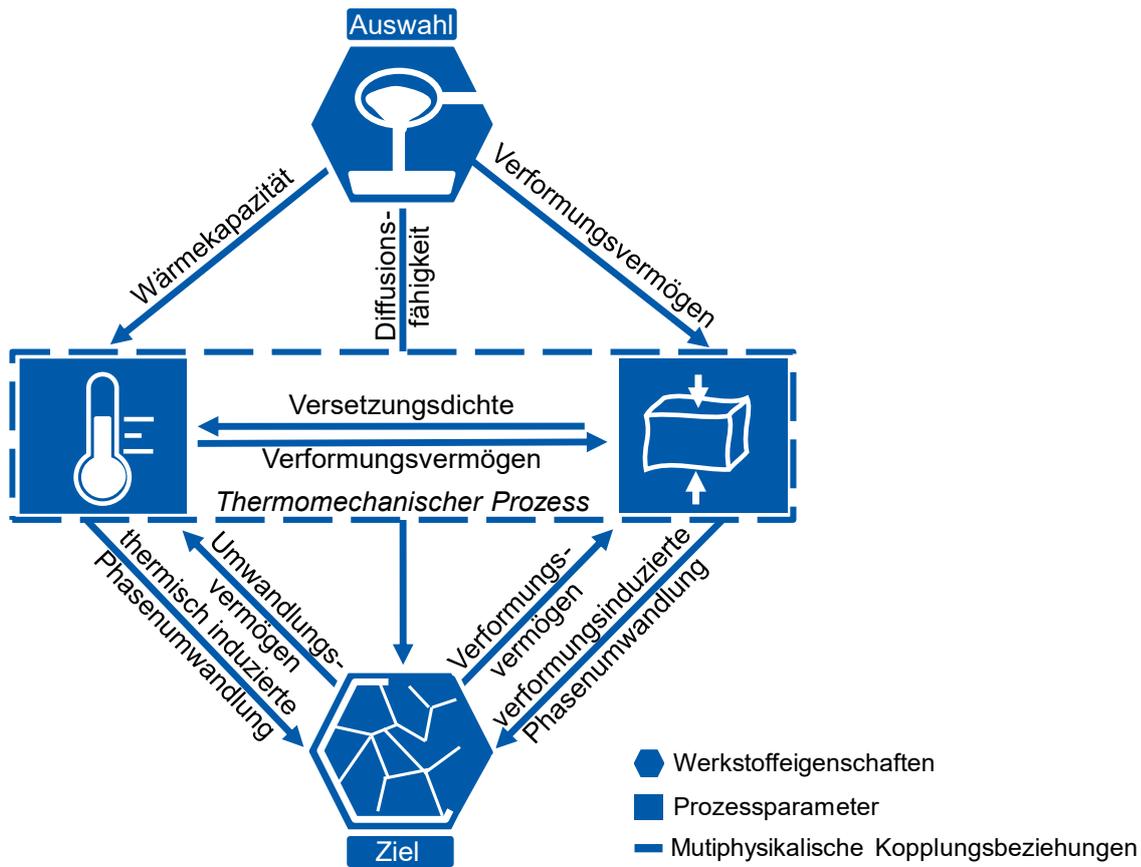


Abbildung 21: Spannungsfeld durch multiphysikalische Kopplungsbeziehungen bei thermomechanischen Prozessen: Legierungszusammensetzung, Temperatur, Spannungen und Mikrostruktur.

Mikrostruktur: Die Mikrostruktur bzw. das Mikrogefüge eines Werkstoffs bezieht sich auf die Anordnung von Atomen, Kristallkörnern und Phasen innerhalb des Werkstoffs. Die Mikrostruktur ist gleichzeitig auch das Ziel der Auslegung von thermomechanischen Prozessen. Denn sie bestimmt die mechanischen (z. B. E-Modul), physikalischen (thermischen und elektrischen), biologischen (z. B. Resistenz gegen Bakterien) sowie chemischen Eigenschaften des Werkstoffs. Bei thermomechanischen Prozessen kann die Mikrostruktur erheblich verändert werden (insbesondere die Korngröße und Phasenzusammensetzung), was sich auf die Eigenschaften und die Leistungsfähigkeit des Werkstoffs auswirkt. [ASH11]

Das Spannungsfeld dieser multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen ist ein wesentlicher Bestandteil von thermomechanischen Prozessen. Die Werkstoffeigenschaften (wie der E-Modul), die Prozessparameter (wie die Temperatur) sind in der Realität Schwankungen unterworfen. Dies führt zu einer

Unsicherheit in der Prozesskette. Die Unsicherheit tritt insbesondere dann auf, wenn die Werkstoff- und Prozesseigenschaften nicht oder nicht vollständig determiniert werden können [PEL21].

Die auf die thermomechanische Prozesskette einwirkende Unsicherheit kann anhand externer und interner Faktoren klassifiziert werden. Zu den externen Faktoren zählen schwankende Werkstoffpreise und -qualitäten sowie die schwankende Verfügbarkeit von Werkstoffen durch geopolitisch instabile Lagen, die insbesondere die Legierungsauswahl beeinflussen [E2], [NAH15].

Die internen Faktoren sind durch das multiphysikalische Spannungsfeld getrieben (vgl. Abbildung 21). Die Unsicherheit tritt hier aufgrund schwankender Prozessparameter und Werkstoffeigenschaften sowie deren komplexen Wechselwirkungen auf, die die Prozessauslegung erschweren. Die Unsicherheit differenziert sich daher in die *Werkstoffunsicherheit*, die *Prozessunsicherheit* und die *Kopplungsunsicherheit*.

Die Werkstoffunsicherheit entsteht durch Schwankungen der Festigkeit, des Elastizitätsmoduls und der Wärmeleitfähigkeit. Sie beeinflusst das Prozessergebnis hinsichtlich der erzielbaren Werkstoffeigenschaften. Die Prozessunsicherheit resultiert aus Schwankungen der Prozessparameter, bspw. der Temperatur und der Umformgeschwindigkeit. Diese Schwankungen führen wiederum zu Variationen der Werkstoffeigenschaften. Die Wechselwirkungen zwischen dem thermischen und mechanischen Prozess sind zwar grundsätzlich physikalisch bekannt (vgl. Abbildung 21) unterliegen aber ebenso Schwankungen und führen somit zu einer Kopplungsunsicherheit. Beispielsweise beeinflussen Phänomene der Umformung, wie die Homogenität der Versetzungsdichte, die Phänomene der Wärmebehandlung, wie die Rekristallisation.

Insbesondere die Komplexität der Kopplungsbeziehungen, die schwankenden Werkstoffeigenschaften und die schwankenden Prozessparameter erschweren eine vollständige Vorhersage des Prozesskettenverhaltens. Die Kenntnis und Analyse der diskutierten Unsicherheit sowie ihrer je nach Informationsgehalt bekannten und unbekanntem Wirkung sind entscheidend, um Maßnahmen zu ihrer Beherrschung zu ergreifen. [PEL21]

Ein weiterer Aspekt ist die Nachhaltigkeit thermomechanischer Prozessketten. Denn die Prozesse sind im Vergleich zu Kaltumformprozessen aufgrund des Aufwärmens der Werkstoffe energieintensiv [BLE17]. Im Rahmen der Prozessentwicklung ist eine Berücksichtigung der Auswirkungen auf die Umwelt, insbesondere des Energieverbrauchs und der Ressourceneffizienz, erforderlich [SKO18]. Dies ist im Kontext des Klimawandels von großer Bedeutung. Darüber hinaus kann die Umsetzung thermomechanischer Prozesse kosten- und zeitintensiv sein, insbesondere in der Skalierungsphase, was ein zusätzliches Hindernis für die Entwicklung darstellt.

Zur Beherrschung der Komplexität und Unsicherheit im Spannungsfeld von Variantenvielfalt und Wechselwirkungen zwischen Werkstoffeigenschaften und Prozessparametern ist daher ein systematisches Vorgehen erforderlich.

4.2 Entwicklungskriterien und Grundlage

Neben den in Kapitel 2.5 definierten grundlegenden Voraussetzungen für ein methodisches Vorgehen müssen folgende drei verfahrensspezifische Entwicklungskriterien von einer Methodik erfüllt werden, damit diese effizient zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten eingesetzt werden kann:

- *Generalisierbarkeit*: Die Methodik sollte zwar alle notwendigen Merkmale der multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen adressieren, aber so allgemeingültig sein, dass die Prinzipien und Vorgehensweisen nicht nur für eine konkrete thermomechanische Prozessauslegung gelten, sondern eine breite, skalierbare Anwendbarkeit zulassen.
- *Adaptivität und Flexibilität*: Die Methodik sollte anpassungsfähig sein, um unterschiedliche Anforderungen und deren Änderungen zu adressieren sowie die Hybridisierung mit anderen Modellen zu ermöglichen.
- *Klare Phasen und Struktur*: Die Methodik sollte aus klaren Phasen und einer strukturierten Vorgehensweise bestehen. Dies ermöglicht eine geordnete Abfolge von Aktivitäten hin zu einem effizienten Projekterfolg und fördert die Kommunikation sowie das Lernen in Entwicklungsteams.

Um einerseits die Entwicklungskriterien zu adressieren und andererseits eine zielführende Methodik zu etablieren, wird auf die in Kapitel 2.5 vorgestellte VDI-

Richtlinie 2221 aufgebaut. Für die Wahl der Richtlinie als Grundlage gibt es vorrangig drei Gründe:

- *Multidisziplinärer Ansatz:* Aus der allgemeinen Beschreibung der Entwicklungsmethodik in Abschnitt 2.5.1 geht hervor, dass der Fokus der Richtlinie auf einer multidisziplinären Vorgehensweise liegt, was als ein zentraler Bestandteil der Auslegung von thermomechanischen Prozessketten angesehen wird.
- *Komplexität beherrschen:* Das Spannungsfeld der multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen erzeugt eine große Variantenvielfalt in den Werkstoffeigenschaften und den Prozessparametern. Die Richtlinie bietet Synergien mit anderen Methoden, wie Abstrahieren und Konkretisieren sowie Bewertung und Auswahl, um die Variantenflut systematisch zu beherrschen.
- *Akzeptanz:* Die Vorgehensweise bietet eine standardisierte Terminologie, erleichtert die Kommunikation zwischen verschiedenen Stakeholder:innen und fördert ein einheitliches Verständnis. Außerdem ist die VDI 2221 ein weit verbreitetes Vorgehen, was eine hohe Akzeptanz für die Anwendung einer auf diesem Modell basierenden Methodik erwarten lässt.

4.3 Darstellung der Methodik

In Anknüpfung an die vorangehend diskutierten Aspekte des Spannungsfelds multiphysikalischer Kopplungsbeziehungen, der Entwicklungsgrundlage sowie der -kriterien wird eine Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten für das Mikrostruktureigenschaftsdesign entwickelt.

Die Methodik (Abbildung 22) besteht aus den Schritten *Zielsetzung ableiten*, *abstrakte Routen gemäß den Anforderungen konzipieren*, *ausgewählte Route konkretisieren*, *konkrete Route optimieren* und wird von einer Dokumentation begleitet. Um die Herausforderung komplexer multiphysikalischer Kopplungsbeziehungen zu bewältigen, legt die Methodik besonderen Wert auf den Schritt *Konzipieren* und dem darin enthaltenen iterativen Prüfen und Anpassen.

Die Vorgehensweise ist wie folgt:

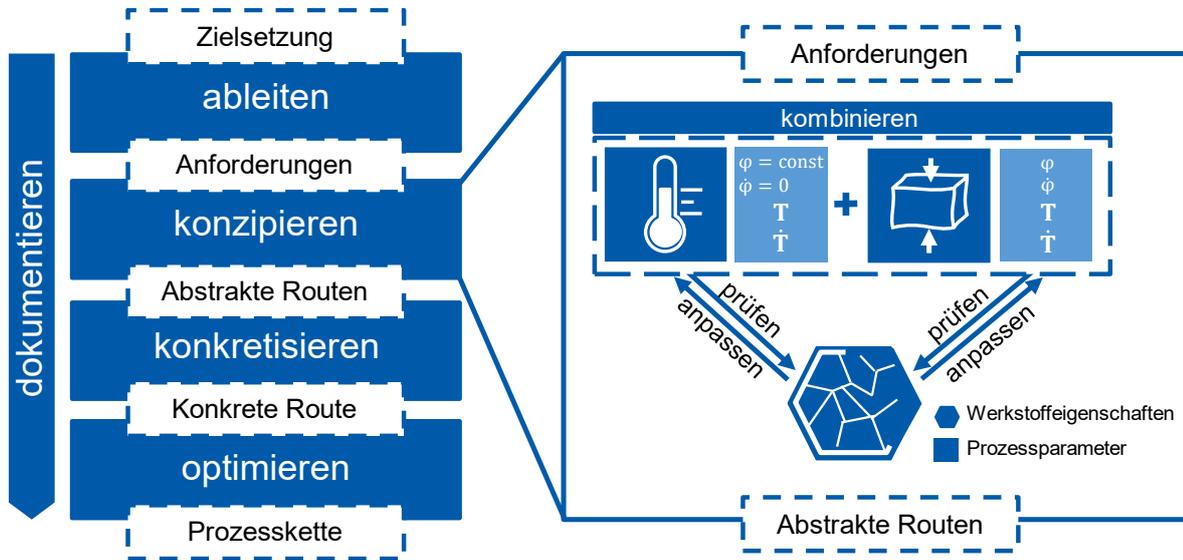


Abbildung 22: Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten für das Mikrostruktureigenschaftsdesign.

4.3.1 Zielsetzung ableiten

Zunächst werden die Ziele der thermomechanischen Prozesskettenauslegung klar definiert. Welche spezifischen Eigenschaften oder Qualitätsstandards soll der Werkstoff, das Mikrogefüge oder das Produkt erreichen? Dabei kann es sich um Festigkeit, Härte, Korngröße oder andere Werkstoffeigenschaften handeln. Die Zieldefinition ermöglicht auch die Analyse der Problemstellung, damit die zu entwickelnde Lösung das richtige Problem adressiert. Die Arbeit von Ashby [ASH11] vertieft Auswahlstrategien, die Ableitung von Eigenschaftsgrenzen und Materialindizes. Darüber hinaus adressiert Ashby die Festlegung von Einschränkungen und gewünschten Eigenschaftsprofilen. Den Eigenschaften können Gewichte zugewiesen werden, um Grenzen und Bereiche zu definieren. Die abgeleiteten Anforderungen werden während des gesamten Entwicklungsprozesses für eine kontinuierliche Bewertung verwendet, um sicherzustellen, dass die Ziele effizient erreicht werden.

4.3.2 Prozessrouten konzipieren

Zunächst wird die Legierungszusammensetzung ausgewählt, die die Anforderungen des Prozesses und die gewünschten Produktspezifikationen erfüllt. Dabei müssen die bereits erwähnten multiphysikalischen

Kopplungsbeziehungen des Materials berücksichtigt werden. Es können Legierungsauswahlstrategien, wie sie in [ASH11] erläutert sind, eingesetzt werden. Um die Komplexität zu verringern, wird beim Kombinieren (Abbildung 22, rechts) davon ausgegangen, dass die ausgewählte Legierung bekannt ist. Es ist zu beachten, dass die Wechselwirkungen mit der Legierungszusammensetzung dennoch relevant sind.

Im Mittelpunkt des Konzipierens steht die Kombination von thermischer und mechanischer Behandlung in der Prozesskette. Das Konzipieren der Prozessrouten ist mit einer Unsicherheit in den Werkstoffeigenschaften, den Prozessparametern und den Kopplungsbeziehungen behaftet (vgl. Kapitel 4.1.). Um diese zu untersuchen, werden folgende Maßnahmen empfohlen:

- Thermomechanische Simulationen
- Experimentelle Voruntersuchungen
- Literaturdaten und domänenspezifisches Fachwissen von Expert:innen

Für die thermomechanischen Simulationen müssen die Prozesse und deren Parameter an die Werkstoffeigenschaften angepasst werden. Um die gewünschten Werkstoffeigenschaften zu erreichen, kann die Simulation unter Verwendung von Werkstoffparametern aus der Literatur oder aus Werkstoffprüfungen durchgeführt werden [E5]. Zur Aufnahme von temperaturabhängigen Fließkurven und temperaturabhängigen Wärmeübergangskoeffizienten eignen sich beispielsweise Zug-, Druck-, Dilatometer- und Wärmestrommessversuche. Durch Modellversuche, die die wirkenden Belastungen während der Umformung abbilden und die Messbarkeit von bspw. Umformkräften und Reibwerten zulassen, können Toleranzfelder ermittelt werden [SCH24]. Außerdem können Wärmebehandlungen durchgeführt werden, um Prozessgrenzen wie Rekristallisationstemperaturen zu ermitteln. Dabei ist auch das domänenspezifische Fachwissen von Expert:innen einzubeziehen, um die Prozessfenster durch erfahrungsbasierte Kenntnis einzugrenzen.

Diese Untersuchungen hinsichtlich der Simulation, der Experimente, den in der Literatur bekannten Erkenntnissen sowie dem Domänenwissen sind notwendig, um die prozess- und werkstoffspezifische Unsicherheit sowie den Parameterraum einzugrenzen.

Innerhalb des Schrittes *Konzipieren* werden folgende Aufgaben gelöst:

Prozesse und Parameter: Zu den thermischen Verfahren gehören in der Regel Wärmebehandlungen in verschiedenen Atmosphären. Wärmebehandlungen führen zu einer Veränderung der Eigenschaften sowie zu einer Veränderung der Gefüge. Es gibt eine Vielzahl von Wärmebehandlungen, darunter Glühen und Aushärten. Es finden mehrere Prozesse statt, wie z. B. Erholung (keine Veränderung des Gefüges, aber eine Veränderung der Versetzungsdichte und die Bildung von Korngrenzen), Rekristallisation (Bildung eines neuen Gefüges durch Keimbildung und Kornbildung) und Kornwachstum (Veränderung der Korngrößenverteilung). Dies kann zu einem Festigkeitsverlust oder -anstieg nach der Wärmebehandlung von verformten Werkstoffen führen. [SEM20]

Die plastische Verformung wird durch Umformtechnik erreicht. Bei der Umformung werden Metalle durch Kaltumformung (bei Raumtemperatur) oder (Halb-)Warmumformung (bei erhöhter Temperatur) Spannungen ausgesetzt, die zu plastischen Dehnungen führen. Die gängigsten Verfahren sind Schmieden, Walzen, Tiefziehen und Ziehen. Es wurden Verfahren zur hochgradig-plastischen Umformung entwickelt, um hohe Dehnungen zu erreichen, die mikrostrukturelle Veränderungen fördern. [EHL20]

Auch ist eine Kombination aus Wärmebehandlungen und plastischen Verformungen möglich, wie z. B. die Warmumformung, bei der das Material auf eine höhere Temperatur erwärmt wird, um seine Umformbarkeit zu erhöhen. Darüber hinaus können thermisch induzierte Spannungen auftreten, wenn Materialien ungleichmäßig erwärmt oder abgekühlt werden. Diese Spannungen können in manchen Fällen unerwünscht sein, sie können aber auch bewusst eingesetzt werden, um bestimmte Effekte zu erzielen, z. B. Einstellung der Versetzungsdichte und Eigenspannungen. Wärmebehandlungen wie Glühen, Härten, Anlassen und Lösungsglühen können zur Einstellung der mechanischen Eigenschaften eingesetzt werden. Hier ist insbesondere die Phasenumwandlung, bei der Metalle ihre Kristallstruktur ändern, wie die β -Transustemperatur bei Titanlegierungen, zu nennen. Parameter sind der Umformgrad φ , Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi}$, die Temperatur T und die Temperaturrate \dot{T} .

Werkstoffeigenschaften: Der Ausgangszustand des Werkstoffs, einschließlich seiner Legierungszusammensetzung, seines Gefüges und früherer Wärmebehandlungen, beeinflusst die Reaktion auf den thermomechanischen Prozess. Die Werkstoffeigenschaften können durch Werkstoffprüfungen und Gefügeanalysen ermittelt werden. Die Ergebnisse werden zur Anpassung der Prozesse und Parameter verwendet.

Kombinieren der Prozesskette: Verschiedene Methoden können verwendet werden, um Wärmebehandlungen und plastische Verformungen mit thermomechanischen Verfahren zu kombinieren. Ziel ist es, den Informationsgehalt über die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen und die Phänomene zu erhöhen, um geeignete Maßnahmen zur Auslegung der Prozesskette und zur Beherrschung der Unsicherheit zu ergreifen, vgl. [WEL21]. So können die zuvor aufgestellten thermomechanischen Simulationen und Modellversuche verwendet werden, um das Verhalten des Werkstoffs während des Prozesses, wie die Spannungs- und Temperaturverteilung sowie die Gefügestrukturwicklung, vorherzusagen. Durch die experimentelle Voruntersuchung lassen sich die Ergebnisse der Simulationen validieren und die Modellunsicherheiten der Simulation zur Ableitung der Prozessbedingungen abschätzen. Im Rahmen der Nanostrukturierung von Titanlegierungen können Toleranzfelder zur Eingrenzung der Variantenvielfalt in den Routenfamilien basierend auf der Literatur abgeschätzt werden. Diese sind:

- Transustemperatur gemäß Kapitel 2.2
- Rekristallisationstemperatur gemäß Gleichung 2-10
- Kornwachstum gemäß Kapitel 2.4.3
- Zugfestigkeit durch die Härte gemäß Gleichung 5-1
- Umformgrad gemäß Kapitel 2.4.3

Zur Planung und effizienten Durchführung der Versuche können Methoden wie das *Design of Experiments* (DOE) zur Ableitung von Ursache-Wirkungsmodellen eingesetzt werden [SIE17]. Um die Unsicherheitsfortpflanzung in der Prozesskette und deren Auswirkung zu analysieren, bietet sich die Methode *Uncertainty Mode and Effects Analysis* (UMEA) an [LOT18]. Die Variantenvielfalt der Prozessrouten lässt sich durch die *methodische Bewertung und Auswahl* reduzieren [VDI2221]. Die Prozessrouten können

mittels *Zeit-Temperatur-Umformgrad-* sowie *Zeit-Härte-Schaubildern* dargestellt werden.

4.3.3 Prozessroute konkretisieren

Die abstrakten Routen können nun durch systematische Konkretisierung in eine konkrete Route überführt werden. Um die Reproduzierbarkeit der gefundenen Route zu untersuchen, werden mindestens drei experimentelle Untersuchungen unter den gleichen Produktionsbedingungen empfohlen [SIE17]. Eine *Sensitivitätsanalyse* kann eingesetzt werden, um die Stabilität der konkreten Route hinsichtlich eines optimalen Betriebspunktes zu bewerten [RIP20]. Hierzu werden zunächst die relevanten Einflussfaktoren und Prozessparameter, wie in der Abbildung 21 dargestellt, identifiziert und deren Schwankungen ermittelt. Nun können das Systemverhalten und die resultierenden Produkteigenschaften bewertet werden. Eine kontinuierliche Überwachung des Prozesses kann hierbei angewendet werden, um sicherzustellen, dass die gewünschten Spezifikationen während der Produktion erreicht werden. Dies kann durch den Einsatz von Sensoren und Kontrollsystemen erreicht werden. Durch Qualitätskontrollen lässt sich prüfen, ob die hergestellten Produkte den festgelegten Normen und Zielen entsprechen. Dazu können zerstörungsfreie Prüfungen und Werkstoffanalysen gehören. Auf diese Weise können die Routen bewertet werden. Am Ende dieses Schritts wird eine begründete Entscheidung für eine bestimmte Route getroffen.

4.3.4 Prozessroute optimieren

Basierend auf den Ergebnissen der konkreten Prozessroute wird der Prozess optimiert. Dadurch sollen die Effizienz erhöht, die Kosten gesenkt und die Qualität verbessert werden. Um den Anforderungen an nachhaltige und energiesparende Produktionsprozesse gerecht zu werden, empfiehlt sich ein Frontloading-Ansatz gemäß Anhang A4 sowie [E10] und [E12]. Zur Robustifizierung der Prozesskette und Berücksichtigung von Schwankungen im Prozessablauf und im Werkstoffverhalten bietet sich die von Henke [HEN16] entwickelte *Methode zur Auslegung von robusten Prozessen in der Warmmassivumformung* an.

4.3.5 Dokumentieren

Im Sinne einer nachvollziehbaren Prozessentwicklung ist es unabdingbar, alle Prozessparameter, Simulationsergebnisse, Experimente und Qualitätsdaten sorgfältig in einer Dokumentation aufzuzeichnen. Diese lassen eine lückenlose Rückverfolgbarkeit und die Identifizierung möglicher Verbesserungspotenziale zu. Die nachvollziehbare Dokumentation in der Entwicklung von Fertigungsprozessen ist in vielen Branchen, wie z. B. der Medizintechnik, ein wesentlicher Bestandteil für die Zulassung innovativer Produkte.

4.4 Einordnung der aufgestellten Methodik in Bezug auf die Entwicklungskriterien

In der Abgrenzung zu anderen Methodiken, wie der VDI 2221 und dem V-Modell, differenziert sich die hier vorgestellte Methodik in den zuvor aufgestellten Entwicklungskriterien in folgenden Punkten:

Für die *Generalisierbarkeit* lässt sich feststellen, dass der Anwendungsbereich auf die Auslegung thermomechanischer Prozessketten und die Überwindung des Spannungsfeldes durch die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen spezifiziert, wohingegen das V-Modell und die VDI 2221 im Anwendungsbereich durch ihre übergeordnete Terminologie allgemeingültiger sind.

Im Sinne der *Adaptivität und Flexibilität* betont das V-Modell eine strenge und kontinuierliche Testung durch Verifikation und Validierung, was weder in der VDI 2221 noch in der hier präsentierten Methodik in dem Maße adressiert wird. Dennoch lassen die beiden zuletzt genannten Methodiken eine Hybridisierung mit anderen Werkzeugen zu, die an die einzelnen Phasen andocken können. Somit werden die Adaptivität und Flexibilität hinreichend adressiert.

In Bezug auf die *klaren Phasen und Struktur* lassen sich Unterschiede zwischen den drei Methoden feststellen. Wohingegen das Vorgehen der VDI 2221 einen streng sequenziellen Entwicklungsprozess und das V-Modell zwei Hauptzweige (Entwicklung und Verifikation/Validierung) abdeckt, ist die hier entwickelte Methodik auf die iterativ zu kombinierende Dreiecksbeziehung zwischen

Werkstoffeigenschaften und den thermomechanischen Prozessparametern gekennzeichnet.

Letztlich ist die Kenntnis der spezifischen Eigenschaften einer Methodik und der Einordnung gegenüber anderen Methodiken von entscheidender Bedeutung, um die für die jeweilige Fragestellung passende Vorgehensweise zu wählen. Ob die hier aufgestellte Methodik zur Auslegung von thermomechanischen Prozessketten für die Nanostrukturierung von Titanlegierungen dienlich ist, wird in den folgenden Kapiteln erprobt.

4.5 Zwischenfazit für die Methodik zur Auslegung thermomechanischer Prozessketten

Ausgehend von den Erkenntnissen und Eigenschaftsbeziehungen thermomechanischer Prozessketten wird eine Methodik zu deren Auslegung vorgestellt. Die Grundidee besteht darin, die zentralen Merkmale von thermomechanischen Prozessketten im Spannungsfeld von multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen in den Fokus der Methodik zu rücken. Die Integration der Merkmale in das Vorgehen nach der VDI 2221 stellt sicher, dass die Anforderungen an ein weit verbreitetes und möglichst allgemeingültiges Hilfsmittel für Entwicklungsprozesse erfüllt werden.

Ziel der Auslegungsmethodik aus allgemeingültigen und wenig komplexen Bausteinen ist eine niedrige Einstiegshürde für Prozessentwickler:innen, die bereits mit thermomechanischen Prozessketten gearbeitet haben oder in Entwicklungsprojekten nach der VDI 2221 beteiligt waren. In den Kapiteln 6 und 7 wird die Anwendung der Methodik exemplarisch an zwei unterschiedlichen Prozessketten dargestellt und im Kapitel 8 auf einen weiteren Werkstoff übertragen. Am Ende dieser Kapitel wird jeweils ein ergänzendes, prozessketten-spezifisches Fazit zur Entwicklungsmethodik gezogen.

5 Versuchseinrichtungen, Werkstoffe und Methoden⁶

Für die Erforschung der Nanostrukturierung von Titanlegierungen durch thermomechanische Prozessketten werden die in den folgenden Abschnitten beschriebenen Versuchseinrichtungen, Methoden und Werkstoffe verwendet.

5.1 Versuchseinrichtungen für die thermomechanischen Prozessketten

5.1.1 Umformmaschinen und Werkzeuge

Für die Umformung werden eine Schnellläuferpresse und eine Rundknetanlage verwendet (siehe Abbildung 23). Die Schnellläuferpresse ist ein Stanzautomat der Firma Bruderer vom Typ BSTA-810 mit einer Nennkraft von 810 kN bei maximal 1000 Hub/min. Der ursprünglich zur Förderung von Blechmaterial vorgesehene Walzenvorschub wird mit einer V-Nut versehen, um Stangenmaterial in den Pressenraum zu befördern. Darüber hinaus wird ein eigens entwickeltes Werkzeug mit Erwärmungs- und Gegendruckeinheit eingesetzt. Die Rundknetmaschine ist eine Umlauf-Einstich-4-Stößel-Hämmermaschine der Firma HMP vom Typ UR8-4-DD-50LH-CNC mit einer Nennkraft von 1000 kN und einer Knetfrequenz von 30 Hz. Sie ist analog zur Schnellläuferpresse mit einer CNC-Steuerung, einer axialen Vorschubeinheit sowie einer Gegendruckeinheit ausgestattet.

⁶ Weiterführende Informationen sind in den eigenen Veröffentlichungen und den studentischen Arbeiten im Abschnitt 10 zu finden.

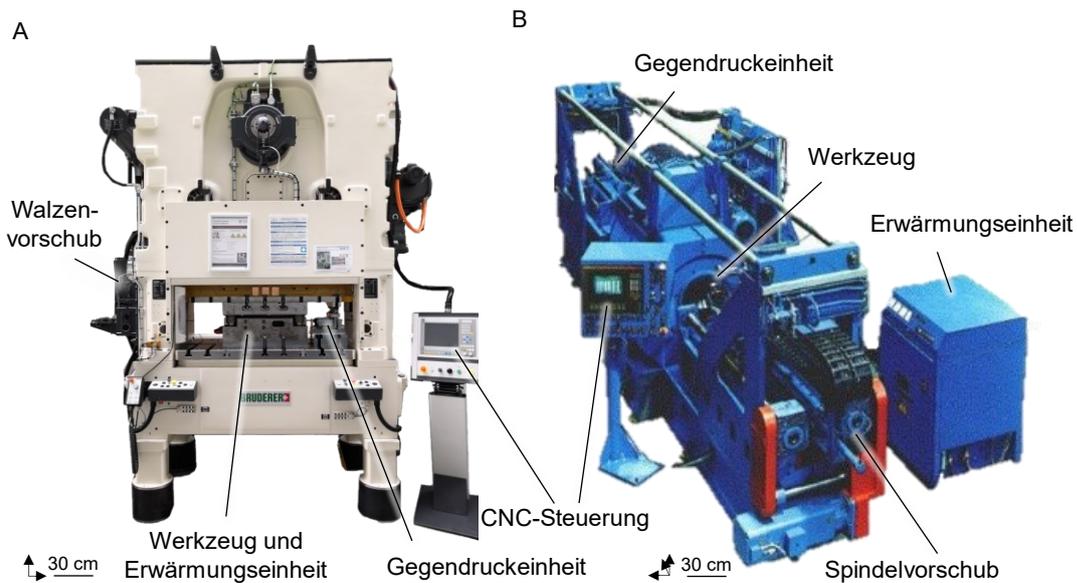


Abbildung 23: Schnellläuferpresse (A) und Rundknetanlage (B)

Die für diese Untersuchungen entwickelten Werkzeug-Geometrien sind in der Abbildung 24 für das Equal-Channel-Angular-Swaging (A, B) und das Continuous-Multi-Directional-Swaging (C, D) dargestellt. Die technischen Zeichnungen und die digitalen Modelle der Werkzeuge stehen über den Anhang A2 zur Verfügung. Die Werkzeuge sind aus dem Werkstoff 1.2379 gefräst und auf 65 HRC gehärtet. Die Werkzeuge werden über Heizpatronen erwärmt, mittels Thermoelementen in der Umformzone überwacht und sind jeweils geerdet. Die Wärmeausdehnung der Werkzeuge wird über Adapterplatten ausgeglichen. Artverwandte Werkzeuge werden in [GÖR14] zur Kornfeinung von Kupfer und Reineisen sowie in [WIE22] zur magnetischen Härtung verwendet, die allerdings keine Temperaturführung zulassen und eine andere Geometrie aufweisen.

Auf der Rundknetmaschine beträgt die Vorschubgeschwindigkeit 600 mm/min bei einer Knetfrequenz von 30 Hz und einer radialen Zustellung von 0,7 mm. Auf der Schnellläuferpresse erfolgt der Vorschub mit 0,1 mm/Hub bei 300 Hub/min. Es wird ein Gegendruck verwendet, um den Spannungszustand in den Druckbereich zu verschieben. Darüber hinaus wird ein Schmiermittel auf Basis von Molybdändisulfid MoS_2 (Temperaturbereich von -25 °C bis $+450\text{ °C}$) der Firma Molykote verwendet, das sich durch eine verringerte Reibkorrosion und eine hohe Druckaufnahme für schmiedeähnliche Prozesse auszeichnet.

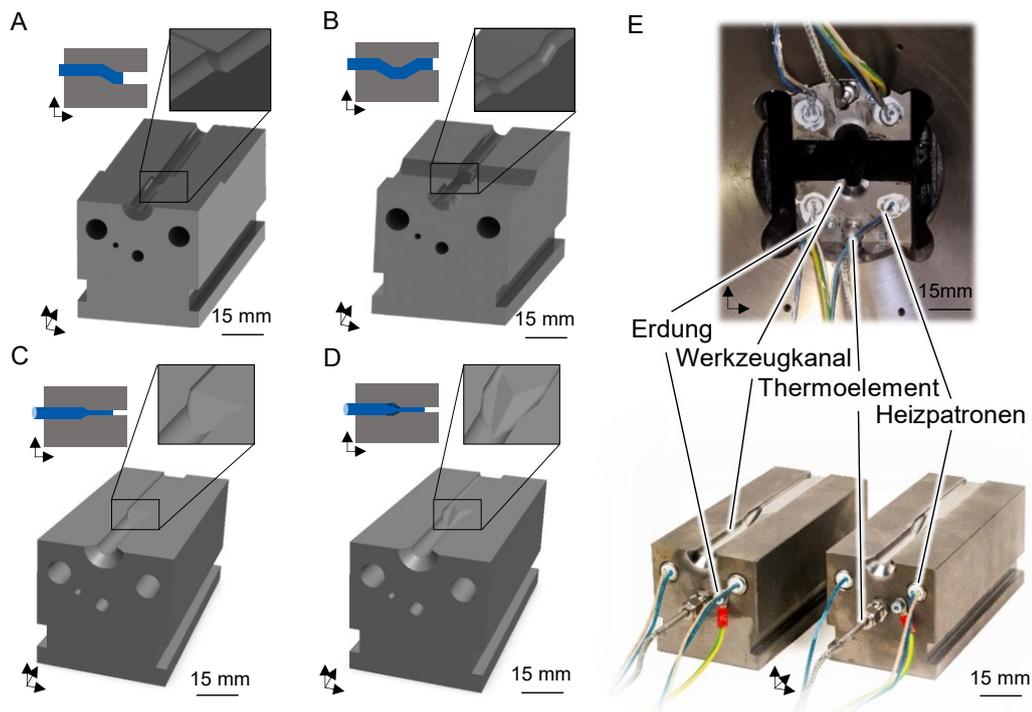


Abbildung 24: Werkzeuggeometrien für ECAS-1-Pass (A), ECAS-2-Pass (B), CMDS-Flachbacken (C), CMDS-Keilbacken (D) und die Einbausituation in der Rundknetmaschine sowie Darstellung der realen Werkzeuge (E)

5.1.2 Temperaturführung während der Umformung

Die Umformung wird bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Zu diesem Zweck werden die Umformwerkzeuge durch die Heizpatronen auf 150 °C erwärmt. Die Temperaturführung der Umformwerkzeuge wird über ein Thermoelement und einen Heizregler sichergestellt. Vor der Umformung werden die Halbzeuge (Stäbe) durch einen Induktor auf 300 °C vorgewärmt. Die Induktionsanlage ist ein MF-Generator in Parallelschwingkreistechnik der Firma Trumpf (TruHeat 5040MF) mit einer Leistung von 40 kW und einer Ausgangsfrequenz von 100 kHz. Die Induktionsspulen werden an den Versuchswerkstoff Titan in Induktivität, Durchmesser, Schwingkreis und unter Beachtung der Durchwärmung (Skin-Effekt) angepasst und für diese Untersuchungen angefertigt. Die Temperaturführung wird mit einer Thermografiekamera der Firma Fluke (ThermoViewTV40) in einem Temperaturbereich von -20 °C bis 1200 °C mit einer Messgenauigkeit von ± 2 °C überwacht. Die Kalibrierung des Emissionskoeffizienten wird mittels dem Kontaktkalibrierthermometer Greisinger GMH3221 und dem Oberflächenfühler GOF-130-Typ-K und in einem

Temperaturbereich von -65 bis +900 °C bei unterschiedlichen Temperaturen und Oberflächenbeschaffenheiten durchgeführt. Es ergibt sich ein mittlerer Emissionskoeffizient von $\epsilon_{\text{therm}} = 0,41$. Der Temperaturbereich wird gewählt, da Voruntersuchungen gezeigt haben, dass die ECAS-Umformung bei Raumtemperatur zu Versagen durch Verformungslokalisierung führt und das Scheren über 300 °C dynamische Erholungsvorgänge sowie Kornwachstum fördert [E13].

5.1.3 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlungen werden zunächst in einem Präzisionskammerofen Carbolite CWF 1300 ($T_{\text{max}} = 1100$ °C) unter Standardluftatmosphäre im Labormaßstab am IfW in engen Iterationsschritten mit der Umformung erforscht. Die optimierten Wärmebehandlungen werden am PtU auf einen semi-industriellen Maßstab mit dem Industriekammerofen Nabertherm N41/H ($T_{\text{max}} = 1150$ °C) unter Standardluftatmosphäre übertragen. Herausforderungen ergeben sich insbesondere in den Toleranzen der Temperaturführung und dem Handling der Werkstoffe. Zur Wasserabschreckung wird ein vertikaler Rohrwassertank mit dem Füllvolumen von 10 Litern angefertigt, der die notwendigen Abkühlraten und das zügige Handling der Stangen zwischen Ofen und Tank ermöglicht.

5.2 Verwendete Werkstoffe

Als Versuchswerkstoffe werden die Titanlegierungen Ti-6Al-4V ELI (Ti-64 ELI) und Ti-13Nb-13Zr (TNZ) als Rundmaterial eingesetzt. Die chemischen Zusammensetzungen der Werkstoffe sind in der Tabelle 3 in Gewichtsprozent gemäß der Lieferzeugnisse aufgeführt.

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung der Titanlegierungen in Gew.-% [E1], [E3]

| | | Element | | | | | | | | | |
|-----------|-----------|---------|-------|-------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | | Ti | Nb | Zr | Al | V | Fe | C | H | N | O |
| Legierung | Ti-64 ELI | Rest | - | - | 6,01 | 3,97 | 0,17 | 0,02 | - | 0,01 | 0,12 |
| | TNZ | Rest | 13,21 | 12,89 | - | - | 0,022 | 0,014 | 0,003 | 0,003 | 0,065 |

Die ermittelten Werkstoffkennwerte (Methoden siehe Kapitel 5.3.1) der beiden Legierungen in Hinblick auf die Starteigenschaften für die jeweiligen Prozessketten sind wie folgt:

Tabelle 4: Werkstoffkennwerte der verwendeten Titanlegierungen [E1], [E3]

| | | Eigenschaft | | | | |
|-----------|-----------|---------------|---|----------------------------------|-------------------------------------|--|
| | | Zustand | Zugfestigkeit $R_m \setminus \text{MPa}$ | Bruchdehnung $A \setminus \%$ | E-Modul $E \setminus \text{GPa}$ | Transustemperatur $T_\beta \setminus \text{°C}$ |
| Legierung | Ti-64 ELI | AR | 910 | 12 | 114 | 985 |
| | Ti-64 ELI | lamellar | 940 | 7 | 118 | 985 |
| | TNZ | AR | 1039 | 2 | 72 | 720 |
| | TNZ | martensitisch | 632 | 23 | 51 | 720 |

5.2.1 Titanlegierung Ti-6Al-4V ELI

Da Ti-6Al-4V ELI als biomedizinische Titanlegierung der ersten Generation eine der meist verwendeten Implantatwerkstoffe ist, am Markt gut und in ausreichender Qualität nach ASTM F136 [ASTM136] verfügbar ist, wird sie in den Durchmessern 8 mm und 10 mm als Stangenmaterial beschafft. Die werkstoffspezifischen Charakteristika werden in dem folgenden Abschnitt gemäß [E3] und [LEY10] kurz erläutert.

In der Klasse der Titanlegierungen gelten Ti-6Al-4V (Ti-64) und sein medizinischer Vertreter Ti-6Al-4V ELI (Ti-64 ELI) als die am häufigsten verwendeten Titanwerkstoffe, auf die mehr als 50 % der weltweiten Titanproduktion entfallen. Ti-64 enthält neben Titan 6 % des α -Stabilisators Aluminium und 4 % Vanadium, das die β -Phase stabilisiert. Eine Variante von Ti-64 ist der Werkstoff Ti-64 ELI (extra low interstitial), der einen reduzierten Sauerstoffgehalt und geringe Mengen an Begleitelementen enthält. Ti-64 ELI wird aufgrund seiner Festigkeitseigenschaften für medizinische Implantate verwendet. Die Legierung gehört zu den $\alpha+\beta$ -Titanlegierungen und besteht aus Phasenanteilen mit unterschiedlichen Kristallstrukturen, der α -Phase in hexagonal dicht gepackter (hdp) Struktur und der β -Phase in kubisch-raumzentrierter (krz) Struktur. Je nach Sauerstoffgehalt und thermomechanischer Behandlung kann Ti-64 ELI ein unterschiedliches Verhältnis von α - und β -Phase im Gefüge besitzen. Ein Abschrecken von oberhalb der β -Transus-Temperatur führt zu einem martensitischen Gefüge aus

metastabiler α' -Phase. Bei einer langsamen Abkühlung von oberhalb der β -Transus-Temperatur wird eine stabile Phase mit lamellarem α -/ β -Gefüge erreicht (Widmannstättengefüge). Durch die gute Biokompatibilität wird der Werkstoff seit vielen Jahren in der Medizintechnik für Implantate verwendet, wenngleich metallisches Vanadium und Vanadiumoxid cytotoxische Eigenschaften aufweisen. [LEY10]

5.2.2 Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr

Ti-13Nb-13Zr (TNZ) ist als biomedizinische Titanlegierung der zweiten Generation nach Norm ASTM F1713 [ASTM1713] als medizinischer Implantatwerkstoff standardisiert. Wenngleich es außerhalb der EU am Markt beschaffbar ist, zeigen sich in der chemischen Zusammensetzung und in Werkstoffversuchen große Abweichungen in der Qualität unterschiedlicher Chargen und Hersteller [E13]. Daher wird das hier verwendete TNZ-Material bei der GfE Metalle und Materialien GmbH in Nürnberg, Deutschland, eigens zu Ingots mit einem Durchmesser von 50 mm geschmolzen. Die Ingots werden bei der GFM GmbH in Österreich durch Radialschmieden mit Zwischenglühen (zur Vermeidung adiabatischer Scherbandbildung durch die starke Kaltverfestigung) auf einen Durchmesser von 10 mm reduziert, was die erste Materialcharge darstellt. Die zweite Materialcharge wird mittels Rundkneten auf den Durchmesser von 8 mm weiter reduziert.

TNZ ist gemäß [E13], [BRU19] und [BRU20] eine β -reiche α + β -Titanlegierung. Beim Abschrecken von oberhalb der β -Transus-Temperatur bildet sich der α'' -Martensit. Eine nachgestellte Wärmebehandlung kann zur Ausscheidung der sekundären α -Phase (α_s , fein verteilte Nadeln) in der β -Phase und damit zu einer Verfestigung der Legierung führen. TNZ bietet gegenüber Ti-64 einige wichtige Vorteile: Erstens verbessert das Fehlen von kritischen Legierungselementen die Biokompatibilität und zweitens ist die Korrosionsbeständigkeit vergleichsweise hoch. Außerdem ist es aufgrund der Phasenzusammensetzung möglich, die mechanischen Eigenschaften in einem weiten Bereich zu variieren. TNZ besteht normalerweise aus α - und β -Phase. Darüber hinaus ist die Bildung von α'' -Martensit durch Wasserabschreckung von erhöhten Temperaturen möglich. Die hexagonale (hdp) α -Phase ist einerseits fest und hat einen hohen Elastizitätsmodul (bis zu 120 GPa), während der

orthorhombische α'' -Martensit andererseits sehr weich ist und einen sehr niedrigen Elastizitätsmodul hat (weniger als 60 GPa). Die kubisch-raumzentrierte (krz) β -Phase liegt zwischen diesen beiden Phasen mit einer mäßigen Festigkeit und einem relativ niedrigen Elastizitätsmodul. Gezielte mehrstufige thermomechanische Behandlungen können daher zu unterschiedlichen Phasenvolumenanteilen und damit zu einer Kombination mechanischer Eigenschaften führen, d. h. zu einer hohen Festigkeit in Kombination mit einem niedrigen E-Modul [BRU20].

Verformung und Rekristallisation im Zweiphasengebiet führen zur Bildung von globularer α_p -Phase und β -Phase. Beim Abschrecken wandelt die β -Phase entweder martensitisch in die α'' -Phase um oder die β -Phase reichert sich bei der Wärmebehandlung so weit mit Niob an, dass sie beim Abschrecken metastabil eingefroren wird. Im ersten Fall kann durch eine anschließende Wärmebehandlung ein Martensitzerfall in α - und β -Phase zur Gefügeverfeinerung eingesetzt werden. Im zweiten Fall scheidet sich α_s -Phase in der β -Phase aus. [E13]

5.3 Versuchseinrichtungen für die Werkstoffanalytik

5.3.1 Werkstoffkennwerte⁷

Zur Ermittlung der Werkstoffkennwerte werden Zugversuche nach DIN EN ISO 6892-1 mit der Zwick/Roell Universal-Zugprüfmaschine AllroundLine-100 kN durchgeführt und die Dehnungen mit einem Videoextensometer aufgezeichnet. Für jeden Materialzustand werden mindestens drei Proben geprüft. Da die Proben außermittig reißen, kann das Videoextensometer die Dehnungen nicht vollständig aufnehmen. Somit wird die Bruchdehnung im Zugversuch um circa 3 % unterschätzt. Daher wird die Probenlänge mittels Messschieber vor und nach dem Versuch vermessen und die Bruchdehnung manuell ermittelt. Um die vorherrschenden Dehnungszustände und Temperaturen sowie Reibzustände bei der Umformung abbilden zu können, werden Zylinderstauchversuche in Anlegung an DIN 50106 schmiede- und damit prozessnah durchgeführt. Dazu wird eine Gleitstauchanlage am PtU mit beheizbaren Werkzeugen ausgestattet und die durchgeführten Versuche werden in der Temperatur

⁷ Die Vorgehensweise und die Werkstoffkennwerte sind in [E4] veröffentlicht

($20\text{ °C} < T < 800\text{ °C}$), dem Umformgrad ($0,5 < \varphi < 1,5$) und der Umformgeschwindigkeit ($0,1 \frac{1}{s} < \dot{\varphi} < 100 \frac{1}{s}$) variiert. Die Abbildung 25 zeigt den angepassten Versuchsaufbau (A) sowie die Probe im Ausgangszustand (B) und eine umgeformte Probe ohne (C) und mit Werkstofftrennung (D).

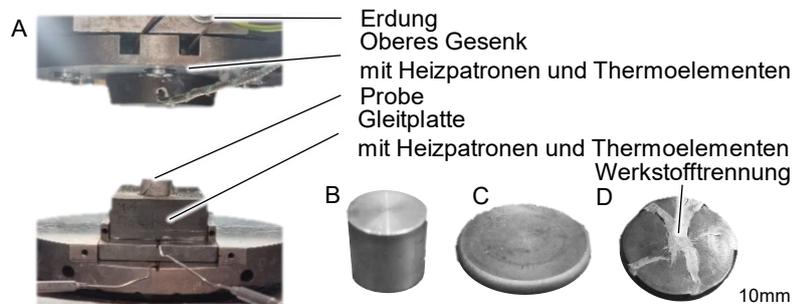


Abbildung 25: Angepasster Versuchsaufbau für schmiedeähnliche Zylinderstauchversuche auf der Gleitstauchanlage

Die somit hergestellten Proben ermöglichen einerseits eine schmiedenahe Analyse der Zusammenhänge zwischen Prozessparameter (Temperatur, Umformgrad, Umformgeschwindigkeit) und der Umformbarkeit sowie der Gefügeentwicklung. Andererseits dienen diese auch zur Auslegung der nachgelagerten Wärmebehandlungsstrategie und der virtuellen Modellbildung. Aufgrund der hohen erreichbaren Kontaktnormalspannungen und Oberflächenvergrößerungen wird diese modifizierte Anlage außerdem verwendet, um Reibwerte für die Umformung zu bestimmen. Der Reibungskoeffizient μ wird im Temperatur-Lastkollektiv zu $\mu = 0,2$ ermittelt. Dabei wird ein Schmiermittel auf Basis von Molybdändisulfid MoS_2 verwendet, eine Versuchstemperatur von 300 °C sowie ein Kontaktdruck von 1800 MPa und eine Gleitgeschwindigkeit von 10 mm/s eingestellt. Außerdem werden am Institut IfW isotherme Zylinderstauchversuche durchgeführt. Die Werkstoffkennwerte fließen in die virtuelle Modellbildung ein.

5.3.2 Mikrostruktur

Für die mikrostrukturellen Untersuchungen werden die Proben zunächst im Quer- und Längsschnitt mittels Nasstrennschleifer geschnitten und anschließend in Epoxidharz eingebettet. Anschließend werden die Proben in Schleif- und Poliermaschinen mit SiC-Papier geschliffen (Größen P320, P400,

P600, P800, P1200 und P2500) und poliert (9 µm, 6 µm, 3 µm mit Diamantsuspension).

Die Titanlegierung TNZ wird mit einem Titan-Ätzmittel (86 ml H₂O + 12 ml H₂O₂ + 4,5 ml HNO₃ + 5 ml HF) für einen Zeitraum von 3 bis 5 s geätzt. Die Titanlegierung Ti-64 ELI wird nach Kroll (100 ml H₂O + 6 ml HNO₃ + 3 ml HF) für einen Zeitraum von 5 bis 8 s geätzt.

Die Mikrostruktur wird mittels Lichtmikroskopie (ZEISS Smartzoom 5 und Zeiss Axio Imager.M2m) und Rasterelektronenmikroskopie (Jeol JSM-6610LV und LEO1550) analysiert. Härteprüfungen werden mit einem teilautomatischen Vickers-Härteprüfgerät (DuraScan 20 Struers) nach ISO 6507 mit HV10 (10 Eindrücke pro Probe über den Durchmesser verteilt) und einer Eindringzeit von 15 s durchgeführt. Die Messabweichung bei HV10 beträgt ± 3 %. Lee et al. [LEE06] ermitteln die empirische Korrelation zwischen der Härte und der Zugfestigkeit zu:

$$R_m = 3,61 \cdot HV - 227, \text{ für } HV > 100 \quad (5-1)$$

Diese Korrelation kann für die einfache Abschätzung der Zugfestigkeit aus den Härtewerten genutzt werden, um die Anzahl aufwändiger Zugversuche zu reduzieren. Um die Homogenität der Härteverteilung über dem Querschnitt zu untersuchen, werden Mikrohärtemessungen mit der Prüfmethode HV1 durchgeführt. Es werden etwa 60 Datenpunkte pro Probe in Linien in zylindrischen (bei den Rundproben) bzw. kartesischen (bei den Flachproben) Koordinaten aufgezeichnet und mit der Software OriginPro interpoliert. Es wird darauf hingewiesen, dass ein direkter Vergleich zwischen den HV10- und HV1-Härteprüfungen nicht möglich ist.

Die quantitative Analyse der Strukturgrößen in den Gefügebildern wird mit der Software ImageJ mittels teilautomatisierter Korngrenzen- und Phasendetektion über die Grauwertbestimmung durchgeführt. Dies lässt auch die Bestimmung der Phasenanteile (insbesondere α_p-Anteil) zu. Zur Topografieanalyse der biologisch relevanten *NanoSpikes* auf der Oberfläche und zur Vermessung der Oberflächenrauigkeit wird das konfokale Weißlichtmikroskop NanoFocus-µSurf eingesetzt, das eine 3D-Oberflächenmessung mit einer vertikalen Auflösung von 2 nm zulässt.

5.4 Virtuelle Modellbildung

Für die virtuellen Versuche wird die Umformsimulationssoftware Simufact Forming 2021 mit einem impliziten Solver im Rahmen der Prozessauslegung verwendet. Die Finite-Elemente-Simulationen werden thermomechanisch gekoppelt und dreidimensional durchgeführt, um die thermische Beanspruchung und die Homogenität in der Längs- und Querrichtung der Werkstücke bewerten zu können.

Die Materialmodelle und Prozessparameter werden mittels der aufgenommenen Werkstoffkennwerte an den Anwendungsfall angepasst und in Anhängigkeit von:

- Temperatur ($20\text{ °C} < T < 800\text{ °C}$)
- Umformgrad ($0,5 < \varphi < 1,5$)
- Umformgeschwindigkeit ($0,1\frac{1}{s} < \dot{\varphi} < 100\frac{1}{s}$)

für das isotrope elastisch-plastische Materialmodell von El-Magd [ELM06] aufgestellt. Zudem erfolgt die Modellierung der tribologischen Parameter mit den verwendeten Werkstoff-Schmierstoffpaarungen über die zuvor erläuterten Gleitstauchversuche für tangentielle, isotrope kinematische Kontaktmodelle. Die Werkzeuge sind als starre Körper mit Wärmeleitung ausgelegt. Die Umformprozesse werden für Umformlängen von 50 mm simuliert, um die Bedingungen eines kontinuierlichen Prozesses zu erreichen. Die Simulationen werden hinsichtlich Konvergenz analysiert und geometrisch sowie analytisch in den jeweiligen Kapiteln validiert. Dazu wird das Gerät GOM ATOS 5 eingesetzt, mit dem sich reale Proben 3D einscannen und mit der simulierten Geometrie vergleichen lassen. Die Formabweichungen können mit einer Genauigkeit von 0,01 mm erfasst werden. Die virtuelle Modellbildung, insbesondere die Materialmodelle und Prozessparameter stehen unter [E4] als Open Access Lizenz mit einer Erläuterung und den digitalen Daten zur Verfügung und wurden in [E1], [E7] und [E8] publiziert, weshalb hier auf eine eingehende Darstellung verzichtet wird.

6 Anwendungsfall 1: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr für Dentalimplantate⁸

Nanostrukturierte Werkstoffe weisen im Vergleich zu grobkörnigen Werkstoffen oft einzigartige Eigenschaften auf, darunter erhöhte Festigkeit, Härte, moderate Duktilität, verbesserte Verschleißfestigkeit und eine erhöhte Biokompatibilität. Diese Eigenschaften machen sie für verschiedene Anwendungen, beispielweise für medizinische Implantate, attraktiv.

In der Zahnmedizin sind die am häufigsten verwendeten Implantatwerkstoffe das grobkörnige Reintitan CP-Titan Grad 4 und Titanlegierungen der ersten Generation, wie Ti-6Al-4V ELI und Ti-6Al-7Nb. Sowohl Reintitan als auch die Legierungen besitzen einen vergleichsweise hohen Elastizitätsmodul (> 100 GPa) gegenüber dem des Kieferknochens (~ 30 GPa), was zu medizinischen Langzeitkomplikationen führen kann. Insbesondere kann es zu Relativbewegungen zwischen dem Implantat und dem Kieferknochen kommen, die Entzündungen, Knochendegeneration und Verlust des Implantats (Periimplantitis) hervorrufen können. Der Stand der Technik zeigt, dass nanostrukturierte Titanimplantate eine erhöhte Biokompatibilität aufweisen, indem mikrobiologische Vorgänge in der Grenzfläche zwischen Implantat und Körper aktiviert (Stimulation der Knocheneinheilung bei gleichzeitiger Entzündungshemmung) und eine hohe Festigkeit sowie Dauerfestigkeit des Implantats eingestellt werden können. Die Herstellung dieser nanostrukturierten Werkstoffe ist jedoch bisher auf den Labormaßstab begrenzt. Ferner bedarf es dem Einsatz neuer Titanlegierungen, die den mechanischen Ansprüchen von Implantaten auch ohne cytotoxische Legierungselemente wie Vanadium oder Aluminium genügen.

Im Anwendungsfall 1 wird daher eine thermomechanische Prozesskette zur Herstellung der nanostrukturierten Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ) für fortschrittliche Dentalimplantatsysteme mit verbesserten mechanischen,

⁸ Teile dieses Kapitels wurden bereits in [E1], [E4], [E7] bis [E11] und [E13] bis [E15] veröffentlicht.

biologischen und chemischen Eigenschaften entlang der zuvor aufgestellten Methode untersucht. In den folgenden Kapiteln erfolgt eine Kombination des hochgradigen Umformverfahrens Equal-Channel-Angular-Swaging mit Wärmebehandlungen, deren multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen analysiert werden. Zudem wird die Prozesskette anhand eines Dentalimplantat-Demonstrators evaluiert.

6.1 Zielsetzung und Anforderungen

Ziel der thermomechanischen Prozesskettenauslegung ist es, ein nanostrukturiertes Halbzeug aus Ti-13Nb-13Zr für Dentalimplantate herzustellen. Dieses Halbzeug soll gegenüber der Legierung Ti-6Al-4V ELI verbesserte mechanische, biologische und chemische Eigenschaften aufweisen. Der Werkstoff soll eine hohe Festigkeit (Zugfestigkeit > 860 MPa) und eine Bruchdehnung > 8 % aufweisen, um die normativen Anforderungen nach ASTM F1713 für den Einsatz als Implantatmaterial zu erfüllen [ASTM1713]. Der E-Modul ist zwar nicht genormt, soll aber möglichst (knochenähnlich) gering und idealerweise zwischen 70 bis 80 GPa liegen, um Periimplantitis vorzubeugen. Darüber hinaus soll die bakterielle Besiedlung reduziert und die Knochenhaftung durch Anpassung der Mikrostruktur (Korngröße < 1 μm) verbessert werden. Da Dentalimplantate industriell mittels Langdrehverfahren hergestellt werden, wird ein möglichst endkonturnahes Stangenhalbzeug mit dem Durchmesser 8 mm und Stangenlänge > 1 m gefordert. Letztlich kommt die Legierung ohne cytotoxische Legierungselemente aus, da Niob und Zirkon biokompatibel sind [HOP21].

6.2 Prozessrouten konzipieren

Die Literaturrecherche im Stand der Technik eröffnet, dass Severe-Plastic-Deformation-Verfahren (SPD) und Wärmebehandlungen grundsätzlich zur Nanostrukturierung von Titanlegierungen eingesetzt werden können, insbesondere um die Korngröße auf die Nanoskala zu reduzieren (vgl. Kapitel 2.4.3). Jedoch beschränken sich diese Verfahren auf den Labormaßstab. Eine kontinuierliche Produktion im semi-industriellen Maßstab stellt bisher eine Herausforderung dar, da die Prozesskräfte während der Umformung hoch und

die Proben auf eine geringe Länge begrenzt sind (vgl. Kapitel 2.4.2). Um diese Herausforderung zu lösen, werden Prozessrouten mit einem inkrementellen Umformverfahren unter Verwendung der in SPD-Prozessen wirkenden Phänomene und Wärmebehandlungen untersucht. Dazu werden das am PtU entwickelte Equal-Channel-Angular-Swaging (ECAS) Verfahren eingesetzt und die multiphysikalischen Kopplungsbeziehung in der thermomechanischen Prozesskette detailliert untersucht.

6.2.1 Prozesse

Aufgrund der vorangegangenen Überlegungen werden gemäß dem methodischen Vorgehen als Prozesse die Umformung und die Wärmebehandlung gewählt. SPD in Kombination mit nachgestellten Wärmebehandlungen soll zur Kornfeinung und Substrukturbildung führen.

Dazu wird der ECAS-Prozess an TNZ angepasst, was insbesondere die Prozessführung (Erwärmung der Werkzeuge und Halbzeuge) sowie die Werkzeuggeometrie betrifft (vgl. Kapitel 5.1). Aus Kapitel 2.4.3 wird ersichtlich, dass sich angepasste Kurzzeit-Rekristallisations- und Alterungsbehandlungen zur Werkstoffkenngrößeneinstellung eignen. Diese werden daher als thermische Komponenten spezifiziert.

Das thermomechanische Wirkprinzip der Prozesskette ist damit eine Kombination aus Umformung und Wärmebehandlung. Durch starke Verformung wird die Versetzungsdichte im Gefüge erhöht, das wiederum durch die Wärmebehandlung in ein feinkristallines Gefüge umgewandelt werden kann. Der Umformprozess ist zum besseren Verständnis der nachfolgenden Untersuchungen in der Abbildung 26 schematisch dargestellt, für Einzelheiten sei auf Kapitel 5 verwiesen.

Das zweiteilige ECAS-Werkzeug ist auf einer Schnellläuferpresse montiert. Der obere Teil des Werkzeugs oszilliert mit dem Pressenhub (s). Die Titanstange wird dem ECAS-Werkzeug über einen Rollenvorschub (f) zugeführt. Ein Gegendruck (p) entgegen der Vorschubrichtung ermöglicht einen Druckspannungszustand in der Umformzone. Da die Stange im Werkzeugkanal mit dem Winkel (Φ) gesichert wird, nimmt die Versetzungsdichte im Werkstoff zu, was wiederum Keimstellen für die Rekristallisation ermöglicht.

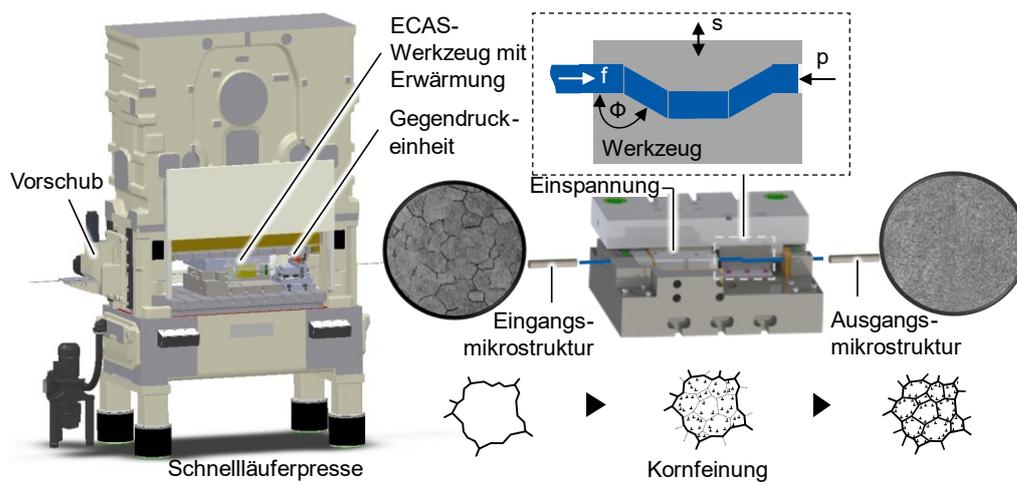


Abbildung 26: Equal-Channel-Angular-Swaging-Verfahren auf einer Schnellläuferpresse für die Nanostrukturierung von Titanstangen.

Daher weist der Ausgangswerkstoff eine hohe Versetzungsdichte bei gleicher Außenkontur gegenüber dem Eingangswerkstoff auf. Der Vorgang kann mehrmals wiederholt werden, was zu einer Erhöhung der Versetzungsdichte führt. Die vor- und nachgelagerten Wärmebehandlungen der Proben erfolgen in einem separaten Kammerofen und ermöglichen die Feinabstimmung der mechanischen Eigenschaften und des Gefüges.

6.2.2 Prozessparameter

Bei der Umformung werden die Temperatur T und der Umformgrad ϕ sowie der Gegendruck p als prozessbeschreibende Größen gewählt. Die Prozessparameter bei der Wärmebehandlung sind die Temperatur T , Haltezeit t und das Abschreckverfahren wie Luftkühlung (air cooling, AC) und Wasserabschreckung (water quenching, WQ). Die Auswahl dieser Prozessparameter wird auf Basis des Stands der Technik getroffen, da sie die dominante Einstellgrößen für die Nanostrukturierung sind.

Folgende Parameter haben sich als von untergeordneter Rolle herausgestellt und werden daher in dieser Arbeit nicht tiefer betrachtet. Die Umformgeschwindigkeit hat einen Einfluss auf den Prozess und die Werkstoffeigenschaften, wie in [E4] beschrieben. Aufgrund des hohen Werkzeuggewichts kann die Schnellläuferpresse nicht mit variabler Umformgeschwindigkeit betrieben werden und wird in dieser Arbeit daher nicht weiter betrachtet. Der Kanalwinkel und die Vorschubgeschwindigkeit haben

einen Einfluss auf die Umformung (Schermarken und Umformbarkeit), die hier lediglich als Randbedingungen einfließen [E17], [S1] und [S7]. Weitere prozessabhängige Randwerte wie die Reibung und der Wärmeübergang haben ebenfalls einen Einfluss auf das Werkstoffverhalten [E10].

6.2.3 Werkstoffeigenschaften

Die Werkstoffeigenschaften von TNZ und die spezifischen Kennwerte der eigens erschmolzenen Charge werden in Kapitel 5.2.2 ermittelt und erläutert, weshalb an dieser Stelle auf eine Darstellung verzichtet wird.

6.2.4 Prozessketten kombinieren

Zur Kombination der Prozesskette müssen zunächst ihre einzelnen Bestandteile analysiert werden. Da Titanlegierungen im Allgemeinen nur in einem engen Prozessfenster umformbar sind [ASTM348], ist der optimale Spannungszustand im ECAS-Werkzeug für die Umformung zu ermitteln. Daher wird zunächst eine thermomechanisch-gekoppelte Finite-Elemente-Simulation durchgeführt, die die Werkstoffeigenschaften berücksichtigt und die Variation der Prozessparameter zulässt.

Aufstellen eines Prozessmodells

Zur Ermittlung des Prozessfensters für die Umformung von TNZ im ECAS-Prozess wird eine numerische Simulation mittels der thermomechanisch-gekoppelten Finite-Elemente-Methode bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Um die Homogenität der Dehnungsverteilung für eine homogene Nanostruktur untersuchen zu können, wird diese in 3D implementiert. Das Werkstück ist ein Rundstab mit einem Durchmesser von 8 mm und einer Länge von 70 mm. Die Dimension des ECAS-Werkzeugs sowie die Prozessparameter entsprechen dem Versuchsaufbau (vgl. Kapitel 5.1). Die virtuelle Modellbildung wird in Kapitel 5.4 erörtert und in [S12] und [S15] hinsichtlich Konvergenz untersucht. Die Simulation ermöglicht die Analyse der Auswirkungen des Umformgrades, des Gegendrucks und der Umformstrategie auf die für die Kornfeinung verantwortliche Scherdehnung.

Validierung des Prozessmodells

Zur analytischen Validierung werden Analogien zum ECAP-Prozess genutzt. Dazu werden drei unterschiedliche Modelle untersucht und auf den ECAS-Prozess für multiple Pässe in Anhang A1 übertragen. Zudem erfolgt eine Sensitivitätsanalyse, welche Vereinfachungen, wie beispielsweise die Vernachlässigung der fertigungsbedingten Kanalwinkelrundung im Werkzeug durch Kugelfräser, getroffen werden können. Unter Annahme der Gültigkeit des mechanischen Superpositionsprinzips stellt die Gleichung die Vergleichsdehnung ϵ_a für multiple Pässe als eines der drei Modelle am genauesten dar. In die Gleichung fließen die Anzahl der Scherebenen n und die Winkel Φ und φ der umgeformten Probe ein, wie in Abbildung 27 dargestellt ist.

Um die Genauigkeit der Simulation zu untersuchen, wird die analytische Vergleichsdehnung ϵ_a mit der Vergleichsdehnung der Simulation ϵ_n sowie die Geometrie für 2-Pass-ECAS bei 8 MPa Gegendruck validiert.

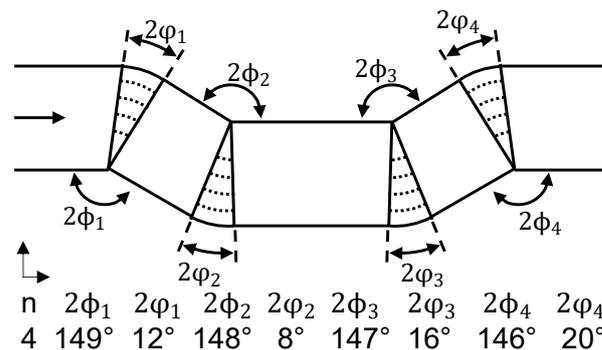


Abbildung 27: Geometrie des mit ECAS bearbeiteten Probe für die analytische Validierung

$$\epsilon_a = \sum_{k=1}^n \left[\frac{2 \cot(\phi_n + \varphi_n) + \varphi_n \csc(\phi_n + \varphi_n)}{\sqrt{3}} \right] \quad (6-1)$$

Aus der Geometrie der Probe ergibt sich $\epsilon_a = 1,21$, wobei eine Abweichung von der simulierten Vergleichsdehnung von 13 % mit $\epsilon_n = 1,37$ festgestellt werden kann.

Für die geometrische Validierung wird die Oberflächengeometrie der Simulation mit der umgeformten Probe in der Abbildung 28 mittels 3D-Scan verglichen (vgl. Kapitel 5.4). In der Abbildung sind die geometrischen Abweichungen dargestellt.

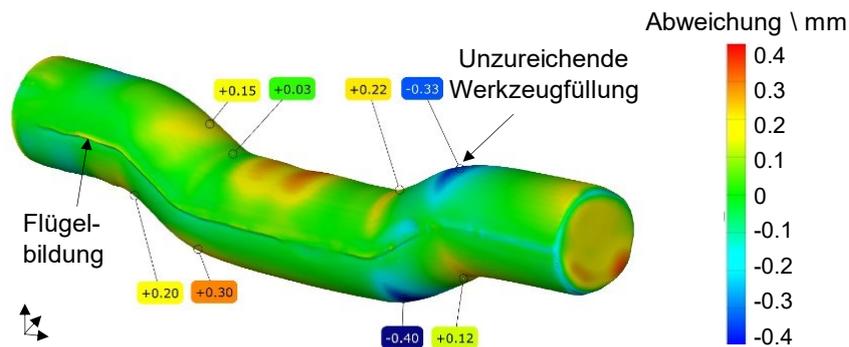


Abbildung 28: 3D-Scan des bearbeiteten Stabes, geometrischer Oberflächenvergleich zwischen Realität und Simulation, Abweichung in mm.

Simulation und Experiment zeigen eine leicht unausgefüllte Werkzeuggeometrie und Flügelbildung. Die maximale Abweichung der Oberflächengeometrie zwischen Probe und Simulation beträgt 7 % bezogen auf den Stangendurchmesser.

Simulation der Prozessparameter⁹

In der Simulation werden der Gegendruck und die Anzahl der Durchgänge variiert, um eine geeignete Prozessroute für die Umformung zu bestimmen. Die Homogenität der Scherdehnungsverteilung wird an verschiedenen Stellen des umgeformten Stabes im Querschnitt ausgewertet, da diese für die Nanostrukturbildung entscheidend ist (vgl. Abbildung 29). Darüber hinaus werden der Umformgrad und die wirkenden axialen Spannungen zur Analyse des Prozessfensters herangezogen (vgl. Abbildung 30).

Gegendruck

Der Einfluss des Gegendrucks auf die Dehnungsverteilung nach dem ersten Durchgang ist in der Abbildung 29 zu sehen. Ohne Gegendruck ist die Dehnungsverteilung im Querschnitt inhomogen, was auf eine unzureichende Werkzeugfüllung und eine überlagernde Biegung zurückzuführen ist. Mit zunehmendem Gegendruck wird eine bessere Werkzeugfüllung erreicht. Bei einem Gegendruck von 4 MPa und 8 MPa nimmt die Homogenität der Dehnungsverteilung zu. Neben der Homogenisierung der Dehnungsverteilung wird in der Umformzone ein Druckspannungszustand induziert (vgl. Abbildung

⁹ In [E4] sowie [S1] und [S2] werden zusätzlich der Vorschub und die Dehnrates variiert und die Dehnungsverteilung im Längs- und Querschnitt untersucht. Diese weisen im Prozessfenster aber keine signifikanten Unterschiede auf. Daher wird hier auf eine Darstellung verzichtet.

30), der eine schädigungsfreie Umformung unterstützt. Dies wurde auch in früheren Studien für CP-Ti beobachtet [E14]. Ein Gegendruck von 12 MPa führt zu einer vollständigen Werkzeugausfüllung und der homogensten Scherdehnungsverteilung. Allerdings zeigt die Simulation ein Ausknicken des Stabes vor den ECAS-Werkzeugen, was im realen Prozess zu einem beschädigten Stab im freistehenden Bereich vor den Werkzeugen führen würde. Für die folgenden Untersuchungen wird ein Gegendruck von 8 MPa gewählt, der einen Kompromiss zwischen Homogenität und Umformbarkeit darstellt.

Anzahl der Durchgänge

Um die Homogenität der Scherdehnungsverteilung zu erhöhen, wird eine unterschiedliche Anzahl von Durchgängen (1 bis 4 Pass) bei 8 MPa Gegendruck untersucht. Die Scherdehnungsverteilung für 1-Pass-ECAS zeigt eine inhomogene Dehnungsverteilung bei geringer Gesamtdehnung. Steigt die Anzahl der Pässe, so steigt auch die akkumulierte Scherdehnung nach dem Superpositionsprinzip, vgl. Gleichung (6-1). Insbesondere zeigt 2-Pass-ECAS eine homogenere Scherdehnungsverteilung als 1-Pass-ECAS.

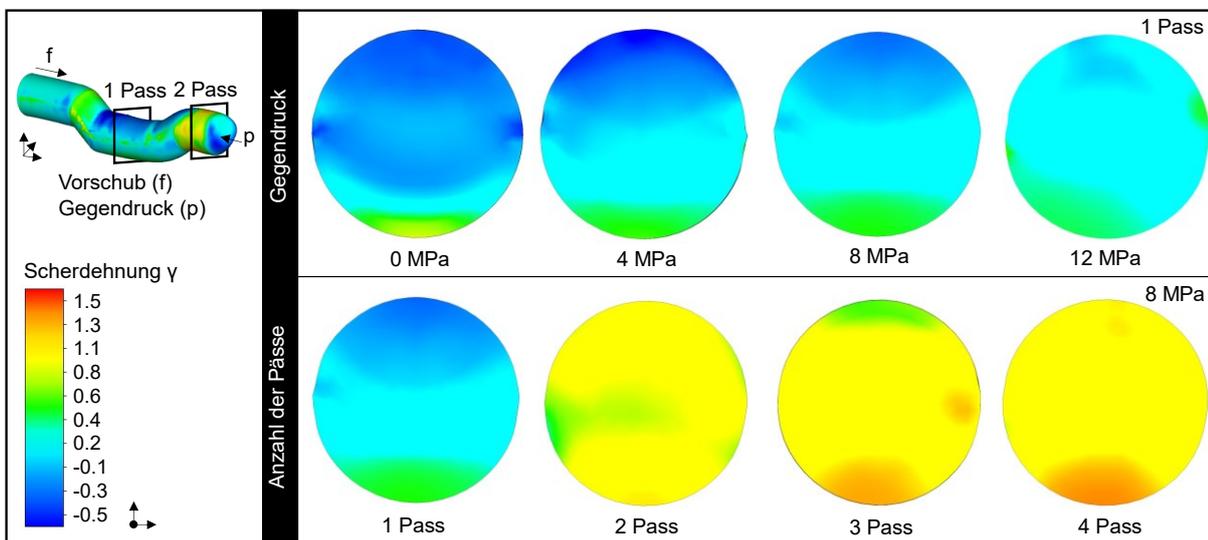


Abbildung 29: Konturdiagramme der Scherdehnungsverteilung im Querschnitt als Funktion des Gegendrucks und der Anzahl der Durchgänge.

Der Vorteil des 2-Pass-ECAS gegenüber dem 1-Pass-ECAS besteht darin, dass der Stab zuerst in eine Richtung und dann in die entgegengesetzte

Richtung geschert wird, was die Homogenität und Geradheit der Stäbe nach dem Prozess erhöht.

Eine zusätzliche Bearbeitung (3- oder 4-Pass) führt nicht zu einer weiteren signifikanten Verbesserung der Homogenität. Dies könnte der zunehmenden Verfestigung des Werkstoffs geschuldet sein, sodass ein höherer Gegendruck zur optimalen Werkzeugausfüllung notwendig sein könnte. Eine höhere Anzahl von ECAS-Pässen führt zwar bei angepassten Prozessparametern, wie einem adaptiven Gegendruck für die vollständige Werkzeugausfüllung, zu einem höheren Formänderungswert. Eine weitergehende Untersuchung ist jedoch methodisch nicht zielführend, da dies eine komplexere Prozessführung (u.a. adaptiver Gegendruck) erfordert, zu einem höheren Aufwand beim Materialhandling und zu einer höheren Werkzeugbeanspruchung führt.

Die Abbildung 30 zeigt in der Auswertung der Spannungs- und Dehnungsverläufe über dem Querschnitt an den Schnittebenen der einzelnen Pässe entlang des Durchmessers von oben nach unten der Probe (Auswertepfad). Analog zu den vorherigen Überlegungen zeigt sich, dass der Gegendruck zu einem axialen Druckspannungszustand (A) sowie einer homogenisierten Scherdehnung (B) führt. Der Umformgrad (C) und die akkumulierte Scherdehnung (D) steigen mit der Anzahl der Pässe.

Der Erkenntnisgewinn aus der Simulation führt zu einer optimalen Prozessstrategie für **2-Pass-ECAS mit einem Gegendruck von 8 MPa** im Hinblick auf die Homogenität der Scherdehnungsverteilung, dem Spannungszustand und dem Umformgrad.

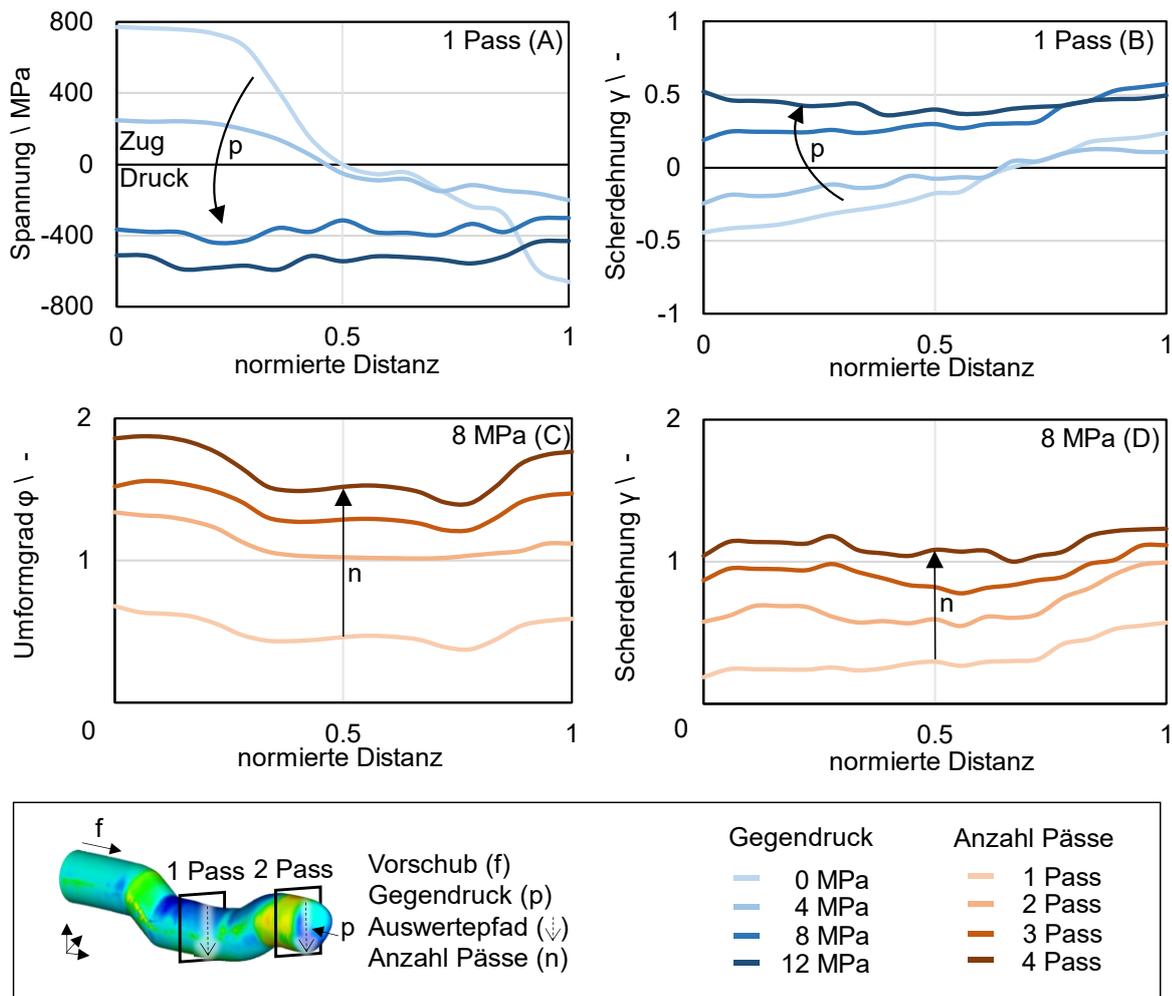


Abbildung 30: Spannungs-, Umformgrad- und Dehnungsverteilung im Querschnitt als Funktion des Gegendrucks und der Anzahl der Durchgänge.

Erprobung der Prozessparameter

Die bisher numerisch untersuchten Prozessparameter werden in dem eingangs beschriebenen Versuchsaufbau getestet, um die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen zwischen Prozessparametern und Werkstoffeigenschaften aufzudecken.

Prozessgrenzen

Die Erkenntnisse aus der Erprobung sind in der Abbildung 31 dargestellt. Wird der TNZ-Rundstab im Anlieferungszustand bei niedrigen Temperaturen umgeformt, versagt der Werkstoff aufgrund von Scherbandbildung (A). Eine Erhöhung der Umformtemperatur reduziert die Fließspannungen und verbessert somit das Umformvermögen des Werkstoffs. Allerdings kann es bei

höheren Umformtemperaturen zu Kornwachstum kommen. Als optimale Umformtemperatur wird in [E14] eine Temperatur von 300 °C für die Werkzeuge und das Werkstück ermittelt und für die weiteren Untersuchungen eingestellt.

Um die Umformbarkeit von TNZ im ECAS-Verfahren zu verbessern, wird der Ausgangswerkstoff durch eine Wärmebehandlung in einen weichen α' -martensitischen Zustand überführt (vgl. Kapitel 5.2.2). Diese Wärmebehandlung ergibt sich aus der Literatur [BRU19]. Die Wärmebehandlung muss kurzzeitig erfolgen, um Kornwachstum zu begrenzen. Außerdem muss sie mit ausreichender Sicherheit oberhalb der β -Transustemperatur ausgeführt werden, um in das β -Gebiet zu kommen. Eine Wasserabschreckung (WQ) überführt diesen Zustand bei Raumtemperatur in den gut umformbaren Martensit. Aufgrund der Literaturwerte und der oben genannten Überlegung wird eine Wärmebehandlung mit den Parametern 750 °C/30 min/WQ durchgeführt [E11]. Diese Wärmebehandlung kann unabhängig von der Vorbehandlung des Werkstoffs eingesetzt werden und ermöglicht somit die Beseitigung der thermomechanischen Historie des Werkstoffs für einen reproduzierbaren Ausgangszustand. Für eine detaillierte Werkstoffanalyse sei auf die nachfolgenden Abschnitte verwiesen.

Darüber hinaus wird durch den Gegendruck ein Druckspannungszustand in der Umformzone eingestellt [E14]. Ist der Gegendruck jedoch zu hoch eingestellt, fließt der Werkstoff in den Werkzeugspalt (Flügelbildung, B). Schließlich ist eine schädigungsfreie Umformung (C) in der Erprobung nur möglich, wenn folgende Prozessbedingungen eingestellt werden:

- weichmartensitischer Ausgangszustand des Werkstoffs
- erhöhte Umformtemperatur
- Druckspannungszustand durch einen Gegendruck

Der Prozess kann analog zur Simulation mehrfach wiederholt werden, und zwar von einem Durchgang bis hin zu vier Durchgängen.

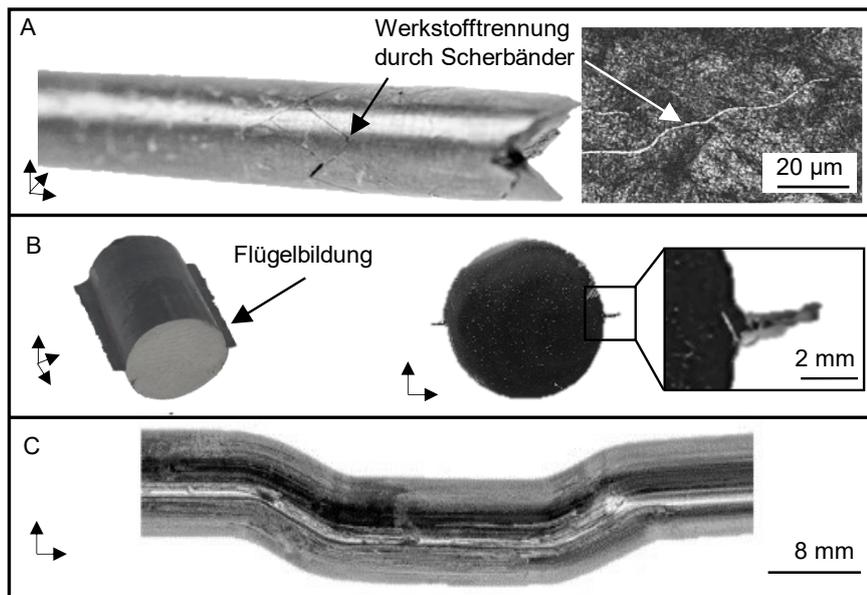


Abbildung 31: Werkstoffdefekte aufgrund von Prozessgrenzen: Scherbänder und Werkstofftrennung (A), Flügelbildung (B) und erfolgreiche Umformung (C).

Homogenität des Mikrogefüges¹⁰

Nachdem nun die Prozessgrenzen bekannt sind, wird die Homogenität des Mikrogefüges anhand der Härteverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit der Durchgänge (Pässe) und den Umformrouten anhand der realen Proben untersucht. Zu diesem Zweck werden mehr als 60 Härte-Datenpunkte pro Probe ermittelt und in Konturplots in Abbildung 32 visualisiert (vgl. Kapitel 5.3). Das martensitische Ausgangsgefüge zeigt eine homogene Härteverteilung von 205 HV1 im Querschnitt. Nach dem 1-Pass-ECAS steigt die Härte aufgrund der Verfestigung auf 230 HV1 an. Die Härteverteilung ist jedoch inhomogen. Nach dem zweiten Durchgang in gleicher Werkstückorientierung steigt die Härte auf 250 HV1 und ist vergleichsweise homogen verteilt. Eine weitere Umformung mit bis zu 4 Durchgängen zeigt einen leichten Anstieg der Härte, aber keine signifikante Zunahme der Homogenität. Dieses Phänomen wird auch schon durch die vorherige Simulation postuliert (vgl. Abbildung 30). Dies könnte einerseits auf die in der Simulation ermittelte unzureichende Werkzeugfüllung hinweisen, der mit einer adaptiven Erhöhung des Gegendrucks zum Ausgleich der Werkstoffverfestigung begegnet werden könnte. Andererseits könnte dies

¹⁰ In [E7], [S1] und [S2] wird neben der Härteverteilung im Querschnitt auch die Härteverteilung im Längsschnitt sowie die dazugehörigen Gefügebilder analysiert. Diese weisen im Prozessfenster keine zusätzlichen Informationen zu den hier dargestellten auf, weshalb auf eine Darstellung verzichtet wird.

auch auf einen Sättigungspunkt in der Kornfeinung hinweisen, da die Gefüge in der metallografischen Analyse keine signifikanten Unterschiede in der Korngröße und -struktur aufweisen [E14]. Somit zeigen auch die Proben in der Härteverteilung analog zur Simulation eine ausreichende Homogenität des Gefüges nach 2-Pass-ECAS. Zum Vergleich sei hier im Vorgriff auch die Homogenität des Gefüges im Endzustand nach einer speziellen Wärmebehandlung, das so genannte NanoTNZ, dargestellt.

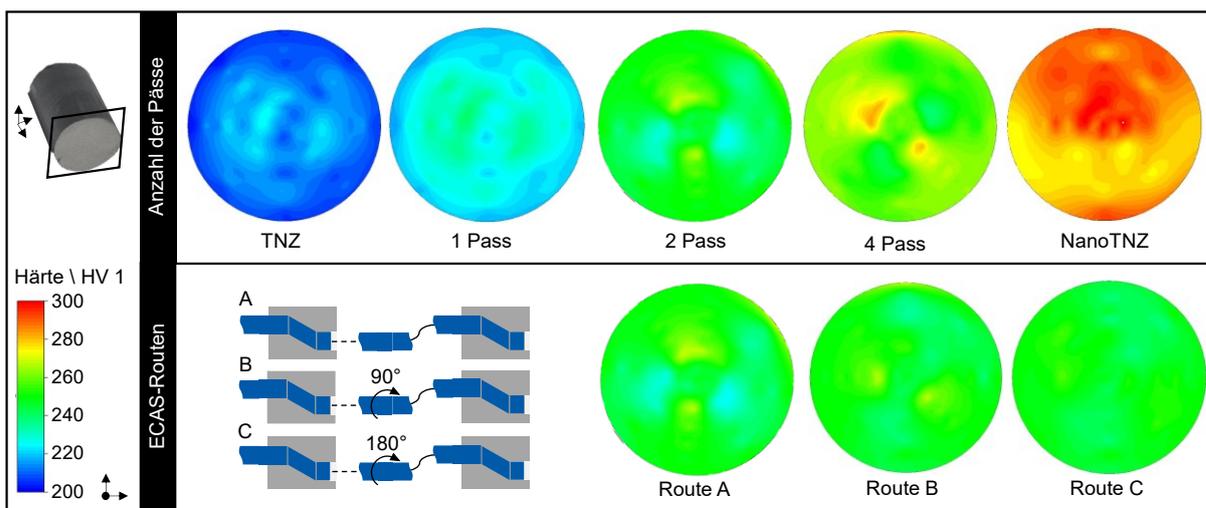


Abbildung 32: Konturdiagramme der Härteverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit von den Werkstoffbedingungen und der Anzahl der Durchgänge (oben) und in Abhängigkeit von den Werkstoffbedingungen und der ECAS-Route (unten).

Analog zum artverwandten ECAP-Verfahren kann die Probe zwischen den Durchläufen rotiert werden. Diese Wiederholung führt somit analog zu den vorherigen Überlegungen zu 2-Pass-ECAS, allerdings in unterschiedlichen Ausprägungen. Bei der Route A wird das Werkstück in der gleichen Orientierung wieder in das Werkzeug gegeben. Bei der Route B wird das Werkstück um 90° und bei der Route C um 180° um die Werkstückachse rotiert. Wohingegen bei ECAP eine Drehung der Probe zwischen den Durchgängen zu einer Homogenisierung der Dehnungsverteilung führt (vgl. Kapitel 2.4), zeigt die Härteverteilung in ECAS, dass eine Drehung nur eine geringfügige Homogenisierung ermöglicht. Bei der Route B wirkt sich das komplexere Materialhandling negativ auf eine spätere industrielle Prozesskette aus, da die Stangen zwischen den Durchläufen um 90° rotiert werden müssen. Die Routen A und C haben hingegen den Vorteil, dass mehrere Pässe in nur einem Multiple-Pass-Werkzeug (gleiche Teilungsebene) integriert werden können. Aufgrund

der homogenen Route C wird diese in ein Multiple-Pass-Werkzeug integriert (vgl. Kapitel 5.1.1).

Somit kann zur Homogenisierung des Gefüges festgestellt werden, dass eine Drehung des Stabes und die Anwendung mehrerer Durchgänge (über zwei Durchgänge hinaus) das Gefüge in ECAS nicht wesentlich verändern, vgl. dazu auch [E07]. Daher scheint 2-Pass-ECAS nach der Route C gemäß der Methode zum Erreichen der Auslegungsziele geeignet zu sein.

Thermomechanische Prozessrouten

Nachdem die Prozessparameter hinsichtlich Homogenität des Gefüges und Umformbarkeit sowohl virtuell als auch real untersucht wurden, können nun die Prozessrouten konzipiert werden. Die bisherige Prozesskette, bestehend aus vorgelagerter Wärmebehandlung und Umformung, ist zwar bekannt, führt aber nicht zu den gewünschten Werkstoffeigenschaften. Diese können nun durch eine nachgeschaltete Wärmebehandlung zur Feinabstimmung erreicht werden. Die thermomechanische Prozesskette muss daher aus den folgenden Bestandteilen zusammengesetzt werden:

- Vorgelagerte Wärmebehandlung (weich-martensitische(r) Werkstoff)
- Umformung (Erhöhung der Versetzungsdichte)
- Nachgelagerte Wärmebehandlung (Feinabstimmung des Werkstoffs)

Im folgenden Abschnitt werden die drei Prozesskettenbestandteile gemäß der Abbildung 34 hinsichtlich der multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen zwischen Prozessparametern und Werkstoffeigenschaften im Temperatur-Umformgrad-Zeit-Schaubild und den Gefügebildern gemäß dem methodischen Vorgehen analysiert. Die jeweilige Strukturgröße wird gemäß Kapitel 5.3 mittels Grauwertbestimmung teilautomatisiert ermittelt und in den Gefügebildern oben rechts angegeben. Um die mechanischen Eigenschaften zu präädiktieren und gleichzeitig die Versuchskomplexität gering zu halten, werden Härteprüfungen entlang der Prozesskette durchführt und im Härte-Zeit-Schaubild in der Abbildung 33 dargestellt.

Die Härte korreliert gemäß Kapitel 5.3.1 mit der Zugfestigkeit und Duktilität, wenngleich dies für Titanlegierungen unterschiedlich ausgeprägt ist und in der Literatur insbesondere noch keine Korrelation bei nanostrukturiertem Titan

bekannt ist [TUN21]. Die folgenden Untersuchungen dienen jedoch einem besseren Verständnis der Prozessrouten, um eine geeignete Auswahl treffen zu können.

Vorgelagerte Wärmebehandlung (β -Glühen)

Zunächst zeigt die Abbildung 34 (A), wie aus dem lamellaren Anlieferungszustand über eine Wärmebehandlung oberhalb der β -Transustemperatur von 750 °C/30 min/WQ ein verhältnismäßig gut umformbarer, orthorhombischer α'' -Martensit entsteht. Die Wärmebehandlung wird möglichst knapp oberhalb der β -Transustemperatur und möglichst kurz ausgewählt, um Kornwachstum zu begrenzen und einen möglichst guten Ausgangszustand (kleine Korngröße bei guter Duktilität) für die Umformung zu liefern. Dieser Zustand führt zu einer vergleichsweise geringen Härte von 192 HV10 und großen Korngrößen ($\sim 50 \mu\text{m}$). Dieser Zustand ist für die Verwendung als Implantatwerkstoff nicht geeignet, da die Härtewerte auf eine unzureichende Festigkeit hindeuten und die Korngröße zu groß ist. Allerdings bietet dieser Werkstoffzustand eine gute Ausgangsbasis für eine schadungsfreie Umformung.

Umformung (ECAS+RK)

Anschließende ECAS-Umformung bei 300 °C und nachgelagertes Rundkneten (RK) führt je nach ECAS-Route zu einer Erhöhung des Umformgrades auf $\varphi = 0,8$, $\varphi = 1$ oder $\varphi = 1,2$. Das Rundkneten ist notwendig, da die Rundstangen nach dem ECAS-Prozess den hohen Anforderungen bzgl. der Geradheit für die Weiterverarbeitung in Langdrehautomaten noch nicht genügen. Durch das Rundkneten werden die Stangen gerichtet und erfahren dabei eine geringfügige Durchmesserreduzierung von 2,5 %. Dies reicht für das Richten der Rundstangen aus, erhöht den Umformgrad aber nur geringfügig. Innerhalb der ehemaligen β -Körner bildet sich feinnadeliger, verformungsinduzierter α'' -Martensit aus, siehe Abbildung 34 (B). Der Werkstoff erreicht eine höhere Härte von 225 HV10, was auf eine höhere Festigkeit und eine höhere Versetzungsdichte hinweist. Die thermomechanische Behandlung führt zu einem teilweisen Zerfall des Martensits in eine feine $\alpha+\beta$ -Phase mit feinem α'' -Martensit in ehemaligen β -Körnern, was auch den Anstieg der Härte erklärt. Die

Nanostruktur wird jedoch noch nicht vollständig erreicht, da ehemalige β -Korngrenzen immer noch vorhanden sind.

Nachgelagerte Wärmebehandlung (Rekristallisation)

Daher muss die nachgeschaltete Wärmebehandlung zur Feinabstimmung der Materialeigenschaften angepasst werden. Die Rekristallisation beginnt in der Regel bei $0,4 \cdot T_m$ (das entspricht etwa $500 \text{ }^\circ\text{C}$ bei einer Schmelztemperatur von $T_m \approx 1670 \text{ }^\circ\text{C}$, berechnet in Kelvin) [ZWI74]. Daher werden unterschiedliche Rekristallisationstemperaturen von $600 \text{ }^\circ\text{C}$, $650 \text{ }^\circ\text{C}$, $700 \text{ }^\circ\text{C}$ und $750 \text{ }^\circ\text{C}$ untersucht. Die Haltezeit wird möglichst kurzgehalten, um ein Kornwachstum zu verhindern. Die Abbildung 34 (C-F) zeigt die Gefügestände bei verschiedenen Rekristallisationstemperaturen nach einer 15-minütigen Haltezeit und anschließender Wasserabschreckung (WQ). Mit steigender Rekristallisationstemperatur wird das Gefüge bereits nach wenigen Minuten Haltezeit deutlich gröber.

Liegt die Temperatur unterhalb der Gefüge verändernden β -Transustemperatur (T_β), kann die erforderliche Korngröße von $< 1 \mu\text{m}$ eingehalten werden (Abbildung 34 C-E). Das Mikrogefüge zeigt eine Mischung aus kugelförmigen und lamellenartigen α -Körnern, was darauf hindeutet, dass die Rekristallisation nicht zu einer vollständigen Globularisierung der α -Phase geführt hat. Unterhalb T_β liegt je nach Rekristallisationstemperatur ein gewisser Anteil an primärer α -Phase (α_P) vor, welche ein starkes Kornwachstum behindert. Da sich die α -Phase zusätzlich positiv auf die (Ermüdungs-)Festigkeit auswirkt, wird ein geringer Anteil (10 % - 20 %) an α_P angestrebt. Da die α -Phase jedoch den E-Modul erhöht, muss ein geeignetes Verhältnis von α - und β -Phase ermittelt werden. Das Verhältnis kann über die Temperatur und die Haltezeit und damit über die β -Phase eingestellt werden, da diese während der Wasserabschreckung in den α -Martensit umwandeln kann.

Wird die β -Transustemperatur überschritten, führt das Fehlen der α -Phase auch bei kurzen Haltezeiten zu starkem Kornwachstum (Abbildung 34 F). Dies verbietet die Verwendung von Rekristallisationstemperaturen, die höher als die β -Transustemperatur sind, da die Nanostruktur vollständig aufgelöst wird. Obwohl die Gefüge C und D die gewünschten Korngrößen aufweisen und eine Härte von $> 340 \text{ HV}_{10}$ gemäß Gleichung (5-1) auf eine hohe Festigkeit

> 1000 MPa schließen lässt, dürfte die Bruchdehnung eben wegen dieser sehr gering sein und den mechanischen Anforderungen nicht genügen. Denn sehr hohe Festigkeiten gehen gemäß Kapitel 2.1.3 mit geringen Bruchdehnungen einher. Der Werkstoffzustand E mit 224 HV10 und einer relativ kleinen Korngröße scheint das am besten geeignete Ergebnis zu sein. Der Zustand F ist jedoch zu grobkörnig.

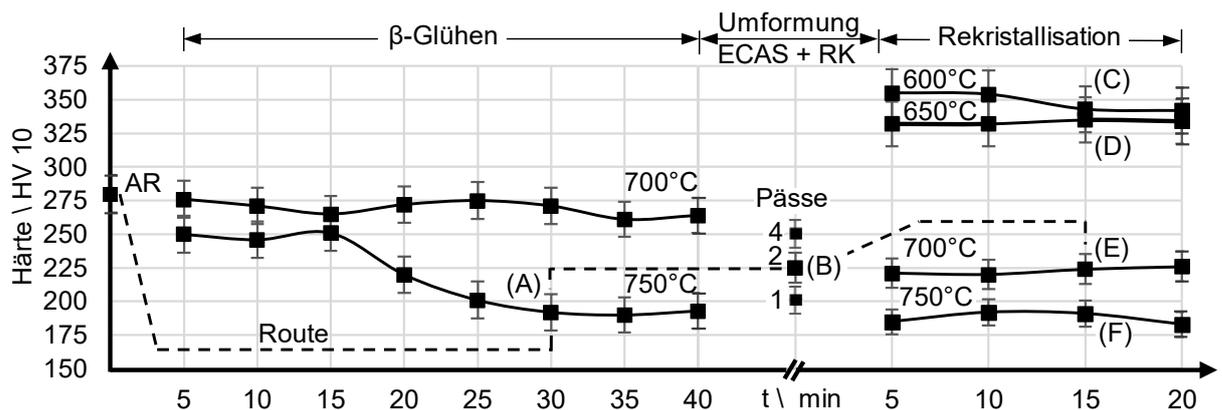


Abbildung 33: Verlauf der Härte entlang der thermomechanischen Prozesskette zur Auswahl der geeigneten Route hinsichtlich der Wärmebehandlung (Temperatur und Haltedauer) und Umformung (Anzahl der Pässe) sowie der ausgewählten Route (gestrichelt).

Im Prinzip sind die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen der thermomechanischen Prozesskette nun verstanden. Die Methode ermöglicht es daher, von der Konzipierung in die Konkretisierung überzugehen, um die Variantenvielfalt auf eine Route gemäß der in Kapitel 6.1 definierten Anforderungen, insbesondere hinsichtlich Gefügestruktur und mechanischen Eigenschaften, zu beschränken.

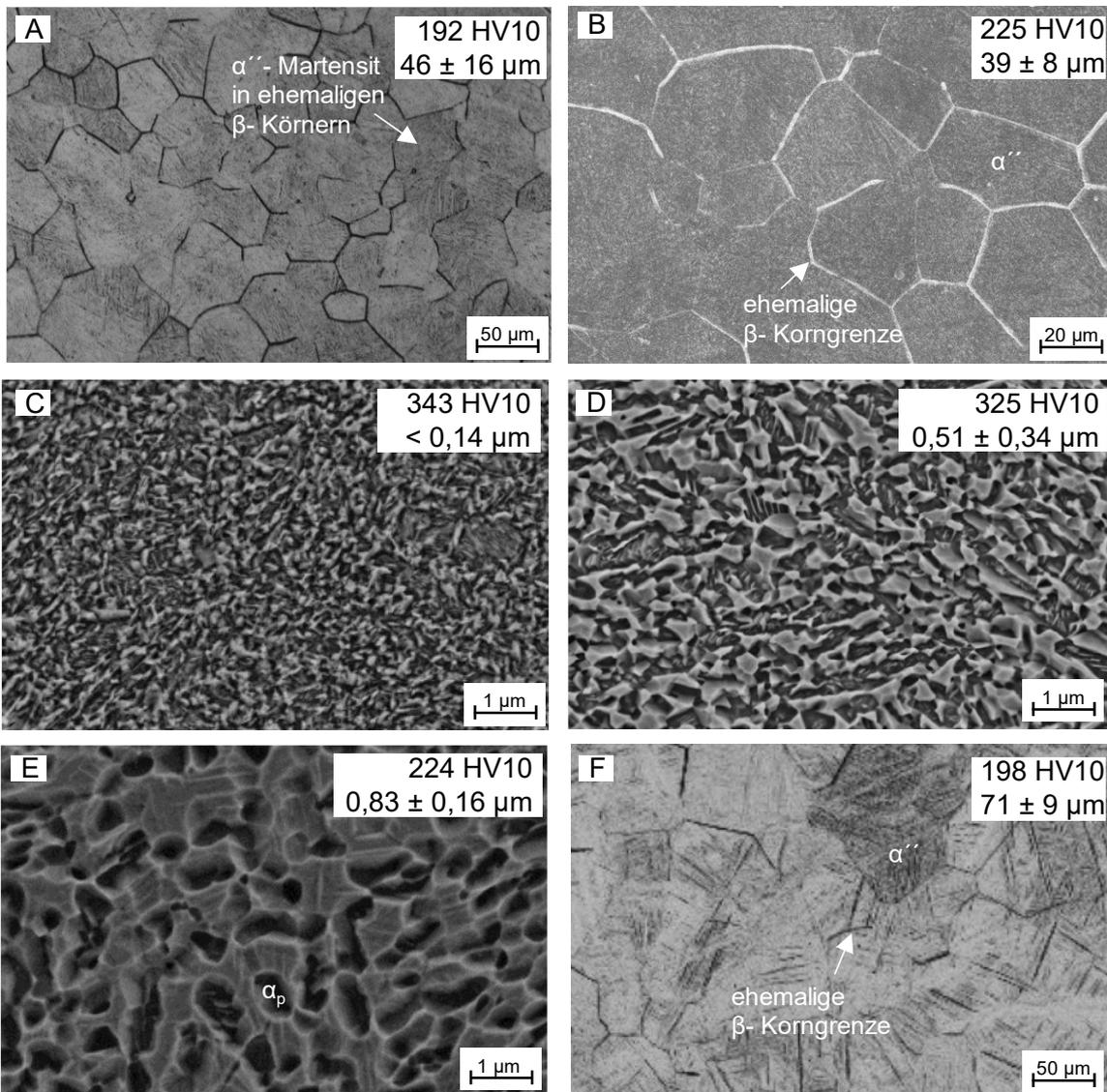
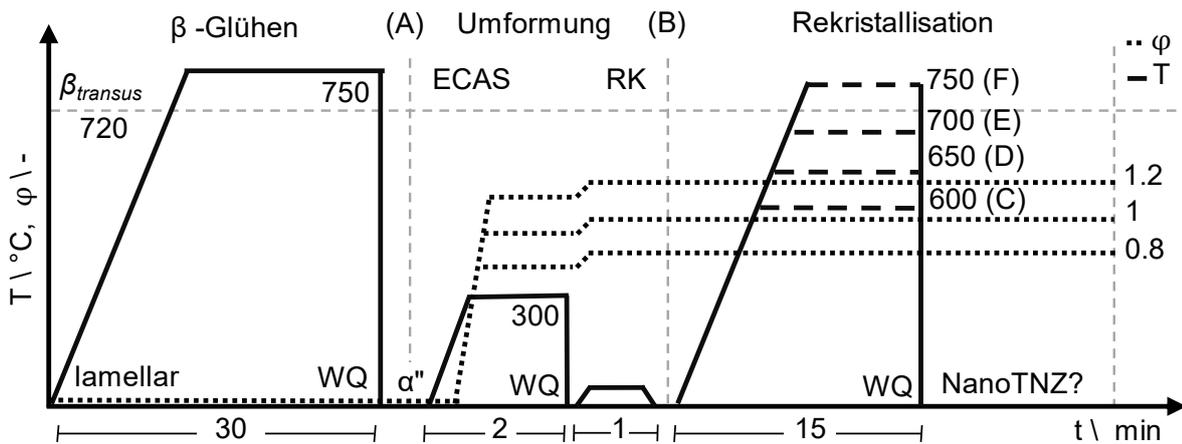


Abbildung 34: Thermomechanische Prozesskette (oben) und Gefügestand vor (A) und nach ECAS (B) sowie der rekristallisierten Proben nach 15 Minuten Haltezeit und Wasserabschreckung; 600 °C (C), 650 °C (D), 700 °C (E) und 750 °C (F), [E5].

6.3 Prozessroute konkretisieren

Auf Grundlage der bisherigen Untersuchung wird nun die konkrete thermomechanische Prozessroute hinsichtlich der in Kapitel 6.1 aufgestellten Anforderungen ausgelegt. Neben der Darstellung der Prozessroute in einem Temperatur-Umformgrad-Zeit-Schaubild und den Gefügebildern wird in Abbildung 35 der Fokus auf die mechanischen Kennwerte gelegt. Diese werden mittels Zugversuchen ermittelt, da die Route zuvor eingegrenzt wurde und gemäß der Methode damit der Aufwand und die Variantenvielfalt reduziert wurde.

Vorgelagerte Wärmebehandlung (β -Glühen)

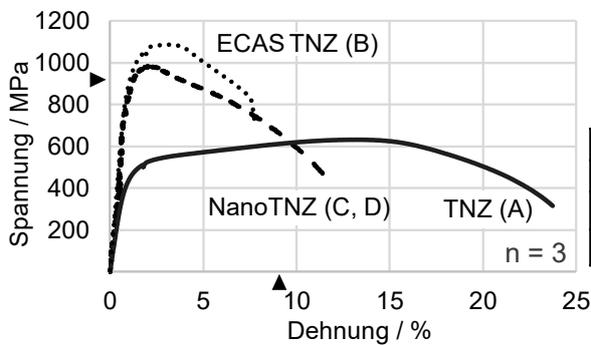
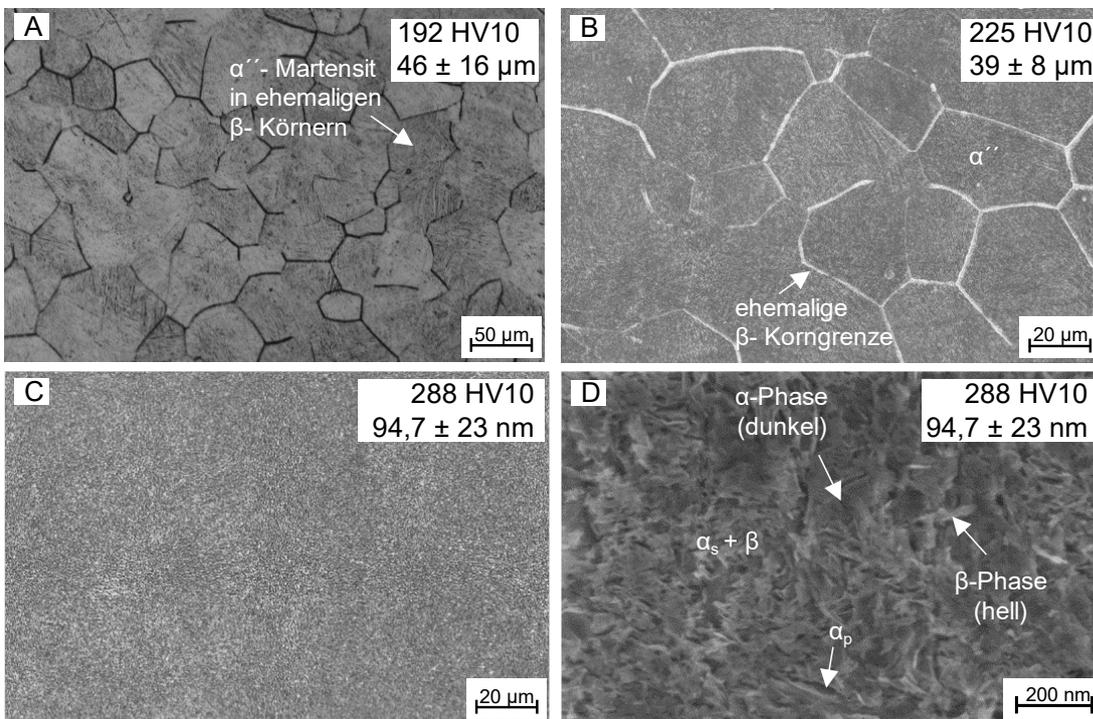
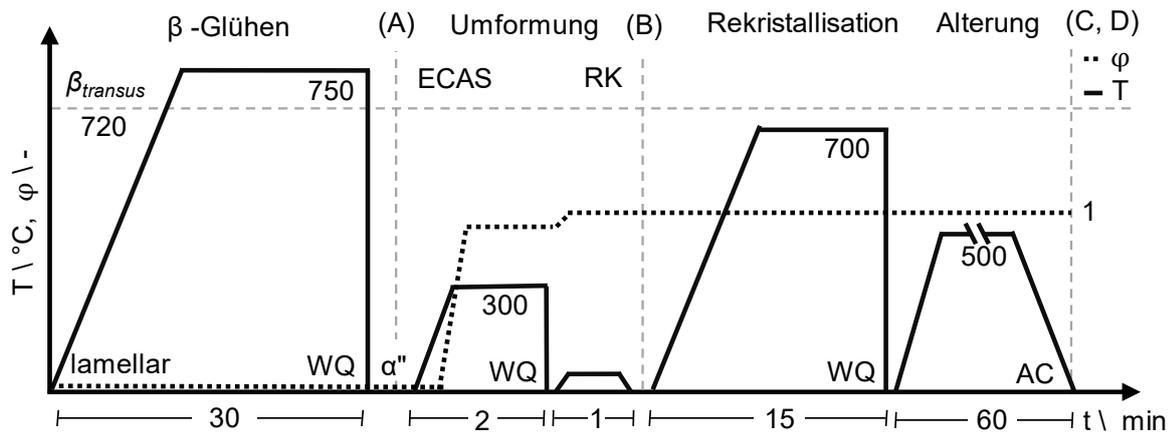
Der Ausgangszustand des TNZ ist in Abbildung 35 (A) dargestellt. Es liegt eine α' -martensitische Struktur in früheren β -Körnern vor, was zu einer geringen Festigkeit und einer moderaten Bruchdehnung führt. Dieser Zustand ist für die Verwendung als Implantatwerkstoff nicht geeignet (ASTM F1713 verlangt eine Zugfestigkeit von > 860 MPa, eine Bruchdehnung von > 8 % und zusätzlich wird ein knochenangepasster Elastizitätsmodul von 70 - 80 GPa gewünscht). Dieser Werkstoffzustand ist jedoch die Ausgangsbasis für eine schädigungsfreie Umformung.

Umformung (ECAS+RK)

Durch die Umformung (2-Pass-ECAS nach Route C und Rundkneten) erreicht der Werkstoff eine hohe Festigkeit, aber keine ausreichende Duktilität (B). Innerhalb der ehemaligen β -Körner sind feine α' -Martensitnadeln sichtbar.

Nachgelagerte Wärmebehandlung (Rekristallisation + Alterung)

Dieser ECAS-TNZ-Zustand eignet sich jedoch für eine Rekristallisationswärmebehandlung, um das gewünschte NanoTNZ zu erreichen. Daher wird die Rekristallisation knapp unterhalb der β -Transustemperatur mit anschließender Wasserabschreckung ausgewählt. Für die Gefüge- und Eigenschaftsvariationen wird nach der Rekristallisation eine Alterung bzw. Ausscheidungswärmebehandlung bei moderaten Temperaturen (300 °C - 500 °C) durchgeführt. Bei diesen Temperaturen kommt es zur nachträglichen Ausscheidung von sekundärer α -Phase (α_s) in der β -Phase und/oder zu einem (partiellen) Martensitzerfall in die feine $\alpha+\beta$ -Phase.



| | E / GPa | R _m / MPa | A / % |
|-------------------|---------|----------------------|-------|
| Anforderungen (▶) | 70-80 | > 860 | > 8 |
| TNZ (A) | 58 | 632 | 23 |
| ECAS TNZ (B) | 72 | 1100 | 6 |
| NanoTNZ (C, D) | 73 | 980 | 9.9 |

Abbildung 35: Mikrogefüge der TNZ-Stäbe. Ausgangsgefüge (A), nach ECAS (B), NanoTNZ-Wärmebehandlung (C, D), die gewünschten Werkstoffeigenschaften (▶) und die ermittelten Werkstoffeigenschaften [E5].

Dies führt zu einer höheren Anzahl an Phasengrenzen und damit zu einem Anstieg der Festigkeit. Jedoch wird dabei auch die Bruchdehnung herabgesetzt. Neben der Ausscheidung der α_s -Phase kann es auch zu einem Martensitzerfall kommen, sofern im Rekristallisationsgefüge eine ausreichende Menge der α'' -Phase vorhanden war. Beim Martensitzerfall wandeln die feinen, metastabilen α'' -Martensitplatten in noch feinere stabile α - und β -Teilchen um. Diese zusätzliche Gefügeverfeinerung trägt dann zu einer vollständigen Nanostrukturierung des Gefüges bei (C, D). Eine zusätzliche Alterung bei 500 °C/60 min/AC kann daraufhin eingesetzt werden, um einerseits die Gefügeumwandlung hin zu einer Nanostruktur abzuschließen und gleichzeitig die gewünschten mechanischen Eigenschaften zu erreichen, wie in einer früheren Studie ermittelt [E13]. Die homogene, nanokristalline α -Phase (dunkel) und die β -Phase (hell) mit einer Strukturgröße kleiner als 200 nm sind in den Gefügebildern C und D dargestellt. Die Härte beträgt 288 HV10.

Die mechanischen Eigenschaften erfüllen die in ASTM F1713 und die in den Entwicklungszielen festgelegten Anforderungen. Darüber hinaus stellt die Struktur gemäß der Literatur eine vielversprechende Oberfläche für das Wachstum von Knochenzellen und für eine Behinderung der bakteriellen Besiedlung dar.

6.4 Prozessroute optimieren

Da nun die konkrete Prozesskette vorliegt, kann diese optimiert werden. Die ganzheitliche Prozesskette ist in der Abbildung 36 mit der Vormaterialproduktion (Abguss der Legierung und Rundkneten) über die thermomechanische Prozesskette bis zur Zerspanung des Dentalimplantats dargestellt.

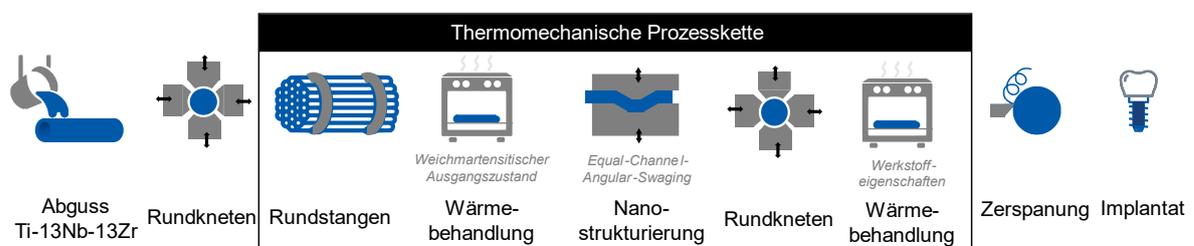


Abbildung 36: Prozesskette mit vor- und nachgelagerten Schritten.

In dieser Prozesskette bieten sich verschiedene Optimierungsziele an, wie die Betrachtung der Energieeffizienz, der Produkteigenschaften und der Wirtschaftlichkeit.

In [E12] wird ein Frontloading-Ansatz für Energieeffizienz in der Umformtechnik entwickelt, der die Relevanz der frühen Phasen in der hier beschriebenen Prozesskettenauslegung betont (vgl. Anhang A4). Mit diesem Ansatz wird der Werkstofffluss mit dem Energieeinsatz gekoppelt und somit werden Schwachstellen aufgedeckt. Somit bietet sich bei Betrachtung der Abbildung 36 beispielsweise an, die vor- und nachgelagerte Wärmebehandlung möglichst in die Umformung zu integrieren bzw. die Temperaturniveaus anzupassen. Als Energieeffizienzmaßnahmen werden daher die Werkzeuge optimiert und die Prozesskette verkürzt. Als Ergebnis wird der Energieeinsatz von ECAS zur Nanostrukturierung von Titanlegierungen um 13 % gesenkt, was ökologisch-ökonomische Optimierungsziele adressiert [E10].

Von besonderem Interesse ist die Optimierung der Prozesskette hinsichtlich der Produkteigenschaften. Für die Verarbeitung von Stangen zu Zahnimplantaten werden in der Regel Drehautomaten eingesetzt. Die Geradheit und Maßgenauigkeit der Stäbe sind bei diesen Prozessen entscheidend. Die Abbildung 37 zeigt die für diesen Zweck gerichteten und geschliffenen NanoTNZ-Stäbe (A), aus denen ein fertiges Dentalimplantat hergestellt werden kann (B). Dieses weist eine nanostrukturierte Oberflächenstruktur mit einer Strukturgröße von etwa 100 nm auf und wird derzeit hinsichtlich der Dauerfestigkeit geprüft [E8].

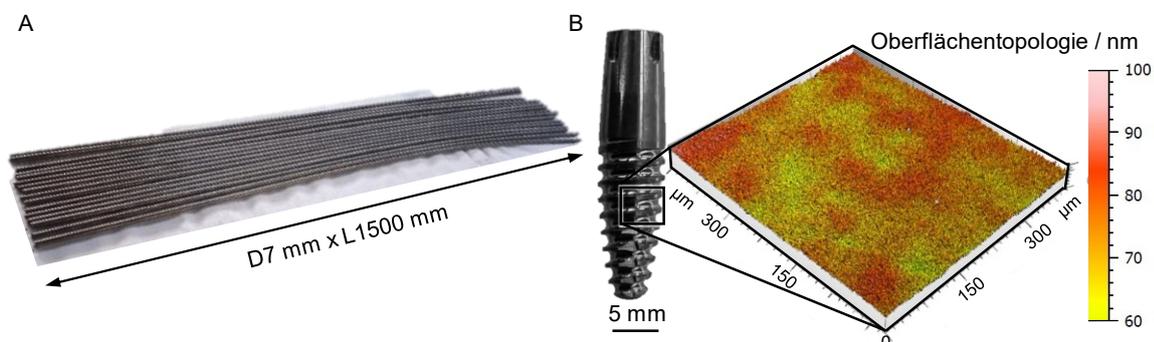


Abbildung 37: NanoTNZ Stangen (A) und NanoTNZ Dentalimplantat mit Oberflächentopologie (B).

Die biologischen Untersuchungen werden im folgenden Abschnitt hinsichtlich des wissenschaftlichen Erkenntnisgewinns für die vorliegende Arbeit dargestellt. Es sei auf [E1] und [E9] verwiesen, in denen eine detaillierte Darstellung und ein Vergleich mit anderen Implantatwerkstoffen erfolgt. Zunächst wird die Oberflächentopologie des NanoTNZ durch Ätzen beeinflusst, um eine Variation der Nanostruktur zu ermöglichen, siehe Kapitel 5.3.2. In der biologischen Untersuchung wird die Zelladhäsion und -proliferation des Bakteriums *Staphylococcus aureus* (ATCC 29213, Abbildung 38 A, B) und human-fetaler Osteoblasten (hFOB 1.19, Abbildung 38 C, D) auf der Oberfläche von NanoTNZ sowie einer Vergleichslegierung (Ti-CP4) untersucht.

Im Vergleich zu Ti-CP4 ist ersichtlich, dass NanoTNZ tendenziell zu einem geringeren Bakterienwachstum und erhöhtem bakteriellen Zellstress auf der Oberfläche neigt. Diese Erkenntnisse deuten darauf hin, dass NanoTNZ im Vergleich zu dem üblicherweise verwendeten Ti-CP4 zur Bekämpfung von Infektionen nützlich sein könnte. Der Vergleich der Zellproliferation von Osteoblasten zeigt eine erhöhte und schnellere Zellproliferation auf NanoTNZ.

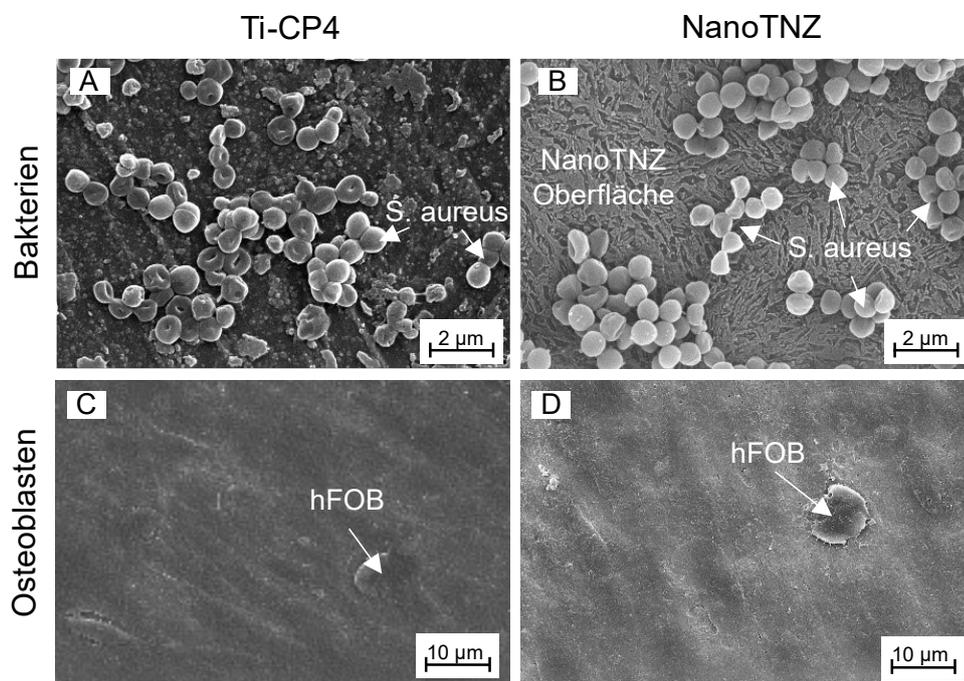


Abbildung 38: Bakterium *Staphylococcus aureus* auf Ti-CP4 (A) und NanoTNZ (B) sowie human-fetale Osteoblasten auf Ti-CP4 (C) NanoTNZ (D).

Die Variation der Oberflächenstruktur zeigt in der Abbildung 39 zunächst, dass die Oberflächenbehandlung einen Einfluss auf die biologischen Eigenschaften

hat. Bei einer geringen Strukturgröße deutlich unter 100 nm ist die Bakterienbesiedlung sowie die Osteoblastenadhäsion nicht signifikant beeinflusst. Bei einer Strukturgröße von etwa 100 nm ist die Bakterienbesiedlung deutlich reduziert und die Osteoblastenadhäsion deutlich erhöht. Bei einer Strukturgröße von etwa 200 nm steigt die Bakterienbesiedlung wieder an. Es scheint also einen *Sweet Spot* für die optimale Korngröße zu geben, bei dem das Bakterienwachstum reduziert und die menschliche Zellproliferation angeregt wird. Das mikrobiologische Verhalten ist in [E1] detailliert beschrieben. Um das mikrobiologische Verhalten auf den Nanostrukturen besser zu verstehen, werden derzeit Messungen mittels Rasterkraftmikroskopie unternommen. Ziel ist die Klärung der Frage, ob unterschiedliche Oberflächen- und Phasenstrukturen zu unterschiedlichen Potentialunterschieden auf den Oberflächen führen, die wiederum die Zellen beeinflussen (ugs. mikrobiologische Elektroschocks).

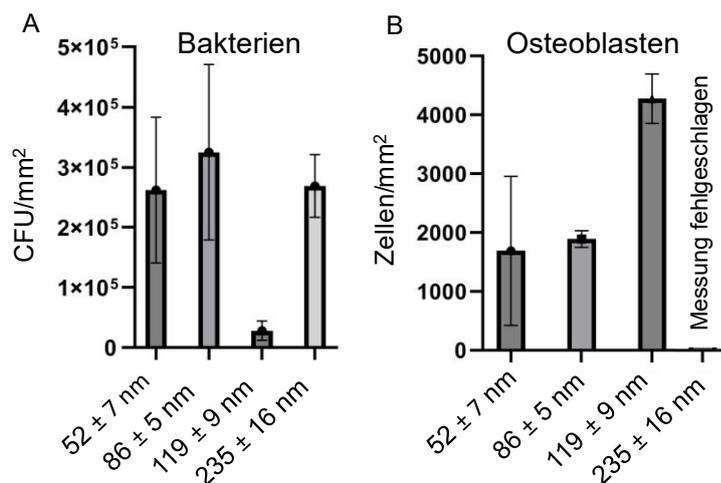


Abbildung 39: Bakterienbesiedlung mit Anzahl der Bakterien (CFU/mm²) in (A) sowie der Anzahl der Osteoblasten (B) in Abhängigkeit der Oberflächentopologie.

Die biologischen Tests und die Optimierung der Verarbeitbarkeit deuten darauf hin, dass Anpassungen des thermomechanischen Prozesses erforderlich sind, um eine erhöhte Effizienz zu erreichen. So bietet sich an, den biologischen Sweet Spot in der Nanostruktur weiter zu erforschen und die Informationen in die Prozesskette einzubeziehen.

6.5 Fazit zum Anwendungsfall 1

Die Auslegung der thermomechanischen Prozesskette für den Anwendungsfall 1 führt nach der Methodik zu den gewünschten Zielen und kann damit als erfolgreich angesehen werden. Im Rahmen der Untersuchung werden die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen zwischen den Prozessgrößen der Umformung und Wärmebehandlung (Gegendruck, Umformgrad, Dehnungsverteilung, Temperatur und Haltezeit) auf die Werkstoffeigenschaften (Homogenität der nanostrukturierten Gefügestrukturen, Härte, Zugfestigkeit und E-Modul) analysiert. Die gewonnenen Erkenntnisse werden schließlich bei der Herstellung eines Dentalimplantats aus dem Werkstoff NanoTNZ praktisch umgesetzt. Im Rahmen der Untersuchungen konnten folgende spezifische Erkenntnisse hinsichtlich der Forschungsfragen gewonnen werden.

Methodik

Die Methodik ermöglicht ein strukturiertes Vorgehen und einen zielgerichteten Erkenntnisgewinn zur Nanostrukturierung. Bei der Anwendung der Methodik ergeben sich zwei wesentliche Entwicklungspotentiale.

Die grundlegenden werkstoffwissenschaftlichen Mechanismen werden in der Konzeptionsphase verstanden, aber die Anpassung der für die Umformung notwendigen Werkstoffeigenschaften wie der Bruchdehnung erweist sich als äußerst schwierig. Dies ist auf Unsicherheiten bei den Prozessparametern und Prozessbedingungen zurückzuführen. Beispielsweise zeigt sich für das Abschreckverfahren, dass eine Berücksichtigung von Zeit und Materialhandling bei der Wasserabschreckung von großer Bedeutung ist. Hier können Sensitivitätsanalysen zu einem besseren Verständnis des Systemverhaltens beitragen.

Darüber hinaus sind die biologischen Wechselwirkungen des Werkstoffs für das Endprodukt von entscheidender Bedeutung. Diese kann jedoch erst getestet werden, wenn der Werkstoff verfügbar ist. Bei dieser Methode ist der Werkstoff allerdings erst am Ende der Auslegung verfügbar. Außerdem entspringt die biologische Anforderung einer anderen Problemdomäne. Thermomechanische Prozesse sind komplex, während biologische Systeme chaotisch sind [TOK20]. Die Unvorhersehbarkeit des chaotischen Verhaltens macht es herausfordernd, dieses zu beherrschen. Die Kenntnis von Auslösemechanismen und

Systemverhalten ist eine grundlegende Voraussetzung für eine realistische Modellierung, ohne die eine zuverlässige Vorhersage des chaotischen Verhaltens nicht möglich ist.

Der Anwendungsfall eröffnet somit zwei Entwicklungsbereiche für die Methodik:

- Integration von Sensitivitätsanalysen, um Prozessunsicherheiten frühzeitig aufzudecken und diese besser zu beherrschen.
- Adressierung von Anforderungen aus unterschiedlichen Problemdomänen (z. B. komplex und chaotisch) durch frühzeitige Vorhersage der Werkstoffeigenschaften.

Prozessgrößen und Werkstoffeigenschaften

Die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen aus Prozessparametern und Werkstoffeigenschaften werden simuliert und experimentell erprobt. Die Homogenität des Gefüges wird bei der Umformung durch das Aufbringen eines Gegendrucks (Druck entgegen der Vorschubrichtung) erhöht, da dieser zu einer verbesserten Werkzeugausfüllung und damit zu einer homogeneren Scherdehnungsverteilung führt. Ferner ermöglicht der Gegendruck einen Druckspannungszustand, der die Umformung erst ermöglicht. Eine erhöhte Anzahl an Durchläufen (Pässen) führt zu einer Superposition der Scherdehnung. Darüber hinaus können verschiedene ECAS-Routen mit einer Rotation des Werkstücks zwischen den Durchläufen zur Homogenität der Mikrostruktur, wie mittels Dehnungsverteilung und Härtemessung aufgedeckt, beitragen. Es ist eine Zunahme der Härte bei gleichzeitiger Erhöhung der Festigkeit und Verringerung der Duktilität bei der Umformung festzustellen, was auf eine Versetzungsdichteerhöhung hinweist, die letztlich die Grundlage für die Kornfeinung ist.

Prozessgestaltung und Technologietransfer

Die Prozessgrenzen ergeben sich durch einen zu hohen Gegendruck, der zu Flügelbildung führt. Darüber hinaus kann der Werkstoff nur bei erhöhter Temperatur und in einem weichmartensitischen Gefügestand unter einem Druckspannungszustand umgeformt werden. In der Prozessgestaltung wird deutlich, dass die Variation von Wärmebehandlungsrouten zu maßgeschneiderten Mikrostrukturen führt. Ausschlaggebend für die

Mikrostrukturkontrolle ist die β -Transustemperatur. Wird diese überschritten, liegt das Gefüge grobkörnig vor. Letztlich kann aus der Kombination von vorgelagerter Wärmebehandlung (β -Glühen), Umformung (2-Pass-ECAS nach Route C + Rundkneten) sowie nachgelagerter Wärmebehandlung (Rekristallisation und Alterung) in der thermomechanischen Prozesskette der Werkstoff NanoTNZ hergestellt werden. NanoTNZ erfüllt dabei alle zuvor aufgestellten Zieleigenschaften. Aus diesem NanoTNZ wird ein Dentalimplantat hergestellt, was den Technologietransfer der Prozesskette in die konkrete Anwendung aufzeigt.

7 Anwendungsfall 2: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr für die Osteosynthese¹¹

Wohingegen der vorherige Anwendungsfall 1 die Nanostrukturierung von Rundmaterial aus Ti-13Nb-13Zr für Dentalimplantate behandelt, ergründet der Anwendungsfall 2 die Phänomene zur Nanostrukturierung von Flachmaterial aus Ti-13Nb-13Zr für Osteosyntheseplatten.

7.1 Zielsetzung und Anforderungen

Nach einem Knochenbruch kann der Knochen entweder konservativ ohne Operation (beispielsweise durch einen Gipsverband) oder mittels einer Osteosyntheseoperation versorgt werden. Operationen sind oft dann notwendig, wenn Trümmer-, Mehrfach- oder offene Brüche sowie eine Verletzung von Gelenken vorliegen. Bei einer Osteosyntheseoperation werden die Teile eines gebrochenen Knochens wieder an die richtige Stelle gebracht und stabilisiert. Damit bekommt der Knochen seine Funktion zurück und die einzelnen Bruchstücke können ausheilen. Zur Fixierung kommen Platten, Nägel, Schrauben oder Drähte zum Einsatz. Osteosyntheseplatten werden nach Stand der Technik aus Stahl oder Titanlegierungen gefertigt, wobei die Titansysteme generell dauerhafter und aus technischer Sicht zu bevorzugen sind, denn sie zeichnen sich durch eine hohe Festigkeit bei hoher Steifigkeit aus. In der Plattenosteosynthese kommt der Belastung des Knochens eine hohe Relevanz für die Einheilung zu. Diese kann durch die Beschaffenheit der Platte und deren Verankerung sowie der Operationsstrategie beeinflusst werden. [EWE14]

Durch eine Schraubverbindung wird ein struktureller Verbund zwischen Knochen und Knochenplatte erreicht. Diese Schraubverbindung kann multidirektional winkelstabil eingebracht werden, um die Belastungen auf den

¹¹ Teile des Kapitels wurden in [E2], [E4] und [E6] veröffentlicht.

Knochen zu minimieren. Trotz allem kann dadurch weder die Dicke der Platte verringert noch die cytotoxische Exposition durch potenziell kritische Elemente aus der Legierung vermieden werden [VOI10]. Werden neue Osteosynthesysteme aus dem im vorherigen Kapitel diskutierten NanoTNZ hergestellt, eröffnet das mehrere Vorteile. Durch die Realisierung neuartiger Systeme kann einerseits eine im Vergleich wesentlich festere Platte realisiert werden, die dann deutlich dünner ausgeführt werden kann. Zusätzlich kann die Biokompatibilität durch die Nanostruktur und durch die Verwendung nicht-cytotoxischer Legierungselemente erhöht werden. Ein besonderer Vorteil gegenüber herkömmlichen Systemen liegt in der Flexibilität: Dünnere NanoTNZ-Platten lassen sich aufgrund der hohen Duktilität und der Kaltverformbarkeit noch geringfügig biegen, so an die Knochengeometrie anpassen und einbauen. Dünne Platten ermöglichen überdies minimalinvasive Eingriffe, die eine schnelle Einheilung und eine frühe Wiederbelastung des Knochens fördern. Damit werden die typischen Folgen langer Ruhigstellung wie Muskel- und Knochenschwund sowie die Gefahr von Thrombosen minimiert.

Für die Realisierung eines möglichst festen Ausgangsmaterials werden eine Festigkeit von 800 MPa bei einem hohem E-Modul von > 90 GPa als Zielgrößen angestrebt. Somit lässt sich das Implantat zwar patientenindividuell formen, kann aber auch die Belastungen im Einsatz ohne Verformung oder Bruch aufnehmen. Als Zielgröße muss eine reproduzierbare mittlere Korngröße von unter $1 \mu\text{m}$ bereitgestellt werden, um einerseits die mechanischen Eigenschaften von UFG-Werkstoffen zu erreichen und andererseits die Biokompatibilität zu fördern. Für die Produktion in wirtschaftlichen Maßstäben soll eine kontinuierliche Produktion von mindestens 500 mm Materiallänge demonstriert werden. Des Weiteren soll eine endkonturnahe Form des Materials mit der Zielgröße von maximal $5 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ im Querschnitt demonstriert werden. Somit wird eine produktive und möglichst spanarme Endbearbeitung ermöglicht.

Da das Material wegen der schmelzmetallurgischen Herstellroute als Rundmaterial vorliegt und die Zielgröße ein rechteckiger Querschnitt ist, eignet sich das im Anwendungsfall 1 zuvor untersuchte ECAS-Verfahren weder in der Ausführung als Rundmaterial noch ist eine Neuentwicklung eines flachen ECAS-Verfahrens sinnvoll. Wäre der Querschnitt zu Beginn rechteckig, würden

prinzipiell Verfahren der SPD-Klassen in Frage kommen. Jedoch eignet sich beispielsweise ECAP nicht, da die Probengeometrie begrenzt ist, es zu Inhomogenitäten und zum Abknicken der Proben bei erhöhtem Gegendruck kommen kann [RAV08]. Bei ECAP-Conform (siehe Kapitel 2.4.2) entstehen bei der Umformung von Titanlegierungen sehr hohe Prozesskräfte, die zur Zerstörung der Werkzeuge führen [MER20]. Analog werden diese Herausforderungen auch bei der Entwicklung eines flachen ECAS-Verfahrens postuliert. Der Weg über die ARB-Verfahren (siehe Kapitel 2.4.2) ist wegen der aufwändigen Prozessführung beim repetitiven Walzen und Stapeln und wegen Inhomogenitäten zwischen den einzelnen Schichten versperrt, auch wenn diese als Verfahren mit der höchsten Kapazität für die kontinuierliche Produktion von massiven UFG-Werkstoffen gelten [RUP13]. Das artverwandte RCS-Verfahren (wiederholtes Wellen und Richten) ermöglicht zwar die Kornfeinung von Titan-Blechwerkstücken, ist allerdings mit hoher Reibung verbunden [SUN15]. Derzeit ist kein Verfahren bekannt, das eine kontinuierliche Nanostrukturierung von Titanlegierungen mit rundem Ausgangs- und rechteckigen Endquerschnitt ermöglicht und sich für diese Untersuchung eignet. Daher ist die Entwicklung eines neuen Verfahrens erforderlich, das sich am ECAS-Verfahren orientiert und bei dem Rundmaterial unter hoher Dehnung inkrementell und kontinuierlich zu Flachmaterial überführt wird.

7.2 Prozessrouten konzipieren

Gemäß der Methodik werden nun die prinzipiellen Prozessrouten konzipiert. Um den Implantatwerkstoff prozesssicher herzustellen, ist es notwendig, die multiphysikalische Kopplungsbeziehung in der thermomechanischen Prozesskette, bestehend aus Umformung und Wärmebehandlung, zu berücksichtigen. Da durch den ersten Anwendungsfall bereits einige Zusammenhänge aufgedeckt wurden, wird dieses Wissen im Sinne der Methodik hier verwendet und der Fokus auf den Vergleich von Gemeinsamkeiten und Unterschieden gelegt.

7.2.1 Prozesse

Bei der Umformung wird wie bei ECAS auf ein inkrementelles Verfahren gesetzt. Jedoch muss ein Weg gefunden werden, das Rundmaterial mit einer möglichst

ECAS-ähnlichen Dehnungsverteilung und Homogenität umzuformen. Angelehnt an die SPD-Nomenklatur (vgl. Abbildung 14) wird das Verfahren Continuous-Multi-Directional-Swaging (CMDS) genannt und auf der Rundknetmaschine (vgl. Abbildung 23) implementiert.

Es werden zwei Verfahrensvarianten wie in Abbildung 40 untersucht. In der ersten Variante wird das Rundmaterial durch eine schiefe Ebene mit dem Winkel α von 30° in das Flachmaterial überführt (vgl. Abbildung 40 B). In der zweiten Variante ist in der Umformzone zusätzlich ein Keil mit dem Winkel β von 60° eingebracht, der das Material multidirektional und damit dehnungsoptimiert verdrängt (vgl. Abbildung 40 C).

Die Werkzeuge besitzen einen Einlaufkanal zur Führung des Werkstücks sowie eine Umformzone, in der das Werkstück von Rund auf das Flachmaterial überführt wird. Anschließend folgt eine Kalibrierzone, um die endkonturnahe Geometrie einzustellen, sowie ein Auslaufkanal.

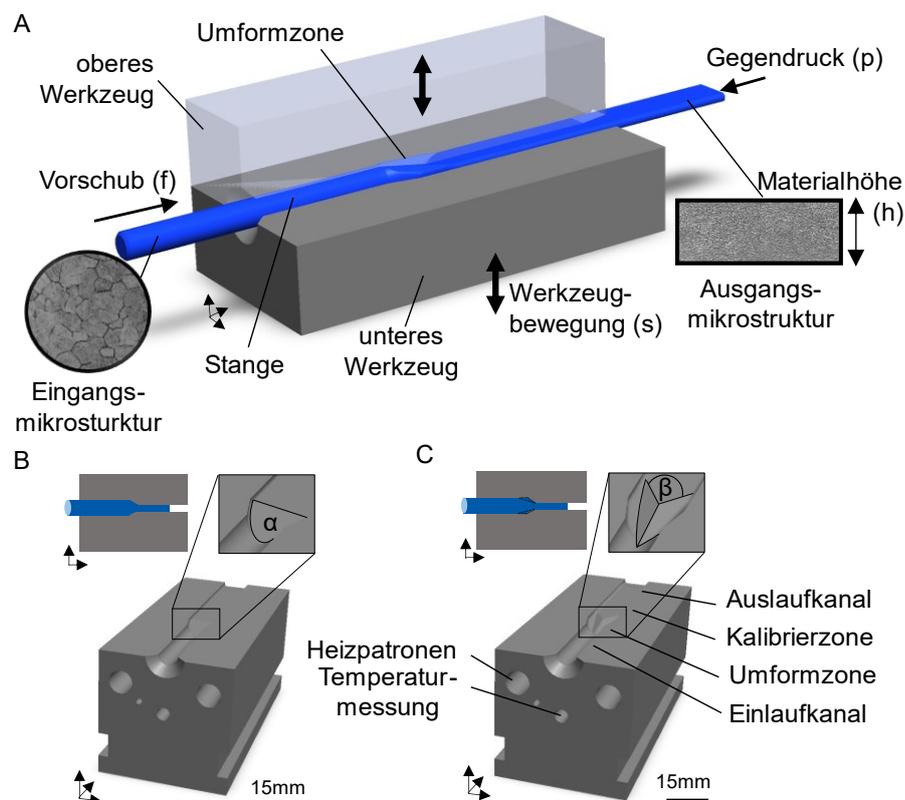


Abbildung 40: Verfahrenserläuterung zum Continuous-Multi-Directional-Swaging (CMDS) mit Prozessparametern (A) sowie die Geometrien der Flachwerkzeuge (B) und Keilwerkzeuge (C).

Die Werkzeuge werden über Heizpatronen und das Werkstück über eine Induktionsspule erwärmt. Entgegen der Vorschubrichtung kann auch hier analog zu ECAS ein Gegendruck aufgebracht werden (vgl. Abbildung 40 A).

Die Wärmebehandlung der Proben erfolgt wie bei ECAS in einem Kammerofen und ermöglicht die Feinabstimmung der mechanischen Eigenschaften und des Gefüges.

7.2.2 Prozessparameter

Bei der Umformung werden die Temperatur, der Umformgrad und der Gegendruck als Prozessparameter berücksichtigt. Die Prozessparameter bei der Wärmebehandlung sind Temperatur, Haltezeit und Abschreckverfahren wie Luftkühlung (AC) und Wasserabschreckung (WQ).

7.2.3 Werkstoffeigenschaften

Da es sich wie im Anwendungsfall 1 um die Titanlegierung Ti-13Nb-13Zr handelt, wird auf diesen und Kapitel 5.2.1 verwiesen. Die im Anwendungsfall 1 erlangten Erkenntnisse zu den Werkstoffeigenschaften fließen im Sinne des methodischen Lernens in diesen Anwendungsfall ein.

7.2.4 Prozessketten kombinieren

Um den optimalen Spannungszustand in den Werkzeugen zu ermitteln, wird eine thermomechanisch gekoppelte Finite-Elemente-Simulation durchgeführt, die die Werkstoffeigenschaften und Prozessparameter berücksichtigt.

Aufstellen eines Prozessmodells

Zur Ermittlung des Prozessfensters für die Umformung von TNZ im CMDS-Verfahren wird eine numerische Simulation mittels der thermomechanisch gekoppelten Finite-Elemente-Methode bei erhöhter Temperatur durchgeführt. Um die Homogenität der Dehnungsverteilung für eine homogene Nanostruktur untersuchen zu können, wird diese in 3D implementiert. Um die endkonturnahe Geometrie von 5 x 15 mm bzw. 4 x 15 mm mit einem ECAS-ähnlichen Umformgrad zu erreichen, muss die Rundstange einen Durchmesser von 10 mm (anstatt wie bei ECAS 8 mm) aufweisen. In der Simulation ist die Probe 100 mm lang, um einen kontinuierlichen Prozesszustand abzubilden. Die Dimension des CMDS-Werkzeugs sowie die Prozessparameter entsprechen

dem Versuchsaufbau (vgl. Kapitel 5.1). Das Werkstoffmodell und die virtuelle Modellbildung werden in Kapitel 5.4 detailliert erörtert. Die Simulation ermöglicht die Analyse der Auswirkungen des Umformgrades, des Gegendrucks und der Umformstrategie auf die für die Kornfeinung verantwortlichen Dehnungen.

Validierung des Prozessmodells

Zur analytischen Validierung wird der Umformgrad φ_a unter Annahme der Volumenkonstanz als Formänderungskenngröße analog zu Walz- und Strangpressvorgängen verwendet. In die Gleichung fließen die Anfangsquerschnittslängen $x_0 = 10 \text{ mm}$ und $y_0 = 10 \text{ mm}$ sowie die Endquerschnittslängen $x_1 = 15 \text{ mm}$ und $y_1 = 4 \text{ mm}$ ein. Der Materialfluss in der Länge wird durch den Gegendruck unterdrückt und daher wird diese Raumrichtung in der analytischen Validierung vernachlässigt. Es werden die keilförmigen CMDS-Werkzeuge verwendet. Um die Genauigkeit der Simulation zu untersuchen, wird der analytische Umformgrad φ_a mit dem Umformgrad der Simulation φ_n sowie die Geometrie validiert.

$$\varphi_a = \varphi_x + \varphi_y + \varphi_z = \left| \ln \left(\frac{x_1}{x_0} \right) \right| + \left| \ln \left(\frac{y_1}{y_0} \right) \right|, \text{ mit } \varphi_z = 0 \quad (7-1)$$

Aus der Geometrie der Probe ergibt sich $\varphi_a = 1,321$, wobei eine Abweichung vom simulierten Umformgrad von 0,5 % mit $\varphi_n = 1,326$ festgestellt werden kann. Die ermittelte Abweichung kann als geringfügig bezeichnet werden und liegt innerhalb der Messtoleranz des verwendeten Messschiebers ($\pm 0,1 \text{ mm}$).

Für die geometrische Validierung wird die Oberflächengeometrie der Simulation mit der umgeformten Probe in der Abbildung 41 mittels 3D-Scan verglichen (vgl. Kapitel 5.4). In der Abbildung sind die geometrischen Abweichungen dargestellt.

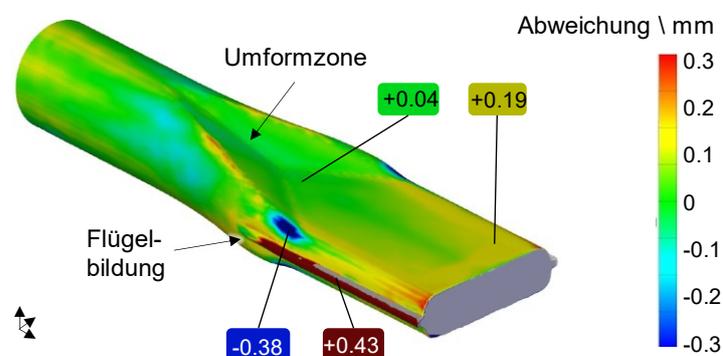


Abbildung 41: 3D-Scan der umgeformten Probe, geometrischer Oberflächenvergleich zwischen Realität und Simulation, Abweichung in mm.

Simulation und Experiment zeigen eine leicht unausgefüllte Werkzeuggeometrie und Flügelbildung. Die maximale Abweichung der Oberflächengeometrie zwischen Probe und Simulation beträgt 4 % bezogen auf den Stangendurchmesser und tritt im Bereich der Flügelbildung auf. Die geometrische Validierung zeigt, dass die Simulation die Geometrie der umgeformten Probe mit einer für diese Untersuchungen ausreichenden Genauigkeit abbildet.

Simulation der Prozessparameter

In der Simulation werden zunächst die Werkzeuggeometrien untersucht und für die weiteren Untersuchungen ausgewählt. Anschließend werden der Gegendruck und die Materialstärke bzw. Reduktion sowie die Anzahl der Durchgänge variiert, um eine geeignete Prozessroute hinsichtlich der Homogenität der Dehnung zu finden.

Werkzeuggeometrie

Die Abbildung 42 zeigt den Umformgrad von 2-Pass-ECAS (A), Flach-CMDS (B) und Keil-CMDS (C) im Querschnitt. Flach- und Keil-CMDS weisen einen ähnlich hohen Umformgrad wie 2-Pass-ECAS auf. Die Flach-CMDS-Probe ist durch einen inhomogenen Umformgrad (inhomogene Werkstoffverdrängung) und die Ausbildung eines Schmiedekreuzes gekennzeichnet. Insbesondere ist die Umformgradverteilung an den Oberflächen inhomogen, wohingegen eine homogene Umformgradverteilung an den Oberflächen zur Ausbildung der Nanostruktur für die Osteosyntheseplatten gewünscht ist. Wird eine Keilgeometrie in die Umformzone eingebracht, so führt diese zu einer homogenen Werkstoffverdrängung. Daher wird die Keil-CMDS-Geometrie (C) für die weiteren Untersuchungen eingesetzt.

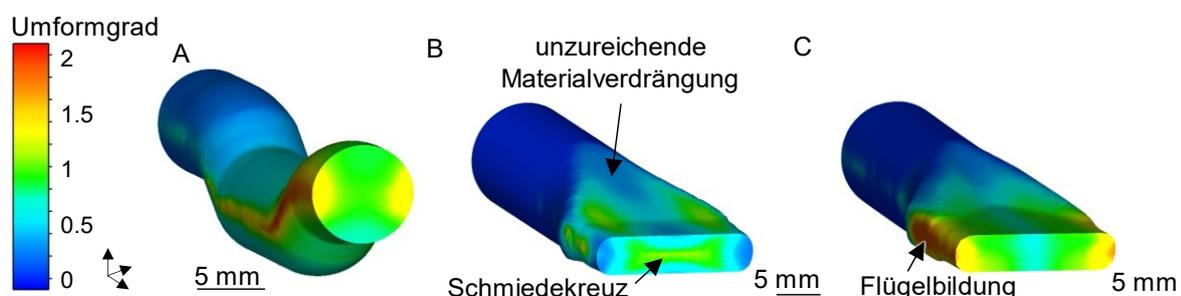


Abbildung 42: Vergleich des Umformgrades und der Homogenität zwischen 2-Pass-ECAS (A), Flach-CMDS (B) und Keil-CMDS (C) im Querschnitt.

Außerdem ist festzustellen, dass der Umformgrad von 2-Pass-ECAS erreicht bzw. übertroffen wird und somit die Grundlage für die Nanostrukturierung geschaffen ist.

Gegendruck

Der Einfluss des Gegendrucks auf die Dehnungsverteilung ist in der Abbildung 43 zu sehen. Ohne Gegendruck ist die Dehnungsverteilung im Querschnitt inhomogen, was auf eine unzureichende Werkzeugfüllung zurückzuführen ist. Mit zunehmendem Gegendruck wird eine bessere Werkzeugfüllung erreicht. Bei einem Gegendruck von 12 MPa und 24 MPa nimmt die Homogenität der Dehnungsverteilung zu. Neben der Homogenisierung der Dehnungsverteilung wird ein Druckspannungszustand in der Umformzone induziert, der eine schadungsfreie Umformung ermöglicht. Ein Gegendruck von 36 MPa führt zu einer vollständigen Werkzeugausfüllung und einer vergleichsweise homogenen Dehnungsverteilung, auch an den Rändern. Allerdings zeigt die Simulation ein Ausknicken des Stabes vor den CMDS-Werkzeugen, was im realen Prozess zu einem beschädigten Stab führen würde. Für die folgenden Untersuchungen wird ein Gegendruck von 24 MPa gewählt, der einen Kompromiss zwischen Homogenität und Umformbarkeit darstellt.

Reduktion und Anzahl der Durchgänge

Um die Homogenität der Dehnungsverteilung zu erhöhen, werden eine unterschiedliche Reduktion (Variation der Materialhöhe durch die Zustellung der Werkzeuge) und Anzahl von Durchgängen (1 bis 2 Pass) bei 24 MPa Gegendruck in Abbildung 43 und Abbildung 44 als Parameter für den Umformgrad und die Dehnungsverteilung untersucht. Die Dehnungsverteilung für die Reduktion von 50 % zeigt eine inhomogene Dehnungsverteilung bei geringer Gesamtdehnung. Wird die Zustellung erhöht und damit die Materialhöhe verringert, so steigt auch die Dehnung. Bei einer Reduktion von 60 % zeigt die Simulation eine homogene Dehnungsverteilung. Bei 65 % Reduktion kommt es zum Fließen des Materials in die Werkzeughälften und zur Flügelbildung, weshalb dieser Weg nicht weiterverfolgt wird.

Wird die Stange mehrfach durch das Werkzeug gegeben, steigt nach dem Superpositionsprinzip die Gesamtdehnung. Insbesondere zeigt 2-Pass-CMDS eine homogenere Dehnungsverteilung als 1-Pass-CMDS.

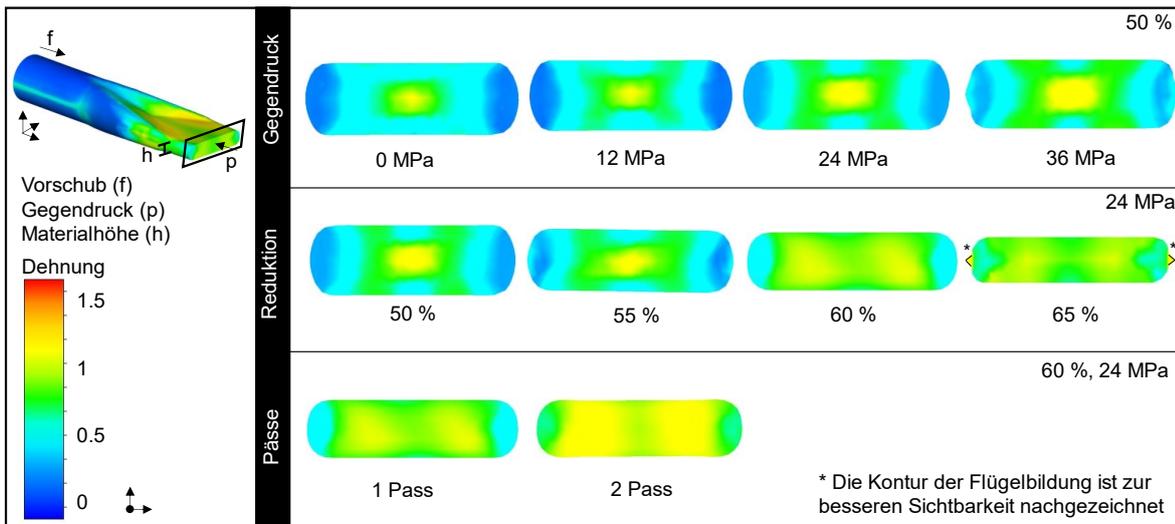


Abbildung 43: Konturdiagramme der Dehnungsverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit des Gegendrucks, der Reduktion und der Anzahl der Durchgänge.

Der Vorteil des 2-Pass-CMDS gegenüber dem 1-Pass-CMDS besteht darin, dass der Stab zwischen den Pässen gedreht und die Homogenität nach dem Prozess erhöht werden kann. Eine ähnliche Dehnungsakkumulation wird auch bei dem artverwandten Accumulative-Roll-Bonding-Verfahren (ARB) für mehrere Durchläufe beobachtet [EDA22]. Der Vorteil des CMDS-Verfahrens gegenüber dem ARB ist, dass die aufwändige Trennung und Stapelung der Lagen zwischen den Pässen entfallen (vgl. Kapitel 2.4.2.). Da eine zusätzliche Anzahl an CMDS-Pässen schon aus Gründen der komplexeren Prozessführung wie Materialhandling, Notwendigkeit eines adaptiven Gegendrucks und der daraus resultierenden Werkzeugbeanspruchung unerwünscht ist, ist eine weitere Untersuchung im Sinne der Methodik nicht zielführend.

Die Erkenntnisse aus der Simulation führen zu einer optimalen Prozessstrategie für **1-Pass-CMDS mit einem Gegendruck von 24 MPa und einer Reduktion von 60 %** im Hinblick auf die Homogenität der Dehnungsverteilung und den Betrag des Umformgrades (vgl. ECAS).

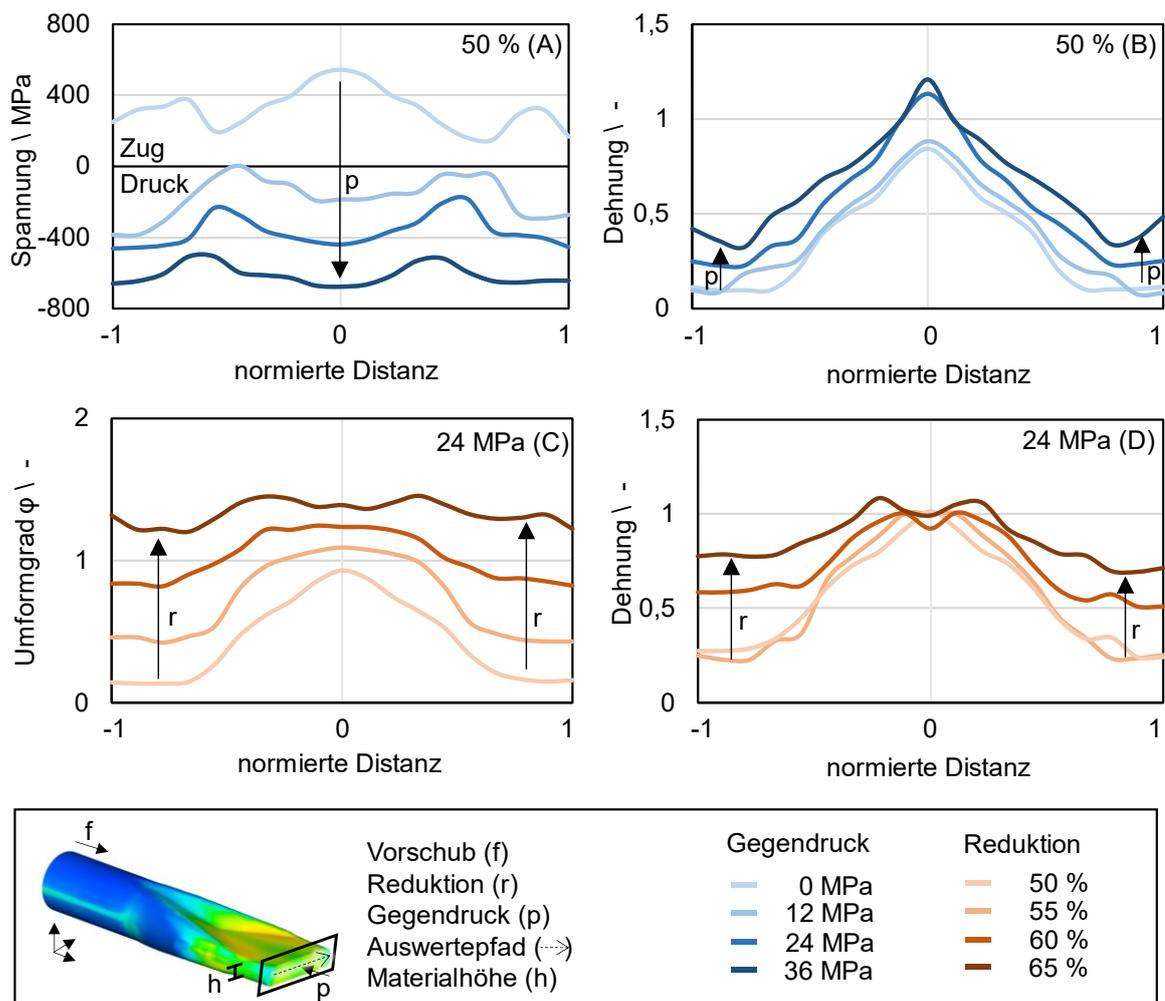


Abbildung 44: Spannungs-, Umformgrad- und Dehnungsverteilung im Querschnitt als Funktion des Gegendrucks und der Materialreduktion.

Erprobung der Prozessparameter

Die bisher numerisch untersuchten Prozessparameter werden in einem Versuchsaufbau getestet, um die multiphysikalischen Kopplungsbeziehungen zwischen Prozessparametern und Werkstoffeigenschaften für das Flachmaterial aufzudecken.

Prozessgrenzen

Die Erkenntnisse der Erprobung sind in Abbildung 45 dargestellt. Wird der TNZ-Rundstab im Anlieferungszustand bei niedrigen Temperaturen umgeformt, versagt der Werkstoff aufgrund von Scherbandbildung (A). Eine Erhöhung der Umformtemperatur reduziert die Fließspannungen und verbessert somit das Umformvermögen des Werkstoffs. Allerdings kann es bei höheren

Umformtemperaturen zu Kornwachstum kommen. Als optimale Umformtemperatur wird wie bei ECAS eine Temperatur von 300 °C für die Werkzeuge und das Werkstück für die weiteren Untersuchungen eingestellt. Wird das Werkstück im Werkzeugkanal unzureichend geführt, kommt es zu einer inhomogenen Umformung und zu einem sichelförmigen Biegen des Materials (A). Durch eine passgenaue Führung im Werkzeugkanal und durch einen Gegendruck lassen sich allerdings gerade Flachstangen herstellen. Ferner treten Chevron-Risse aufgrund hoher Zugspannungsgradienten zwischen der Mitte und dem Rand der Probe auf (B). Diese sind aus dem Verfahren Fließpressen bekannt und können mittels Gegendruck und erhöhter Umformtemperatur unterdrückt werden [BRE07], [HER20]. Durch den Gegendruck wird überdies ein Druckspannungszustand in der Umformzone eingestellt. Ist der Gegendruck jedoch zu hoch, fließt der Werkstoff in den Werkzeugspalt (Flügelbildung, C).

Um die Umformbarkeit von TNZ im CMDS-Verfahren zu verbessern, wird der Ausgangswerkstoff durch eine Wärmebehandlung in einen weichen α' -martensitischen Zustand wie bei ECAS überführt (vgl. Kapitel 6.2.4). Die Wärmebehandlung muss kurzzeitig erfolgen, um Kornwachstum zu begrenzen. Außerdem muss sie mit ausreichender Sicherheit oberhalb der β -Transustemperatur ausgeführt werden, um in das weiche β -Gebiet zu kommen. Eine Wasserabschreckung kann diesen Zustand bei Raumtemperatur in den gut umformbaren Martensit überführen. Somit wird eine Wärmebehandlung von 750 °C/30 min/WQ ausgewählt. Die Wärmebehandlung kann unabhängig von der Vorbehandlung des Materials eingestellt werden, wodurch eine Beseitigung der thermomechanischen Vorgeschichte für einen gleichen Ausgangszustand ermöglicht wird.

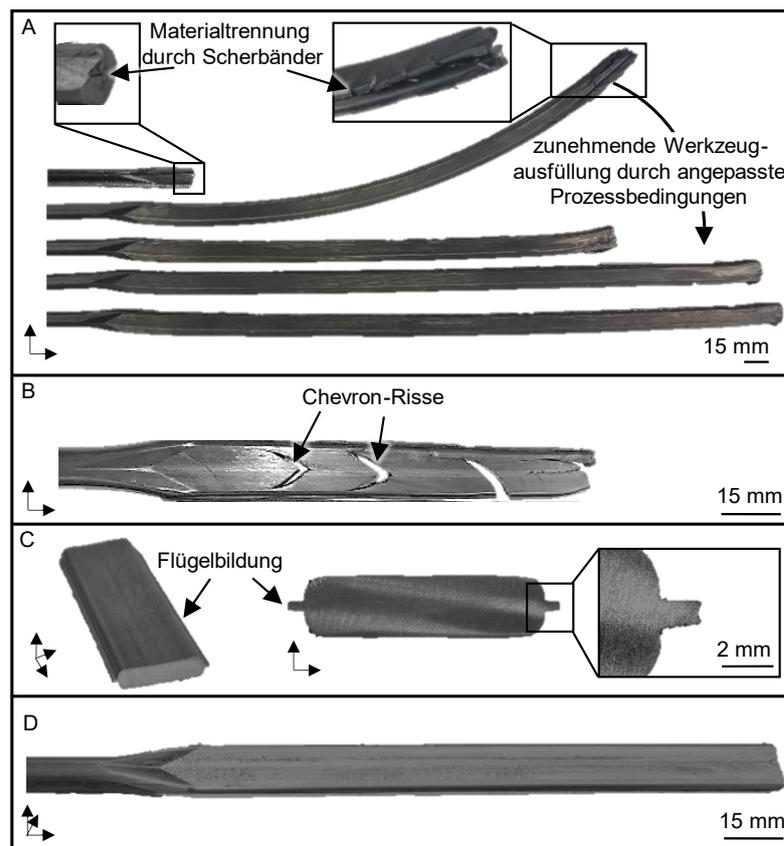


Abbildung 45: Werkstoffdefekte aufgrund von Prozessgrenzen: Scherbänder, Werkstofftrennung (A), Chevron-Risse (B), Flügelbildung (C) und erfolgreiche Umformung (D).

Schließlich ist eine schädigungsfreie Umformung (D) in der Erprobung nur möglich, wenn analog zu ECAS folgende Prozessbedingungen eingestellt werden:

- weichmartensitischer Ausgangszustand des Werkstoffs
- erhöhte Umformtemperatur
- Druckspannungszustand durch einen Gegendruck

Homogenität des Mikrogefüges

Nachdem nun die Prozessgrenzen bekannt sind, wird die Homogenität des Mikrogefüges anhand der Härteverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit der Reduktion und der Durchgänge (Pässe) sowie der Umformrouten mittels realer Proben untersucht. Zu diesem Zweck werden mehr als 60 Härte-Datenpunkte pro Probe ermittelt und in Konturdiagrammen in Abbildung 46 visualisiert (vgl. Kapitel 5.3). Das martensitische Ausgangsgefüge zeigt eine homogene

Härteverteilung von 211 HV1 im Querschnitt. Nach der CMDS-Umformung mit einer Reduktion von 50 % steigt die Härte aufgrund der Verfestigung auf 246 HV1 an. Die Härteverteilung ist jedoch inhomogen. Wird die Materialstärke um 60 % auf 4 mm reduziert, steigt die Härte geringfügig auf 253 HV1 und ist vergleichsweise homogen verteilt. Im Bereich der Flügelbildung ist eine Zunahme der Härte zu erkennen. Der Prozess kann nun in gleicher Orientierung (Route A), um 90° (Route B) oder 180° gedreht (Route C) wiederholt werden. Alle Routen zeigen einen starken Anstieg der Härte, wobei die Härteverteilung bei Route B am homogensten ist. Da die Multiple-Pass Routen allerdings mit einem erhöhten Prozessaufwand verbunden sind, wird die Route über 1-Pass CMDS mit einer Reduktion von 60 % für die weiteren Untersuchungen ausgewählt. Zum Vergleich sei hier im Vorgriff auch die Homogenität des Gefüges im Endzustand nach einer speziellen Wärmebehandlung, das NanoTNZ, dargestellt.

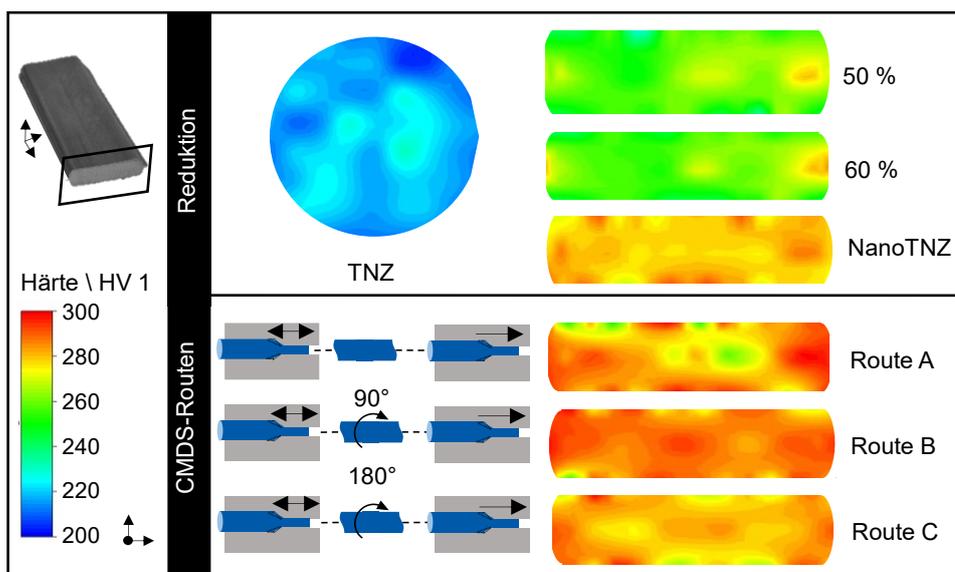


Abbildung 46: Konturdiagramme der Härteverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit von den Werkstoffbedingungen und der Reduktion (oben) und in Abhängigkeit der CMDS-Routen (unten).

Somit kann zur Homogenisierung des Gefüges festgestellt werden, dass eine Drehung des Stabes und die Anwendung mehrerer Durchgänge (über zwei Durchgänge hinaus) die Homogenität des Gefüges in CMDS erhöht und der Werkstoff stark verfestigt. Zudem sei angemerkt, dass es in den Versuchen nicht gelingt, lange Probenstücke herzustellen – das Material bricht aufgrund der starken Verfestigung frühzeitig. Daher scheint 1-Pass-CMDS mit einer

Reduktion von 60 % gemäß der Methode zum Erreichen der Auslegungsziele geeignet zu sein.

Prozessrouten

Da die einzelnen Aspekte der thermomechanischen Umformkette nun beleuchtet wurden, können die Prozessrouten konzipiert werden. Hierzu wird analog zum Anwendungsfall 1 auch wieder ein Temperatur-Umformgrad-Zeit-Schaubild (Abbildung 47) und Härte-Zeit-Schaubild (Abbildung 48) verwendet. Zunächst wird der Werkstoff mittels Wärmebehandlung vom lamellaren Ausgangszustand in den weichmartensitischen Zustand (A) überführt. Die Härte ist 187 HV10 und es ist α'' in den ehemaligen β -Körnern zu sehen.

Anschließende CMDS-Umformung führt je nach Reduktion zu den Umformgraden 0,4, 1 oder 1,2. Aus den vorherigen Überlegungen erscheint die Route mit dem Umformgrad 1 am besten geeignet zu sein und führt zu stark umgeformten β -Körnern, in denen α'' sichtbar ist (B). Es stellt sich eine deutliche Härtesteigerung durch die Verfestigung auf 257 HV10 ein, was auf ausreichende Keimstellen für eine anschließende Rekristallisation hinweist.

Die Rekristallisation bei 650 °C, 675 °C, 685 °C oder 700 °C führt zu unterschiedlichen Strukturgrößen und Härteverteilungen. Es werden verschiedene Zustände getestet, von denen hier nur die relevanten Zustände im Vergleich zum Anwendungsfall 1 dargestellt werden. Die Temperatur und die Haltezeit ermöglichen die Einstellung des α_p -Anteils für eine höhere Dauerfestigkeit ggü. dem Anwendungsfall 1. Für die Knochenplatte wird ein α_p -Anteil von 10-15% präferiert, um die gewünschte Bruchdehnung und Dauerfestigkeit zu erreichen (vgl. [BRU19]). Der α_p -Anteil wird gemäß Kapitel 5.3.2 über die Grauwerte bestimmt. Zustand (C) führt zu einem Gefüge mit hohem α_p -Anteil von 31 % und β -Körnern. Dieses Gefüge würde durch eine anschließende Alterung zu einer maximalen Festigkeit bei geringer Bruchdehnung führen. Der Zustand (D) ist ein dreiphasiges Gefüge aus $\alpha_p + \alpha'' + \beta$, das allerdings einen zu hohen α_p -Anteil von ca. 25 % besitzt. Im Zustand (E) ist eine geeignete $\alpha_p + \alpha''$ -Struktur sichtbar, da der erhöhte α'' -Anteil während der anschließenden Alterung zerfallen und zu einer erheblichen Steigerung der Festigkeit und Nanostrukturierung führen würde. Jedoch ist der α_p -Anteil zu hoch und die Härte deutet auf eine geringe Duktilität hin.

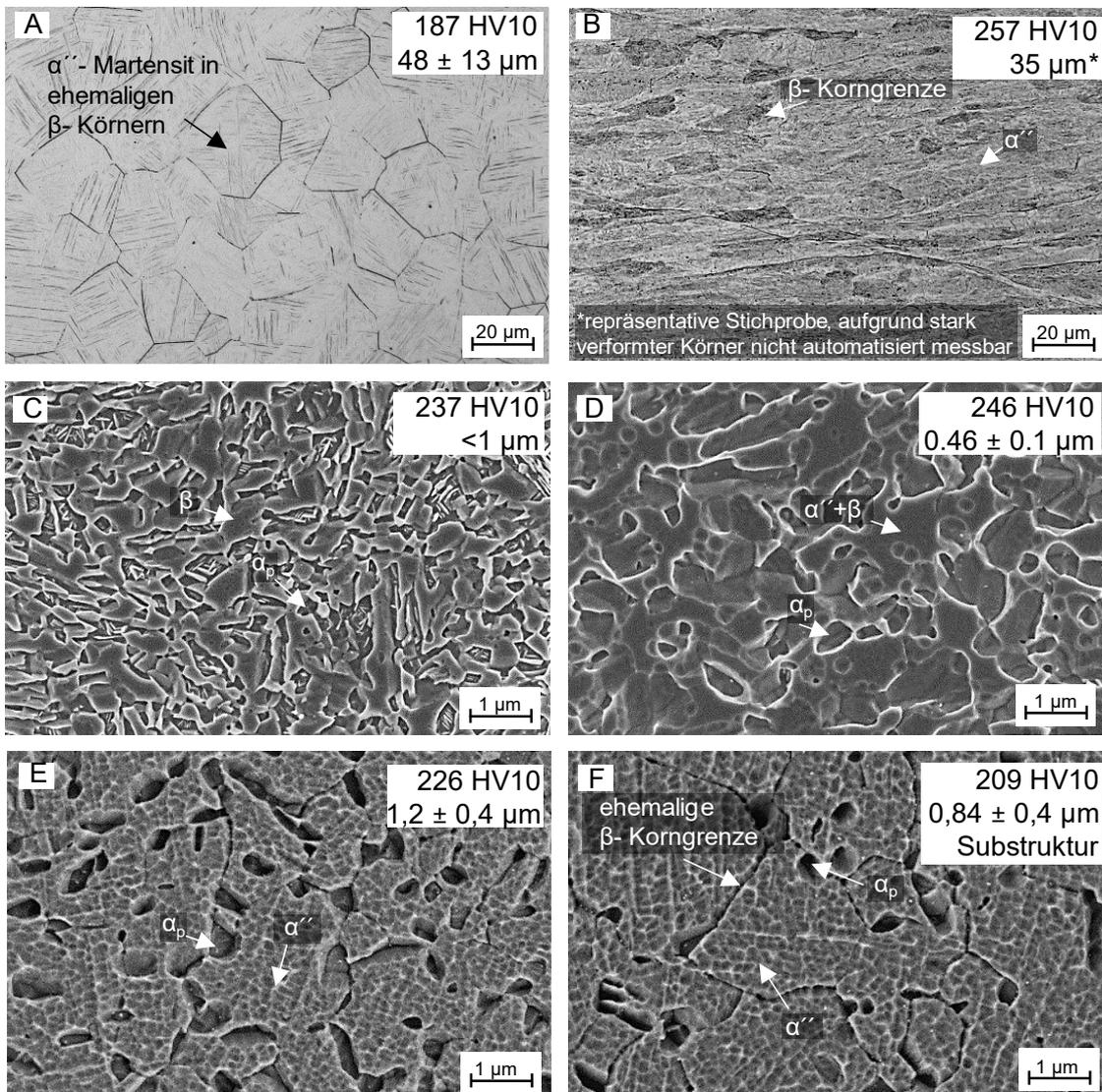
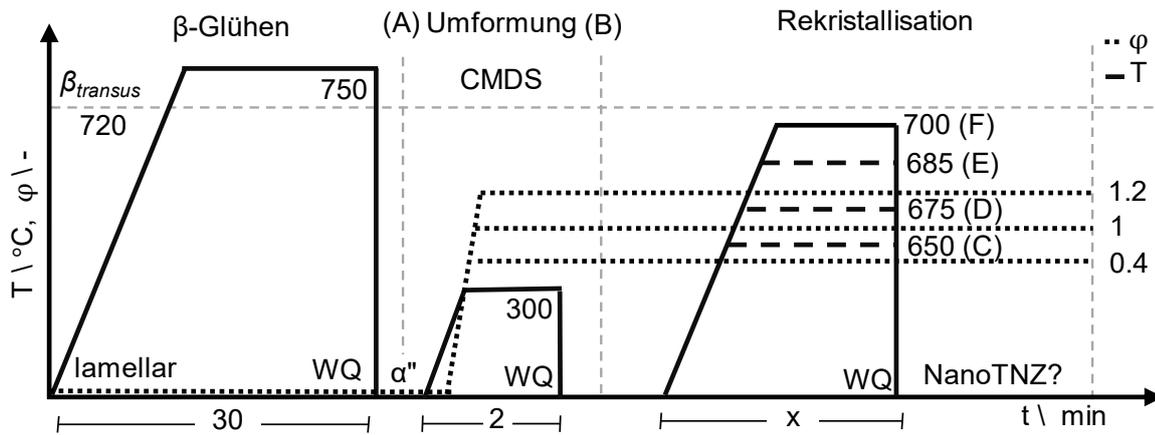


Abbildung 47: Thermomechanische Prozesskette (oben) und Gefügestand vor (A) und nach CMDS (B) sowie der rekristallisierten Proben nach 650 °C für 10 Min. (C), 675 °C für 30 min. (D), 685 °C für 20 min. (E) und 700 °C für 10 min. (F) mit anschließender Wasserabschreckung WQ [E2].

Im Zustand (F) ist ein α_p -Anteil von ca. 12 % mit α'' innerhalb der β -Körnern zu erkennen. Dies führt zu einer Härte von 209 HV10, was auf eine ausreichende Festigkeit bei moderater Duktilität hinweist. Die Gefügebilder zeigen bereits ein starkes Kornwachstum mit Erhöhung der Temperatur. Aus dem Anwendungsfall 1 ist bekannt, dass eine Wärmebehandlung oberhalb der β -Transusstemperatur zur deutlichen Vergrößerung des Gefüges führt, weshalb eine weitere Temperaturerhöhung nicht zielführend ist. Daher wird der Zustand (F) mit einer Rekristallisation bei 700 °C für 10 min und Wasserabschreckung für die weiteren Untersuchungen ausgewählt. Allerdings zeigen sowohl das Gefügebild als auch die Härtewerte, dass der Werkstoffzustand noch nicht dem NanoTNZ-Zielzustand genügt.

7.3 Prozessroute konkretisieren

Im nächsten Schritt wird daher die Prozessroute konkretisiert und muss um eine zusätzliche Wärmebehandlung zur Ausbildung des NanoTNZ erweitert werden. Zur Optimierung des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften ist die Alterung bei 500°C (analog zu Anwendungsfall 1) nun eine Option, die den feinen metastabilen α'' -Martensit in noch feinere, aber stabilere α - und β -Teilchen umwandelt. Diese Verfeinerung führt zu einer vollständigen Nanostrukturierung des Gefüges. Je länger die Haltezeit bei der Alterung ist, desto mehr α'' -Martensit zerfällt. Allerdings kann dies nicht beliebig lang durchgeführt werden, da es je nach thermomechanischer Vorgeschichte bei langen Haltezeiten zur Überalterung kommt. In der Abbildung 48 und der Abbildung 49 sind die thermomechanischen Routen bzw. die favorisierte Route gemäß den vorherigen Untersuchungen abgebildet.

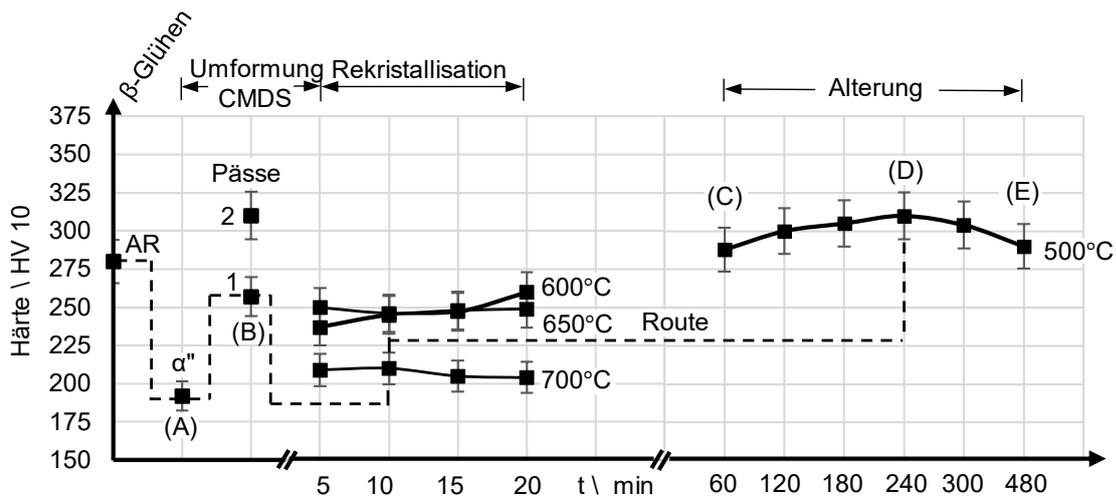


Abbildung 48: Verlauf der Härte entlang der thermomechanischen Prozesskette zur Auswahl der geeigneten Route hinsichtlich der Wärmebehandlung (Temperatur und Haltedauer) sowie der ausgewählten Route (gestrichelt).

Bei der Alterung ist deutlich zu erkennen, dass die Härte zunächst mit längeren Haltezeiten (C und D) steigt, was auf eine Erhöhung der Festigkeit hinweist. Im Zustand (C) ist noch ein hoher α'' -Anteil zu erkennen. Im Zustand (D) ist dieser vollständig aufgelöst. Ab einer Haltezeit von 240 min beginnt die Überalterung, was sich auch im Zustand (E) im Gefügebild durch starkes α_p -Wachstum bei vollständiger Auflösung der α'' -Phase und einem leichten Härteabfall widerspiegelt. Da der Zustand (D) die kleinste Strukturgröße bei hoher Härte darstellt, wird diese Route als konkrete Route ausgewählt.

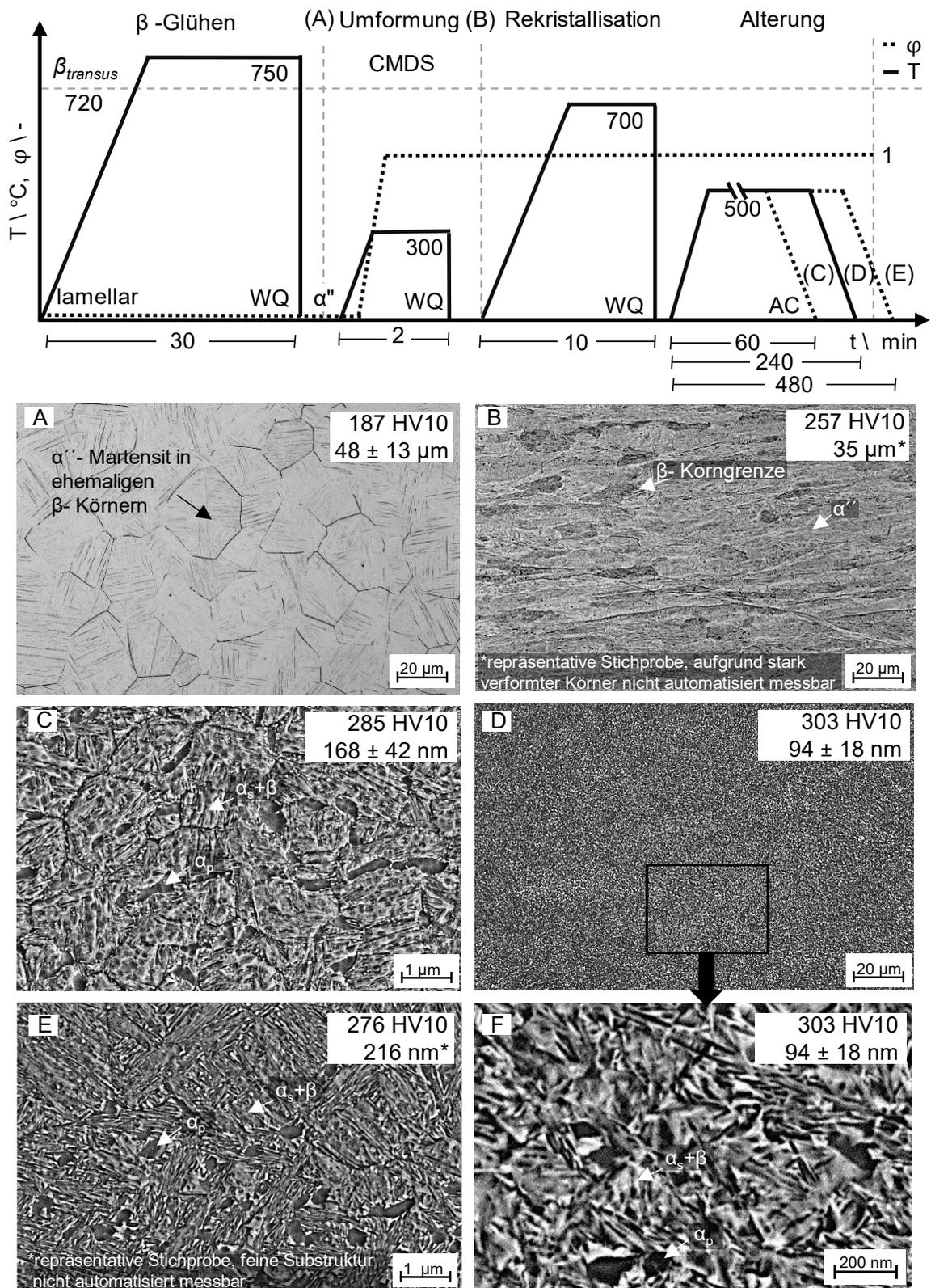


Abbildung 49: Prozesskette und Mikrogefüge der TNZ-Stäbe. Ausgangsgefüge (A), nach CMDS (B), NanoTNZ-Wärmebehandlungen mit 60 min. (C), 240 min. (D) und 480 min. (E) Haltezeit sowie Detaildarstellung (F) [E2].

7.4 Prozessroute optimieren

Da nun die konkrete Prozesskette vorliegt, kann diese optimiert werden. Die ganzheitliche Prozesskette ist in der Abbildung 50 vom Abguss der Legierung über die diskutierte thermomechanische Prozesskette bis zum Implantat dargestellt.

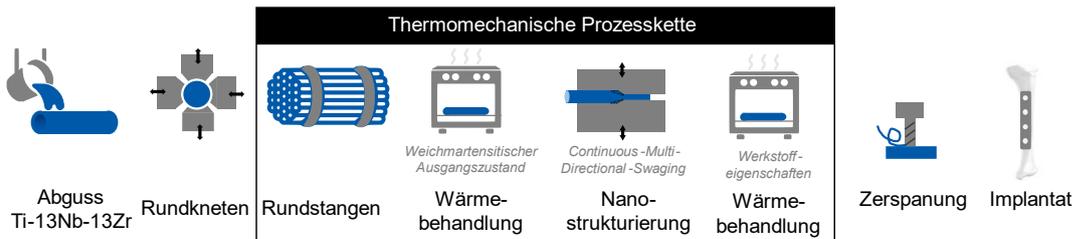


Abbildung 50: Prozesskette mit vor- und nachgelagerten Schritten.

In der Abbildung 51 ist ersichtlich, dass die gewünschte Tibiaplatte (A) mittels Zerspanung aus dem CMDS-NanoTNZ Flachmaterial (C) hergestellt werden kann. Die Oberflächentopologie (B) zeigt eine Nanostruktur, die dem Anwendungsfall 1 ähnlich ist, was auf eine optimierte mikrobielle Oberfläche hinweist. Die an diesem Werkstoff durchgeführten Zugversuche zeigen einen duktilen Gleitbruch ohne Scherbandversagen. Die ermittelten Werkstoffeigenschaften (D) genügen den Anforderungen. Somit eignet sich das CMDS-NanoTNZ grundlegend für den Einsatz als Knochenplatte.

Allerdings verziehen sich die NanoTNZ-Flachstangen bei der nachgelagerten Wärmebehandlung aufgrund von Eigenspannungen, was eine spannungsarme und maßhaltige Zerspanung erschwert (in der Abbildung 51 C ersichtlich). In diesem Anwendungsfall werden die Flachstangen mittels Dreipunktbiegen an einem Schraubstock manuell gerichtet, was aber keinen industriell übertragbareren Prozess darstellt. Im Rahmen einer weiteren Optimierung kann evaluiert werden, ob eine Integration der nachgelagerten Wärmebehandlung in den CMDS-Prozess sowie eine Anpassung der Kalibrierzone der Werkzeuge einen möglichst eigenspannungsfreien Endzustand ermöglicht. Außerdem kann der Einsatz von Richtmaschinen geprüft werden.

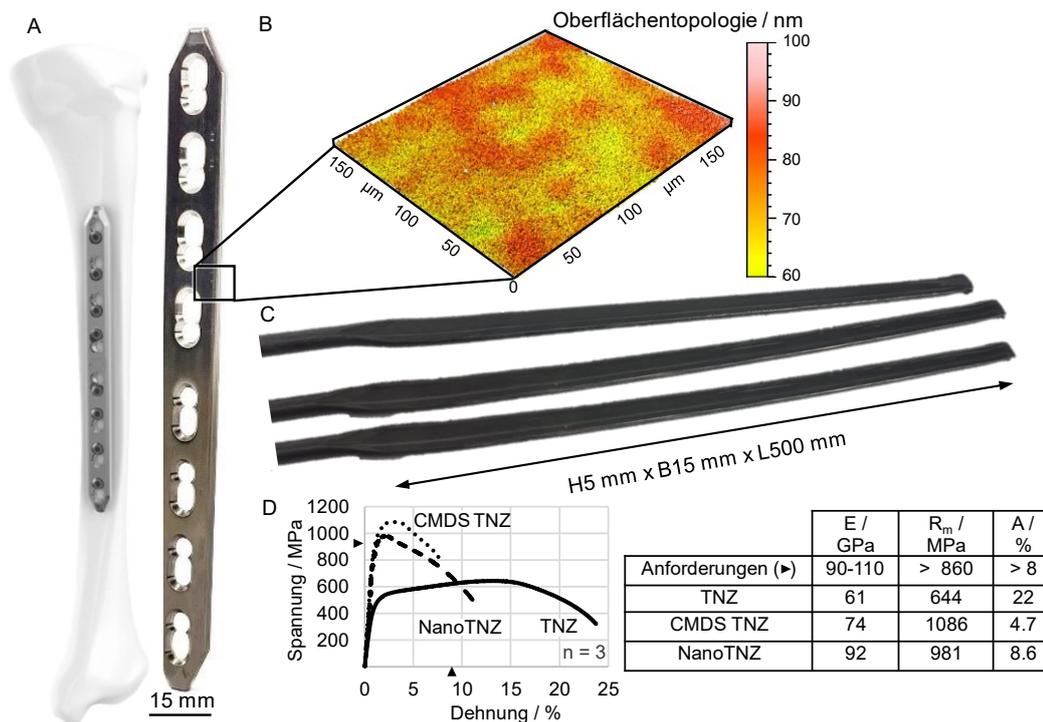


Abbildung 51: Tibiaplatte aus NanoTNZ (A), Oberflächentopologie (B), lange CMDS-NanoTNZ Flachstangen (C) und mechanische Kennwerte (D).

Neben der Zugfestigkeit ist die Schwingfestigkeit bei Knochenplatten von Interesse. Hier könnte eine geringfügig längere Haltezeit bei der Alterung zu einem höheren α_p -Anteil führen und damit die Schwingfestigkeit des Werkstoffs erhöhen, was allerdings auch die Zugfestigkeit beeinflussen könnte. Diese Optimierungsuntersuchungen sind Gegenstand aktueller Forschung [E2].

7.5 Fazit zum Anwendungsfall 2

Methodik

Analog zum Anwendungsfall 1 führt die Methode auch für den Anwendungsfall 2 zu dem gewünschten Materialzustand. Somit kann eine Übertragbarkeit der zentralen Merkmale und die Allgemeingültigkeit der Methode festgestellt werden.

Prozessgrößen und Werkstoffeigenschaften

Die Homogenität des Gefüges wird bei der Umformung durch das Aufbringen eines Gegendrucks entgegen der Vorschubrichtung erhöht, da dieser zu einer verbesserten Werkzeugausfüllung und damit einer homogenen

Dehnungsverteilung führt. Eine Wiederholung des Prozesses führt zu einer Superposition der Dehnung. Darüber hinaus können verschiedene CMDS-Routen mit einer Rotation des Werkstücks zwischen den Durchläufen zur Homogenität der Mikrostruktur beitragen, wie mittels Dehnungsverteilung und Härtemessung aufgedeckt wird. Anders als bei ECAS stellt sich bei Multiple-Pass-CMDS eine sehr hohe Verfestigung des Materials ein und das Material versagt deshalb frühzeitig im Prozess.

Prozessgestaltung und Technologietransfer

Die Prozessgrenzen sind insbesondere adiabate Scherbänder, die durch eine Verfestigungslokalisierung während der Umformung entstehen. Ferner treten Chevron-Risse durch hohe Zugspannungsgradienten auf. Beide Phänomene können mit einem Druckspannungszustand in der Umformzone durch einen Gegendruck abgestellt werden. Ein zu hoher Gegendruck führt jedoch zu einer Flügelbildung, da der Werkstoff in die Werkzeughälften fließt. Darüber hinaus kann der Werkstoff nur bei erhöhter Temperatur und in einem weichmartensitischen Gefügestand umgeformt werden. In der Prozessgestaltung wird deutlich, dass die Variation von Wärmebehandlungsrouten zu maßgeschneiderten Mikrostrukturen führt. Letztlich kann aus der vorgelagerten Wärmebehandlung (β -Glühen), Umformung (1-Pass-CMDS) sowie nachgeschalteter Wärmebehandlung (Rekristallisation und Alterung) der Werkstoff NanoTNZ in einer endkonturnahen Geometrie für eine Tibiaplatte hergestellt werden.

8 Anwendungstransfer: Nanostrukturierung der Titanlegierung Ti-6Al-4V ELI¹²

Die Erkenntnisse aus den vorherigen Prozesskettenauslegungen für Ti-13Nb-13Zr (TNZ), einer Titanlegierung der zweiten Generation, wird nun als Anwendungstransfer auf die Titanlegierung Ti-6Al-4V ELI (Ti-64 ELI), eine biomedizinische Titanlegierung der ersten Generation, übertragen.

Ti-64 ELI differenziert sich von TNZ unter anderem durch eine unterschiedliche chemische Zusammensetzung, eine höhere Festigkeit und eine höhere β -Transustemperatur. Da Ti-64 ELI zu den $\alpha+\beta$ -Titanlegierungen zuzuordnen ist, sind angepasste Umform- und Wärmebehandlungsrouten gegenüber TNZ erforderlich, welche eine β -reiche $\alpha+\beta$ -Titanlegierung ist. Derzeit ist Ti-64 ELI eine der meistverwendeten Titanlegierungen in der Medizintechnik und wird besonders in Anwendungen, bei denen eine hohe Festigkeit erforderlich ist, eingesetzt.

8.1 Zielsetzung und Anforderungen

Ziel dieser Prozesskettenauslegung ist der Anwendungstransfer der für TNZ ermittelten Phänomene auf Ti-64 ELI für den Einsatz als Implantatwerkstoff in Form von Rund- und Flachstangen. Die Norm ASTM F136-13 fordert eine Zugfestigkeit von > 825 MPa und eine Bruchdehnung von > 8 %. Die Anforderungen an den Elastizitätsmodul sind in der Norm nicht angegeben, sollen jedoch analog zu den vorherigen Anwendungsfällen möglichst gering bei < 110 GPa liegen, um biomechanisches Stress-Shielding zu vermeiden. Die Strukturgröße des Gefüges soll möglichst < 1 μm sein, um die Biokompatibilität zu fördern.

¹² Teile des Kapitels wurden bereits in [E3] veröffentlicht.

8.2 Prozessrouten konzipieren

8.2.1 Prozesse

Für das Rundmaterial kommt das ECAS-Verfahren wie in Kapitel 6.2.1 und für das Flachmaterial das CMDS-Verfahren wie in Kapitel 7.2.1 zum Einsatz. Darüber hinaus werden Wärmbehandlungen analog zu den vorherigen Kapiteln angewendet.

8.2.2 Prozessparameter

Die umformtechnischen Prozessparameter werden anhand von Zylinderstauchversuchen für unterschiedliche Gefügemodifikationen (globular, martensitisch, bi-modal, feinlamellar und groblamellar) im Hinblick auf die beste Umformbarkeit und Nanostrukturierung in [S10] optimiert und in [S12] sowie [S15] auf die Prozesse übertragen. Diese Gefügeeinstellungen werden mithilfe von Stauchversuchen auf ihre Umformbarkeit und die geringste Umformtemperatur untersucht. Als zentrale Prozessparameter werden ein Umformgrad $\varphi > 1$, eine Umformtemperatur von 400 °C und ein Druckspannungszustand während der Umformung identifiziert. Daher werden wie in den vorherigen Anwendungsfällen die Temperatur T , der Umformgrad φ sowie der Gegendruck p als prozessbeschreibende Größen gewählt. Bei der Wärmebehandlung werden die Temperatur T , Haltezeit t und das Abschreckverfahren in [S11] und [S13] variiert. Die der Umformung folgende Wärmebehandlung (Rekristallisation und Alterung) dient der erweiterten Kornfeinung und Steigerung der Festigkeit. Die Erkenntnisse über die Parameter der thermomechanischen Prozesskette sind in [E3] veröffentlicht und der wissenschaftliche Erkenntnisgewinn wird in den folgenden Abschnitten erläutert.

8.2.3 Werkstoffeigenschaften

Die grundlegenden Werkstoffeigenschaften werden in Kapitel 5.2.1 ermittelt und erläutert, weshalb an dieser Stelle auf eine eingehende Darstellung verzichtet wird. Die Titanlegierung Ti-64 ELI kann durch Wärmebehandlungen u. a. in globulare, lamellare und bimodale Gefüge überführt werden. Das grobkörnige, globulare Gefüge zeichnet sich durch eine gute Umformbarkeit aus. Außerdem

wird der Werkzeugverschleiß reduziert und ein Versagen des Halbzeuges während der Umformung durch zu hohe Festigkeiten verhindert. In [S12] wird ermittelt, dass globulare Startgefüge zu guten mechanischen Eigenschaften des umgeformten Werkstoffs hinsichtlich der Duktilität führen, allerdings beschränkt sich die Kornfeinung nur auf den Subkornbereich. Es gelingt nicht, ehemalige Grobkorngrenzen durch Wärmebehandlungen aufzulösen, da zu wenige Rekristallisationskeime durch die Umformung eingebracht werden.

Für die Kornfeinung eignen sich jedoch besonders lamellare Startgefüge, da die Lamellen während der Umformung geschert werden und dadurch ausreichende Keimstellen für die Rekristallisation zur Verfügung stehen. Eine der Umformung nachgestellte Rekristallisationswärmebehandlung und eine Alterung (Martensitzerfall) ermöglichen einerseits eine weitere Erhöhung der Festigkeit, andererseits konnte die durch die Verfestigung resultierende geringe Bruchdehnung nach der Umformung optimiert werden. Daher wird das lamellare Startgefüge für die weitere Untersuchung ausgewählt.

8.2.4 Prozesskette kombinieren

Gegendruck und Anzahl der Durchgänge/Umformgrad

Die Abbildung 52 veranschaulicht den Einfluss des Gegendrucks, der Anzahl der Durchgänge sowie des Umformgrads auf die Homogenität der Dehnungsverteilung im Stabquerschnitt. Analog zu der TNZ-Umformung zeigt auch Ti-64 ELI eine Zunahme der Homogenität bei einem erhöhten Gegendruck, sowie bei mehreren Pässen und höheren Umformgraden. Allerdings muss ein höherer Gegendruck zur Werkzeugausfüllung und Homogenisierung als bei TNZ aufgebracht werden, was sich auf die deutlich höheren Materialfestigkeiten von Ti-64 ELI ggü. TNZ zurückführen lässt. Für ECAS wird die Umformung bei 16 MPa und 2-Pässen sowie für CMDS bei 48 MPa und 60 % Reduktion ausgewählt.

Prozessgrenzen

Die Prozessgrenzen sind in Abbildung 53 dargestellt. Beim ECAS-Verfahren tritt die Materialtrennung durch Scherbänder auf, sofern kein Gegendruck aufgewendet wird (A). Ist der Gegendruck zu hoch, kommt es zum Aufstauchen der Stange vor den Werkzeugen sowie zum Abknicken (B). Beim CMDS-

Verfahren tritt die Materialtrennung durch Zugspannungen auf, sofern kein Gegendruck aufgewendet wird (C). Diese Risse haben den Charakter von beim Fließpressen bekannten Chevron-Rissen, denen mit Gegendruck und erhöhter Umformtemperatur für eine schädigungsfreie Umformung begegnet werden kann [CHO10]. Analog zu ECAS kommt es auch hier bei zu hohem Gegendruck zur Aufstauchung und Knickung der Stange (D).

Wie schon in der Simulation und den Versuchen zur TNZ-Umformung ermittelt, kann auch Ti-64 ELI nur erfolgreich umgeformt werden, wenn ein Gegendruck entgegen der Vorschubrichtung für einen Druckspannungszustand und eine erhöhte Temperatur eingestellt wird. Im Gegensatz zu TNZ ist eine um 100 °C höhere Umformtemperatur von 400 °C sowie ein höherer Gegendruck notwendig, was sich auf die höhere Festigkeit aufgrund einer anderen chemischen Zusammensetzung von Ti-64 ELI ggü. TNZ begründen lässt. In diesem Zusammenhang sei auf die methodische Eingrenzung der Prozessparameter mittels bekannter Werkstoffkennwerte (wie der Transustemperatur) gemäß Kapitel 4.3.2 verwiesen.

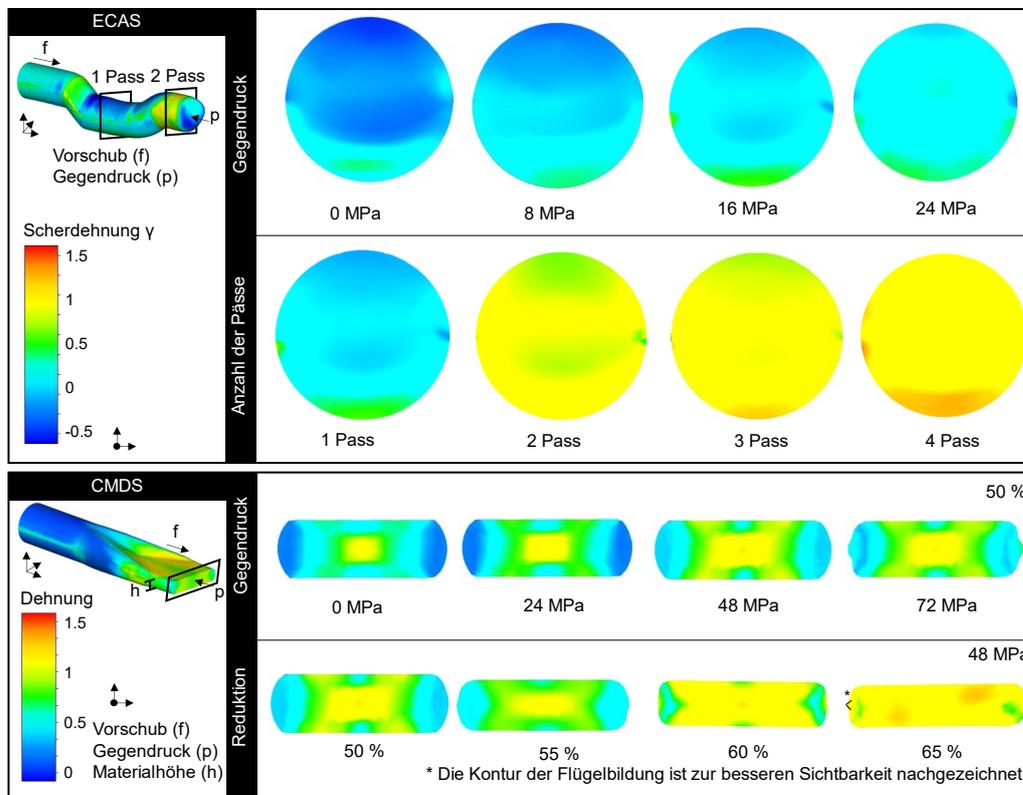


Abbildung 52: Konturdiagramme der Dehnungsverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit des Gegendrucks, der Anzahl der Durchgänge bzw. der Reduktion für ECAS und CMDS.

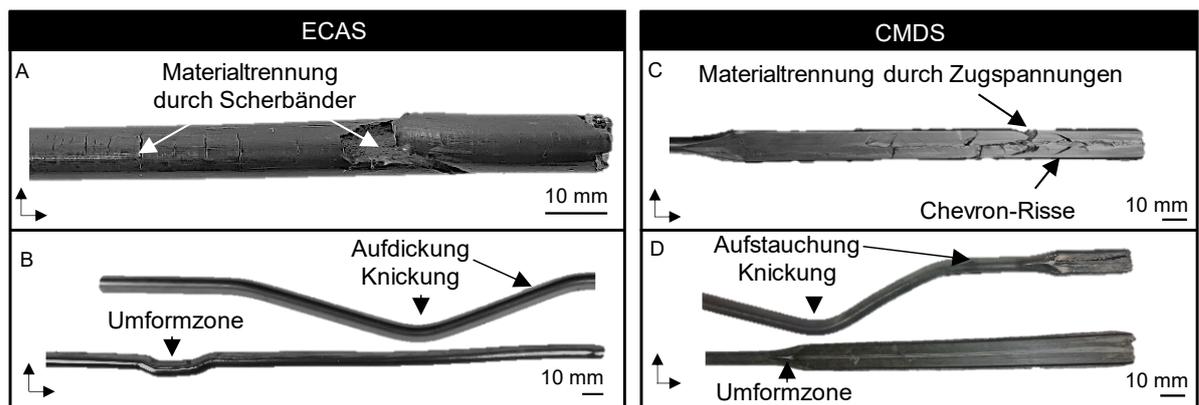


Abbildung 53: Prozessgrenzen durch Scherbänder (A), Aufstauchung und Knickung (B) und (D), sowie Materialtrennung durch Zugspannungen (C) für ECAS und CMDS.

Homogenität des Mikrogefüges

Die Homogenität des Mikrogefüges ist in der Abbildung 54 dargestellt. Das lamellare Startgefüge bei ECAS (Durchmesser 8 mm) und bei CMDS (Durchmesser 10 mm) besitzt ein homogenes, vergleichsweise hartes Mikrogefüge mit 330 HV1. Für ECAS 2-Pass nach der Route C wird eine Härtesteigerung festgestellt, die jedoch inhomogen verteilt ist. Eine weitere ECAS-Umformung mit bis zu 4 Durchgängen nach der Route C erhöht die Härte aufgrund der zunehmenden Versetzungsdichte. Die Härte ist 355 HV1 und homogen verteilt.

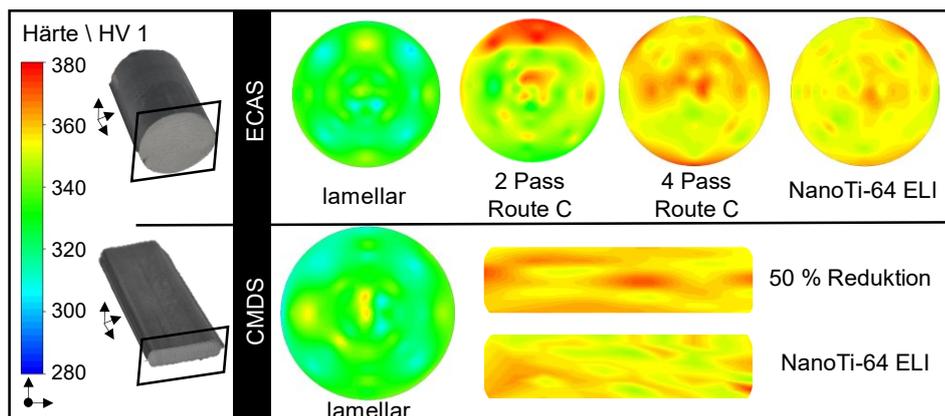


Abbildung 54: Konturdiagramme der Härteverteilung im Querschnitt in Abhängigkeit von den Werkstoffbedingungen und der Anzahl der Durchgänge (oben) und in Abhängigkeit der CMDS-Route (unten).

Für CMDS ergibt sich eine deutliche Härtesteigerung gegenüber dem lamellaren Zustand auf 352 HV1, wobei eine sehr inhomogene Verteilung zu

erkennen ist. Insbesondere an den Randbereichen ist eine Härtelokalisation festzustellen, dort beginnt das Material bereits in die Werkzeughälften zu fließen (Flügelbildung) und wird daher stärker umgeformt. Es gelingt nur eine Umformung mit 1-Pass CMDS aufgrund der starken Verfestigung.

Zum Vergleich sei hier auch die Härteverteilung nach der anschließenden Wärmebehandlung dargestellt, die für beide Verfahren einen leichten Härteabfall aber mit einer homogeneren Härteverteilung von 342 HV1 ergibt.

8.3 Prozessroute konkretisieren

Das Gefüge im lamellaren Zustand (A) wird durch die Wärmebehandlung 980 °C/15 min/AC eingestellt und ist ein typisches, lamellares Gefüge. Es besteht aus Paketen von α -Lamellen (dunkel). Es sind Korngrenzen der ursprünglichen β -Körner zu erkennen. Die Zwischenschichten der restlichen β -Phase (hell) befinden sich an den Phasengrenzen. Der Werkstoffzustand hat eine Zugfestigkeit von 960 MPa bei einer geringen Bruchdehnung von 9 % und einem E-Modul von 110 GPa.

Durch die ECAS-Umformung (B) und CMDS-Umformung (C) werden die einzelnen Lamellen aufgebrochen und die ehemaligen Korngrenzen aufgelöst. Es ist ein sehr feinkörniges Gefüge sichtbar, das zwar eine sehr hohe Festigkeit von 1190 MPa und einen E-Modul von 109 GPa, allerdings eine sehr geringe Bruchdehnung von 4 % aufweist. Durch die Wärmebehandlung (Rekristallisation bei 750 °C/15 min/WQ und Alterung bei 500 °C/240 min/AC) bilden sich für die ECAS-Proben (D) sowie CMDS-Proben (E) gleichermaßen Subkörner im Inneren der Lamellen. Die β -Phase wird ungleichmäßig in Form einzelner lamellarer Körner lokalisiert. Deutlich sind sehr schmale β -Lamellen mit einer Breite $< 1 \mu\text{m}$ zu erkennen, die diese Strukturgröße jedoch in ihrer Längenausdehnung übertreffen. Die mechanischen Eigenschaften sind eine Zugfestigkeit von 1047 MPa, ein E-Modul von 104 GPa und eine Bruchdehnung von 8,9 %. Diese Eigenschaften stellen für Ti-64 ELI bereits eine herausragende Kombination aus Duktilität und Festigkeit dar (vgl. [ELI13]). Es kann an dieser Stelle festgehalten werden, dass die mechanischen Zielparameter knapp erreicht werden. Die Strukturgröße $< 1 \mu\text{m}$ wird in der Lamellenbreite, jedoch nicht in der Lamellenlänge erreicht. Es bleibt derzeit

offen, ob sich diese Strukturierung bereits positiv auf das biologische Verhalten auswirkt. Hierfür können Kontaktwinkelmessungen eingesetzt werden.

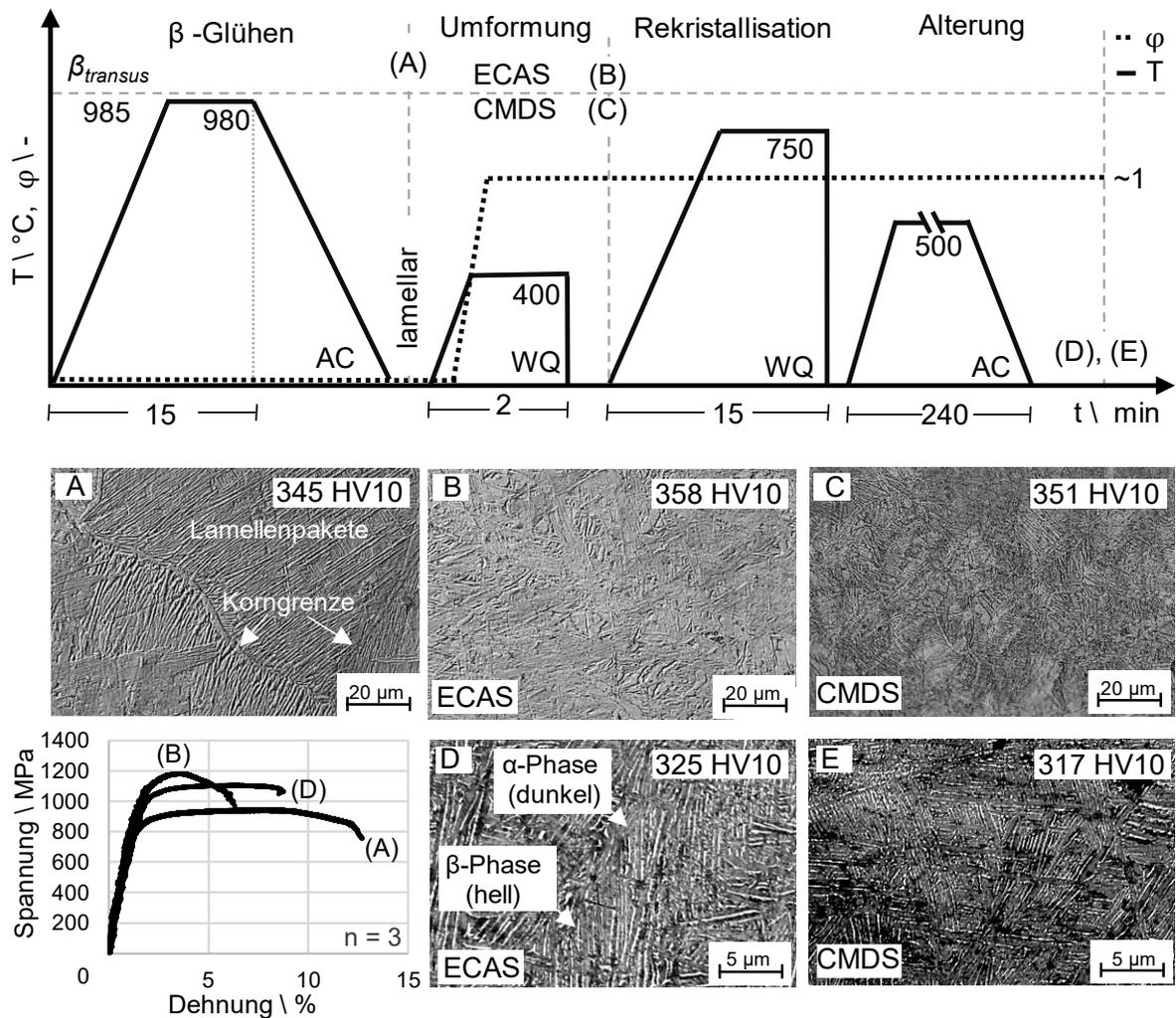


Abbildung 55: Thermomechanische Prozesskette und Mikrogefüge der Ti-64 ELI-Stäbe. Ausgangsgefüge (A), nach Umformung (B, C), Wärmebehandlung (D, E), Werkstoff und die mechanischen Eigenschaften.

Für die weitere Prozesskettenoptimierung bietet sich an, die Rekristallisation zum Aufbrechen der Lamellen und damit zur Verfeinerung des Gefüges weiter anzupassen sowie die Haltezeiten der Alterung zu verlängern. Somit dürfte die Duktilität gesteigert werden, ohne dabei das Gefüge zu vergrößern. Dies könnte zu kleinen α_s -Ausscheidungen führen und die Nanostruktur freilegen, wie es jüngst in [SEM23] durch eine thermomechanische Prozesskette aus ECAP und Wärmebehandlungen gelingt.

8.4 Fazit zum Anwendungstransfer

Die Methodik führt auch hier zu einem strukturierten Erkenntnisgewinn, obwohl es sich um ein anderes Legierungssystem mit einer anderen β -Transustemperatur handelt. Im Vergleich zu TNZ ist bei Ti-64 ELI ein höherer Gegendruck zur Homogenisierung des Gefüges erforderlich, wobei das Prozessfenster bei höheren Gegendrücken über 24 MPa durch Abknicken des Stabes eingeschränkt wird. Außerdem deuten die Härtewerte auf eine leichte dynamische Entfestigung während der Umformung hin, während TNZ verfestigt. Als dominante Prozessgrenze für die schadensfreie Umformung ist auch hier die adiabate Scherbandbildung zu nennen. Im Hinblick auf den letzten Schritt der Methode, die Optimierung, sind weitere Untersuchungen hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften und der Gefügestruktur erforderlich.

9 Zusammenfassung und Ausblick

Thermomechanische Prozessketten sind durch multiphysikalische Kopplungsbeziehungen gekennzeichnet, die ihre Auslegung komplex machen. Zur Bewältigung dieser Herausforderung wird eine Auslegungsmethodik vorgestellt, mit der maßgeschneiderte Nanostrukturen und Werkstoffeigenschaften in Titanlegierungen erzielt werden können.

Die vorgestellte Methodik wird zur Untersuchung der thermomechanischen Nanostrukturierung der Titanlegierungen Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ) und Ti-6Al-4V ELI für Rund- und Flachmaterialien angewendet. Die Prozessketten bestehen aus einer Kombination aus Wärmebehandlungen und hochgradig plastischer Umformung. Zunächst werden die kontinuierlichen Umformprozesse Equal-Channel-Angular-Swaging (ECAS) und Continuous-Multi-Directional-Swaging (CMDs) entwickelt und hinsichtlich der Kopplungsbeziehungen von Prozessparametern und Werkstoffeigenschaften untersucht. Die Analyse der erforderlichen Spannungs- und Dehnungsverteilungen für die Bildung einer homogenen Nanostruktur erfolgt in Abhängigkeit von Parametern wie Gegendruck und Umformgrad. Prozessgrenzen wie Scherband-, Chevronriss- und Flügelbildung werden durch eine geeignete Umformroute, einen Druckspannungszustand sowie eine erhöhte Umformtemperatur überwunden. Die Auslegung der nachgelagerten Wärmebehandlung (Rekristallisation und Alterung) führt zu nanostrukturierten Gefügen mit Strukturgrößen unter 200 nm und optimierten mechanischen Werkstoffeigenschaften. Abschließend wird ein Weg aufgezeigt, wie der wissenschaftliche Erkenntnisgewinn durch die Herstellung von nanostrukturierten Dentalimplantaten und Osteosyntheseplatten aus NanoTNZ und deren biomechanische Testung in den gesellschaftlichen Nutzen überführt werden kann.

Somit werden umformtechnische Phänomene bei der thermomechanischen Nanostrukturierung von Titanlegierungen mittels methodischer Prozesskettenauslegung erforscht und für medizinische Titanimplantate nutzbar gemacht.

Im Rahmen zukünftiger Forschungsarbeiten erscheint eine Vertiefung in den folgenden drei Forschungsfeldern vielversprechend zu sein.

Methodenentwicklung: Überführung der vorwärts gerichteten Methodik in eine inverse Prozesskettenauslegung mit multikriterieller Optimierung

In dieser Arbeit wurde eine vorwärts gerichtete Auslegungsmethodik für thermomechanische Nanostrukturierungsprozesse entwickelt, mit der Prozessketten erstmalig konfiguriert und erprobt wurden. Herausforderungen ergaben sich u.a. bei der Konfiguration der Prozessparameter und der Erfüllung teils konträrer Auslegungsziele (vgl. Kapitel 6.5). Eine vielversprechende Weiterentwicklung ist die Einführung einer inversen Prozesskettenauslegung in Kombination mit einer multikriteriellen Optimierung [HOL23]. Die Auslegung kann von den Anforderungen an das Produkt ausgehen und diese in Informationen zur systematischen, rückwärts gerichteten Anpassung der Parameter entlang der Prozesskette übersetzen (vgl. auch die vor- und nachgelagerten Schritte in Kapitel 6.4). Die Grundlage für die Modellierung der Prozesskette sind einzelne Prozessmodelle, deren Verknüpfung zu einem Gesamtmodell und die Definition von Übergabegrößen. Durch den inversen Ansatz können Synergien identifiziert und genutzt sowie Toleranzen möglichst groß ausgelegt werden. Insbesondere lässt sich die Fortpflanzung von Unsicherheit betrachten, da Abweichungen innerhalb spezifischer Schwankungsbreiten charakterisiert werden können. Beispielsweise können sich Effekte (wie Eigenspannungen) in der Prozesskette fortpflanzen und dabei verstärken, vermindern oder auslöschen. Dies zeigte sich u.a. in den verzogenen Flachstangen für die Knochenplatten zwischen der letzten Wärmebehandlung und der Zerspanung im Anwendungsfall 2. Eine multikriterielle Optimierung kann den inversen Ansatz ergänzen, um mehrere, teils konträre Zielgrößen gleichzeitig zu berücksichtigen. Herausforderungen können bei der Erstellung eines gekoppelten Gesamtmodells und bei der Durchführung der inversen Auslegung auftreten, da die Modellierung komplex sein kann und getroffene Vereinfachungen im Zielkonflikt mit der Genauigkeit der Prozessauslegung stehen. Zukünftige Arbeiten sollten sich daher auf die Erforschung einer inversen Methodik mit multikriterieller Optimierung unter Berücksichtigung praktischer Umsetzungsstrategien konzentrieren. Diese Methodik kann dann auf weitere thermomechanische

Mikrostrukturierungsverfahren angewendet werden, um deren spezifische Herausforderungen zu überwinden. Diesbezüglich sei auf die in [ARO24] vorgestellten Vorschläge verwiesen.

Technologietransfer

Die gewonnenen Erkenntnisse über die für eine homogene Nanostrukturierung notwendigen Spannungs- und Dehnungsverteilungen und über die Wärmebehandlungen erlauben eine Übertragbarkeit z. B. auf das Schmieden von Hüftimplantaten. Wie genau dieser Transfer gelingen kann, untersucht derzeit das vom Bundesministerium BMWK geförderte DIAMOND-Projekt am Institut PtU. Sollte es gelingen, die mikrobiologisch optimierten Oberflächen im Schaftbereich eines Hüftimplantates einzustellen, dürfte sich dies positiv auf eine langlebige und sichere Versorgung von Patient:innen auswirken. Außerdem kann die Erschließung neuer Anwendungsgebiete, wie beispielsweise die kontinuierliche Produktion nanostrukturierter Supraleiter, neue Perspektiven für die Energiewende eröffnen [EDA22].

Multidisziplinäre Fragestellungen

Bisher ist das mikrobiologische Verhalten auf den Nanostrukturen noch nicht gänzlich verstanden [TRI17]. Erste Untersuchungen erfolgten in Zusammenarbeit mit der Medizinischen Universität in Innsbruck, siehe [SPI23]. Erweiterte Untersuchungen mittels Rasterkraftmikroskopie an NanoTNZ zeigen, dass die nanostrukturierten Oberflächen mit einer Strukturgröße im Bereich zwischen 100 nm und 200 nm ein gegenüber der grobkörnigen Struktur unterschiedliches Oberflächenpotential aufweisen. Der Elektronenfluss scheint die Mikrofilmbildung zu beeinflussen und stellt somit einen Ansatzpunkt dar, das mikrobiologische Verhalten besser zu verstehen. Die gewonnenen Erkenntnisse könnten in Zukunft dazu beitragen, die thermomechanischen Produktionsprozesse nanostrukturierter Titanimplantate anzupassen, um optimierte Produkteigenschaften zu erzielen.

10 Literaturverzeichnis

Veröffentlichungen mit Beteiligung des Autors:

- E1 **Klinge, L.; Kluy, L.; Spiegel, C.; Siemers, C.; Groche, P.; Coraça-Huber, D. (2023):** Nanostructured Ti-13Nb-13Zr alloy for implant application - material scientific, technological, and biological aspects. In: *Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*, 11, Frontiers, ISSN 2296-4185, DOI: 10.3389/fbioe.2023.1255947, Open Access.
- E2 **Kluy, L.; Klinge, L.; Spiegel, C.; Siemers, C.; Groche, P. (2024):** Nanostructuring of the titanium alloy Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ) for osteosynthesis implants by continuous multidirectional swaging. In: *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, Elsevier, ISSN 1878-0016, Open Access, in Begutachtung.
- E3 **Kraus, S. O.; Kluy, L.; Groche, P. (2023):** Production of fine-grained Ti-6Al-4V ELI for medical implants using equal-channel-angular-swaging. In: *Production at the leading edge of technology: proceedings of the 13th Congress of the German Academic Association for Production Technology (WGP)*, S. 619-627. DOI: 10.1007/978-3-031-47394-4_60
- E4 **Kluy, L.; Kraus, S. O.; Kokozinski, A.; Philippi, N.; Groche, P. (2024):** Advanced Material Models of Titanium Alloys Ti-6Al-4V ELI and Ti-13Nb-13Zr for Severe Plastic Deformation, TUdata, Technische Universität Darmstadt, DOI: 10.48328/tudatalib-1332.4, Open Access.
- E5 **Kluy, L.; Klinge, L.; Spiegel, C.; Siemers, C.; Groche, P. (2024):** Design of thermomechanical processes for tailored microstructures - Methodology and application to nanocrystalline titanium alloy Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ), *Manufacturing Letters*, 52nd SME North American Manufacturing Research Conference, Elsevier, DOI: 10.1016/j.mfglet.2024.09.050, Open Access.
- E6 **Siemers, C.; Klinge, L.; Merz, E.; Haase, F.; Kluy, L. et. al. (2024):** Advanced Titanium Alloys with Tailored Properties for Challenging Applications, *Proceedings of the Conference of Metallurgists (COM 2024)*, Springer Cham., DOI: 10.1007/978-3-031-67398-6_270

- E7 **Kluy, L., Klinge, L., Spiegel, C., Siemers, C. (2024):** Equal-Channel-Angular-Swaging for the Production of Nanostructured Titanium Alloy Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ), World Conference on Titanium, Edinburgh, Schottland, DOI: 10.7490/f1000research.1119929.1, Open Access.
- E8 **Klinge, L., Kluy, L., Spiegel, C., Siemers, C. (2024):** High Strength Low-Modulus Nanostructured Ti 13Nb 13Zr for Dental Implant Application, World Conference on Titanium, Edinburgh, Schottland, DOI: 10.7490/f1000research.1119883.1, Open Access.
- E9 **Spiegel, C., Klinge, L., Kluy, L., Siemers, C., Coraça-Huber, D. (2024):** Cell behavior of human-fetal-osteoblasts (hfOB) and Staphylococcus aureus on Nanostructured Titanium Alloy Ti-13Nb-13Zr (NanoTNZ), World Conference on Titanium, Edinburgh, Schottland, DOI: 10.7490/f1000research.1119883.1, Open Access.
- E10 **Kluy, L., Wächter, A., Groche, P. (2023):** Energy Efficiency in Forming Technology, Global Conference on Sustainable Manufacturing, 2023, Buenos Aires, Argentinien, Open Access, im Druck.
- E11 **Klinge, L., Kluy, L., Siemers, C. et al. (2022):** Nanostructured Ti-13Nb-13Zr for dental implant applications produced by severe plastic deformation. In: Journal of Materials Research. Open Access. DOI: 10.1557/s43578-022-00587-1
- E12 **Kluy, L.; Becker, M.; Wächter, A.; Groche, P. (2021):** Frontloading-Ansatz für Energieeffizienz in der Umformtechnik. In: Zeitschrift für Wirtschaftlichen Fabrikbetrieb: ZWF, 116 (3), S. 133-138, Carl Hanser Verlag. DOI: 10.1515/zwf-2021-0026
- E13 **Klinge, L.; Siemers, C.; Kluy, L.; Groche, P. (2021):** Nanocrystalline Ti 13Nb 13Zr for Dental Implant Applications. In: Proceedings of the 60th Conference of Metallurgists (COM 2021): Montreal, Canada, Open Access. ISBN 978-1-926872-53-7
- E14 **Kluy, L., Groche P. (2020):** Nanostrukturierte Implantate fördern die Knocheneinheilung. VDI Zeitschrift Technik&Mensch Medizintechnik. Open Access. ISSN 1611-5546
- E15 **Kluy, L.; Kneifel, G.; Groche, P. (2021):** Nanostrukturierte Zahnimplantate heilen besser ein. In: WPG-Newsletter, Wissenschaftliche Gesellschaft für Produktionstechnik (WGP), Open Access.

- E16 **Neubauer, U.; Kluy, L.; Wächter, A.; Groche, P. (2021):** So geht energieeffiziente Produktion. In: hoch³ FORSCHEN (10), Technische Universität Darmstadt. ISSN 2196-1506, Open Access.
- E17 **Kluy, L.; Chi, F.; Groche, P. (2020):** Equal-Channel-Angular-Swaging for the production of medical implants made of fine-grained titanium. In: Production at the leading edge of technology, Springer, 10th Congress of the German Academic Association for Production Technology (WGP). DOI: 0.1007/978-3-662-62138-7
- E18 **Kluy, L. (2019):** Entwicklung einer Gegendruckeinheit für den kontinuierlichen Equal-Channel-Angular-Swaging Prozess auf einer Schnellläuferpresse, Masterthesis, Betreuer: Fansun Chi und Christian Kubik, Institut PtU, Technische Universität Darmstadt.

Auszeichnungen mit Bezug zu diesem Thema:

- A1 **Hessischer Staatspreis Energie (2020)** des Hessischen Ministeriums für Wirtschaft, Energie, Verkehr und Wohnen. Zweiter Platz für: Proaktive und wirtschaftliche Erschließung von Energieeffizienzpotentialen neuer Technologien am Beispiel der Nanostrukturierung von Titanimplantaten, Transfer der studentischen Arbeit von Wächter, A.
- A2 **Add-on Fellowship for Interdisciplinary Life Science (2021)** der Joachim Herz Stiftung zur Förderung des multidisziplinären, wissenschaftlichen Austausches zur Erforschung der nächsten Generation von Titanimplantaten.
- A3 **Deutscher Edelstahl Studienaward (2022)** der Firma Dörrenberg GmbH. Zweiter Platz für die Nanostrukturierung von Edelstahl für die Medizintechnik, Transfer der studentischen Arbeiten von Geister, F. und Philippi, N.

Vom Autor betreute studentische Arbeiten mit Bezug zu diesem Thema:

- S1 **Kraus, S. O.:** Entwicklung eines Erwärmungskonzepts für den Equal-Channel-Angular-Swaging Prozess auf einer Schnellläuferpresse, Bachelorthesis, 2020.
- S2 **Müller, J.:** Entwicklung einer Messeinheit und Prozesssimulation für die Nanostrukturierung von Titan mittels Equal-Channel-Angular-Swaging, Masterthesis, 2020.

- S3 **Piontek, S.:** Prozesssimulation und Inline-Prozessüberwachung für die Nanostrukturierung von Titanimplantaten mittels Equal-Channel-Angular-Swaging, Masterthesis, 2020.
- S4 **Wächter, A.:** Energieeffizienz in der Produktion nanostrukturierter Titanimplantate im kontinuierlichen Equal-Channel-Angular-Swaging Prozess, Masterthesis, 2020.
- S5 **Lange, K., Qi, H., Wang, Z., Kirner, J., Kraus, S., Peter, M.:** Sicherheit in der Medizintechnik: Qualitätsmanagement bei der Produktion von nanostrukturierten Titanimplantaten, Advanced Research Project, 2021.
- S6 **Barwig, M.:** Prozesssimulation für die Nanostrukturierung von Titan für medizinische Implantate mittels Equal-Channel-Angular-Swaging, Masterthesis, 2021.
- S7 **Philippi, N.:** Nanostrukturierung von Aluminium für die Medizintechnik mittels Equal-Channel-Angular-Swaging, Bachelorthesis, 2021.
- S8 **Kokozinski, A.:** Werkstoffmodellierung zur Nanostrukturierung von Titan für medizinische Implantate mittels Equal-Channel-Angular-Swaging, Masterthesis, 2021.
- S9 **Geister, F.:** Prozessoptimierung für die kontinuierliche Produktion von nanokristallinem Edelstahl mittels Equal-Channel-Angular-Swaging für die Medizintechnik, Bachelorthesis, 2021.
- S10 **Muscheid, M.:** Produktion nanokristalliner Titanlegierungen durch Ultrahochumformung für medizinische Implantate, Masterthesis, 2022.
- S11 **Grote, B.:** Mikrostrukturanalyse an ECAS-umgeformten Ti-6Al-4V ELI, Bachelorthesis am Institut für Werkstoffe der TU Braunschweig bei den Betreuenden Lina Klinge und Dr. Carsten Siemers, Co-Betreuung durch Lukas Kluy, Prüfer: Prof. Dr. Joachim Rösler, 2022.
- S12 **Kraus, S. O.:** Kontinuierliche Produktion von nanokristallinem Ti-6Al-4V ELI mittels Equal-Channel-Angular-Swaging für medizinische Implantate, Masterthesis, 2022.
- S13 **Merz, E.:** Gefügeoptimierung der Titanlegierung Ti-6Al-4V für die Massivumformung mittels Equal-Channel-Angular-Swaging (ECAS), Masterthesis am Institut für Werkstoffe der TU Braunschweig bei den

Betreuenden Lina Klinge und Dr. Carsten Siemers, Co-Betreuung durch Lukas Kluy, Prüfer: Prof. Dr. Joachim Rösler, 2023.

S14 **Geister, F., Kilian, M., Philippi, N., Henning, R., Lemmerer, S.:** Entwicklung einer Vorschubeinheit zur Produktion von nanostrukturierten Titanimplantaten, Advanced Design Project, 2024.

S15 **Philippi, N.:** Auslegung thermomechanischer Prozessketten: Maßgeschneiderte Nanostrukturierung von Titanlegierungen für die Medizintechnik, Masterthesis, 2024.

Fremdquellen:

ABI22 Abid, N. et al.: Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages. In: Advances in Colloid and Interface Science 300, 2022.

AHR24 Ahrens, V.: Systems Engineering & Management - Ein generischer Ansatz zur Gestaltung und Lenkung sozio-technischer Systeme. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2024.

ARO24 Arohi, A.; Shekhar, S.; Sen, I.: Effect of thermomechanical processing on microstructure evolution and mechanical properties of metastable β Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr alloy. In: Materials Chemistry and Physics 314, 2024.

ASH11 Ashby, M. F.: Materials selection in mechanical design. 4th ed. Burlington, MA: Butterworth-Heinemann, 2011.

ASTM136 ASTM International: Specification for Wrought Titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R56401), 2013.

ASTM348 ASTM International: ASTM B348M - 21: Standard Specification for Titanium and Titanium Alloy Bars and Billets, 2021.

ASTM1713 ASTM International: Specification for Wrought Titanium-13Niobium-13Zirconium Alloy for Surgical Implant Applications (UNS R58130) - ASTM F1713-08, 2021.

AZU08 Azushima, A. et al.: Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. In: CIRP Annals 57, Nr. 2, 2008, S. 716-735.

BAB23 Babalola, B. J.; Ayodele, O. O.; Olubambi, P. A.: Sintering of nanocrystalline materials: Sintering parameters. In: Heliyon 9, 2023.

- BAC20 Bachmaier, A.; Grosdidier, T.; Ivanisenko, Y.: Severe Plastic Deformation and Thermomechanical Processing: Nanostructuring and Properties. In: Metals 10, 2020.
- BAL20 Balachandran, S. et al.: Transformations, Recrystallization, Microtexture and Plasticity in Titanium Alloys. In: MATEC Web of Conferences 321, 2020.
- BAL09 Balzer, W.: Die Wissenschaft und ihre Methoden - Grundsätze der Wissenschaftstheorie; ein Lehrbuch. 2., völlig überarb. Aufl. Freiburg im Breisgau: Alber, 2009.
- BAN20 Bang, S. H. et al.: Toward a size scale-up cold sintering process at reduced uniaxial pressure. In: Journal of the American Ceramic Society 103, Nr. 4, 2020.
- BAN22 Banti, C. N.; Hadjikakou, S. K.: Antimicrobial Materials with Medical Applications. In: International journal of molecular sciences 23, Nr. 3, 2022.
- BAN09 Banumathy, S.; Mandal, R. K.; Singh, A. K.: Structure of orthorhombic martensitic phase in binary Ti–Nb alloys. In: Journal of Applied Physics 106, Nr. 9, 2009.
- BAR22 Bargel, H.-J. (Hrsg.): Werkstoffkunde - Strukturen - grundlegende Eigenschaften. 13. Auflage. Berlin: Springer Vieweg, 2022.
- BEH22 Behera, A. (Hrsg.): Introduction to Advanced Materials. Ultrafine-Grained Materials. Berlin, Heidelberg: Springer, 2022.
- BEN21 Bender, B.; Gericke, K.: Pahl/Beitz Konstruktionslehre. Berlin, Heidelberg: Springer, 2021.
- BIO24 Biofilme: Entstehung, Probleme und Lösungen. URL: <https://www.aqua-free.com/de/magazin>, zuletzt abgerufen am 23.03.24
- BLE17 Blesl, M.; Kessler, A.: Energieeffizienz in der Industrie. 2. Auflage. Berlin: Springer Vieweg, 2017.
- BOE12 Boehner, A.: Verformungsmechanismen und Stabilität von ultrafeinkörnigen metallischen Werkstoffen bei monotoner und zyklischer Belastung in Abhängigkeit der ECAP-Prozessparameter. Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg, 2012.

- BRE07 Breuer, D.: Bestimmung des Formänderungsvermögens bei der Kaltmassivumformung. Dissertation Techn. Hochschule Aachen: Shaker, 2007.
- BRI22 Bright, R. et al.: Long-term antibacterial properties of a nanostructured titanium alloy surface: An in vitro study. In: *Materials Today Bio* 13, 2022.
- BRU10 Bruder, E. et al.: Severe Plastic Deformation by Equal Channel Angular Swaging. In: *Materials Science Forum* 667-669, 2010, S. 103–107.
- BRU19 Brunke, F.: Ti 15Mo und Ti 13Nb 13Zr: Qualifizierung von Titanlegierungen der zweiten Generation für den Einsatz in der Medizintechnik - Dissertation. Göttingen: Cuvillier Verlag, 2019.
- BRU20 Brunke, F.; Siemers, C.; Rösler, J.: Second-generation Titanium alloys Ti-15Mo and Ti-13Nb-13Zr: A Comparison of the Mechanical Properties for Implant Applications. In: *MATEC Web of Conferences* 321, 2020.
- CHO10 Choi, J.-S.; Lee, H.-C.; Im, Y.-T.: A study on chevron crack formation and evolution in a cold extrusion. In: *Journal of Mechanical Science and Technology* 24, Nr. 9, 2010, S. 1885–1890.
- DEN13 Deng, W. et al.: Ultrafine-grained copper produced by machining and its unusual electrochemical corrosion resistance in acidic chloride pickling solutions. In: *Corrosion Science* 74, 2013, S. 44–49.
- DER16 Derks, J. et al.: Effectiveness of Implant Therapy Analyzed in a Swedish Population: Prevalence of Peri-implantitis. In: *Journal of dental research* 95, Nr. 1, 2016, S. 43–49.
- DIR20 Dirba, I. et al.: Production of Fe nanoparticles from γ -Fe₂O₃ by high-pressure hydrogen reduction. In: *Nanoscale advances* 2, Nr. 10, 2020.
- DOE16 Doege, E.; Behrens, B.-A.: *Handbuch Umformtechnik - Grundlagen, Technologien, Maschinen*. 3., überarb. Auflage 2016. Berlin, Heidelberg: Springer, 2016.
- DWI24 Dwivedi, R. K. et al.: *Biomedical implants - Materials, design, and manufacturing*. First edition. Boca Raton, FL: CRC Press, 2024.
- DYA19 Dyakonov, G. S. et al.: Strengthening mechanisms and super-strength of severely deformed titanium. In: *Nanocrystalline titanium*, Elsevier 2019, S. 123–143.

- DYA15 Dyakonov, G. S. et al.: An EBSD investigation of ultrafine-grain titanium for biomedical applications. In: *Materials Science and Engineering: A* 648, 2015, S. 305–310.
- EDA22 Edalati, K. et al.: Nanomaterials by severe plastic deformation: review of historical developments and recent advances. In: *Materials Research Letters* 10, Nr. 4, 2022, S. 163–256.
- EHL20 Ehle, L. C. et al.: Influence of process chains with thermal, mechanical and thermo-mechanical impact on the surface modifications of a grind-strengthened 42CrMo4 steel. In: *Procedia CIRP* 87, 2020.
- ELI13 Elias, C. N. et al.: Ultrafine grained titanium for biomedical applications: An overview of performance. In: *Journal of Materials Research and Technology* 2, Nr. 4, 2013, S. 340–350.
- ELM06 El-Magd, E.; Abouridouane, M.: Characterization, modelling and simulation of deformation and fracture behaviour of the light-weight wrought alloys under high strain rate loading. In: *International Journal of Impact Engineering* 32, Nr. 5, 2006, S. 741–758.
- EUR20 European Centre for Disease Prevention and Control: Antimicrobial resistance in the EU/EEA (EARS-Net) - Annual epidemiological report for 2019. Stockholm: ECDC, 2020.
- EWE14 Ewerbeck, V.; Wentzensen, A.: *Standardverfahren in der operativen Orthopädie und Unfallchirurgie*. Stuttgart: Thieme, 2014.
- GEE09 Geetha, M. et al.: Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. In: *Progress in Materials Science* 54, 2009.
- GHA23 Ghaforian Nosrati, H. et al.: Usability of the ECAP-Conform process for the production of dental implants material. In: *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 147, 2023.
- GKV20 GKV Spitzenverband: Amtliche Statistik. URL: https://www.gkv-spitzenverband.de/service/zahlen_und_grafiken/gkv_kennzahlen/gkv_kennzahlen.jsp, zuletzt abgerufen am 20.04.24
- GÖR14 Görtan, M. O.: *Severe plastic deformation of metallic materials by equal channel angular swaging: Theory, experiment and numerical simulation*. Darmstadt, 2014.
- GRU23 Gruber, M. et al.: Establishing Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) for sheet metals by using backpressure: manufacturing of high-strength

- aluminum AA5083 sheets. In: *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 127, 7-8, 2023, S. 3481–3495.
- GUP21 Gupta, A.; Chandrasekhar, B.; Saxena, K. K.: Effect of Equal-channel angular pressing on mechanical Properties: An overview. In: *Materials Today: Proceedings* 45, 2021, S. 5602–5607.
- GUT13 Gutfleisch, O. et al.: Recycling Used Nd-Fe-B Sintered Magnets via a Hydrogen-Based Route to Produce Anisotropic, Resin Bonded Magnets. In: *Advanced Energy Materials* 3, Nr. 2, 2013, S. 151–155.
- HAU04 Haunfelder, D.: *Praxis der Zahnheilkunde*. Studienausg. der 2. Aufl. München: Elsevier, Urban und Fischer, 2004.
- HEL08 Hellmig, R. J.: Hochgradige plastische Umformung durch Equal channel angular pressing (ECAP). Zugl.: Clausthal, Techn. Univ., Habil.-Schr. Clausthal, 2008.
- HEN16 Henke, T.: *Methoden zur Auslegung von robusten Prozessen in der Warmmassivumformung*. Aachen, Shaker Verlag. Dissertation. 2016
- HER20 Hering, O.: *Schädigung in der Kaltmassivumformung*. Shaker Verlag; Technische Universität Dortmund. Dissertation. 2020
- HOL23 Hollstein, R.: *Optimierungsmethoden - Einführung in die klassischen, naturalogenen und neuronalen Optimierungen*. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2023.
- HOP21 Hoppe, V. et al.: Study of cytotoxic activity of Ti–13Nb–13Zr medical alloy with different surface finishing techniques. In: *Journal of Materials Science* 56, Nr. 31, 2021.
- HOR19 Hornbogen, E.; Warlimont, H.; Skrotzki, B.: *Metalle - Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen*. 7th ed. 2019: Springer Berlin Heidelberg; Springer International Publishing AG, 2019.
- HUA13 Huang, Y.; Langdon, T. G.: Advances in ultrafine-grained materials. In: *Materials Today* 16, Nr. 3, 2013, S. 85–93.
- KAN16 Kandimalla, R. et al.: Understanding Aspects of Aluminum Exposure in Alzheimer's Disease Development. In: *Brain pathology* 26, Nr. 2, 2016, S. 139–154.

- KEN11 Kent, D. et al.: Strength enhancement of a biomedical titanium alloy through a modified accumulative roll bonding technique. In: Journal of the mechanical behavior of biomedical materials 4, Nr. 3, 2011, S. 405–416.
- KER22 Kertsch, L.: Modellierung des thermomechanischen Materialverhaltens und der Gefügeentwicklung mikrolegierter Stähle. Stuttgart: Fraunhofer Verlag, 2022.
- KIE10 Kieback, B.: Pulvermetallurgische Wege zu nanostrukturierten Werkstoffen. In: Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis, 2010, S. 3–19.
- KIM24 Kim, K. S. et al.: Continuous synthesis of high-entropy alloy nanoparticles by in-flight alloying of elemental metals. In: Nature Communications 15, Nr. 1, 2024.
- KIM07 Kim, T. N. et al.: In vitro biocompatibility of equal channel angular processed (ECAP) titanium. In: Biomedical materials 2, Nr. 3, 2007.
- KLE15 Klein, B.: FEM. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2015.
- KLI25 Klinge, L.: Erforschung der Mikrostruktur-Eigenschafts-Beziehung von nanostrukturiertem Ti-13Nb-13Zr (vrstl. Titel) - Dissertation, vrstl. 2025.
- KLO17 Klocke, F.: Fertigungsverfahren 4: Springer Berlin Heidelberg, 2017.
- KOP24 Kopp, A. et al.: Combined severe plastic deformation processing of commercial purity titanium enables superior fatigue resistance for next generation implants. In: Biomaterials Advances 157, 2024.
- KUG09 Kugler, H.: Umformtechnik - Umformen metallischer Konstruktionswerkstoffe. München: Hanser, 2009.
- KUL15 Kulkarni, M. et al.: Titanium nanostructures for biomedical applications. In: Nanotechnology 26, Nr. 6, 2015.
- KUR22 Kuranova, N. N. et al.: Influence of Heat Treatment and Deformation on the Structure, Phase Transformation, and Mechanical Behavior of Bulk TiNi-Based Alloys. In: Metals 12, Nr. 12, 2022.
- LEE06 Lee, B. C.; Song, U.: Estimation methods for strain-life fatigue properties from hardness. In: International Journal of Fatigue 28, Nr. 4, 2006, S. 386–400.
- LEY10 Leyens, C.; Peters, M.: Titanium and titanium alloys - Fundamentals and applications. Weinheim, Chichester: Wiley-VCH, 2010.

- LOT18 Lotz, J.: Beherrschung von Unsicherheit in der Baureihenentwicklung. Darmstadt, 2018.
- LÜT07 Lütjering, G.; Williams, J. C.: Titanium. 2. Aufl. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2007.
- MCQ07 McQueen, H. J.: Historical Aspects of Thermomechanical Processing for Steels. In: Materials Science Forum 539-543, 2007, S. 4397–4404.
- MED15 Medvedev, A. et al.: Comparison of laboratory-scale and industrial-scale equal channel angular pressing of commercial purity titanium. In: Materials Letters 145, 2015, S. 308–311.
- MED16 Medvedev, A. E. et al.: Microstructure and mechanical properties of Ti-15Zr alloy used as dental implant material. In: Journal of the mechanical behavior of biomedical materials 62, 2016, S. 384–398.
- MER20 Mertová, K. et al.: Optimization of the Mechanical Performance of Titanium for Biomedical Applications by Advanced, High-Gain SPD Technology. In: Crystals 10, Nr. 6, 2020.
- MIS14 Mishnaevsky, L. et al.: Nanostructured titanium-based materials for medical implants: Modeling and development. In: Materials Science and Engineering: R: Reports 81, 2014, S. 1–19.
- MOH19 Mohan Agarwal, K. et al.: Comparison of different methods of Severe Plastic Deformation for grain refinement. In: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 691, Nr. 1, 2019.
- MÜL08 Müller, F. A. et al.: In vitro apatite formation on chemically treated (P/M) Ti-13Nb-13Zr. In: Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials 24, Nr. 1, 2008, S. 50–56.
- NAG05 Nagasawa, K. et al.: Transport mechanism for aluminum citrate at the blood-brain barrier: kinetic evidence implies involvement of system Xc- in immortalized rat brain endothelial cells. In: Toxicology letters 155, Nr. 2, 2005, S. 289–296.
- NAH15 Nahmias, S.; Olsen, T. L.: Production and operations analysis - Strategy, quality, analytics, applications. Seventh edition. Long Grove, Illinois: Waveland Press, Inc, 2015.
- NAU23 Naunheim, Y.; Schuh, C. A.: A challenge to the sintering of nanocrystalline metals: Organic burnout and oxide reduction compete with powder consolidation. In: Acta Materialia 247, 2023.

- NOD05 Noda, M.; Funami, K.; Suwahara, Y.: Effects of Constraint and Strain Path on Evolution of Ultrafine Grained Microstructure by Multi-Axial Alternative Forging. In: *Materials Science Forum* 475-479, 2005, S. 3471–3474.
- PAL17 Palán, J. et al.: Possibilities of biocompatible material production using conform SPD technology. In: *Archives of Materials Science and Engineering* 1, Nr. 88, 2017, S. 5–11.
- PAL18 Palán, J. et al.: Comprehensive Evaluation of the Properties of Ultrafine to Nanocrystalline Grade 2 Titanium Wires. In: *Materials* 11, Nr. 12, 2018.
- PAN16 Panigrahi, A. et al.: Mechanical properties, structural and texture evolution of biocompatible Ti-45Nb alloy processed by severe plastic deformation. In: *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 62, 2016, S. 93–105.
- PEL21 Pelz, P. F. et al.: *Mastering uncertainty in mechanical engineering*. Cham, Switzerland: Springer, 2021.
- PET10 Peters, M.; Clemens, H.: Titan, Titanlegierungen und Titanaluminide – Basis für innovative Anwendungen. In: *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* 155, Nr. 9, 2010, S. 402–408.
- POL13 Polyakov, A. V. et al.: Influence of annealing on ductility of ultrafine-grained titanium processed by equal-channel angular pressing–Conform and drawing. In: *MRS Communications* 3, Nr. 4, 2013, S. 249–253.
- QIN09 Qin, Q.-H.; Yang, Q.-S.: *Macro-Micro Theory on Multifield Coupling Behavior of Heterogeneous Materials*. Berlin, Heidelberg: Scholars Portal, 2009.
- RAV08 Ravisankar, B.; Park, J. K.: ECAP of commercially pure titanium: A review. In: *Transactions of the Indian Institute of Metals* 61, Nr. 1, 2008, S. 51–62.
- REA14 Reardon, S.: WHO warns against 'post-antibiotic' era. In: *Nature*, 2014.
- RIC16 Richter: *Soziologie von Gesundheit und Krankheit*. Wiesbaden: Springer Fachmedien Wiesbaden, 2016.
- RIP20 Ripperger, S.; Nikolaus, K.: *Entwicklung und Planung verfahrenstechnischer Anlagen*. 1st ed. 2020: Springer International Publishing AG, 2020.

- ROB06 Robling, A. G.; Castillo, A. B.; Turner, C. H.: Biomechanical and molecular regulation of bone remodeling. In: Annual review of biomedical engineering 8, 2006, S. 455–498.
- ROO22 Roos, E.: Werkstoffkunde für Ingenieure - Grundlagen, Anwendung, Prüfung. 7. Auflage. Berlin, Germany: Springer Vieweg, 2022.
- RUC21 Ruchholtz, Steffen (Hrsg.); Wirtz, Dieter Christian (Hrsg.); BERDEL, Philipp (Mitarb.): Orthopädie und Unfallchirurgie essentials - Intensivkurs zur Weiterbildung. 4. unveränderte Auflage. Stuttgart: Thieme, 2021.
- RUP13 Ruppert, M. et al.: Influence of upscaling accumulative roll bonding on the homogeneity and mechanical properties of AA1050A. In: Journal of Materials Science 48, Nr. 24, 2013, S. 8377–8385.
- SCH24 Schell, L.: Entwicklungsmethodik für mehr Transparenz von Modellversuchen in der Blechumformung am Beispiel von Wärmeübergangskoeffizienten und Tribologie. Technische Universität Darmstadt, Dissertation, 2024.
- SCH19 Schmidt, P.: Optimierung der mechanischen Eigenschaften von Beta-Titanlegierungen durch die Verwendung von Wasserstoff als temporäres Legierungselement. Universitätsbibliothek Siegen, 2019.
- SEG18 Segal, V.: Review: Modes and Processes of Severe Plastic Deformation (SPD). In: Materials 11, Nr. 7, 2018.
- SEM23 Semenova, I. et al.: Machinability Features of Ti-6Al-4V Alloy with Ultrafine-Grained Structure. In: Metals 13, Nr. 10, 2023.
- SEM20 Semiatin, S. L.: An Overview of the Thermomechanical Processing of α/β Titanium Alloys: Current Status and Future Research Opportunities. In: Metall Mater Trans A, Nr. 6, 2020, S. 2593–2625.
- SET08 Setman, D. et al.: The presence and nature of vacancy type defects in nanometals detained by severe plastic deformation. In: Materials Science and Engineering: A 493, 2008, S. 116–122.
- SHA23 Shackelford, J. F.: Introduction to materials science for engineers. Ninth edition, global edition. Harlow: Pearson Education Limited, 2023.
- SHO22 Shoaib, M. et al.: MRSA compendium of epidemiology, transmission, pathophysiology, treatment, and prevention within one health framework. In: Frontiers in Microbiology 13, 2022.

- SIE17 Siebertz, K.; van Bebbber, D.; Hochkirchen, T.: Statistische Versuchsplanung - Design of Experiments (DoE). 2. Auflage. Berlin, Germany: Springer Vieweg, 2017.
- SIE11 Siemers, C. et al.: Development of Advanced and Free-Machining Titanium Alloys by Micrometer-Size Particle Distribution. In: Materials Science Forum, 2011.
- SIE13 Siemers, C., Stöcker, C.: Developments in Titanium Research and Applications in Germany. In: Proceedings of the 15th World Conference on Titanium (Ti-2023), 2013.
- SKO18 Skolaut, W.: Maschinenbau: Springer Berlin Heidelberg, 2018.
- SLI18 Slifka, K. J. et al.: 287. The Attributable Mortality of Prosthetic Joint Infection After Primary Hip and Knee Arthroplasty Among Medicare Beneficiaries, 2005–2012. In: Open Forum Infectious Diseases 5, 2018, S118-S118.
- SPI23 Spiegel, C.: Influence of titanium surfaces on osteoblastic adhesion and biofilm forming capacity - Research Laboratory for Biofilms and Implant Associated Infections (BIOFILM LAB), University Hospital for Orthopaedics and Traumatology, Medical University of Innsbruck, Austria. Dissertation. 2023.
- STE13 Steinbach, I.: Forscher untersuchen Zusammenspiel von Chemie und Mechanik in Werkstoffen. In: Lightweight Design 6, Nr. 3, 2013, S. 11.
- STR20 Stráský, J.: Advanced Titanium Alloys for Medical Applications - Habilitation. Department of Physics of Materials, Charles Universität Prag. – Department of Physics of Materials, Charles Universität Prag. 2020.
- SUN15 Sunil, B. R.: Repetitive Corrugation and Straightening of Sheet Metals. In: Materials and Manufacturing Processes 30, Nr. 10, 2015, S. 1262–1271.
- TAG22 Tagesschau - Norddeutscher Rundfunk - Anstalt des öffentlichen Rechts: WHO sieht in Antibiotika-Resistenzen "globale Bedrohung". In: tagesschau.de (2022-12-09)
- TEK21 Tekkaya, A. E.: Metal Forming. In: Grote, K. H., Hefazi, H. (Eds): Springer Handbook of Mechanical Engineering. Springer Handbooks, 2021, S. 357–408.
- THA20 Thangadurai, T. D. et al.: Nanostructured Materials. 1st ed. 2020: Springer International Publishing AG, 2020.

- TOK20 Toker, D., Sommer, F. T., D'Esposito, M.: A simple method for detecting chaos in nature. In: Communications Biology 3, Nr. 1, 2020, S. 11.
- TRI17 Tripathy, A. et al.: Natural and bioinspired nanostructured bactericidal surfaces. In: Advances in Colloid and Interface Science 248, 2017, S. 85–104.
- TST24 TST Medical: Orthopedics Catalogue. URL: www.tstorthopedics.com, zuletzt abgerufen am 08.02.24
- TSU19 Tsuji, N. et al.: Formation Mechanism of Ultrafine Grained Microstructures: Various Possibilities for Fabricating Bulk Nanostructured Metals and Alloys. In: MATERIALS TRANSACTIONS 60, Nr. 8, 2019, S. 1518–1532.
- TUN21 Tuninetti, V. et al.: Experimental Correlation of Mechanical Properties of the Ti-6Al-4V Alloy at Different Length Scales. In: Metals 11, Nr. 1, 2021.
- VAL12 Valiev, R. Z. et al.: Bulk Nanostructured Metals for Innovative Applications. In: Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (JOM) 64, Nr. 10, 2012.
- VAL20 Valiev, R. Z. et al.: Developing Nanostructured Ti Alloys for Innovative Implantable Medical Devices. In: Materials 13, Nr. 4, 2020.
- VDI2221 VDI-Richtlinie: Entwicklung technischer Produkte und Systeme - Modell der Produktentwicklung, VDI 2221 Blatt 1:2019-11
- VER14 Verlinden, B. et al.: Thermo-Mechanical Processing of Metallic Materials. Kidlington: Elsevier Science, 2014.
- VOI10 Voigt, C.; Lill, H.: Winkelstabile Implantate. In: Trauma und Berufskrankheit, 2010.
- VOL13 Vollrath, K.: Simulation in der Massivumformung. 1., neue Ausg. Hagen, Westf: Infostelle Industrieverband Massivumformung, 2013.
- WAG19 Wagner, M.: Lineare und nichtlineare FEM - Eine Einführung mit Anwendungen in der Umformsimulation. 2. Auflage. Wiesbaden, Germany: Springer Vieweg, 2019.
- WAN07 Wang, Y. M. et al.: Abnormal strain hardening in nanostructured titanium at high strain rates and large strains. In: Journal of Materials Science 42, 2007, S. 1751–1756.

- WEI18 Weißbach, W.; Dahms, M.; Jaroschek, C.: Werkstoffe und ihre Anwendungen - Metalle, Kunststoffe und mehr. 20., überarbeitete Auflage. Wiesbaden: Springer Vieweg, 2018.
- WEL21 Welzbacher, P.; Vorwerk-Handing, G.; Kirchner, E.: Control list for the systematic identification of disturbance factors. In: Proceedings of the Design Society 1, 2021, S. 51–60.
- WIE22 Wießner, L.: Verfahren zur magnetischen Härtung von eisenbasierten Materialien durch kontinuierliche plastische Deformation. Düren, Shaker Verlag; Technische Universität Darmstadt. Dissertation. 2022.
- WHO22 World Health Organization (WHO): Global antimicrobial resistance and use surveillance system (GLASS) report: 2022. URL: <https://www.who.int/publications/i/item/9789240062702>, zuletzt abgerufen am 21.04.24
- ZWI74 Zwicker, U. (Hrsg.): Titan und Titanlegierungen. Berlin, New York: Springer-Verlag, 1974.

Anhang

A1. Analytische Modelle

Die gewünschte Kornfeinung wird durch das Einbringen von hohen Dehnungen während der Umformung ermöglicht. Diese Dehnungen lassen sich analytisch beschreiben, was wiederum eine Validierung der Simulation zulässt.

Für den zum ECAS-Prozess artverwandten ECAP-Prozess existieren verschiedene Modelle zur Ermittlung der eingebrachten Dehnungen, welche sich in den getroffenen Annahmen zur Scherzone unterscheiden. Die Modelle in der Abbildung 56 untersuchen geometrisch, welche Vergleichsdehnungen bei der Scherung einer Probe quadratischen Querschnitts eingebracht werden. In Modell A wird die Scherzone als einfache Scherebene angenommen. Diese Scherebene erstreckt sich von der Innen- zur Außenkante des mit dem Winkel 2ϕ abgewinkelten Kanals [SEG95].

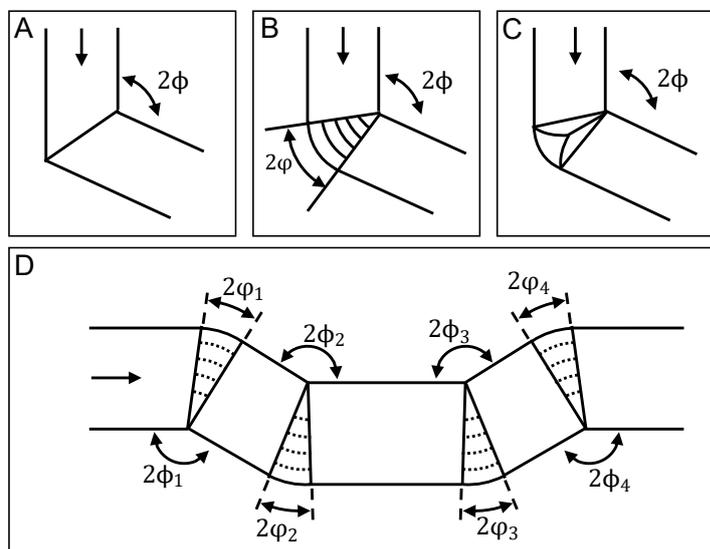


Abbildung 56: Analytische Modelle zur Dehnungsanalyse in ECAP und ECAS mit A) einfacher Scherebene, B) Kurvenradius, C) Scherfächer und D) Übertrag auf ECAS-2-Pass.

In Modell B wird zusätzlich der äußere Kanalwinkel 2ϕ berücksichtigt. Statt einer einfachen Scherebene bilden sich bei diesem Modell Scherfächer aus [IWA96]. In Modell C wird die Scherzone in zwei Bereiche aufgeteilt. Im probenäußeren

Bereich ist die Scherzone entlang des äußeren Kanalradius aufgefächert und verläuft zur Innenkante des abgewinkelten Kanals als einfache Scherebene. Bei diesem Ansatz wird die Position in der Probe bei der Berechnung berücksichtigt und anhand einer Formel die ortsabhängige Vergleichsdehnung berechnet [STO07]. Je nach gewähltem Modell ergeben sich verschiedene Gleichungen zur Berechnung der in eine Probe eingebrachten Vergleichsdehnung.

Die analytischen Vergleichsdehnungen ε_{vA} , ε_{vB} und ε_{vC} der Modelle A bis C lassen sich nach den Formeln (A-1) bis (A-3) berechnen. Dabei gibt n die Anzahl der Scherzonen des Prozesses an. 2ϕ gibt den Winkel an, unter dem die verschiedenen Kanalsegmente aufeinandertreffen und der Winkel 2φ beschreibt den Winkel des äußeren Kanalradius. Bei χ und δ handelt es sich um Parameter zur Angabe der Position in der Scherzone.

$$\varepsilon_{vA} = \frac{2 \cdot n}{\sqrt{3}} \cot \phi \quad (\text{A-1})$$

$$\varepsilon_{vB} = n \left[\frac{2 \cot(\phi + \varphi) + \varphi \csc(\phi + \varphi)}{\sqrt{3}} \right] \quad (\text{A-2})$$

$$\varepsilon_{vC} = n \left[\frac{2 \cot(\phi + \chi) + \tan(\chi - \delta)}{\sqrt{3}} \right] \quad (\text{A-3})$$

Zur Bestimmung der analytischen Vergleichsdehnung des ECAS-Prozesses wird das Modell A mit dem B verglichen, da diese Modelle eine einfache Berechnung der Vergleichsdehnung zulassen. Durch den Vergleich der beiden analytischen Vergleichsdehnungen wird der Einfluss des äußeren Kanalwinkels auf die Vergleichsdehnung untersucht. Das Modell C wird verworfen, da die Koeffizienten des Scherfächers nur ungenau gemessen werden können und sich daher per se eine Abweichung ergibt.

Die mit den Parametern aus Kapitel 5 mittels ECAS-1-Pass umgeformte Probe weist den Kanalwinkel von $2\phi = 158^\circ$ auf. Der Winkel des äußeren Kurvenradius beträgt $2\varphi = 16,5^\circ$. Anhand dieser Geometrie ergibt sich nach Modell A eine Vergleichsdehnung von $\varepsilon_{vA} = 0,517$. Die Vergleichsdehnung nach Modell B beträgt $\varepsilon_{vB} = 0,365$. Nach den Modellen wird diese Vergleichsdehnung konstant über dem gesamten Querschnitt angenommen. Zur weiteren Analyse wird die in der Simulation ermittelte Vergleichsdehnung

über dem Querschnitt herangezogen. Die gemittelte Vergleichsdehnung beträgt $\varepsilon_n = 0,380$. Somit ist festzustellen, dass das Modell B den simulativ ermittelten Wert mit einer geringeren Abweichung als das Modell A abbildet. Dies kann damit begründet werden, dass ein äußerer Kurvenradius existiert, der erstens fertigungsbedingt (durch Kugelfräser) im Werkzeug existiert und zweitens je nach Prozessbedingung das Werkzeug nicht vollständig ausgefüllt wird.

Daher wird das Modell B für die weitere Modellierung in Betracht gezogen. Das Modell D wird für den Multiple-Pass-ECAS-Prozess unter folgenden zwei Annahmen aus dem Modell B abgeleitet. Es bildet sich eine akkumulierte Dehnung aus. Die Scherfächer bilden sich unterschiedlich aus und müssen daher einzeln betrachtet werden. Somit ergibt sich:

$$\varepsilon_{vD} = \sum_{k=1}^n \left[\frac{2 \cot(\phi_n + \varphi_n) + \varphi_n \csc(\phi_n + \varphi_n)}{\sqrt{3}} \right] \quad (\text{A-4})$$

Dieses Modell wird in Kapitel 6.2.4 angewendet. Die analytische Überlegung zeigt, dass die Berücksichtigung der Krümmungsradien in den Umformzonen einen großen Einfluss auf die analytische Vergleichsdehnung hat. Aufgrund der äußeren Krümmungsradien kommt es zu einer niedrigen Vergleichsdehnung als in der Probe als es ideal möglich wäre.

A2. Material- und Werkzeugmodelle

Die für diese Arbeit entwickelten Materialmodelle der Titanlegierungen Ti-6Al-4V ELI und Ti-13Nb-13Zr sowie die Werkzeugmodelle sind als Open-Access-Repository veröffentlicht:

Kluy, L.; Kraus, S. O.; Kokozinski, A.; Philippi, N.; Groche, P. (2024): Advanced Material Models of Titanium Alloys Ti-6Al-4V ELI and Ti-13Nb-13Zr for Severe Plastic Deformation, TUdata, Technische Universität Darmstadt, DOI: 10.48328/tudatalib-1332.4

Diese Modelle berücksichtigen neben der Temperatur, Umformgrad und Umformgeschwindigkeit auch die Auswirkungen von Kaltverfestigung, Dehnratenabhängigkeit und thermischer Entfestigung auf der Grundlage des konstitutiven Materialmodells von El-Magd et al. [ELM06]. Die Modelle werden durch schmiedeähnliche Zylinderstauchversuche validiert. Sie sind für die

hochgradig-plastische Umformung sowie Umformprozesse von Titanlegierungen mit hohen Dehnungen und Dehnungsraten bei erhöhten Temperaturen vorgesehen.

A3. Werkstoffbenchmark

In der orthopädischen Chirurgie und der Dentaltechnik kommen verschiedene Implantatwerkstoffe zum Einsatz, die je nach Einsatzgebiet und Funktion besondere Eigenschaften aufweisen. Lasttragende Implantate müssen hohen Ansprüchen bezüglich Festigkeit und Langzeitstabilität genügen, wohingegen Materialien an Gelenkflächen eine hohe Abriebbeständigkeit aufweisen müssen. In der Dentaltechnik ist die Auswahl des Implantatwerkstoffs überdies auch vom äußeren Erscheinungsbild für eine ästhetische Behandlung relevant. Alle Materialien, die im menschlichen Körper zum Einsatz kommen, müssen die Anforderungen der Biokompatibilität erfüllen. Die Werkstoffeigenschaften müssen also stets an den Einsatzzweck angepasst werden und können daher nicht verallgemeinert werden. Dennoch lassen sich die gängigen Implantatwerkstoffe wie Metalle, Keramiken und Polymere vergleichen. Die Abbildung 57 zeigt einen Werkstoffbenchmark zur Einordnung der Implantatwerkstoffe gegenüber dem in dieser Arbeit entwickelten NanoTNZ. Die Datengrundlage besteht aus den Übersichtsarbeiten von [ZHA13], [HOS23] und [LI20].

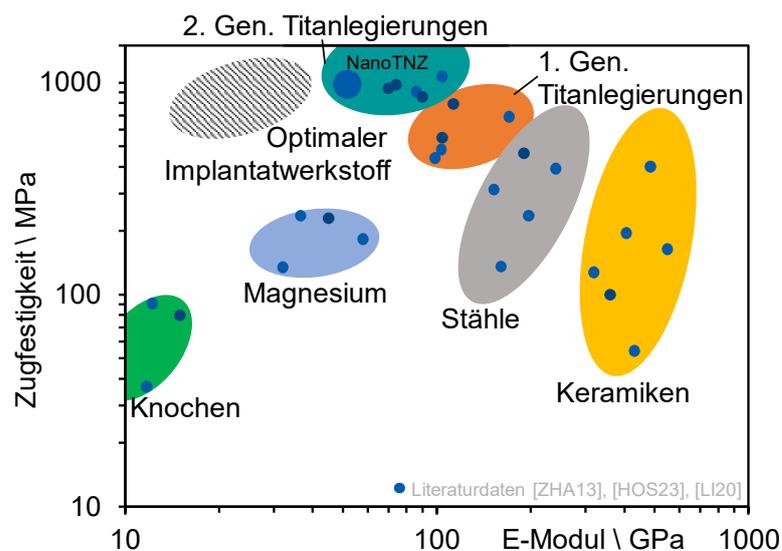


Abbildung 57: Werkstoffbenchmark als Einordnung der Implantatwerkstoffe gegenüber NanoTNZ.

A4. Frontloading-Ansatz für Energieeffizienz in der Umformtechnik¹³

Neben der grundsätzlichen Machbarkeit einer thermomechanischen Prozesskette werden Kosten- und Nachhaltigkeitsaspekte, insbesondere vor dem Hintergrund des Klimawandels, zunehmend zu Erfolgskriterien. Die Energieeffizienz ist dabei wesentlicher Stellhebel, da thermomechanische Prozessketten wegen der Erwärmung von Werkstücken und Werkzeugen meist energieintensiv sind. Im Sinne der Auslegungsmethodik aus Kapitel 4 bietet sich an, einen Energieeffizienzansatz in den Schritt *Optimierung* einzubeziehen. Allerdings lässt sich feststellen, dass bisher kein geeignetes Vorgehen zur Adressierung der spezifischen Anforderungen (siehe Kapitel 4.1) existiert. Daher wird ein Frontloading-Ansatz für Energieeffizienz entwickelt, der die Grundlage für das in Kapitel 6.4 ermittelte Einsparpotential darstellt. Die Herausforderung bei der Umsetzung von Energieeffizienzmaßnahmen in der Metallumformung ist der Umgang mit der Komplexität der Systeme und Unsicherheiten in den Daten, ohne Produktivitäts- und Qualitätsverluste zu riskieren. Ziel des Vorgehensmodells ist daher die energetische Analyse der Prozesskette, die Identifikation von Potenzialen und die Ableitung von Handlungsempfehlungen für eine energieeffiziente Entwicklung. Das Vorgehensmodell ist daher in die vier Schritte Prozess, Modell, Handlungsfelder und realisierter Prozess wie in Abbildung 58 gegliedert.

Prozess

Zunächst wird der Umformprozess betrachtet. Zur Beschreibung der Vorgänge innerhalb des Prozesses bietet sich eine Kombination aus hierarchischer und funktionaler Systemanalyse an. Dazu müssen folgende Fragen beantwortet werden: *Was sind die relevanten Input- und Outputgrößen hinsichtlich Materialfluss, Energiebezug, Energieeinsatz und Informationsverarbeitung? Welche Erkenntnisse sind bereits zur Interaktion von Gesamtsystem und Subsystemen bekannt?* Eine Hilfestellung bietet das Vorgehen nach Ropohl [ROP09].

¹³ Teile des Kapitels und die Anwendung der Methode auf das ECAS-Verfahren und Rollformen sind in [E10], [E12] und [E16] veröffentlicht.

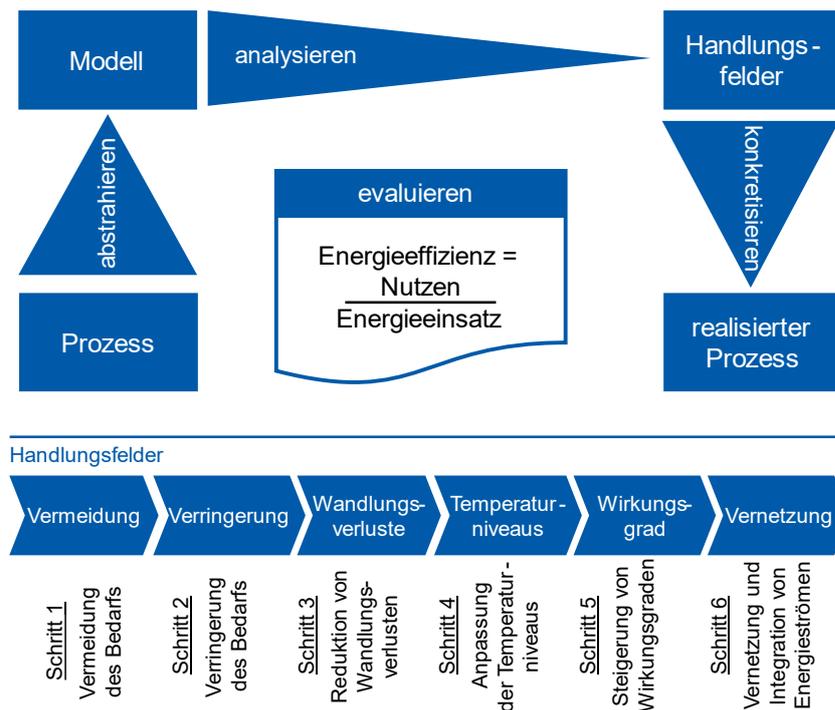


Abbildung 58: Frontloading-Ansatz für Energieeffizienz in der Umformtechnik.

Modell

Um Informationen über ein System zu erlangen, die in der Realität nicht oder nur unter hohem Aufwand zugänglich sind, kommt die abstrakte Modellierung zum Einsatz. Zur Modellierung einer Produktionsprozesskette hinsichtlich des Energiebedarfs ist es zweckmäßig, den Energieträgerverbrauch mit dem Werkstofffluss zu verknüpfen. Der Energiebedarf einzelner Prozesskettenglieder wird für verschiedene Betriebszustände und -parameter mit Polynomen abgebildet. Zweckdienlich ist, die Leistungsaufnahme einer Komponente über variablen Parametern aufzustellen.

Um Zusammenhänge in einem System erkennen, quantitativ bewerten und validieren zu können, ist eine Basis aus Realdaten notwendig. Allerdings sind in den frühen Phasen der Prozessentwicklung kaum Energiedaten vorhanden. Die Datenerhebung setzt bei Einzelverbrauchern an, um die direkte Zuordnung des Energieträgerverbrauchs zu ermöglichen. Die von den Herstellern angegebene Nennleistung kann zur relativen Sortierung der Verbraucher in potenzielle Groß- und Geringverbraucher genutzt werden [HES12]. Der Messaufwand lässt sich verringern, indem unter mehreren gleichartigen Verbrauchern nur einer vermessen wird und die gemessene

Leistungsaufnahme als repräsentativ für alle gleichartigen Verbraucher betrachtet wird.

Eine Möglichkeit zur Messung des Leiterstroms, ohne den bestehenden Stromkreis zu öffnen, bieten Strommesszangen und Rogowski-Spulen. Über die Auswertung des induzierten Stroms ist eine quantitative Aussage über den Leiterstrom möglich. Die Temperaturmessung auf Basis der emittierten Wärmestrahlung eines Körpers besitzt den Vorteil, dass die Messung berührungslos möglich ist wie beispielsweise bei einer Thermografie-Kamera. Zusätzlich können Herstellerangaben sowie artverwandte Prozesse eine wichtige Datenquelle sein. Werte, die hinsichtlich des Energiebedarfs keine wesentlichen Schwankungen aufweisen, werden in der Datenverarbeitung als konstant angenommen. Zur Validierung werden einzelne Zustandspunkte mit gemessene Realdaten verglichen [GLÖ14]. Zur Erstellung eines funktionalen Modells werden die einzelnen Subsysteme anschließend zu einem Gesamtsystem verknüpft.

Handlungsfelder

In dem Gesamtsystem lassen sich nun verschiedene Betriebspunkte hinsichtlich des Energieeinsatzes untersuchen. Durch eine Variation der Parameter im Modell zeigen sich Parameterkombinationen mit theoretisch geringerer Energieintensität, die mit den technischen Rahmenbedingungen auf Plausibilität geprüft werden. Der Fokus der weiteren Prozessentwicklung sollte in der Umgebung dieser Punkte liegen.

Nach Hesselbach [HES12] und Schnellbach [SCH16] bieten sich die Handlungsfelder Vermeidung, Verringerung, Wandlungsverluste, Temperaturniveau, Wirkungsgrad und Vernetzung für die Energieeffizienz in der Umformtechnik an. Das Ziel der Maßnahmen ist es, die Leistungsaufnahme bei gleichbleibender Produktionsleistung und -dauer zu reduzieren.

Vermeidung zielt auf die Fragestellung ab, ob der Prozessschritt zwingend betrieben werden muss, ob er entfernt oder in einen anderen Prozessschritt integriert werden kann. Das kann beispielsweise durch eine optimierte Konstruktion und Funktionsintegration von Komponenten geschehen. Zudem zielt dieser Handlungsschritt auf die Weiterverwertung aus dem Prozess abgeführter Energie ab.

Verringerung zielt darauf ab, die Energieniveaus zu senken und beispielsweise Vorschubgeschwindigkeiten und Niederhalterkräfte zu analysieren. Durch die Analysen wird das Downsizing der Antriebe und Aktoren angestrebt. Hierzu gehört auch die Betrachtung von Reibung und Schmierung im Prozess sowie die Hydraulik.

Wandlungsverlust adressiert die bedarfsgerechte Energieversorgung sowohl für die zeitlich abgestimmte Bereitstellung von Nutzenergie als auch für die Dimensionierung der Energieversorgung. Ein Beispiel ist die Reduktion eines über dem tatsächlichen Bedarf liegenden Systemdrucks ohne Drossel.

Anpassung des Temperaturniveaus adressiert die gezielte Herabsetzung der Temperatur im Prozess unter Beachtung der Fließspannungen sowie die Erwärmung von Material vor und nach der Umformung. Wird nach der Umformung eine Wärmebehandlung durchgeführt, so kann das warme Material direkt nach der Umformung in den Ofen gegeben werden, um die Temperaturniveaus effizienter anzugleichen.

Wirkungsgrad zielt auf energetisch optimale Betriebspunkte ab und nimmt Wirkungsgradverluste durch nicht optimale Betriebsparameter in den Fokus. Ein solcher Parameter ist beispielsweise die Bearbeitungsgeschwindigkeit. Diese bestimmt die zeitliche Auslastung von Betriebsmitteln und kann mit dem Ziel der Verminderung von Leerlaufzeiten angepasst werden.

Vernetzung bedeutet das Verbinden von mindestens zwei Prozessschritten zum Austausch von Energie und Informationen. So kann die benötigte Zeit beim Transfer von Blechplatten in Prozessketten reduziert und die Dauer der Leistungsaufnahme im Stand-By-Zustand verkürzt werden.

Ist der Handlungsspielraum über die Handlungsfelder erschlossen, so kann im nächsten Schritt der Übertrag auf den Prozess erfolgen.

Realisierter Prozess

Die in den Handlungsfeldern identifizierten Energieeffizienzmaßnahmen werden im nächsten Schritt auf den konkreten Prozess übertragen. Die Verfahren der Kalt-, Halbwarm- und Warmmassivumformung gehen mit einem gegenüber anderen Fertigungsverfahren vergleichsweise hohen Energiebedarf einher. Aufgrund der hohen Materialausnutzung muss dieser jedoch in Relation

je Fertigteil betrachtet werden. Bei Verfahren der Warmmassivumformung ist ein wesentlicher Energiebedarf der Erwärmung zuzuschreiben. Aus Sicht einer energieeffizienten Gestaltung der Prozesskette muss daher beispielsweise die Frage geklärt werden, ob geringere Umformkräfte bei erhöhter Werkstofftemperatur den energetischen Aufwand der Erwärmung rechtfertigen. Die umgesetzten Maßnahmen finden sich in der Konstruktion, den Prozessabläufen und -parametern sowie den eingesetzten Komponenten wieder. Dabei gilt es, ein Spannungsfeld zwischen Energieeffizienz und technischen Rahmenbedingungen wie Sicherheitsfaktoren und Fließspannungen zu berücksichtigen.

Energieeffizienzmaßnahmen evaluieren

In Produktionsprozessen kann die Energieeffizienz als Verhältnis von produzierten Gütern je eingesetzter Energieeinheit definiert werden [DIN50001]. Die Bezugsgröße für den Ertrag muss individuell für den betrachteten Prozess gewählt werden. Die Bemessung in kWh/kg ist bei umformenden Prozessen zu empfehlen. Wird dagegen eine spanende Nachbearbeitung in die Prozesskette integriert, bietet sich die Betrachtung in kWh/Stück an, da sich die Bauteilmasse wesentlich ändert.