

*H. Clemens*

# The Development and Characterization of High-Performance Materials: A Retrospective Article

## Entwicklung und Charakterisierung von Hochleistungswerkstoffen im Rückblick

*Received: April 18, 2020*

*Accepted: May 04, 2020*

*Translation: V. Müller*

*Eingegangen: 18. April, 2020*

*Angenommen: 04. Mai, 2020*

### Abstract

The subject of this paper is the use of conventional and advanced metallographic techniques for the development and characterization of high-performance materials. It provides the author's personal retrospective, spanning the years from 1980 until the present day and ranging from functional to structural materials. The metallographic techniques discussed in this article include light optical as well as scanning electron microscopy, conventional and high-resolution transmission electron microscopy, microprobe and atom probe tomography. Furthermore, additional and complementary procedures such synchrotron radiation and neutrons will be outlined.

### Kurzfassung

Der vorliegende Artikel beschreibt die Verwendung konventioneller und fortschrittlicher metallographischer Methoden für die Entwicklung und Charakterisierung von Hochleistungswerkstoffen. Bei diesem Rückblick des Autors, der von 1980 bis in die Gegenwart reicht, wird der Bogen von Funktionswerkstoffen bis zu Konstruktionswerkstoffen gespannt. Die metallographischen Verfahren umfassen Licht- und Rastermikroskopie, konventionelle und hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie, Mikrosonde sowie Atomsondentomographie. Des Weiteren werden ergänzende und komplementäre Verfahren, wie der Einsatz von Synchrotronstrahlung und Neutronen, erläutert.

### Author:

**Helmut Clemens** Department Materials Science, Chair of Physical Metallurgy and Metallic Materials, Montanuniversität Leoben, Austria; e-mail: [helmut.clemens@unileoben.ac.at](mailto:helmut.clemens@unileoben.ac.at)

## 1. Introduction

Two unrelated events were responsible for the idea and realization of this paper. The first was when I received the 2019 Sorby Award for contributions made throughout my career in the field of metallography and the second, drastic event was the outbreak of the coronavirus (COVID-19) pandemic in mid-March 2020, paralyzing Austria (and Europe) and leading to a temporary closure of Austria's universities. However, this gave the author the time he needed to put his "metallographic memoirs" on paper. This article covers an extensive range of materials and systems of materials, from functional semi-conductor materials and biological materials to traditional and innovative structural materials. Their development and characterization required the application of a broad range of metallographic techniques, in some cases supported by complementary techniques, enabling researchers to obtain detailed information on the microstructure and the related properties of the examined materials and systems of materials.

## 2- Materials and Metallographic Techniques

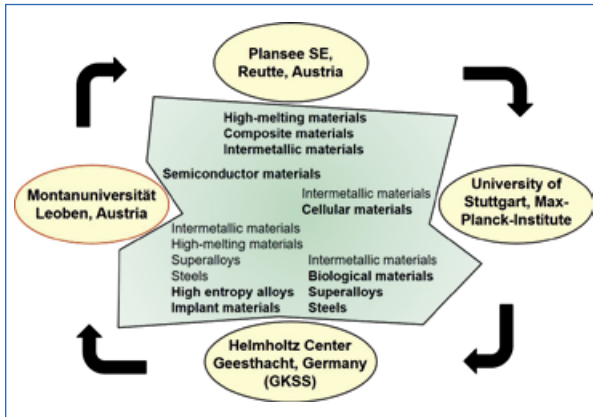
Fig. 1 outlines the author's career, starting with his diploma thesis at the Institute of Physics of Montanuniversität Leoben in 1980 and leading up to the present day. Each career step involved numerous and different materials and groups of materials which will be discussed in more detail in the following sections. The metallographic and complementary techniques employed throughout the author's career range from macroscopic structural analysis to the investigation of the atomic structure of microstructural constituents, see Fig. 2, and will also be discussed in more detail in the following sections. The selected images are representative results

## 1. Einleitung

Für die Idee und die Umsetzung des vorliegenden Artikels waren zwei Ereignisse verantwortlich, die nichts miteinander zu tun haben. Das erste Ereignis war die Verleihung des Sorby Awards 2019 für besondere Verdienste auf dem Gebiet der Metallographie und das zweite, tief einschneidende Ereignis war die Lahmlegung Österreichs (und Europas) durch den Corona-Virus (COVID-19) ab Mitte März 2020. Besonders das zweite Ereignis, welches eine zeitweise Schließung der Universitäten Österreichs zur Folge hatte, verschaffte dem Autor die nötige Zeit, seine „metallographischen Memoiren“ zu Papier zu bringen. Der Artikel beschreibt eine breite Palette an Werkstoffen und Werkstoffsystemen, von funktionalen Halbleitermaterialien, biologischen Werkstoffen bis hin zu klassischen und innovativen Konstruktionswerkstoffen. Für deren Entwicklung und Charakterisierung wurde ein weites Spektrum an metallographischen Methoden angewandt, in manchen Fällen ergänzt durch komplementäre Verfahren. Dadurch war es möglich, eine vollständige Information über das vorliegende Gefüge und die damit verbundenen Eigenschaften der untersuchten Werkstoffe und Werkstoffsysteme zu erhalten.

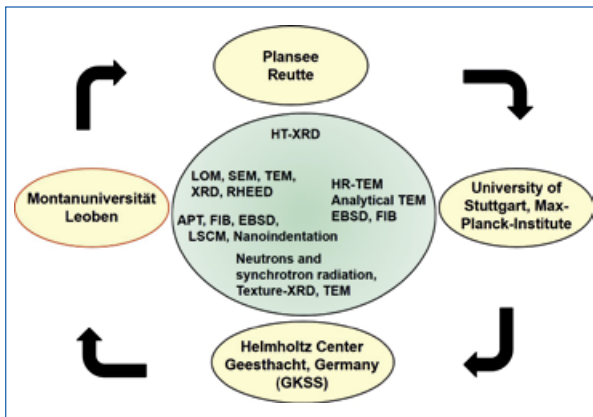
## 2. Werkstoffe und metallographische Methoden

Bild 1 zeigt die Stationen des Autors seit dem Beginn seiner Diplomarbeit im Jahr 1980 am Institut für Physik der Montanuniversität Leoben bis zum gegenwärtigen Zeitpunkt. Die einzelnen Stationen sind mit der Beschäftigung mit zahlreichen, unterschiedlichen Werkstoffen und Werkstoffgruppen verbunden, die in den folgenden Kapiteln ausführlich beschrieben werden. Die verwendeten metallographischen und komplementären Verfahren, die sich von der makroskopischen Gefügeanalyse bis zur Untersuchung des atomaren Aufbaus von Gefügebestandteilen erstrecken, sind in Bild 2 zusammengefasst. Auf die angewendeten Verfahren wird in weiterer Folge



**Fig. 1:** Summary of the author's academic career at different institutions, involving different materials and systems of materials and starting at Montanuniversitaet Leoben with materials for microelectronics, followed by research activities at Plansee SE (high-melting metals and their alloys, intermetallic materials,...), University Stuttgart (metal foams,...), Helmholtz-Zentrum Geesthacht (biological materials, Ni-base superalloys, steels,...) and ending with his current position back at Montanuniversitaet Leoben (implant materials, high entropy alloys,...).

**Bild 1:** Zusammenfassung der wissenschaftlichen Stationen des Autors und der damit verbundenen Werkstoffe und Werkstoffsysteme. Es beginnt an der Montanuniversität Leoben mit Materialien für die Mikroelektronik und endet nach Forschungstätigkeiten bei der Plansee SE (Hochschmelzende Metalle und deren Legierungen, intermetallische Werkstoffe,...), der Universität Stuttgart (Metallschäume,...), und dem Helmholtz-Zentrum Geesthacht (Biologische Werkstoffe, Superlegierungen auf Ni-Basis, Stähle,...) wieder an der Montanuniversität Leoben (Implantatwerkstoffe, Hochentropie-Legierungen,...).



**Fig. 2:** Metallographic as well as complementary techniques used in the development and characterization of the materials and systems of materials listed in Fig. 1. APT: Atom Probe Tomography; EBSD: Electron Back-Scatter Diffraction; FIB: Focused Ion Beam; HR: High Resolution; HT: High Temperature; LOM: Light Optical Microscope; LSCM: Laser Scanning Confocal Microscope; RHEED: Reflection High-Energy Electron Diffraction; SEM: Scanning Electron Microscope; TEM: Transmission Electron Microscope; XRD: X-Ray Diffraction.

**Bild 2:** Verwendete metallographische Methoden und komplementäre Verfahren, die zur Entwicklung und Charakterisierung der in Bild 1 angeführten Werkstoffe und Werkstoffsysteme herangezogen wurden. APT: Atom Probe Tomography (Atomsondentomographie); EBSD: Electron Back-Scatter Diffraction (Elektronenrückstreubeugung); FIB: Focused Ion Beam (Ionenfeinstrahlanlage); HR: High Resolution (hochauflösend); HT: High Temperature (Hochtemperatur); LOM: Light Optical Microscope (Lichtmikroskop, LiMi); LSCM: Laser Scanning Confocal Microscope (Konfokales Laserrastermikroskop); RHEED: Reflection High-Energy Electron Diffraction (Reflexionselektronenbeugung mit streifenden Strahleinfall); SEM: Scanning Electron Microscope (Rasterelektronenmikroskop, REM); TEM: Transmission Electron Microscope (Transmissionselektronenmikroskop); XRD: X-Ray Diffraction (Röntgenbeugung).

and demonstrate how well the employed examination methods performed with regard to a specific class of materials. For a more detailed description and interpretation of the obtained results respectively, see the referenced contributions by the author and his co-authors. The citations contained in those publications reflect the international scientific knowledge in the specific subject areas at the time.

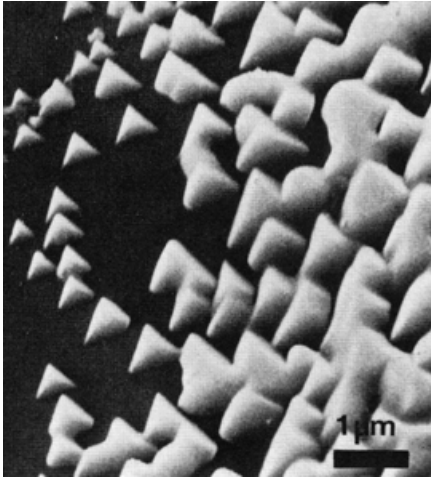
## 2.1 Montanuniversität Leoben (1980–1990)

In 1980, the author entered the world of academics when he started to write his diploma thesis at the Institute of Physics of Montanuniversität Leoben. The then Head of the Institute, Prof Dr Günther Bauer, introduced a new class of materials to Leoben, i.e. materials for microelectronics in the form of semiconductor materials. The topic of the author's diploma thesis translates as "The manufacture and characterization of IV-VI semiconductor heterostructures". Semiconductor compounds, consisting of elements of groups IV and VI of the periodic table such as binary PbTe, PbSe or ternary  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$ , had already gained in importance at the time due to their application as lasers and detectors. The scope of the diploma thesis was to design and build a system, enabling vapour phase epitaxial growth of single-crystal PbTe layers and PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Sn<sub>x</sub>Te heterostructures on a (111) oriented BaF<sub>2</sub> substrate in high-vacuum conditions. The aim was to achieve single-layer thicknesses of less than 50 nm within the planned multi-heterostructures (*Author's note:* Today, the term "nanotechnology" is familiar but had not been coined at the time, even though the Leoben Institute of Physics had already earned worldwide recognition for their fabrication and characterization of semiconductor heterostructures). In order to achieve the research objective set by the thesis, a modified Hot Wall

im Detail eingegangen. Die ausgesuchten Abbildungen stellen repräsentative Ergebnisse dar, um die Leistung der eingesetzten Untersuchungsmethoden für die jeweils untersuchte Werkstoffklasse zu demonstrieren. Für eine detaillierte Beschreibung bzw. Interpretation der erhaltenen Resultate wird auf die zitierten Publikationen des Autors und seiner Koautoren verwiesen. Die in den Publikationen enthaltenen Zitate spiegeln den internationalen Wissenstand wider, der zu jener Zeit auf dem betreffenden Fachgebiet geherrscht hat.

## 2.1 Montanuniversität Leoben (1980–1990)

Im Jahr 1980 begann für den Autor der Einstieg in die Wissenschaft, indem er mit seiner Diplomarbeit am Institut für Physik der Montanuniversität Leoben begann. Der damalige Institutsvorstand, Prof. Dr. Günther Bauer, brachte eine neue Werkstoffklasse nach Leoben, nämlich Werkstoffe der Mikroelektronik in Form von Halbleitermaterialien. Das Thema der Diplomarbeit war „Die Herstellung und Charakterisierung von IV-VI-Halbleiter-Heterostrukturen“. Verbindungshalbleiter aus Elementen der IV- und VI-Hauptgruppe des Periodensystems, wie binäres PbTe, PbSe oder ternäres  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$ , hatten zu dieser Zeit bereits Bedeutung wegen ihrer Anwendbarkeit als Laser und Detektoren gewonnen. Die Aufgabe der Diplomarbeit war es, eine Anlage zu konstruieren und zu bauen, die in der Lage war, unter Hochvakuumbedingungen aus der Dampfphase einkristalline PbTe-Schichten sowie PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Sn<sub>x</sub>Te-Heterostrukturen epitaktisch auf (111)-orientiertem BaF<sub>2</sub>-Substrat abzuscheiden. Die Dicke der Einzelschichten innerhalb der geplanten Mehrfachheterostrukturen sollte geringer als 50 nm sein (*Anmerkung:* Heute ist der Begriff „Nanotechnologie“ ein gängiger Terminus. Damals war die Bezeichnung noch nicht geboren, obwohl das Leobener Physikinstitut in der Herstellung und Charakterisierung von Halbleiter-Heterostrukturen bereits eine weltweit beachtete Rolle einnahm.). Für die Realisierung dieser Vorgaben wurde eine modifizierte „Hot Wall



**Fig. 3:** Outermost edge of a single-crystal PbTe layer epitaxially deposited on a (111) oriented BaF<sub>2</sub> substrate [2, 3]. The image was obtained using a SEM from JEOL 50A. Research was conducted at the Department Physical Metallurgy and Materials Testing at Montanuniversität Leoben in 1981. In 2003, the author was appointed Professor of Physical Metallurgy and Metallic Materials at the very same department.

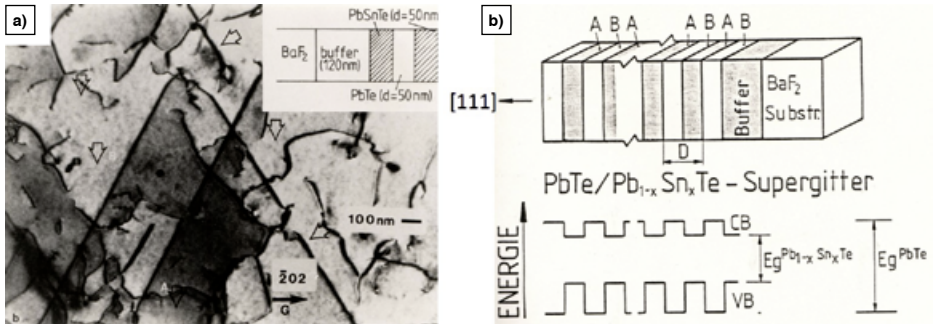
**Bild 3:** Äußerster Rand einer einkristallinen PbTe-Schicht, welche epitaktisch auf ein (111)-orientiertes BaF<sub>2</sub>-Substrat abgeschieden wurde [2, 3]. Für die Aufnahme wurde ein REM der Marke JEOL 50A verwendet. Die Untersuchungen wurden im Jahr 1981 am Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben durchgeführt, an welches der Autor im Jahr 2003 als Professor für Metallkunde und metallische Werkstoffe berufen wurde.

Epitaxy (HWE) system was built whose design and working principle are described in detail in Ref. [1], the author's first published contribution in a peer-reviewed journal. In order to determine the optimum deposition parameters for single-crystal layer growth, PbTe single layers of a layer thickness of only a few micrometres were grown in the initial stages of the diploma thesis. The substrate temperature was identified to be the main factor in layer quality and deposition rate. Fig. 3 is a SEM image of the outermost edge of a PbTe layer epitaxially grown on a (111) BaF<sub>2</sub> single-crystal substrate. As can be seen, the individual crystallites have the shape of three-sided pyramids, with the pyramid base corresponding to a (111) plane. The results of the diploma thesis were presented in the form of a lecture at the 6<sup>th</sup> International Metallography Conference in Leoben in 1982 and published in the proceedings – the author's very first published contribution [2].

In electronic components whose functional areas mainly consist of monocrystalline semiconductor materials, the number of defects, e.g. dislocations, is to be as low as possible. SEM [2, 3] and TEM exami-

Epitaxy (HWE)“ Anlage aufgebaut, deren Aufbau und Funktionsweise in [1], der ersten Veröffentlichung des Autors in einem begutachteten Journal, ausführlich beschrieben ist. Um die optimalen Abscheideparameter für einkristallines Schichtwachstum festlegen zu können, wurden zu Beginn der Diplomarbeit PbTe-Einzelschichten mit wenigen Mikrometern Schichtdicke hergestellt, wobei die Substrattemperatur den wesentlichsten Faktor für Schichtqualität und Abscheiderate dargestellt hat. Bild 3 zeigt eine REM-Aufnahme des äußersten Schichtrandes einer PbTe-Probe, die epitaktisch auf einem (111) BaF<sub>2</sub>-Einkristallsubstrat aufgewachsen war. Man erkennt, dass die einzelnen Kristallite die Form dreiseitiger Pyramiden aufweisen, wobei die Basisfläche einer (111)-Ebene entspricht. Die Ergebnisse der Diplomarbeit wurden 1982 bei der 6. Internationalen Metallographie-Tagung in Leoben in Form eines Vortrages vorgestellt, und der Beitrag im Tagungsband stellt die allererste Publikation des Autors dar [2].

In elektronischen Bauteilen, deren funktionale Bereiche meist aus einkristallinen Halbleitermaterialien bestehen, soll die Anzahl an Defekten, wie z.B. Versetzungen, so gering wie möglich sein. REM- [2, 3] und TEM-Untersuchungen [4]



**Fig. 4:** a) This TEM image of the sample, as shown in the schematic, reveals screw dislocations as well as misfit dislocations with pure edge character. These misfit dislocations are parallel to the (111) growth plane along  $\langle 110 \rangle$  directions [4]; b) Schematic layer sequence of a compositional PbTe/  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$  superlattice (top) and the corresponding electronic band structure [5]. CB: Conduction Band, VB: Valence Band, Eg: Energy Gap of the semiconductor materials used. Author's note for younger readers: At the time, illustrations were created using ink pens – a laborious task. Graphics software for personal computers had not yet been available.

**Bild 4:** a) In dieser TEM-Aufnahme kann man für die im Insert dargestellte Probe neben Schraubenversetzungen auch Fehlpassungsversetzungen mit reinem Stufencharakter erkennen. Diese Fehlpassungsversetzungen liegen parallel zur (111)-Aufwuchsebene entlang  $\langle 110 \rangle$ -Richtungen [4]; b) Schematische Darstellung der Schichtfolge eines kompositionellen PbTe/  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$ -Supergitters (oben) sowie das dazugehörige elektronische Bandschema [5]. CB: Conduction Band (Leitungsband), VB: Valence Band (Valenzband), Eg: Energy Gap (Energielücke) der verwendeten Halbleitermaterialien. Anmerkung an jüngere LeserInnen: Zu jener Zeit wurden die Abbildungen mit sogenannten Tuschestiften gezeichnet, was sehr mühevoll und zeitaufwändig war. Grafikprogramme am Computer waren noch nicht verfügbar.

nations [4] of PbTe single layers of different film thicknesses epitaxially grown on monocrystalline (111)  $\text{BaF}_2$  have shown that island growth occurs up to a thickness of 100–120 nm, then transforming into a homogeneous layer. When these islands grow together, dislocations will occur, exhibiting densities of approx.  $10^9 \text{ cm}^{-2}$ . The preparation of the TEM sample was rather laborious, see Ref. [4], as the thin films had to be removed from the substrate. After the formation of a homogeneous layer, three-dimensional island growth transitions into two-dimensional layer growth, resulting in an almost atomically flat surface. In order to characterize dislocations in multi-heterostructures, the sample in Fig. 4a was examined using TEM. First, a PbTe buffer layer of a thickness of 120 nm was deposited by means of HWE in order to achieve

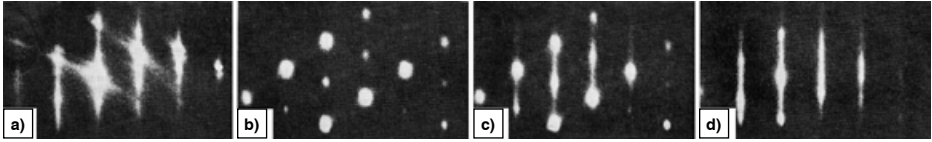
an PbTe-Einzelschichten mit unterschiedlichen Schichtdicken, welche epitaktisch auf einkristallinem (111)  $\text{BaF}_2$  abgeschieden wurden, haben gezeigt, dass bis zu einer Dicke von 100–120 nm Inselwachstum vorliegt, und sich danach eine homogene Schicht bildet. Beim Zusammenwachsen dieser Inseln entstehen Versetzungen, die eine Dichte von ca.  $10^9 \text{ cm}^{-2}$  aufweisen können. Die Präparation der TEM-Proben war recht aufwändig, siehe [4], da die dünnen Schichten vom Substrat gelöst werden mussten. Nach der Bildung einer homogenen Schicht geht das dreidimensionale Inselwachstum in ein zweidimensionales Schichtwachstum über, und es entsteht eine nahezu atomar glatte Oberfläche. Um Versetzungen in Mehrfachheterostrukturen charakterisieren zu können, wurde die im Insert von Bild 4a dargestellte Probe mittels TEM untersucht. Zuerst wurde mittels HWE eine PbTe- BUFFERSCHICHT mit einer Schichtdicke

dimensional layer growth for the following layers. Subsequently, the  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$  and  $\text{PbTe}$  single layers, as seen in the schematic of Fig. 4a, were grown. Single layer thicknesses were selected to be 15 nm and 50 nm, respectively. In the sample featuring thin single layers, only a few dislocations were found. They had already formed during the growth of the buffer layer and grew into the successive single layers. In contrast, the sample featuring thicker single layers, additionally showed so-called misfit dislocations, relieving part of the elastic stresses between the  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$  and  $\text{PbTe}$  single layers [4].

While the modified HWE system enabled the fabrication of multi-heterostructures, the first Molecular Beam Epitaxy (MBE system) was built in Austria within the scope of the thesis. This system was a MBE 1000 from French provider RIBER. Such a system enables the fabrication of artificial superlattice structures [5]. These superlattices are one-dimensional periodic structures, consisting of a periodic array of alternating layers of thin single-crystal layers with thicknesses of only a few nanometers which are characterized by either alternating compositions (compositional superlattices) [6], see Fig. 4b, or different doping (doping superlattices) [7]. The MBE system used for the thesis was equipped with a Reflection High Energy Electron Diffraction (RHEED) system. This technique enabled the author to conduct his first *in-situ* experiments on nucleation and growth of epitaxial layers. The RHEED technique uses electron energies between 10 and 50 keV. The indentation depth ranges from 3 to 10 nm. Such great indentation depths would usually lead to a loss of resolution. In order to prevent this, the RHEED technique relies on electron diffraction at a glancing angle. Fig. 5 shows the diffraction pattern obtained while grow-

von 120 nm abgeschieden, damit die folgenden Schichten ein zweidimensionales Schichtwachstum zeigen. Anschließend wurden die im Insert von Bild 4a dargestellten  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$ - bzw.  $\text{PbTe}$ -Einzelschichten aufgewachsen. Die Dicke der Einzelschichten wurde mit 15 nm bzw. 50 nm gewählt. Bei der Probe mit den dünnen Einzelschichten wurden nur wenige Versetzungen gefunden. Diese waren bereits während des Wachstums der Bufferschicht entstanden und wuchsen in die nachfolgenden Einzelschichten ein. Im Gegensatz dazu zeigte die Probe mit den dickeren Einzelschichten zusätzlich das Auftreten von sogenannten Fehlpasungsveretzungen (engl. misfit dislocations), die einen Teil der elastischen Verspannung zwischen den  $\text{Pb}_{1-x}\text{Sn}_x\text{Te}$ - und  $\text{PbTe}$ -Einzelschichten abbauten [4].

Während das modifizierte HWE-System für die Herstellung von Mehrfachheterostrukturen geeignet war, wurde im Rahmen der anschließenden Dissertation die erste Molekularstrahl-Epitaxieanlage (engl. Molecular Beam Epitaxy, MBE) in Österreich aufgebaut. Bei der Anlage handelte es sich um eine MBE 1000 der französischen Firma RIBER. Mit einem solchen System ist die Herstellung von künstlichen Supergitterstrukturen (engl. superlattice structures) möglich [5]. Diese Supergitter stellen eine eindimensionale, periodische Struktur dar, welche aus einer periodischen Abfolge dünner, einkristalliner Schichten mit Dicken von wenigen Nanometern besteht, die sich entweder durch eine abwechselnde Zusammensetzung (kompositionelle Supergitter) [6], siehe Bild 4b, oder eine unterschiedliche Dotierung (Dotierungsübergitter) [7] auszeichnen. Das verwendete MBE-System war mit einem Elektronenbeugungssystem (engl.: Reflection High Energy Electron Diffraction, RHEED) versehen. Mit Hilfe dieser Methode konnte der Autor seine ersten *in-situ* Versuche zur Keimbildung und zum Wachstum epitaktischer Schichten durchführen. Bei der RHEED-Technik werden Elektronen mit Energien zwischen 10 und 50 keV verwendet. Die Eindringtiefe liegt dann im Bereich von 3 bis 10 nm. So große Ein-



**Fig. 5:** RHEED diffraction patterns along the  $[110]$  azimuthal direction, obtained during the epitaxial growth of a  $\text{PbMnTe}$  layer on monocrystalline  $(111)$   $\text{BaF}_2$  substrate [6]: a)  $\text{BaF}_2$  substrate prior to the deposition process. The substrate temperature was  $350^\circ\text{C}$ . The occurrence of "streaks" indicates that the surface is almost atomically flat; b) 4 nm  $\text{PbMnTe}$  layer thickness: due to three-dimensional island growth and the resulting rough surface, diffraction spots occur (see text); c) 40 nm layer thickness: the islands grow together and surface roughness decreases again. As a result, streaks begin to form again; d) 100 nm layer thickness: the surface is atomically flat again and two-dimensional layer growth occurs.

**Bild 5:** RHEED Beugungsbilder, die während des epitaktischen Wachstums einer  $\text{PbMnTe}$ -Schicht auf einkristallinem  $(111)$   $\text{BaF}_2$ -Substrat erhalten wurden [6]. Für die Aufnahmen wurde der  $[110]$  Azimuth verwendet: a)  $\text{BaF}_2$ -Substrat vor Beginn des Beschichtungsvorganges. Die Substrattemperatur betrug  $350^\circ\text{C}$ . Das Auftreten von „Streaks“ deutet auf eine nahezu atomar glatte Oberfläche hin; b) 4 nm  $\text{PbMnTe}$ -Schichtdicke: wegen des dreidimensionalen Inselwachstums und der dadurch rauen Oberfläche treten Beugungspunkte auf (siehe Text); c) 40 nm Schichtdicke: die Inseln wachsen zusammen und die Oberflächenrauigkeit nimmt wieder ab. Als Konsequenz beginnen sich wieder Streaks zu bilden; d) 100 nm Schichtdicke: Die Oberfläche ist wieder nahezu atomar glatt, und es tritt zweidimensionales Schichtwachstum auf.

ing a  $\text{Pb}_{98.5}\text{Mn}_{0.15}\text{Te}$  layer on a monocrystalline  $(111)$   $\text{BaF}_2$  substrate [6]. The physical principle behind the observed diffraction patterns will not be further explored in this section; the reader is instead referred to the appropriate specialist literature. Fig. 5a shows the diffraction pattern of a  $\text{BaF}_2$  substrate at a temperature of  $350^\circ\text{C}$ . The image features so-called "streaks", indicating that the surface is almost atomically flat. Once the growth process of the layer has started, the diffraction pattern will change and evolve into spots, see Fig. 4b, indicating three-dimensional island growth, i.e. a rough surface. In this case, the electron beam transmits through the islands, producing a diffraction pattern of spots. With increasing layer thicknesses, Fig. 5c, the diffraction spots have already fused into streaks. This can be attributed to the fact that isolated islands grow together, leading to surface flattening as a result. Once a layer thickness of 100 nm is reached, the diffraction pattern will again be comprised of streaks, meaning that the surface is almost atomically flat again, and two-

dringtiefen würden normalerweise zum Verlust des Auflösungsverlusts führen. Um dies zu verhindern, wird bei der RHEED-Technik unter streifendem Einfall gebeugt. Bild 5 zeigt die Beugungsmuster, welche beim Wachstum einer  $\text{Pb}_{98.5}\text{Mn}_{0.15}\text{Te}$ -Schicht auf einem einkristallinen  $(111)$   $\text{BaF}_2$ -Substrat erhalten wurden [6]. Im Folgenden soll nicht im Detail auf den physikalischen Hintergrund der Entstehung der beobachteten Beugungsmuster eingegangen werden, hier sei auf die entsprechende Fachliteratur verwiesen. In Bild 5a ist das Beugungsbild des  $\text{BaF}_2$ -Substrats zu sehen, welches sich auf einer Temperatur von  $350^\circ\text{C}$  befand. Man erkennt das Auftreten von sogenannten „Streaks“, was auf das Vorliegen einer nahezu atomar glatten Oberfläche hinweist. Nachdem der Wachstumsprozess der Schicht begonnen hat, ändert sich das Beugungsbild, und es entstehen Punkte, Bild 4b, was auf ein dreidimensionales Inselwachstum, d.h. eine raue Oberfläche, hinweist. Es tritt Durchstrahlungsbeugung auf, was eben zu dem aus Punkten bestehenden Beugungsbild führt. Mit zunehmender Schichtdicke, Bild 5c, werden die Beugungspunkte bereits durch Streaks

dimensional growth of the PbMnTe layer occurs. The *in-situ* RHEED experiments directly confirmed the conclusions about the epitaxial growth of IV-VI semiconductor materials on monocrystalline (111) BaF<sub>2</sub> which had already been derived indirectly from results obtained by SEM and TEM examinations [3, 4].

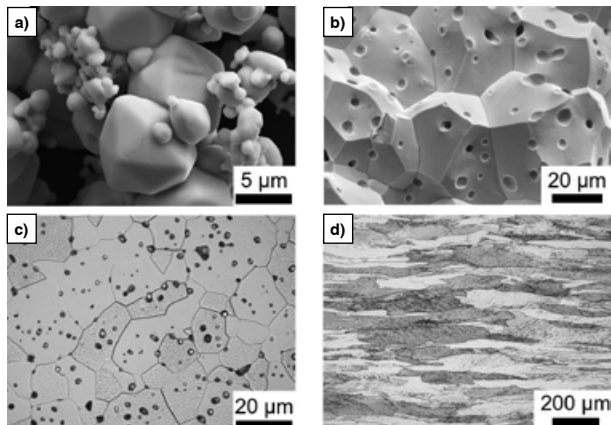
## 2.2 Plansee SE (1990–1998)

Moving out of the university environment into an industry job meant a decisive step away from functional materials and semiconductor technology on a laboratory scale towards structural materials and industrial-scale powder metallurgy. Fig. 6 is a schematic, summarizing the powder-metallurgical fabrication and processing of technically pure Mo used in lighting technology, medical engineering, furnace manufacturing, and as sputtering target in the production of flat-screen monitors and many other applications. Fig. 6a is a SEM image of the Mo starting powder, produced by a two-step reduction process where MoO<sub>3</sub> is reduced by hydrogen. Subsequently, the powder was compacted to form a "green part" and then sintered in a reducing atmosphere below melting point. The fracture surface of a sintered part is shown in Fig. 6b. As can be seen, pores are left in the solid material after the pressureless sintering process and referred to as sinter porosity. The sintered structure is seen in a LOM image in Fig. 6c. This sample, too, exhibits sinter porosity. In order to close these open pores and to achieve a fully compacted part, sintering is followed by hot working. The microstructure found in Mo sheet material after rolling, for example, is shown in Fig. 6d. As can be seen,

verbunden, was auf das Zusammenwachsen der Inseln und eine damit einhergehenden Ein-ebnung der Oberfläche zurückgeführt werden kann. Nachdem eine Schichtdicke von 100 nm erreicht wurde, besteht das Beugungsbild wieder aus Streaks, d. h. die Oberfläche ist wieder nahezu atomar glatt, und es liegt ein zweidi-mensionales Wachstum der PbMnTe-Schicht vor. Die *in-situ* RHEED Experimente haben in direkter Weise diejenigen Schlussfolgerungen zum epitaktischen Wachstum von IV-VI-Halb-leitermaterialien auf einkristallinem (111) BaF<sub>2</sub> bestätigt, welche zuvor indirekt aus den Re-sultaten von REM- und TEM-Untersuchungen abgeleitet worden waren [3, 4].

## 2.2 Plansee SE (1990–1998)

Der Wechsel von der Universität in die Indus-trie war nachhaltig, d. h. ein großer Schritt von Funktionswerkstoffen zu Konstruktionswerk-stoffen und von der Halbleitertechnologie im Labormaßstab zur Pulvermetallurgie im Industriemaßstab. Bild 6 fasst exemplarisch die pulvermetallurgische Herstellung und Ver-arbeitung von technisch reinem Mo zusammen, so wie es in der Lichttechnik, der Medizintechnik, im Ofenbau, als Sputtertarget bei der Her-stellung von Flachbildschirmen und in vielen anderen Anwendungen eingesetzt wird. Bild 6a zeigt eine REM-Aufnahme des Mo-Ausgangs-pulvers, welches durch einen zweistufigen Reduktionsprozess von MoO<sub>3</sub> mit Wasserstoff hergestellt wurde. In weiterer Folge wurde das Pulver zu einem „Grünling“ verdichtet und da-nach in einer reduzierenden Atmosphäre unter-halb des Schmelzpunktes gesintert. Die Bruch-fläche des sogenannten Sinterlings gibt Bild 6b wieder. Man erkennt das Vorliegen von Poren, die nach dem drucklos verlaufenden Sinter-prozess im Feststoff vorhanden sind und als Sinterporosität bezeichnet werden. Das Sinter-gefüge ist in Bild 6c dargestellt, wobei es sich hier um eine LiMi-Aufnahme handelt. Auch hier ist die verbliebene Sinterporosität erkennbar. Um die Sinterporosität zu schließen und ein voll-ständig verdichtetes Halbzeug zu erhalten, wird nach dem Sinterprozess eine Warmumformung durchgeführt. Das Gefüge, wie es beispielswei-



**Fig. 6:** Powder-metallurgical fabrication and processing of technically pure Mo: a) SEM image of the starting powder produced by a two-step reduction of  $\text{MoO}_3$  by hydrogen; b) Fracture surface of a Mo sintered part. The sintered pores are clearly visible (SEM image); c) LOM image of the sinter structure; d) sintered base after hot working, featuring elongated grains and the absence of sintered pores which were closed during the forming process (LOM image). The author would like to thank W. Knabl (Plansee SE) for making these images available to him.

**Bild 6:** Pulvermetallurgische Herstellung und Verarbeitung von technisch reinem Mo: a) REM-Aufnahme des Ausgangspulvers, welches aus  $\text{MoO}_3$  durch eine zweistufige Reduktion mit Wasserstoff gewonnen wurde; b) Bruchfläche eines Mo-Sinterlings. Deutlich sind die Sinterporen erkennbar (REM-Aufnahme); c) LiMi-Bild des Sintergefüges; d) Sinterling nach der Warmumformung. Man erkennt die langgestreckten Körner und das Fehlen von Sinterporen, die während der Umformung geschlossen wurden (LiMi-Aufnahme). Der Autor bedankt sich bei W. Knabl (Plansee SE) für das Zurverfügungstellen der Aufnahmen.

the forming process led to grain elongation and the absence of porosity. The metallographic preparation process for subsequent LOM, SEM and TEM examinations is described in detail in the following referenced contributions and citations respectively: [8, 9, 10].

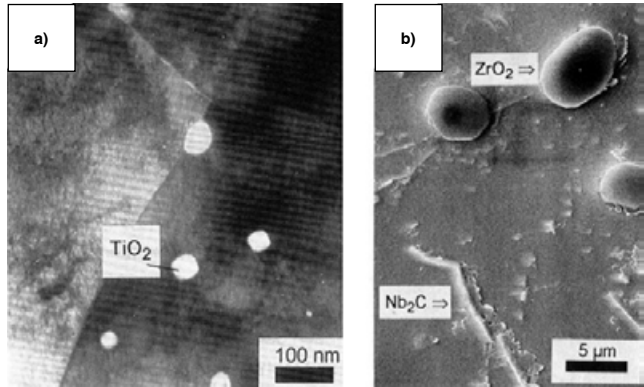
At the beginning of his career at Plansee SE, the author focused on the characterization of oxide dispersion strengthened (ODS) Ta [11]. Ta is a body-centred cubic (bcc) metal, offering a number of special properties such as a high melting point (2996°C), excellent corrosion resistance and biocompatibility as well as good workability and processability. However, there are limitations with regard to potential fields of application due to tantalum's relatively low strength, particularly at high temperatures. Therefore, a basic research project was done, examining the influence of oxide particles on the strengthening of the Ta matrix. The oxides used for this project were  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  and

se nach dem Walzen in einem Mo-Blech vorliegt, zeigt Bild 6d. Man erkennt die durch die Umformung langgestreckten Körner und das Fehlen von Porosität. Details der metallographischen Präparation für anschließende Untersuchungen mittels LiMi, REM und TEM werden in den folgenden Arbeiten bzw. den darin zitierten Literaturstellen beschrieben [8, 9, 10].

Zu Beginn seiner Tätigkeit bei Plansee SE hat sich der Autor mit der Charakterisierung von ODS-Ta beschäftigt [11], wobei ODS für Oxide Dispersion Strengthened steht. Das kubisch-raumzentrierte (krz) Metall Ta weist eine Reihe von besonderen Eigenschaften auf, wie einen hohen Schmelzpunkt (2996°C), ausgezeichnete Korrosionsbeständigkeit und Biokompatibilität sowie gute Ver- und Bearbeitbarkeit. Durch die vergleichsweise geringe Festigkeit, besonders bei hohen Temperaturen, werden jedoch potentielle Anwendungsgebiete eingeschränkt. Aus diesem Grund wurde in einem Grundlagenprojekt der Einfluss von Oxidteilchen auf die Verfestigung der Ta-Matrix untersucht. Die Auswahl der verwendeten Oxide,

**Fig. 7:** a) TEM image of  $\text{TiO}_2$  particles in recrystallized Ta 1 vol%  $\text{TiO}_2$  sheet material [11]; b) SEM image of  $\text{ZrO}_2$  and  $\text{Nb}_2\text{C}$  particles, as present in the Nb-20W-1Zr-0.135C alloy after sintering [14].

**Bild 7:** a) TEM-Aufnahme von  $\text{TiO}_2$ -Teilchen in einem rekristallisierten Ta 1 Vol%  $\text{TiO}_2$ -Blech [11]; b) REM-Bild von  $\text{ZrO}_2$ - und  $\text{Nb}_2\text{C}$ -Partikeln, wie sie in der Nb-20W-1Zr-0.135C-Legierung nach dem Sintervorgang vorliegen [14].



$\text{HfO}_2$  and were selected based on thermodynamic model calculations. The amount of oxide powder was determined in such a way that the oxides are largely dissolved in the Ta matrix during sintering and subsequent heat treatments, i. e. offering the possibility of precipitation hardening. Fig. 7a is an example of a TEM image, showing a recrystallized Ta sample with 1 vol%  $\text{TiO}_2$ . The particles have a spherical character, with their average particle size ranging between 40 and 50 nm. Due to the fineness of the particles, significant strengthening occurred at room temperature and elevated temperatures. Details on powder-metallurgical fabrication, microstructural characterization and mechanical properties are found in Ref. [11].

Another research project, which would have been impossible without the use of comprehensive metallographic techniques, was the development of high-temperature fasteners for the “hot” structure of reusable spacecrafts. The development of a European space shuttle, that went by the name HERMES, was cancelled after a technology phase due to high costs, however. These fasteners, consisting of a bolt, washer and nut, were designed to withstand temperatures of up to 1450 °C for a certain period of application. At the beginning of

$\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  and  $\text{HfO}_2$ , erfolgte durch thermodynamische Modellrechnungen. Die Menge an Oxidpulver wurde so festgelegt, dass während des Sinterprozesses und bei nachfolgenden Wärmebehandlungen die Oxide überwiegend gelöst in der Ta-Matrix vorliegen, d. h. es liegt die Möglichkeit einer Ausscheidungshärtung vor. Bild 7a zeigt beispielhaft eine TEM-Aufnahme, die an einer rekristallisierten Ta-Probe mit 1 vol.%  $\text{TiO}_2$  gemacht wurde. Die Teilchen weisen einen sphärischen Charakter auf, ihre mittlere Teilchengröße liegt zwischen 40 und 50 nm. Aufgrund der Feinheit der Teilchen trat bei Raumtemperatur und erhöhten Temperaturen eine deutliche Festigkeitssteigerung auf. Einzelheiten zur pulvermetallurgischen Herstellung, zur Charakterisierung der Mikrostruktur und zu den mechanischen Eigenschaften können in [11] nachgelesen werden.

Ein weiteres Projekt, welches ohne den Einsatz umfangreicher metallographischer Methoden nicht möglich gewesen wäre, war die Entwicklung von Hochtemperaturbefestigungselementen für die „heiße“ Struktur von wiederverwendbaren Raumfahrzeugen. Die Entwicklung einer europäischen Raumfähre lief unter der Projektbezeichnung HERMES, die aber wegen der hohen Kosten nach einer Technologiephase abgebrochen wurde. Solche Befestigungselemente, die aus Schraube, Beilagscheiben und Mutter bestanden, sollten für einen bestimmten Anwendungszeitraum Temperaturen bis zu

the project, two alloys which had already been used successfully as nozzle materials in satellites and rockets, were tested: Ta-10W and Cb752 (Nb-10W-2.5Zr), with both compositions given in mass percent (m%) [12]. Both types of alloys are solid-solution-strengthened materials. Ta-10W has a high-temperature strength which is superior to that of Cb752. A disadvantage, however, is its significantly higher specific mass. Due to the inferior oxidation behaviour of both alloys, different protective layer systems (e.g. SiC/TiN multilayer systems, noble metal films and silicide films) had to be developed simultaneously. A detailed description is found in Ref. [13]. During a further project stage, Plansee developed its very own Nb-base alloy so that the operating temperature could be further increased [14]. In order to enhance solid solution strengthening as well as the melting point, the W content in the niobium matrix was increased to 20 m%. Moreover, small additions of Zr and C were added, offering the possibility of strengthening by very fine (Zr,Nb)C precipitates. As with ODS Ta, the necessary concentrations were estimated based on thermodynamic calculations, resulting in an alloy composition of Nb-20W-1Zr-0.135C (in m%). SEM examinations, see Fig. 7b, have shown that  $\text{ZrO}_2$  and  $\text{Nb}_2\text{C}$  particles were present in the alloy after sintering, meaning that part of the Zr is bound by O that is present in the powder. Subsequently, it was shown that a suitable heat treatment dissolves  $\text{Nb}_2\text{C}$  particles, enabling the formation of very fine (Zr, Nb) C precipitates which, together with an increased W content, result in a significant improvement of the high-temperature properties [14].

The beginning of the year 1991 saw an event that would have a lasting effect on the author's future scientific development. He became research manager and was in

1450°C aushalten. Zu Beginn des Projektes wurden zwei Legierungen getestet, die bereits erfolgreich als Düsenmaterialien bei Satelliten und Raketen eingesetzt wurden, nämlich Ta-10W und Cb752 (Nb-10W-2.5Zr), wobei beide Zusammensetzungen in Masseprozent (m.%) angegeben sind [12]. Bei diesen Legierungstypen handelt es sich um mischkristallverfestigte Werkstoffe. Ta-10W besitzt zwar eine höhere Warmfestigkeit als Cb752, hat jedoch den Nachteil einer deutlich höheren spezifischen Masse. Wegen des schlechten Oxidationsverhaltens beider Legierungen mussten zeitgleich unterschiedliche Schutzschichtsysteme (z. B. SiC/TiN-Mehrfachschichten, Edelmetallschichten und Silizidschichten) entwickelt werden, die ausführlich in Referenz [13] beschrieben werden. In einer weiteren Projektphase wurde eine eigene Nb-Basislegierung entwickelt, damit die Einsatztemperatur noch weiter erhöht werden kann [14]. Um die Mischkristallverfestigung sowie den Schmelzpunkt zu steigern, wurde der Gehalt an W in der Niobmatrix auf 20 m.% angehoben. Des Weiteren wurden geringe Mengen an Zr und C hinzulegiert, damit die Möglichkeit einer Verfestigung mittels feinsten (Zr,Nb) C-Ausscheidungen besteht. Die notwendigen Konzentrationen wurden, wie im Fall von ODS-Ta, durch thermodynamische Berechnungen abgeschätzt, wodurch die Legierungszusammensetzung mit Nb-20W-1Zr-0.135C (in m.%) festgelegt werden konnte. REM-Untersuchungen, siehe Bild 7b, haben gezeigt, dass nach dem Sintervorgang  $\text{ZrO}_2$ - und  $\text{Nb}_2\text{C}$ -Partikel in der Legierung vorliegen, d. h. ein Teil des Zr wird durch den im Pulver vorhandenen O abgegeben. In weiterer Folge konnte gezeigt werden, dass durch eine geeignete Wärmebehandlung die  $\text{Nb}_2\text{C}$ -Partikel aufgelöst und feinste (Zr, Nb) C-Ausscheidungen erzeugt werden können, die in Kombination mit dem erhöhten W-Gehalt eine deutliche Verbesserung der Hochtemperatureigenschaften bewirken [14].

Zu Beginn des Jahres 1991 trat ein Ereignis ein, welches die zukünftige wissenschaftliche Entwicklung des Autors nachhaltig veränderte. Er wurde zum verantwortlichen Leiter jener Projek-

charge of those projects, dealing with the development of intermetallic materials. In concrete terms, he oversaw two ambitious projects with scientifically and technologically very different aims. The first project focused on the ductilization of NiAl at room temperature. The intermetallic phase NiAl (ordered bcc B2 crystal lattice structure) was thought to have great application potential as a high-temperature material (max. application temperature of approx. 1250°C) due to its high melting point (1638°C), low density (5.8 g/cm<sup>3</sup>) and high Al content (oxidation resistance). However, polycrystalline NiAl exhibits mainly brittle fracture behaviour at room temperature. This behaviour can be explained, among other things, by the fact that only three slip systems independent of each other exist at low temperatures, thus not satisfying the von Mises yield criterion for plastic deformation of polycrystalline materials. The activation of further slip systems and an enhanced mobility of dislocations is observable at higher temperatures only, meaning that NiAl exhibits ductile behaviour in this case. In order to ductilize NiAl, different methods, which are not further specified in this article, were proposed by the project partners involved. Plansee SE investigated the possibility of improving room-temperature ductility by coarse and tough second-phase particles, acting as crack stoppers. The key results of the metallographic characterization of the microstructure are summarized in Ref. [15] while Ref. [16] outlines the resulting mechanical properties. By the way, Ref. [15] is the author's first published contribution to the study of intermetallic high-temperature materials.

The second development project focused on the production of intermetallic titanium aluminide (TiAl) sheet and film material. Research was conducted as part of the "SÄNGER" project, a technology study for a hypersonic aircraft. At the beginning of the 1990s, there had not yet been any break-

te ernannt, die sich mit der Entwicklung intermetallischer Werkstoffe beschäftigten. Konkret waren es zwei große Projekte, die wissenschaftlich und technologisch sehr unterschiedliche Ziele verfolgten. Das erste Projekt beschäftigte sich mit der Duktilisierung von NiAl bei Raumtemperatur. Der intermetallischen Phase NiAl (geordnete krz B2-Kristallstruktur) wurde wegen des hohen Schmelzpunktes (1638°C), der geringen Dichte (5,8 g/cm<sup>3</sup>) und des hohen Al-Gehaltes (Oxidationsbeständigkeit) ein großes Anwendungspotential als Hochtemperaturwerkstoff zugesprochen (max. Anwendungstemperatur ca. 1250°C). Polykristallines NiAl zeigt bei Raumtemperatur jedoch überwiegend sprödes Bruchverhalten. Dies kann unter anderem dadurch erklärt werden, dass bei niedrigen Temperaturen nur drei voneinander unabhängige Gleitsysteme vorliegen, wodurch das von-Mises-Kriterium für die plastische Verformung polykristalliner Materialien nicht erfüllt wird. Die Aktivierung weiterer Gleitsysteme bzw. eine verstärkte Versetzungsbeweglichkeit ist erst bei höheren Temperaturen zu beobachten, wodurch NiAl dann duktiles Verhalten zeigt. Um NiAl zu duktilisieren, wurden von den beteiligten Projektpartnern unterschiedliche Wege vorgeschlagen, die an dieser Stelle nicht weiter diskutiert werden. Bei Plansee SE wurde untersucht, ob die Raumtemperaturduktilität durch den Einbau von groben, zähen Zweitphasenteilchen, die als Rissstopper wirken sollen, gesteigert werden kann. Die wesentlichen Ergebnisse der metallographischen Gefügecharakterisierung sind in [15] zusammengefasst, und auf die erhaltenen mechanischen Eigenschaften wird in [16] eingegangen. Referenz [15] ist übrigens die erste Veröffentlichung, die der Autor zum Thema intermetallische Hochtemperaturwerkstoffe verfasst hat.

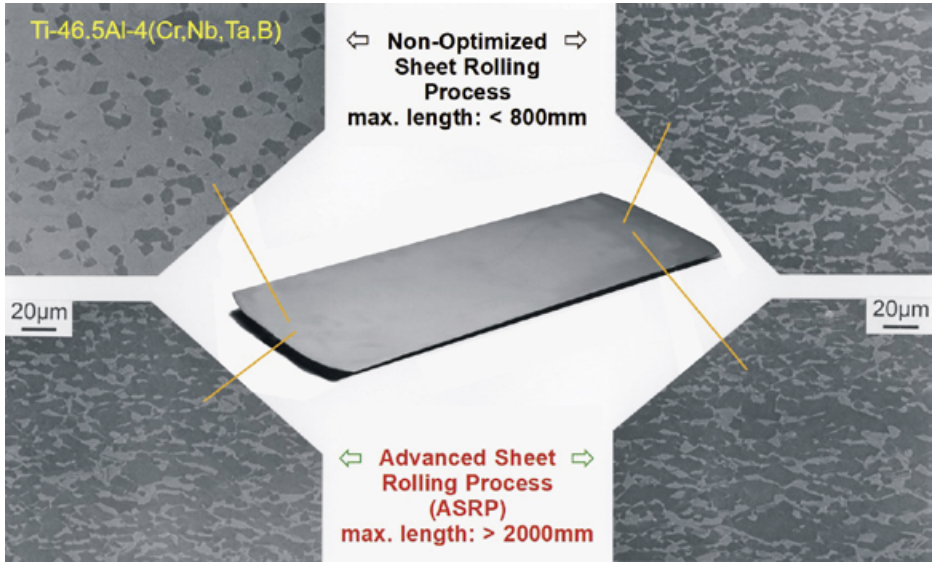
Das zweite Entwicklungsprojekt beschäftigte sich mit der Herstellung von Blechen und Folien aus intermetallischem Titanaluminid (TiAl). Die Arbeiten wurden im Rahmen des „SÄNGER“-Projektes durchgeführt, welches eine Technologiestudie für ein Hyperschallflugzeug war. Weltweit hat es zu Beginn der 90er-Jahre des

through in the production of TiAl sheets as forming of this sheet material was simply not possible using conventional hot rolling mills. The heat loss usually experienced during hot rolling inevitably led to cracking of the starting material when the usual rolling speeds were used. Taking into account the characteristics of TiAl alloys with regard to forming, a new rolling process was developed, using specially designed capsules and allowing processing on an industrial rolling mill. This so-called "Advanced Sheet Rolling Process" (ASRP) enabled the processing of sheets made of different TiAl alloys. The biggest sheet dimensions achieved were 2000 mm x 500 mm x 1 mm, a world record that, even by today's standards, probably still stands. The following references focus extensively on sheet production and the mechanical properties of the sheets: [17–25]. It should be noted that a very fruitful cooperation with the Materials Science and Technology Department of Hamburg University of Technology was established at the time which lasted for many years and which significantly contributed to the understanding of the material-physical properties of this class of materials, see e. g. Ref. [26].

Fig. 8 shows SEM images, illustrating the advantages of ASRP compared to the traditional hot rolling process. At the top left and right of the image, there are two SEM micrographs obtained in back-scattered electron (BSE) mode, showing two different phases: the dark phase is  $\gamma$ -TiAl ( $L1_0$  crystal lattice structure) and the light phase is  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al ( $DO_{19}$  crystal lattice structure) at room temperature. It should be emphasized that at this rolling temperature, the ordered  $\alpha_2$ -phase occurs as the unordered, hexagonal  $\alpha$  phase. Relatively rapid cooling after rolling caused the phase fractions, as present during the forming process, to "freeze". As can be clearly seen, the left-hand side of

letzten Jahrhunderts noch keinen Durchbruch bei der Herstellung von TiAl-Blechen gegeben, da die Umformung dieses Werkstoffes auf konventionellen Warmwalzwerken einfach nicht möglich war. Die normalerweise auftretenden Temperaturverluste beim Warmwalzen führten bei den üblichen Umformgeschwindigkeiten unweigerlich zum Versagen des eingesetzten Vormaterials durch Rissbildung. Um auf die Besonderheiten von TiAl-Legierungen beim Umformen Rücksicht zu nehmen, wurde ein spezieller Kapselwalzprozess entwickelt, der auf industriellen Walzgerüsten durchführbar war. Mit diesem sogenannten „Advanced Sheet Rolling Process (ASRP)“ konnten Bleche aus unterschiedlichen TiAl-Legierungen hergestellt werden. Die größten Blechdimensionen beliefen sich auf 2000 mm x 500 mm x 1 mm, was wohl noch heute den gültigen Weltrekord darstellt. Auf die Blechherstellung und die mechanischen Eigenschaften der Bleche wird in den folgenden Veröffentlichungen umfangreich eingegangen: [17–25]. An dieser Stelle sei angemerkt, dass zu dieser Zeit eine sehr fruchtbare Zusammenarbeit mit dem Department für Materialwissenschaft und Technologie der Technischen Universität Hamburg-Harburg begonnen wurde, die viele Jahre bestand und welche wesentlich zum materialphysikalischen Verständnis dieser Werkstoffklasse beigetragen hat, z. B. siehe [26].

Bild 8 zeigt anhand von REM-Aufnahmen den Vorteil des ASRP gegenüber einem herkömmlichen Warmwalzprozess. Im oberen Teil des Bildes sind links und rechts zwei REM-Bilder dargestellt, die im Rückstreuелеlektronenkontrast (RE-Kontrast) (engl. back-scattered electrons, BSE) aufgenommen wurden. Man erkennt, dass zwei Phasen vorliegen: Eine dunkle Phase, die der  $\gamma$ -TiAl-Phase ( $L1_0$  Kristallstruktur) entspricht, und eine helle Phase, die bei Raumtemperatur die  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al Phase ( $DO_{19}$  Kristallstruktur) darstellt. An dieser Stelle muss darauf hingewiesen werden, dass bei der Walztemperatur die geordnete  $\alpha_2$ -Phase als ungeordnete, hexagonale  $\alpha$ -Phase vorliegt. Durch das relativ schnelle Abkühlen nach dem Walzen wurden die bei der



**Fig. 8:** Phase ratios as present during hot rolling of TiAl sheets (see text). The SEM images were obtained in BSE mode, with the light phase being  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al at room temperature and occurring as the un-ordered, hexagonal  $\alpha$ -phase at forming temperature. The dark phase is  $\gamma$ -TiAl [27]. The TiAl alloy (given in at.%) in the top left corner of the SEM image was developed by the author during his time at Plansee SE. This alloy is used until the present day in motor racing applications.

**Bild 8:** Vorliegende Phasenverhältnisse beim Warmwalzen von TiAl-Blechen (siehe Text). Die REM-Bilder wurden im Rückstreuелеlektronenkontrast aufgenommen. Die helle Phase entspricht bei Raumtemperatur der  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al-Phase, die bei Umformtemperatur als ungeordnete, hexagonale  $\alpha$ -Phase vorliegt. Die dunkle Phase repräsentiert die  $\gamma$ -TiAl-Phase [27]. Die im linken oberen REM-Bild angegebene TiAl-Legierung (Angaben in at.%) wurde vom Autor während seiner Tätigkeit bei Plansee SE entwickelt. Diese Legierung wird noch heute in Rennsportanwendungen eingesetzt.

the sheet which first entered the roll opening after pre-heating exhibits a higher fraction of the  $\alpha$  ( $\alpha_2$ )-phase. The rear of the sheet exhibits a much smaller fraction of the light phase, suggesting, in accordance with the phase diagram, that a significant heat loss, i. e. a temperature drop occurred during the rolling process. This consequently limits the maximum achievable sheet length. The bottom of the image shows the conditions under which ASRP was performed. Both SEM images indicate that the forming temperature during rolling was almost constant and that the present phase fractions are no longer dependent on sheet length. This means that

Umformung vorliegenden Phasenanteile „eingefroren“. Man erkennt deutlich, dass die linke Seite des Bleches, welche nach dem Vorwärmen zuerst in den Walzspalt gelaufen ist, einen höheren Anteil an  $\alpha$  ( $\alpha_2$ )-Phase aufweist. Das Blechende zeigt einen deutlich geringen Anteil an heller Phase, was entsprechend dem Phasendiagramm auf einen deutlichen Wärmeverlust, d. h. einen Temperaturabfall während des Walzprozesses, hinweist. Dies begrenzt in Folge die maximal herstellbare Blechlänge. Im unteren Teil des Bildes erkennt man die Verhältnisse, welche beim ASRP vorgelegen haben. Man erkennt aus den beiden REM-Bildern, dass die Umformtemperatur während des Walzprozesses

ASRP enables a quasi-isothermal forming process on conventional roll stands at relatively high rolling speeds.

This section will not further explore the metallography of TiAl alloys as this has been the subject of three papers written by the author and his co-authors and published as the so-called "Metallographic TiAl Trilogy" in *Practical Metallography* over the past few years, see Refs. [27, 28, 29]. These publications provide the readers with insights into the importance of metallography and its broad range of methods for the development and characterization of this innovative class of materials.

### 2.3 University Stuttgart/Max-Planck-Institute for Metals Research (1998–2000)

After his move to the Institute for Physical Metallurgy of the University of Stuttgart, the author's focus remained on the study of intermetallic TiAl alloys. The key focus was on fundamental studies on creep behaviour as well as new alloy design concepts. In the context of creep behaviour, the impact of differently spaced  $\gamma/\alpha_2$  lamellae in a fully lamellar  $\gamma$ -TiAl-base alloy was examined [30, 31]. SEM examinations were employed to characterize the original microstructure. TEM was used in order to determine the average lamellar spacing, ranging between 140 nm and 1.2  $\mu\text{m}$  [30]. After creep testing, selected samples were examined using conventional TEM and high-resolution (HR) TEM in order to study the present dislocations and their behaviour and to characterize occurring microstructural instabilities [32, 33]. Another method used on TiAl alloys at the Max-Planck-Institute for Metals Research was mechanical spectroscopy – also known as "internal friction" measurements – allowing conclusions about dislocation activities and atomic site exchange processes [34]. The same method was later employed to estimate creep activation en-

ses nahezu konstant gehalten werden konnte, und die vorliegenden Phasenanteile nicht mehr von der Blechlänge abhängen. Dies bedeutet, dass der ASRP ein quasi isothermes Umformen auf konventionellen Walzgerüsten bei relativ hohen Walzgeschwindigkeiten erlaubt.

An dieser Stelle wird nicht weiter auf die Metallographie von TiAl-Legierungen eingegangen, da sie vom Autor und seinen Koautoren im Laufe der letzten Jahre in der Praktischen Metallographie als „TiAl-Metallographie Trilogie“ veröffentlicht wurde, siehe [27, 28, 29]. Diese Arbeiten erlauben dem Leser nachzuvollziehen, wie wichtig die Metallographie und ihr breites Methodenspektrum für die Entwicklung und Charakterisierung dieser innovativen Werkstoffklasse war.

### 2.3 Universität Stuttgart/Max-Planck-Institut für Metallforschung (1998–2000)

Nach dem Wechsel zum Institut für Metallkunde an der Universität Stuttgart stand die Forschung an intermetallischen TiAl-Legierungen weiter im Vordergrund. Schwerpunkte waren grundlegende Studien zum Kriechverhalten sowie neue Ansätze zur Legierungsentwicklung. Beim Kriechverhalten wurde der Einfluss des  $\gamma/\alpha_2$ -Lamellenabstandes in einer volllamellaren  $\gamma$ -TiAl-Basislegierung untersucht [30, 31]. Mit Hilfe von REM-Untersuchungen wurde das Ausgangsgefüge charakterisiert. TEM wurde herangezogen, um die mittleren Lamellenabstände, die sich im Bereich von 140 nm bis 1,2  $\mu\text{m}$  bewegten, zu bestimmen [30]. Nach den Kriechversuchen wurden ausgewählte Proben mittels konventionellem TEM und hochauflösendem (engl. high resolution) HR-TEM untersucht, um einerseits die vorliegenden Versetzungen und deren Verhalten zu studieren, und andererseits auftretende mikrostrukturelle Instabilitäten zu charakterisieren [32, 33]. Eine weitere Untersuchungsmethode, die am Max-Planck-Institut für Metallforschung für die TiAl-Legierungen angewendet wurde, war die mechanische Spektroskopie – auch Messung der „Inneren Reibung“ genannt. Mit diesem Verfahren konnten Schlüsse über Versetzungsaktivitäten

ergy. This proved to be beneficial for further alloy development as the need for time-consuming and costly creep tests could be reduced to some extent [35, 36].

In addition to creep behaviour, fundamental research on the deformation behaviour of TiAl alloys at room temperature was conducted, including mechanical twinning under compressive stress using acoustic emission measurements to enable *in-situ* monitoring of the onset of twinning [37]. The observed mechanical twins and their density were subsequently characterized using TEM examinations. Micromechanical modelling of twinning as a result of compression testing was performed as part of a cooperation project with the Institute of Mechanics of Montanuniversitaet Leoben. It was found that the experimentally determined onset of twinning could be accurately described by the model [38].

During the TiAl alloy design process, a first step was made towards a  $\beta$ -containing alloy variant [39, 40, 41]. Extrusion of these alloys showed that very low pressure was required during the process, a fact that could be attributed to the presence of the disordered bcc  $\beta$ -phase. For more details on this new class of TiAl alloys, see section 2.5.

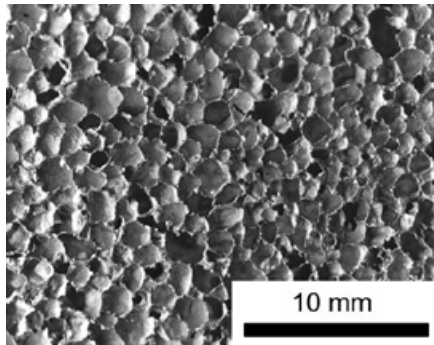
A completely new area of research presented itself to the author when metal foams saw a lot of hype at the end of the 1990s, just as nanomaterials or generative manufacturing do nowadays. Metal foams offer superior mechanical stability at elevated temperatures compared to polymer foams or other lightweight structures compounded by an adhesive. For long-term, structural applications, however, the issue of creep deformation has to be considered. Back then, many studies were conducted

und Platzwechselfvorgänge gezogen werden [34]. Später konnte dieses Verfahren auch zur Abschätzung der Aktivierungsenergie für das Kriechen herangezogen werden, was für die weitere Legierungsentwicklung von Vorteil war, da zeit- und kostenintensive Kriechversuche zum Teil eingespart werden konnten [35, 36].

Neben dem Kriechverhalten wurden auch grundsätzliche Untersuchungen zur Umformung von TiAl-Legierungen bei Raumtemperatur durchgeführt. So wurde unter anderem die mechanische Zwillingsbildung unter Druckbelastung studiert, wobei mittels akustischer Emissionsmessungen (Schallemissionsmessungen) das Einsetzen der Zwillingsbildung *in-situ* verfolgt werden konnte [37]. Die entstandenen mechanischen Zwillinge und ihre Dichte wurden anschließend durch TEM-Untersuchungen charakterisiert. Die beim Druckversuch hervorgerufene Zwillingsbildung wurde im Rahmen einer Kooperation mit dem Institut für Mechanik der Montanuniversität Leoben mikromechanisch modelliert, wobei der experimentell bestimmte Beginn der Zwillingsbildung durch das Modell exakt wiedergegeben werden konnte [38].

In der TiAl-Legierungsentwicklung wurde der erste Schritt zu Varianten mit  $\beta$ -Phasen unternommen [39, 40, 41]. Beim Strangpressen zeigten diese Legierungen sehr geringe Presskräfte, die auf die Anwesenheit von ungeordneter krz  $\beta$ -Phase zurückgeführt werden konnten. Mehr zu dieser neuen Klasse von TiAl-Legierungen in Kapitel 2.5.

Ein komplett neues Forschungsgebiet eröffnete sich dem Autor, als Ende der 90er-Jahre metallische Schäume einen ähnlichen Hype auslösten wie gegenwärtig Nanomaterialien oder die generative Fertigung. Metallschäume bieten bei erhöhten Temperaturen eine bessere mechanische Stabilität als Schäume auf Polymerbasis oder andere leichte Konstruktionen, die durch Kleben zusammengesetzt werden. Für langfristige, strukturelle Anwendungen muss jedoch der Widerstand gegen Kriechverformung berücksichtigt werden. Während zu



**Fig. 9:** LOM image of a closed-cell Al foam [43]. The foam was manufactured by a melt metallurgical processing route (see text).

**Bild 9:** LiMi-Aufnahme eines Al-Schaumes mit geschlossener zellulärer Struktur [43]. Der Schaum wurde über eine schmelzmetallurgische Erzeugungsroute hergestellt (siehe Text).

on mechanical properties of highly porous materials at room temperature, whereas only a few had focused on the time-dependent mechanical behaviour at elevated temperatures. Therefore, a basic research project was initiated, investigating the compressive creep behaviour of closed-cell Al foam [42]. Fig. 9 is an example of a LOM image of an Al foam manufactured by a melt metallurgical processing route. This type of foam is predominantly closed-cell and available in different densities. Both density and pore size are homogeneous over large volume areas. One specific characteristic of these Al foams is that they are each alloyed with approx. 1.5 m% Ca and Ti. Ti is added to the melt by adding  $TiH_2$  as a foaming agent. The role of Ca is to increase the viscosity of the melt during the foaming process, thus exerting a positive effect on foam formation. For a metallographic characterization of the foam seen in Fig. 9, see Ref. [43].

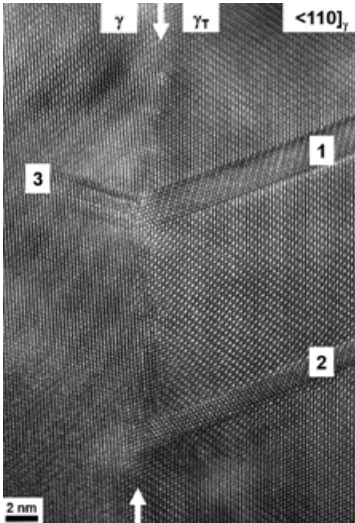
## 2.4 Helmholtz Zentrum Geesthacht (2000–2003)

His next career move took the author to the Helmholtz-Zentrum Geesthacht, Centre for Materials and Coastal Research (HZG), formerly GKSS Research Centre Geesthacht. It

jener Zeit zahlreiche Untersuchungen zu den mechanischen Eigenschaften hochporöser Materialien bei Raumtemperatur durchgeführt wurden, hatten sich relativ wenige Studien mit dem zeitabhängigen mechanischen Verhalten bei erhöhten Temperaturen befasst. In einem grundlagenorientierten Forschungsprojekt wurde daher das Druckkriechverhalten von Al-Schaum mit geschlossener zellulärer Struktur untersucht [42]. Bild 9 zeigt exemplarisch eine LiMi-Aufnahme eines Al-Schaumes, der über eine schmelzmetallurgische Erzeugungsroute hergestellt wurde. Dieser Schaumtyp besitzt eine überwiegend geschlossene zelluläre Struktur und wird in verschiedenen Dichten angeboten, wobei sowohl die Dichte als auch die Porengröße über große Volumsbereiche homogen sind. Spezifikum dieser Al-Schäume ist, dass sie mit je ca. 1,5 m.% Ca und Ti legiert sind. Ti gelangt durch die Verwendung von  $TiH_2$  als Treibmittel in die Schmelze. Die Funktion von Ca besteht darin, die Viskosität der Schmelze während des Schaumprozesses zu erhöhen und dadurch die Schaumbildung positiv zu beeinflussen. Eine metallographische Charakterisierung des in Bild 9 dargestellten Schaumes ist in Referenz [43] zu finden.

## 2.4 Helmholtz Zentrum Geesthacht (2000–2003)

Der Wechsel zum Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG), vormals GKSS, war für den Autor eine wesentliche Erfahrung, da er sich zum ersten Mal mit der Charakterisierung



**Fig. 10:** Heterogeneous nucleation of deformation twins in a two-phase TiAl alloy of the composition Ti-48Al-0.37C (in at.%). The arrows indicate misfit dislocations. The narrow twins (1) and (2) nucleated from misfit dislocations. (3) is a defect configuration, indicating an embryonic twin. For a detailed description, see Ref. [45].

**Bild 10:** Heterogene Keimbildung von Verformungszwillingen in einer zweiphasigen TiAl-Legierung mit der Zusammensetzung Ti-48Al-0.37C (in at.%). Die Pfeile weisen auf Fehlpasungsversetzungen hin. Die schmalen Zwillinge (1) und (2) wurden aus den Fehlpasungsversetzungen gebildet. Die mit (3) bezeichnete Defektkonfiguration deutet auf einen embryonalen Zwilling hin. Für eine detaillierte Beschreibung wird auf [45] verwiesen.

was a valuable experience as it was the first time he had the opportunity to deal with the characterization of materials by means of neutrons and synchrotron radiation. These methods later proved to be an important complement to the methods for metallographic examination and will be discussed in section 2.5.

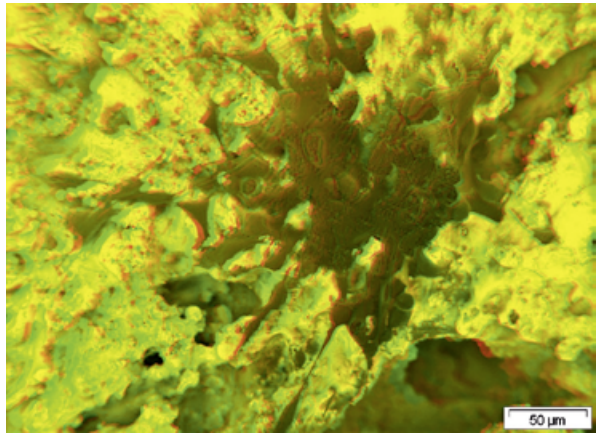
At the time, the Institute of Materials Research focused on the development and characterization of intermetallic titanium aluminides within the context of several basic research projects, see e.g. Ref. [44], with a key focus on conventional TEM and HR-TEM analysis. As an example, Fig. 10 shows an HR-TEM image of mechanical twinning in a TiAl alloy. Nucleation of these mechanical twins could be explained by a thermodynamics-based model, as outlined in [45]. It should be emphasized that the cooperation between the authors cited in Ref. [45] is still ongoing to the present day and has led to a multitude of scientific papers. The most extensive publication to which the author ever contributed was published in 2016 and comprised 69 printed pages [46].

von Werkstoffen mittels Neutronen und Synchrotronstrahlung auseinandersetzen konnte. In weiterer Folge stellte sich dies als eine wichtige komplementäre Ergänzung zu den metallographischen Untersuchungsmethoden dar, worauf weiter unten und in Kapitel 2.5 eingegangen wird.

Zu jener Zeit hat sich das Institut für Werkstoffforschung in mehreren Grundlagenprojekten mit der Entwicklung und Charakterisierung von intermetallischen Titanaluminiden beschäftigt, z.B. siehe [44], wobei ein besonderer Schwerpunkt auf der Analyse mittels konventionellem und HR-TEM lag. Bild 10 zeigt als Beispiel eine HR-TEM-Aufnahme von Zwillingen in einer TiAl-Legierung. Die Keimbildung dieser mechanischen Zwillinge konnte durch ein thermodynamisch-basiertes Modell erklärt werden, wie es in [45] beschrieben ist. Es sei an dieser Stelle angemerkt, dass die Zusammenarbeit der in [45] angegebenen Autoren bis zum heutigen Tag anhält und zu einer Vielzahl an wissenschaftlichen Veröffentlichungen geführt hat. Die umfangreichste Publikation, an die der Autor je beteiligt war, entstand 2016 und weist 69 Druckseiten auf [46].

**Fig. 11:** Chondrocytes on a phospholipid-coated Ti-6Al-4V substrate. The substrate has a "structured" surface as the sample was cut from porous Ti-6Al-4V. 3D SEM image, requiring suitable 3D glasses for viewing.

**Bild 11:** Chondrozyten auf einem mit Phospholipid beschichteten Ti-6Al-4V-Substrat. Das Substrat weist eine „strukturierte“ Oberfläche auf, weil die Probe aus einem porösen Ti-6Al-4V herausgeschnitten wurde. 3D-REM Aufnahme, welche zur Betrachtung eine geeignete 3D-Brille voraussetzt.



With implant materials and their interaction with cells similar to those found in the human body [47, 48], the author encountered a research topic that was entirely new to him. When an implant is put into the human body, its cells no longer interact with other cells but a foreign material. Therefore, biocompatibility of implant material surfaces must be ensured which can be achieved either by a targeted selection of the material and its surface texture or by surface functionalization. At that time, the role of lipids in this context was an underexplored area of research. Phospholipids are known to promote calcification. It therefore made sense to use phospholipids in the modification of the metallic surfaces of Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V (in m%). These phospholipids were examined using contact angle measurements as well as surface sensitive techniques such as SEM and Atomic Force Microscopy (AFM) [47, 48]. Fig. 11 is a 3D SEM image of chondrocytes on a phospholipid-coated Ti-6Al-4V substrate. The substrate exhibits a "structured" surface as the sample was cut from porous Ti-6Al-4V. In order to create this type of porous material, Ti-6Al-4V powder containing gaseous Ar was filled in a capsule which was then sealed and consolidated by hot isostatic pressing. After that, the capsule

Eine Thematik, die für den Autor neu war, war die Beschäftigung mit Implantatwerkstoffen und deren Wechselwirkung mit Zellen, die denen des menschlichen Körpers ähnlich sind [47, 48]. Der Einsatz von Implantaten führt dazu, dass die körpereigenen Zellen nicht mehr an andere Zellen angrenzen, sondern an ein körperfremdes Material. Aus diesem Grund ist es notwendig, die Biokompatibilität der Oberfläche von Implantatmaterialien zu gewährleisten. Diese kann entweder durch gezielte Wahl des Materials und dessen Oberflächenbeschaffenheit oder durch eine Funktionalisierung der Oberfläche erreicht werden. Zum Zeitpunkt der Untersuchungen war die Rolle von Lipiden in diesem Zusammenhang noch wenig erforscht. Phospholipide können erwiesenermaßen die Kalzifizierung fördern. Es lag daher nahe, die metallische Oberfläche aus Ti-6Al-7Nb und Ti-6Al-4V (in m.%) durch Phospholipide zu modifizieren. Diese wurden mit Hilfe von Kontaktwinkelmessungen und oberflächensensitiven Methoden, wie REM und Rasterkraftmikroskopie (engl. Atomic Force Microscopy, AFM), untersucht [47, 48]. Bild 11 zeigt ein 3D-REM Bild von Chondrozyten auf einem mit Phospholipid beschichtetem Ti-6Al-4V-Substrat. Das Substrat weist eine „strukturierte“ Oberfläche auf, weil die Probe aus einem porösen Ti-6Al-4V herausgeschnitten wurde. Um das poröse Material herzustellen, wurde Ti-6Al-4V-Pulver mit gasförmigem Ar in

was removed and the dense material underwent a heat treatment. Ar, which has no solubility in the material, expanded during heat treatment and created the pores that caused the bone-like surface of the sample (Fig. 11), making it easy for chondrocytes to integrate and subsequently grow together.

At the beginning of this section, the use of neutrons in the characterization of materials was mentioned. During the author's time at HZG (GKSS), the research reactor, which then was the heart of Geesthacht Neutron Facility (GeNF) and which provided the neutron flux for many experimental set-ups. The following section will elaborate on small-angle neutron scattering (SANS) as this technique has been part of many of the author's projects, for example, a collaboration with the Department Physical Metallurgy and Materials Testing of Montanuniversität Leoben. This technique was used in order to characterize very fine precipitates and their distribution in maraging steels and high speed steels. The advantage of SANS over TEM and Atom Probe Tomography (APT) is a significantly larger analysed volume of up to  $50 \text{ mm}^3$ . This technique is an ideal complement to the commonly used metallographic techniques. Selected publications, combining the techniques mentioned above and describing in detail the precipitation behaviour in different systems of materials are found in the following Refs.: maraging steels [49, 50], high speed steels [51, 52], TiAl alloys [53, 54] and Fe-Co-Mo alloys [55, 56]. Moreover, SANS was used to study the first stages of pore formation in metal foams [57].

eine Kapsel eingefüllt, verschlossen und anschließend in einer heißisostatischen Presse verdichtet. Danach wurde das dichte Material entkapselt und einer Wärmebehandlung unterzogen. Im Zuge der Wärmebehandlung hat sich das im Material unlösliche Ar ausgedehnt und jene Poren gebildet, die nach dem Heraus-trennen zu einer knochenähnlichen Oberfläche auf der Probe führten (Bild 11), in der sich die Chondrozyten gut „verankern“ und in weiterer Folge verwachsen konnten.

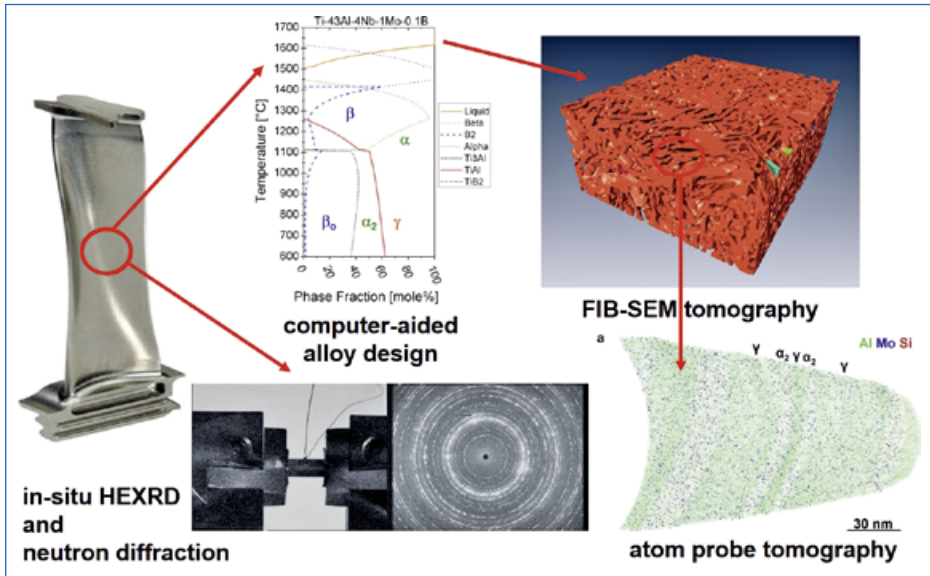
Zu Beginn des Kapitels wurde die Charakterisierung von Werkstoffen mittels Neutronen erwähnt. Als der Autor bei HZG (GKSS) tätig war, war der Forschungsreaktor noch in Betrieb, welcher das Herzstück der Geesthacht Neutron Facility (GeNF) darstellte und den Neutronenfluss für zahlreiche Versuchsaufbauten lieferte. Im Folgenden wird auf die Neutronenkleinwinkelstreuung (engl. Small-Angle Neutron Scattering, SANS) eingegangen, da sie in zahlreichen Projekten des Autors verwendet wurde. Zum Beispiel wurde in Kooperation mit dem Institut für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben diese Technik verwendet, um feinste Ausscheidungen und ihre Verteilung in martensitaushärtenden Stählen (engl. Maraging Steels) und Schnellarbeitsstählen (engl. High Speed Steels) zu charakterisieren. Der Vorteil von SANS gegenüber TEM und Atomsondentomographie (engl. Atom Probe Tomography, APT) ist das deutlich größere analysierte Volumen, welches im Bereich von  $50 \text{ mm}^3$  liegen kann. Diese Technik stellt daher eine echte Ergänzung zu den üblicherweise verwendeten metallographischen Methoden dar. Ausgewählte Veröffentlichungen, die die oben angeführten Techniken kombinieren und das Ausscheidungsverhalten in unterschiedlichen Werkstoffsystemen umfassend beschreiben, sind in den folgenden Arbeiten angeführt: martensitaushärtende Stähle [49, 50], Schnellarbeitsstähle [51, 52], TiAl-Legierungen [53, 54] und Fe-Co-Mo-Legierungen [55, 56]. Des Weiteren wurde die SANS-Technik verwendet, um erste Stadien der Porenbildung in metallischen Schäumen zu untersuchen [57].

## 2.5 Montanuniversität Leoben (2003–present)

The summer of 2003 saw the author's appointment as Professor of Physical Metallurgy and Metallic Materials and his return to Montanuniversität Leoben. At first, the focus of the author's professional activity was the scientific reorientation and technical re-equipment of the Institute of Physical Metallurgy and Materials Testing. Extensive research was done on different steel grades, superalloys and high-melting metals while research on TiAl alloys took place on a small scale only. The circumstances changed abruptly when the industry requested the development of a TiAl alloy that could be shaped into turbine blades for the latest generation of environmentally-friendly aircraft engines using conventional hot forging equipment. As a result, a number of projects was initiated which became the scope of doctoral and diploma theses. Fig. 12 gives a summary of the research activities. The composition of the TiAl alloy was determined on the basis of thermodynamic calculations – an entirely new design approach for this class of materials [58]. These studies resulted in the development of the so-called TNM alloy, with T for TiAl and the letters N and M representing the two principal alloying elements, Nb and Mo. The nominal composition is Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B (at.%). Due to its excellent hot workability, this type of alloy is part of the 4<sup>th</sup> generation of TiAl alloys, comprising process-adapted alloys which have balanced mechanical properties after their final heat treatment. For microstructural characterization in different conditions, traditional as well as the most advanced metallographic techniques were used. A summary of all the techniques used can be found in the "Metallographic TiAl Trilogy" [27, 28, 29]. Fig. 12 shows the results obtained by FIB/SEM tomography [59] and APT [60, 61]. Atom Probe Tomography, in particular, gave insights into phase compositions

## 2.5 Montanuniversität Leoben (2003–heute)

Im Sommer 2003 erfolgte mit der Berufung als Professor für Metallkunde und metallische Werkstoffe die Rückkehr an die Montanuniversität Leoben. Zu Beginn der Tätigkeit lag der Schwerpunkt in der wissenschaftlichen Neuausrichtung und technischen Neuausstattung des Instituts für Metallkunde und Werkstoffprüfung. Umfangreiche Forschungsaktivitäten wurden an unterschiedlichen Stahlgüten, Superlegierungen und hochschmelzenden Metallen durchgeführt, während die Arbeiten an TiAl-Legierungen nur auf kleiner Flamme durchgeführt wurden. Dies änderte sich jedoch schlagartig, als von Industrieseite der Wunsch nach einer TiAl-Legierung ausgesprochen wurde, die auf konventionellen Warmschmiedeanlagen zu Turbinenschaufeln für die neueste Generation von umweltfreundlichen Flugzeugtriebwerken verarbeitet werden kann. Die Folge war eine Anzahl von Projekten, die im Rahmen von Doktor- und Diplomarbeiten abgearbeitet wurden. Bild 12 fasst die Forschungsaktivitäten zusammen. Um die Zusammensetzung der TiAl-Legierung festzulegen, wurden thermodynamische Berechnungen durchgeführt – zu jener Zeit für diese Werkstoffklasse ein neuer Entwicklungsansatz [58]. Das Ergebnis dieser Studien war die sogenannte TNM-Legierung, wobei T für TiAl und die Buchstaben N und M für die beiden wichtigsten Legierungselemente, Nb und Mo, stehen. Die nominelle Zusammensetzung beträgt Ti-43.5Al-4Nb-1Mo-0.1B (at.%). Auf Grund ihrer exzellenten Warmumformbarkeit gehört dieser Legierungstyp der 4. Generation der TiAl-Legierungen an, welche die prozessadaptierten Legierungen umfasst. Diese weisen nach einer finalen Wärmebehandlung ausgewogene mechanische Eigenschaften auf. Für die Charakterisierung der Mikrostruktur in unterschiedlichen Zuständen wurde sowohl auf klassische Methoden als auch auf die fortschrittlichsten Verfahren der Metallographie zurückgegriffen. Eine Zusammenfassung aller verwendeten Methoden ist in der „metallographischen TiAl Trilogie“ zu finden [27, 28,



**Fig. 12:** Summary of the strategies involved in TiAl alloy design and the performed material characterization. In order to develop an easily forgeable TiAl alloy for the production of turbine blades, thermodynamic calculations were performed first [58], leading to the desired chemical composition of the TiAl alloy which has become known as TNM alloy among experts. In addition to traditional metallographic techniques such as LOM, SEM and TEM, FIB/SEM tomography [59] and Atom Probe Tomography were used [61]. Complementary techniques included diffraction methods using high-energy X-rays [62] and neutrons [63].

**Bild 12:** Diese Abbildung fasst die Strategie der TiAl-Legierungsentwicklung und der durchgeführten Werkstoffcharakterisierung zusammen. Um eine leicht schmiedbare TiAl-Legierung für die Herstellung von Turbinenschaufeln zu entwickeln, wurden zu Beginn thermodynamische Berechnungen durchgeführt [58]. Diese Berechnungen führten dann zur chemischen Zusammensetzung der TiAl-Legierung, die mittlerweile in der Fachwelt als TNM-Legierung bekannt ist. Neben den klassischen metallographischen Untersuchungsverfahren wie LiMi, REM und TEM wurden Methoden wie FIB/REM-Tomographie [59] und Atomsondentomographie eingesetzt [61]. Als komplementäre Techniken wurden Beugungsverfahren mit hochenergetischen Röntgenstrahlen (engl. High-energy X-Ray Diffraction) [62] und Neutronen eingesetzt [63].

and the chemistry of interfaces which had previously been impossible at this level of resolution. Neutron and synchrotron radiation were employed for the determination of phase transition and ordering temperatures [62] and the course of phase fractions over temperature [63]. Moreover, formability tests were conducted at high temperatures and monitored *in-situ* (see Fig. 12, bottom left) [64]. The use of synchrotron radiation

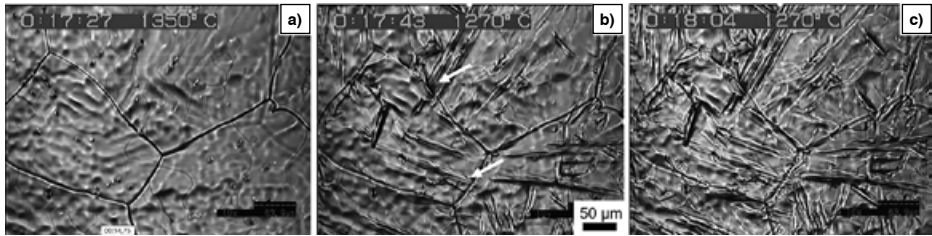
29]. Bild 12 zeigt exemplarisch Ergebnisse, die mittels FIB/REM-Tomographie [59] und Atomsondentomographie [60, 61] erhalten wurden. Speziell die Atomsonde erlaubte Einblicke in Phasenzusammensetzungen und die Chemie von Grenzflächen, die in dieser Auflösung vorher noch nicht möglich waren. Neutronen und Synchrotronstrahlung wurden z. B. zur Bestimmung der Phasenübergangs- und Ordnungstemperaturen [62] sowie zur Ermitt-

and neutrons was not only crucial in the development and characterization of TiAl alloys but also in the examination of the precipitation behaviour of steels [50–52], the development of a grain growth stabilized Ta wire for high-performance capacitors [65] and in the measurement of residual stresses in wrought Ni-base alloy turbine discs [66], among others. More fields of application for these techniques, which are usually employed to complement metallographic examinations, are outlined in a special journal issue [67], a textbook [68] and Ref. [69] respectively.

Another metallographic technique, enabling *in-situ* examination of microstructural evolution, is Laser Scanning Confocal Microscopy (LSCM). Both the principle of LSCM and sample preparation are illustrated in [29]. Fig. 13 shows the  $\beta \rightarrow \alpha$  transformation in the TNM alloy [70], with both phases satisfying the following Burgers Orientation Relationship:  $\{0001\}_{\alpha} \parallel \{110\}_{\beta}$  and  $\langle \alpha \rangle \parallel \langle 111 \rangle_{\beta}$ . Fig. 13a shows images of the microstructure at 1350 °C. At this temperature, the sample is in the  $\beta$  single-phase region, meaning that only coarsened  $\beta$ -grains are visible. Grain growth is evidenced by the presence of grooves, representing the positions of grain boundaries prior to grain coarsening. A decrease in temperature to 1270 °C means that the material now enters the  $(\alpha + \beta)$  phase region and that nucleation and growth of the  $\alpha$ -phase will start, see Fig. 13b. Nucleation primarily occurs at the  $\beta$ -grain boundaries. With an increase in aging time, the  $\alpha$ -phase fraction will also increase, Fig. 13c, until the phase equilibrium content existing at this temperature is reached.

lung der Phasenverläufe als Funktion der Temperatur [63] eingesetzt. Des Weiteren wurden Umformversuche bei hohen Temperaturen durchgeführt, die *in-situ* verfolgt wurden (siehe Bild 12, unten links) [64]. Der Einsatz von Synchrotronstrahlung und Neutronen hat nicht nur bei der Entwicklung und Charakterisierung von TiAl-Legierungen eine wichtige Rolle gespielt, sondern wurde auch zur Untersuchung des Ausscheidungsverhaltens in Stählen eingesetzt [50–52], ebenso für die Entwicklung eines Kornwachstumsstabilisierten Ta-Drahtes für Hochleistungskondensatoren [65] und für die Messung von Eigenspannungen in geschmiedeten Turbinenscheiben aus einer Ni-Basislegierung [66], um nur ein paar ausgewählte Projekte aufzuzählen. Weitere Anwendungsgebiete dieser Techniken, die meist ergänzend zu metallographischen Untersuchungen eingesetzt werden, können dem Sonderheft [67], dem Fachbuch [68] bzw. Referenz [69] entnommen werden.

Eine metallographische Methode, die *in-situ* die Untersuchung der Gefügeentwicklung gestattet, ist die konfokale Laserrastermikroskopie (engl. Laser Scanning Confocal Microscopy, LSCM). Die Funktionsweise und die Probenvorbereitung sind in [29] erläutert. Bild 13 zeigt die  $\beta \rightarrow \alpha$  Umwandlung in der TNM-Legierung [70], wobei zwischen den beiden Phasen die sogenannte Burgers-Orientierungsbeziehung besteht:  $\{0001\}_{\alpha} \parallel \{110\}_{\beta}$  und  $\langle 1120 \rangle_{\alpha} \parallel \langle 111 \rangle_{\beta}$ . Bild 13a zeigt das Gefüge bei 1350 °C. Da sich die Probe bei dieser Temperatur im  $\beta$ -Einfasenfeld befindet, erkennt man nur vergrößerte  $\beta$ -Körner. Die Spuren des Kornwachstums kann man durch die Anwesenheit von Furchen erkennen, die die Lage der Korngrenzen vor der Kornvergrößerung repräsentieren. Eine Absenkung der Temperatur auf 1270 °C bedeutet, dass sich der Werkstoff nun im  $(\alpha + \beta)$ -Phasengebiet befindet und Keimbildung und Wachstum der  $\alpha$ -Phase beginnen, siehe Bild 13b. Die Keimbildung findet bevorzugt an den  $\beta$ -Korngrenzen statt. Mit zunehmender Auslagerungszeit nimmt der Anteil an  $\alpha$ -Phase zu, Bild 13c, bis die bei dieser Temperatur vorhandene Gleichgewichtsmenge erreicht wird.

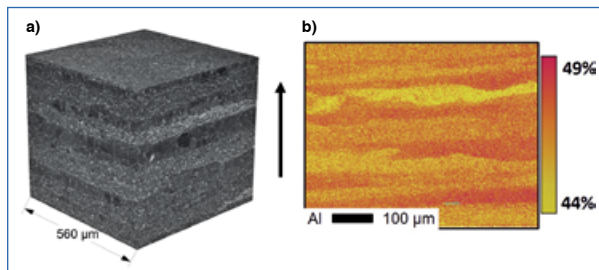


**Fig. 13:** Aging test in a laser scanning confocal microscope, enabling the monitoring of the formation of  $\alpha$ -phase at the  $\beta$ -grain boundary in a TiAl alloy [70]. a) At 1350°C, the sample is in the  $\beta$  single-phase region; b) After a temperature decrease to 1270°C, the material enters the ( $\alpha$  +  $\beta$ ) two-phase region and the formation of  $\alpha$ -precipitates starts (arrows), continuing in c) with increasing soak time.

**Bild 13:** Auslagerungsexperiment im konfokalen Laserrastermikroskop. Man kann die Bildung von  $\alpha$ -Phase an der  $\beta$ -Korngrenze einer TiAl-Legierung verfolgen [70]. a) bei 1350°C befindet sich die Probe im  $\beta$ -Einphasengebiet; b) durch Absenken der Temperatur auf 1270°C taucht der Werkstoff in das ( $\alpha$  +  $\beta$ )-Zwephasengebiet ein und die Bildung von  $\alpha$ -Ausscheidungen beginnt (Pfeile), die sich, in c), mit zunehmender Haltezeit fortsetzt.

The past decade has seen a wave of technological innovations as a result of the development and introduction of generative manufacturing processes, involving all classes of materials. In the case of intermetallic titanium aluminides as well, additive manufacturing has already been applied on an industrial scale. Due to the high reactivity of the TiAl melt with interstitial impurities such as O and N, Electron Beam Melting (EBM) is currently the method of choice. EBM is a type of additive manufacturing where a focused electron beam is used as the energy input for the local melting of layers, consisting of pre-alloyed TiAl powder. This process enables the almost pore-free, layer-by-layer production of components of complex geometry from the powder bed. Melting and re-solidification, occurring during the EBM process, severely affect the component's microstructure. However, the mechanical properties of a component are dependent on the microstructural make-up. It is therefore of central importance to know the occurring phases, their distribution and morphology. For this reason, the microstructure of an EBM-manufactured Ti-48Al-2Nb-2Cr sample (at.%) was examined with regard to phase distribution and

Im letzten Jahrzehnt wurde durch die Entwicklung und Einführung von generativen Fertigungsverfahren eine technologische Welle ausgelöst, die alle Werkstoffklassen erfasst hat. Auch im Fall der intermetallischen Titanaluminide wird die additive Fertigung bereits im industriellen Maßstab eingesetzt. Wegen der hohen Reaktivität der TiAl-Schmelze gegenüber interstitiellen Verunreinigungen wie O und N wird derzeit überwiegend das Elektronenstrahlschmelzen (engl. Electron Beam Melting, EBM) eingesetzt. Das EBM-Verfahren ist eine Art der additiven Fertigung, bei welcher der Energieeintrag zum punktuellen Aufschmelzen der Pulverschicht aus vorlegiertem TiAl-Pulver von einem fokussierten Elektronenstrahl bereitgestellt wird. Dieses Verfahren erlaubt den nahezu porenfreien, schichtweisen Aufbau von Bauteilen komplexer Geometrie aus dem Pulverbett. Während des Aufschmelzens und Wiedererstarrens beim EBM-Prozess wird die Mikrostruktur des Bauteils stark beeinflusst. Da die mechanischen Eigenschaften eines Bauteiles aber vom Aufbau des Gefüges abhängig sind, ist es daher von außerordentlicher Bedeutung, die auftretenden Phasen, deren Verteilung und Morphologie zu kennen. Aus diesem Grund wurde das Gefüge einer durch EBM gefertigten Ti-48Al-2Nb-2Cr-Probe



**Fig. 14:** a) Microstructural cube of an EBM-produced Ti-48Al-2Nb-2Cr sample (at.%). The SEM images were obtained in BSE mode [71]. The arrow indicates the build direction. Local Al evaporation caused by the EBM process leads to banding of the microstructure (see text); b) Al distribution as determined by electron probe micro analysis.

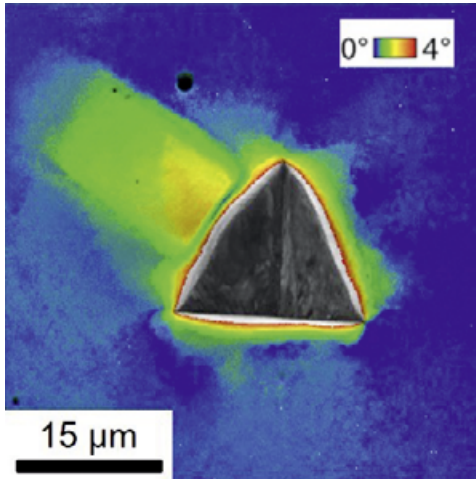
**Bild 14:** a) Gefügewürfel einer mittels EBM hergestellten Ti-48Al-2Nb-2Cr-Probe (at.%). Die REM-Aufnahmen wurden im RE-Kontrast aufgenommen [71]. Der Pfeil gibt die Baurichtung an. Wegen der lokalen Al-Abdampfung während des EBM-Prozesses kommt es zu der Zeiligkeit des Gefüges (siehe Text); b) Al-Verteilung, wie sie mittels Elektronenstrahlmikroanalyse bestimmt wurde.

morphology using traditional metallography, complemented by phase analysis by means of high-energy X-rays. The obtained results are consistent with metallographic data [71]. For a better visualization of the microstructure, representative SEM images were recorded to produce a 3D microstructural cube with an edge length of approx. 560 µm, as seen in Fig. 14a. The images show a severely anisotropic and banded microstructure. The arrow in the same image indicates the build direction of the EBM process. As can be seen, these consecutive bands consist of regions, containing almost exclusively  $\gamma$ -TiAl phase with a very small volume fraction of  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al as well as lamellar structures, consisting of  $\gamma$ - and  $\alpha_2$ -phase. The vertical dimensions of these banded structures are not constant and range between 50 µm and 200 µm. Banding of the microstructure can be interpreted as a result of the EBM process which causes local evaporation of Al and an increased formation of Al-poorer  $\alpha_2$ -phase due to the energy input provided by the electron beam. This local loss of Al, described in more detail in Ref. [72], can also be verified and visualized using electron probe micro analysis (EPMA), see Fig. 14b.

(at.%) hinsichtlich der Phasenverteilung und Morphologie mit Methoden der klassischen Metallographie untersucht. Ergänzend dazu wurde eine Phasenanalyse mithilfe hochenergetischer Röntgenstrahlen durchgeführt, und die erhaltenen Ergebnisse mit den metallographischen Daten korreliert [71]. Zur besseren Veranschaulichung der Mikrostruktur wurden repräsentative REM-Aufnahmen in Bild 14a zu einem dreidimensionalen Gefügewürfel zusammengefasst, dessen Kantenlänge ca. 560 µm beträgt. Die Aufnahmen zeigen ein stark anisotropes und zeiliges Gefüge. Im dargestellten REM-Bild ist die Baurichtung des EBM-Prozesses durch einen Pfeil angegeben. Es ist zu erkennen, dass diese aufeinanderfolgenden Zeilen aus Bereichen mit beinahe ausschließlich  $\gamma$ -TiAl Phase mit einem sehr kleinen Volumenanteil  $\alpha_2$ -Ti<sub>3</sub>Al sowie lamellaren Strukturen aus  $\gamma$ - und  $\alpha_2$ -Phase aufgebaut sind. Die vertikale Abmessung dieser zeiligen Strukturen ist nicht konstant und beträgt zwischen 50 µm und 200 µm. Die Zeiligkeit des Gefüges kann als Konsequenz des EBM-Prozesses erklärt werden, bei dem durch den Energieeintrag des Elektronenstrahls lokal Al abdampft und zur vermehrten Bildung der Al-ärmeren  $\alpha_2$ -Phase führt. Dieser lokale Al-Verlust, der in Referenz [72] im Detail beschrieben ist, kann auch mittels Elektronenstrahlmikroanalyse (engl. Electron Probe Micro Analysis, EPMA) nachgewiesen und dargestellt werden, siehe Bild 14b.

In addition to intermetallic TiAl materials, key research topics since 2003 have been steels and high-melting metals as well as high entropy alloys – a class of materials new to the author. Research activities on steels have already been discussed in previous sections and the employed metallographic techniques as well as the obtained results can be found in the cited publications. The possibilities offered by traditional and high-resolution metallography were particularly intensely employed in experiments on high-melting metals. This section will list several projects that were or are being carried out in cooperation with the industrial partner Plansee SE. The referenced contributions describe the metallographic examination methods and summarize the most important results. Two projects, which both fall into the category of applied basic research, examined the recovery and recrystallization behaviour of pure Mo [8, 73] and used APT to analyze its grain boundaries [74]. In this case, the research focus was the examination of different high-angle grain boundaries as grain boundary impurities in technically pure Mo, in particular, have significant influence on the brittle-to-ductile transition temperature and the strength of this bcc metal. To be able to effectively examine and analyze atom probe tips with regard to grain boundaries in Mo, a new correlative preparation method using Transmission Kikuchi Diffraction (TKD) was developed in the course of this project [75]. It enables the correlation of the examined high-angle grain boundary with crystallographic and chemical information. The methodology, as described in Ref. [75], was conducted using a FIB instrument and has since become established as a preparation standard within the atom probe community. A current project is aimed at the determination of the grain boundary strength of Mo, amongst others, by means of nanoindentation tests. Fig. 15 shows the indent made by a Berkovich tip in a Mo grain and a coloured

Wesentliche Forschungsschwerpunkte seit 2003 waren, neben intermetallischen TiAl-Werkstoffen, Stählen und hochschmelzenden Metallen, auch Hochentropie-Legierungen, eine für den Autor neue Werkstoffklasse. Die Aktivitäten an Stählen wurden bereits in den vorhergehenden Kapiteln thematisiert, und die eingesetzten metallographischen Methoden sowie die erhaltenen Ergebnisse können in den zitierten Veröffentlichungen nachgelesen werden. Besonders intensiv wurden alle Möglichkeiten der klassischen und hochauflösenden Metallographie bei den Untersuchungen an hochschmelzenden Metallen eingesetzt. Im Folgenden werden mehrere Projekte aufgezählt, die gemeinsam mit dem Industriepartner Plansee SE durchgeführt wurden bzw. zum gegenwärtigen Zeitpunkt noch laufen. Die zitierten Publikationen beschreiben die verwendeten metallographischen Untersuchungsmethoden und fassen die wichtigsten Ergebnisse zusammen. In zwei Projekten, die beide der angewandten Grundlagenforschung zuzurechnen sind, wurde an reinem Mo einerseits das Erholungs- und Rekristallisationsverhalten [8, 73] und andererseits dessen Korngrenzen mittels APT analysiert [74]. Hier lag der Schwerpunkt in der Untersuchung von unterschiedlichen Großwinkelkorngrenzen, da speziell Korngrenzenverunreinigungen in technisch reinem Mo die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur und die Festigkeit dieses krz-Metalls maßgeblich beeinflussen. Um Atomsondenspitzen in Hinblick auf die Analyse von Korngrenzen in Mo effektiv untersuchen und analysieren zu können, wurde im Zuge des Projektes eine neue korrelative Präparationsmethodik mit Hilfe von „Transmission Kikuchi Diffraction“ (TKD) entwickelt [75]. Dieses Verfahren erlaubt es, die untersuchte Großwinkelkorngrenze mit kristallographischen und chemischen Informationen zu korrelieren. Die in [75] beschriebene Methodik, die im FIB durchgeführt wird, hat sich in der Atomsonden-Community bereits als ein Präparationsstandard etabliert. In einem aktuellen Projekt wird derzeit versucht, die Korngrenzenfestigkeit von



**Fig. 15:** Indent made by a Berkovich tip in a (001)-oriented Mo grain and corresponding orientation deviation map. The indentation depth was 2500 nm. One side of the indent exhibits a significant deformation pattern which can be used for the characterization of the mechanical properties of a nearby grain boundary (see text and Ref. [76]).

**Bild 15:** Eindruck einer Berkovich-Spitze in einem (001)-orientierten Mo-Korn und dazugehörige Orientierungsabweichungskarte. Die Eindringtiefe betrug 2500 nm. Eine Seite des Eindrucks zeigt ein signifikantes Verformungsmuster, was zur Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften einer in der Nähe befindlichen Korngrenze herangezogen werden kann (siehe Text und [76]).

orientation deviation map. As can be seen, there is a significant deformation pattern left by one side of the Berkovich tip. This pattern is caused by a nearby grain boundary and its crystallographic relationship to the indent. This experimental approach to the characterization of the mechanical properties of grain boundaries in Mo is described in detail in Ref. [76].

For the microstructural and mechanical characterization of a high entropy alloy, the combined use of APT and nanoindentation tests was selected. Fig. 16 shows the results of APT analyses conducted on an isothermally aged high entropy alloy. This example is an equiatomic CrMnFeCoNi alloy, a so-called "Cantor alloy". The concept of this class of materials is that the atoms involved form a full solid solution. APT analysis carried out on the starting material did not find evidence of decomposition, meaning that the alloying atoms were homogeneously distributed in the single-phase solid solu-

Mo u.a. mittels Nanoindentationsexperimenten zu ermitteln. Bild 15 zeigt den Eindruck eines Berkovich-Indenters in einem Mo-Korn. In Farbe dargestellt ist eine sogenannte Orientierungsabweichungskarte (Orientation Deviation Map). Man erkennt, dass an einer Seite der Berkovich-Spitze ein signifikantes Verformungsmuster auftritt, welches durch eine in der Nähe befindliche Korngrenze und deren kristallographische Beziehung zum Eindruck hervorgerufen wird. Dieser experimentelle Ansatz, um die mechanischen Eigenschaften von Korngrenzen in Mo zu charakterisieren, ist in [76] ausführlich beschrieben.

Für die mikrostrukturelle und mechanische Charakterisierung einer Hochentropie-Legierung (High Entropy Alloy) wurde ein kombinierter Einsatz von APT und Nanoindentation gewählt. Bild 16 zeigt die Ergebnisse von APT-Untersuchungen, die an einer isotherm ausgelagerten Hochentropie-Legierung erhalten wurden. Bei dem Beispiel handelt es sich um eine äquiatomare CrMnFeCoNi-Legierung, der sogenannten Cantor-Legierung. Das Konzept dieser Werkstoffklasse geht davon aus, dass die beteiligten Atome einen vollständigen Mischkristall bilden. Eine am Ausgangsmaterial durchgeführte APT-Unter-



**Fig. 16:** APT reconstruction of an equiatomic CrMnFeCoNi high entropy alloy sample, aged at 450°C over different periods of time: a) 5 min, b) 1 h and c) 15 h. The iso-concentration surfaces represent the following regions: > 70 at.% Ni + Mn (green), > 50 at.% Cr (purple) and > 35 at.% Co (blue). Prior to thermal aging, APT could not detect any decomposition, meaning that the alloying atoms involved were homogeneously distributed in the solid solution [77].

**Bild 16:** APT-Rekonstruktion von Proben einer äquiatomaren CrMnFeCoNi Hochentropie-Legierung, die bei 450°C unterschiedlich lang ausgelagert wurden: a) 5 min, b) 1 h und c) 15 h. Die dargestellten Isokonzentrationsflächen repräsentieren folgende Bereiche: > 70 at.% Ni + Mn (grün), > 50 at.% Cr (lila) und > 35 at.% Co (blau). Vor der thermischen Auslagerung konnte mittels APT keine Entmischung festgestellt werden, d. h. die beteiligten Legierungsatome waren homogen im Mischkristall verteilt [77].

tion. Heat treatment studies conducted at 450°C, however, showed that decomposition already occurs after 5 min, meaning that several intermetallic phases precipitate, Fig. 16a. With increasing aging time, the size and precipitation volume increase continuously, see Figs. 16b and 16c. At the beginning of the aging heat treatment, a MnNi phase and a Cr-rich phase precipitate (Figs. 16a and 16b). Increased precipitation time leads to the occurrence of FeCo, another new phase. [77]. Decomposition, in turn, has an impact on the mechanical properties. As long as the particles are small, hardness values will increase, as shown by nanoindentation tests performed at elevated temperatures [78].

Finally, it should be noted that the author's department is responsible for the organization of the International Metallography Conference, held every four years at the Montanuniversität Leoben [79]. The next conference is scheduled to take place in September 2022.

suchung konnte keine Entmischungseffekte nachweisen, d. h. die Legierungsatome waren homogen im einphasigen Mischkristall verteilt. Wärmebehandlungsstudien bei 450°C haben aber ergeben, dass es bereits nach 5 min zu einer Entmischung kommt, d. h. es scheiden sich mehrere intermetallische Phasen aus, Bild 16a. Mit zunehmender Auslagerungsdauer nehmen Größe und Ausscheidungsvolumen kontinuierlich zu, siehe Bild 16b und 16c. Zu Beginn der Auslagerung scheiden sich eine MnNi-Phase und eine Cr-reiche Phase aus (Bild 16a und 16b). Nach längerer Ausscheidungszeit tritt mit FeCo eine weitere Phase auf [77]. Diese Entmischung hat wiederum einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften. Solange die Teilchen klein sind, steigt die Härte an, wie es die Experimente mittels Nanoindentation gezeigt haben, die auch bei erhöhten Temperaturen durchgeführt wurden [78].

Abschließend sei darauf hingewiesen, dass der Lehrstuhl des Autors für die Organisation der Internationalen Metallographie-Tagung verantwortlich ist, die in Abständen von vier Jahren an der Montanuniversität in Leoben stattfindet [79]. Die nächste Tagung ist für September 2022 geplant.

### 3. Summary

Conventional metallography and the latest developments in this dynamic field of materials science were applied in order to characterize different classes of materials, covering functional materials (semiconductors, biological materials), metallic structural materials (steels, Ni-base superalloys, high-melting metals and their alloys) as well as intermetallic lightweight materials for high-temperature applications (TiAl alloys). In addition to the application and development of suitable preparation methods, metallographic techniques presented in this contribution include the use of LOM, SEM, EBSD, FIB, TEM, and APT, as illustrated by various examples. For a broad understanding of the microstructure and the properties of different classes of materials, it was important to employ complementary methods such as diffraction using synchrotron radiation and neutrons. Metallography, as a professional or an academic career choice, is integral to the characterization of existing materials and systems of materials and the development of novel high-performance materials respectively, a fact which is reflected by the continued development of ever-improving and novel metallographic techniques.

### Acknowledgements

To write a retrospective article requires dealing with papers that were in part written a long time ago and a few bottles of good Austrian wine. The author is aware that he is incredibly lucky, having been able to deal with a large variety of materials, technologies and characterization techniques during his professional career. This cannot be taken for granted in this time and age which is increasingly characterized by specialization. In addition, there are many people who have supported and influenced the author in his academic career and who have become personal friends over

### 3. Zusammenfassung

Konventionelle Metallographie sowie die neuesten Entwicklungen auf diesem dynamischen Gebiet der Werkstoffwissenschaft wurden eingesetzt, um unterschiedliche Materialklassen zu charakterisieren. Der Bogen spannt sich von Funktionswerkstoffen (Halbleiter, Biomaterialien) bis hin zu metallischen Konstruktionswerkstoffen (Stähle, Superlegierungen auf Ni-Basis, hochschmelzende Metalle und deren Legierungen) und intermetallischen Leichtbauwerkstoffe für Hochtemperaturanwendungen (TiAl-Legierungen). Die metallographischen Methoden umfassen, neben der Verwendung und Entwicklung von geeigneten Präparationsverfahren, die Anwendung von LOM, REM, EBSD, FIB, TEM und APT. Hierzu wurden exemplarische Beispiele gezeigt. Besonders wichtig, um das Gefüge und die Eigenschaften der unterschiedlichen Werkstoffklassen umfassend zu verstehen, war die Verwendung von komplementären Untersuchungsmethoden, wie Beugungsverfahren mittels Synchrotronstrahlung und Neutronen. Metallographie, als Berufszweig oder als Wissenschaft, ist für die Charakterisierung bestehender Werkstoffe und Werkstoffsysteme bzw. für die Entwicklung von neuen Hochleistungswerkstoffen ein integraler Bestandteil, was sich in der kontinuierlichen Entwicklung ständig verbesserter und neuer metallographischer Verfahren widerspiegelt.

### Danksagung

Einen Artikel im Rückblick zu verfassen, erfordert die Beschäftigung mit zum Teil weit zurückliegenden Arbeiten und ein paar Flaschen guten österreichischen Weins. Dem Autor ist sein großes Glück bewusst, dass er sich in seinem Berufsleben mit einer großen Vielfalt an Materialien, Technologien und Charakterisierungsmethoden beschäftigen durfte, was in der gegenwärtigen Zeit, die auf Spezialisierung hinausläuft, nicht selbstverständlich ist. Daneben gibt es viele Menschen, die den Autor auf seinem wissenschaftlichen Weg gefördert und beeinflusst haben und die in der Zwischenzeit

time, for example Heinz Egger (Klagenfurt), Günther Bauer (Leoben), Günter Kneringer and Wolfram Knabl (Reutte), Wilfried Smarsly (Munich), Arno Bartels (Hamburg-Harburg), Volker Güther (Nuremberg), Dieter Fischer (Leoben), Eduard Arzt, Tina Scheu & Gerhard Dehm (Stuttgart), Fritz Appel, Peter Staron and Regine Willumeit (Geesthacht), Anke Pyzalla (Berlin), Maria No & Jose San Juan (Bilbao) as well as Masao Takeyama (Tokyo). I would like to express my sincere thanks to Frank Mücklich (Saarbruecken) who, when I was not in good health, accepted the Sorby Award in the U.S.A. on my behalf and masterfully held the award lecture that I had drafted for the ceremony. Finally, I would like to thank my fellow materials science colleagues at Montanuniversitaet whose names are cited in the referenced publications.

This paper is dedicated to the memory of Dr Gopal Das who sadly passed away at the age of 76, just before the finalization of the manuscript. During his time at Pratt & Whitney, Gopal was a true pioneer in the field of TiAl. Since my time at Plansee, we maintained regular contact and became real friends. Moreover, he was an Adjunct Professor at Case Western Reserve University in Cleveland, Ohio, USA.

persönliche Freunde geworden sind, wie Heinz Egger (Klagenfurt), Günther Bauer (Leoben), Günter Kneringer und Wolfram Knabl (Reutte), Wilfried Smarsly (München), Arno Bartels (Hamburg-Harburg), Volker Güther (Nürnberg), Dieter Fischer (Leoben), Eduard Arzt und Tina Scheu & Gerhard Dehm (Stuttgart), Fritz Appel, Peter Staron und Regine Willumeit (Geesthacht), Anke Pyzalla (Berlin), Maria No & Jose San Juan (Bilbao) sowie Masao Takeyama (Tokio). Besonderen Dank schulde ich Frank Mücklich (Saarbrücken), der, als es mir gesundheitlich nicht gut ging, in den USA an meiner Stelle den Sorby-Preis entgegennahm und den von mir konzipierten Vortrag in souveräner Weise gehalten hat. Abschließend danke ich meinen werkstoffwissenschaftlichen Kollegen an der Montanuniversität, deren Namen in den zitierten Veröffentlichungen angeführt sind.

Der Artikel ist dem Andenken an Dr. Gopal Das gewidmet, der leider kurz vor Fertigstellung des Manuskripts im 76. Lebensjahr verstarb. Gopal war während seiner Tätigkeit bei Pratt & Whitney ein echter TiAl-Pionier. Seit meiner Zeit bei Plansee hatten wir regelmäßigen Kontakt und sind echte Freunde geworden. Des Weiteren war er außerordentlicher Professor an der Case Western Reserve University in Cleveland, Ohio, USA.

## References / Literatur

- [1] Clemens, H.; Fantner, E. J.; Bauer, G.: Hot Wall Epitaxy System for the Growth of Multilayer IV-VI-Compound Heterostructures, *Rev.Sci. Instrum.* 54 (1983) 685–689.  
DOI: 10.1063/1.1137454
- [2] Clemens, H.; Ruhs W.; Gahm, H.: Einflußfaktoren auf die Morphologie von aufgedampften PbTe-Halbleiterschichten, *Prakt. Met. Sonderbd.* 14 (1983) 264–275.
- [3] Clemens, H.; Fantner, E. J.; Ruhs, W.; Bauer, G.: Growth and Characterization of PbTe Epitaxial Films Grown by Hot-Wall-Epitaxy, *J. Crystal Growth* 66 (1984) 251–256.  
DOI: 10.1016/0022-0248(84)90207-0
- [4] Pongratz, P.; Clemens, H.; Fantner, E. J.; Bauer, G.: Dislocations and Strains in PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Sn<sub>x</sub>Te Superlattices, *Inst. Phys. Conf. Series* 76, Sect.7 (1985) 313–318.
- [5] Bauer, G.; Clemens, H.: Physics and Application of IV-VI Compound Superlattices, *Semincond. Sci. Technol.* 5, S122 (1990).  
DOI: 10.1088/0268-1242/5/3S/027
- [6] Clemens, H.; Krenn, H.; Weilguni, P. C.; Stromberger, U.; Bauer, G.; Pascher, H.: Growth and Characterization of Dilute PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Mn<sub>x</sub>Te Superlattice, *Surface Science* 228 (1990) 236–239.  
DOI: 10.1016/0039-6028(90)90300-W

- [7] Clemens, H.: Growth of PbTe Doping Superlattices by Hot-Wall-Epitaxy: J. Crystal Growth 88 (1988) 236–240.  
DOI: 10.1016/0022-0248(88)90281-3
- [8] Primig, S.; Leitner, H.; Lorch, A.; Knabl, W.; Clemens, H.; Stickler, R.: SEM and TEM Investigations of Recovery and Recrystallization in Technically Pure Molybdenum, Prakt. Metallogr. 48 (2011) 344–355.  
DOI: 10.3139/147.110136
- [9] Lang, D.; Schatte, J.; Knabl, W.; Dallinger, R.; Clemens, H.; Primig, S.: Evolution of Strain-Induced Precipitates in a Molybdenum Base Mo-Hf-C Alloy, International Journal of Powder Metallurgy 51 (2015) 21–25
- [10] Lang, D.; Schatte, J.; Clemens, H.; Primig, S.: Elektrolytisches Präparieren vs. Vibrationspolieren: Entwicklung einer Präparationsmethode zur ENSB-Analyse der Mo-Basislegierung MHC, Prakt. Met. Sonderband 46 (2014) 59–64.
- [11] Alber, H.; Clemens, H.; Voitechek, A.; Gennari, U.; Köck, W.: P/M-Herstellung und Charakterisierung von ODS-Tantal, Proc. 13<sup>th</sup> International Plansee Seminar, Eds. R. Eck and H. Bildstein, Metallwerk Plansee, Reutte, Austria, Vol. 1 (1993) 696–711.
- [12] Heidenreich, R.; Schäfer, R.; Clemens, H.; Witwer, M.: Mechanical Properties of High-Temperature Fasteners from Refractory Alloys, High Temperatures – High Pressures 26 (1994) 457–464.
- [13] Röthhammer, P.; Knabl, W.; Semprinoschnig, C.; Storf, R.; Witwer, M.; Clemens, H.; Huber, K.; Martinz, H.-P.; Köck, W.; Sulik, M.: Protection of Nb- and Ta-Based Alloys Against High Temperature Oxidation, Refractory Metals & Hard Metals 12 (1994) 283–293.  
DOI: 10.1016/0263-4368(93)90036-F
- [14] Clemens, H.; Alber, H.; Gennari, U.; Kneringer, G.; Smarsly, W.: P/M Processing and Characterization of a Niobium Based Alloy for High Temperature Application, High Temperatures – High Pressures 26 (1994) 539–548.
- [15] Clemens, H.; Bildstein, H.: Untersuchung zur Duktilisierung von NiAl mittels Zweitphasen, Z. Metallkd. 83 (1992) 429–435.
- [16] Clemens, H.; Rumberg, I.; Schretter, P.; Grahle, P.; Lang, O.; Wanner, A.; Arzt, E.: Influence of Coarse Second Phase Additions on Mechanical Properties of NiAl, in: High Temperature Ordered Intermetallic Alloys V, Vol. 288, eds. I. Baker, R. Darolia, J. D. Whittenberger, and M. H. Yoo, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 288 (1993) 1087–1092.  
DOI: 10.1557/PROC-288-1087
- [17] Clemens, H.; Rumberg, I.; Schretter, P.; Schwantes, S.: Characterization of Ti-48Al-2Cr Sheet Material, Intermetallics 2 (1994) 179–184.  
DOI: 10.1016/0966-9795(94)90056-6
- [18] Clemens, H.: Intermetallic  $\gamma$ -TiAl Based Alloy Sheet Materials – Processing and Mechanical Properties, Z. Metallkd. 86 (1995) 814–822.
- [19] Koeppe, C.; Bartels, A.; Clemens, H.; Schretter, P.; Glatz, W.: Optimizing the Properties of TiAl Sheet Material for Application in Heat Protection Shields or Propulsion Systems, Materials Science and Engineering A201 (1995) 182–193.  
DOI: 10.1016/0921-5093(94)09754-2
- [20] Clemens, H.; Glatz, W.; Eberhardt, N.; Martinz, H.-P.; Knabl, W.: Processing, Properties and Applications of Gamma Titanium Aluminide Sheet and Foil Materials, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 460 (1997) 29–43.  
DOI: 10.1557/PROC-460-29
- [21] Bartels, A.; Clemens, H.; Hartig, C.; Mecking, H.: Mechanical Anisotropy in Sheets of  $\gamma$ -TiAl Alloys, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Vol. 460 (1997) 141–146.  
DOI: 10.1557/PROC-460-141
- [22] Kestler, H.; Clemens, H.; Baur, H.; Joos, R.; Gerling, R.; Cam, G.; Bartels, A.; Smarsly, W.: Characterization of  $\gamma$ -TiAl Sheet Material for Aeroengine Application, in: Gamma Titanium Aluminides 1999, Eds.: Kim, Y.-W.; Dimiduk D. M.; Loretto, M. H.: The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), Warrendale, PA, USA (1999) 423–430.
- [23] Appel, F.; Kestler, H.; Clemens, H.: Forming of  $\gamma$ (TiAl)-Base Intermetallic Alloys, Intermetallic Compounds – Principles and Practice, Volume 3, Progress, Eds.: J. H. Westbrook and R. L. Fleischer, John Wiley Publishers, Chichester, UK, ISBN 0-471-49315-5 (2002), 617–642.  
DOI: 10.1002/0470845856.ch29
- [24] Clemens, H.; Kester, H.: Processing and Applications of Intermetallic  $\gamma$ -TiAl Based Alloys, Adv. Eng. Mater. 2 (2000) 551–570.  
DOI: 10.1002/1527-2648(200009)2:9<551::AID-ADEM551>3.0.CO;2-U

- [25] Das, G.; Kestler, H.; Clemens, H.; Bartolotta, P. A.: Sheet Gamma TiAl: Present Status and Future Opportunities, *JOM* 56 (2004) 42–45. DOI: 10.1007/s11837-004-0251-y
- [26] Bartels, A.; Kestler, H.; Clemens, H.: Deformation Behavior of Differently Processed Gamma Titanium Aluminides, *Mat. Sci. Eng. A* 329–331C (2002) 152–162. DOI: 10.1016/S0921-5093(01)01552-0
- [27] Clemens, H.; Jeglitsch, F.: Metallographic View of  $\gamma$ -Titanium Aluminide Based Alloys, *Pract. Metallogr.* 37 (2000) 194–217.
- [28] Clemens, H.; Mayer, S.: Metallographic View of  $\gamma$ -Titanium Aluminide Based Alloys – A Continuation, *Pract. Metallogr.* 48 (2011) 64–100. DOI: 10.3139/147.110106
- [29] Clemens, H.; Mayer, S.: Intermetallic Titanium Aluminides as Innovative High Temperature Lightweight Structural Materials – How Metallographic Methods Have Contributed to Their Development, *Pract. Metallogr.* 52 (2015) 691–720. DOI: 10.3139/147.110366
- [30] Chatterjee, A.; Bolay, U.; Sattler, U.; Clemens, H.: Adjustment of Differently Spaced Fully Lamellar Microstructures in a  $\gamma$ -TiAl Based Alloy And Their Creep Behavior, *Intermetallics and Superalloys*, Eds. D. G. Morris, S. Naka and P. Caron, EUROMAT, Vol. 10, WILEY-VCH, Weinheim, Germany (2000) 233–239. DOI: 10.1002/3527607285.ch40
- [31] Chatterjee, A.; Mecking, H.; Arzt, E.; Clemens, H.: Creep Behavior of  $\gamma$ -TiAl Sheet Material with Differently Spaced Fully Lamellar Microstructures, *Mat. Sci. Eng. A* 329–331C (2002) 834–840. DOI: 10.1016/S0921-5093(01)01639-2
- [32] Chatterjee, A.; Clemens, H.; Mecking, H.; Dehm, G.; Arzt, E.: Creep Behavior of  $\gamma$ -TiAl Alloys with Fully Lamellar Microstructure, *Z. Metallkd.* 92 (2001) 1000–1004.
- [33] Chatterjee, A.; Dehm, G.; Scheu, C.; Clemens, H.: Onset of Microstructural Instability in a Fully Lamellar Ti-46.5at%Al-4at%(Cr,Nb,Ta,B) Alloy During Short-Term Creep, *Z. Metallkd.* 91 (2000) 755–760.
- [34] Weller, M.; Chatterjee, A.; Haneczok, G.; Clemens, H.: Internal Friction of  $\gamma$ -TiAl Alloys at High Temperature, *J. of Alloys and Compounds* 310 (2000) 134–138. DOI: 10.1016/S0925-8388(00)00934-8
- [35] San Juan, J.; Simas, P.; Schmoelzer, T.; Clemens, H.; Mayer, S.; L Nô: Atomic Relaxation Processes in an Intermetallic Ti-43Al-4Nb-1Mo-0.1B Alloy Studied by Mechanical Spectroscopy, *Acta Materialia* 65 (2014) 338–350. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.10.075
- [36] Klein, T.; Usategui, L.; Rashkova, B.; Nô, M. L.; San Juan, J.; Clemens, H.; Mayer, S.: Elevated Temperature Mechanical Behavior and Related Microstructural Aspects of an Advanced Nano-lamellar TiAl Alloy, *Acta Materialia* 128 (2017) 440–450. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.02.050
- [37] Kauffmann, F.; Bidlingmaier, T.; Dehm, G.; Wanner, A.; Clemens, H.: On the Origin of Acoustic Emission During Room Temperature Compressive Deformation of a  $\gamma$ -TiAl Based Alloy, *Intermetallics* 8 (2000) 823–830. DOI: 10.1016/S0966-9795(00)00025-X
- [38] Marketz, W. T.; Fischer, F. D.; Kauffmann, F.; Dehm, G.; Bidlingmaier, T.; Wanner, A.; Clemens, H.: On the Role of Twinning During Room Temperature Deformation of  $\gamma$ -TiAl Based Alloys, *Mat. Sci. Eng. A* 329–331C (2002) 177–183. DOI: 10.1016/S0921-5093(01)01558-1
- [39] Zhang, D.; Arzt, E.; Clemens, H.: Characterization of Controlled Microstructures in a  $\gamma$ -TiAl(Cr,Mo,Si,B) Alloy, *Intermetallics* 7 (1999) 1081–1087. DOI: 10.1016/S0966-9795(99)00036-9
- [40] Zhang, D.; Dehm, G.; Clemens, H.: Effect of Heat-Treatments and Hot-Isostatic Pressing on Phase Transformation and Microstructure in a  $\beta$ /B2 Containing  $\gamma$ -TiAl Based Alloy, *Scripta Materialia* 42 (2000) 1065–1070. DOI: 10.1016/S1359-6462(00)00341-9
- [41] Zhang, D.; Dehm, G.; Clemens, H.: On the Microstructural Evolution and Phase Transformations in a High Niobium Containing  $\gamma$ -TiAl Alloy, *Z. Metallkd.* 91 (2000) 950–956.
- [42] Haag, M.; Wanner, A.; Clemens, H.; Zhang, P.; Kraft, O.; Arzt, E.: Creep of Aluminium-Based Closed-Cell Foams, *Metall. Trans. A* 34 (2003) 2809–2817. DOI: 10.1007/s11661-003-0182-1
- [43] Kriszt, B.; Kraft, O.; Clemens, H.: Mikrostruktureigenschaften von Alporas-Schaum in Abhängigkeit von thermisch-mechanischer Belastung, *Mat.-wiss. u. Werkstofftechnik* 31 (2000) 478–480. DOI: 10.1002/1521-4052(200006)31:6<478::AID-MAWE478>3.0.CO;2-0

- [44] Appel, F.; Clemens, H.; Oehring, M.: Recent Advances in Development and Processing of Titanium Aluminide Alloys, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 646 (2001), N1.1.1.  
DOI: 10.1557/PROC-646-N1.1.1
- [45] Fischer, F. D.; Appel, F.; Clemens, H.: A Thermodynamic Model for the Generation of Mechanical Twins in TiAl, *Acta Materialia* 51 (2003) 1249–1260.  
DOI: 10.1016/S1359-6454(02)00504-9
- [46] Appel, F.; Clemens, H.; Fischer, F. D.: Modeling Concepts for Intermetallic Titanium Aluminides, *Progress in Materials Science* 81 (2016) 55–124.  
DOI: 10.1016/j.pmatsci.2016.01.001
- [47] Willumeit, R.; Feyerabend, F.; Kamusewitz, H.; Schossig, M.; Clemens, H.: Biological Multi-layer Systems as Implant Surface Modification, *Mat. Sci. Engin. Technol.* 34 (2003) 1084–1093.  
DOI: 10.1002/mawe.200300718
- [48] Pressl, D.; Teichert, C.; Hlawacek, G.; Clemens, H.; Iliev, P. P.; Schuster, A.; Feyerabend, F.; Willumeit, R.: Characterization of Phospholipid Bilayers on Ti-6Al-4V and Ti-6Al-7Nb, *Adv. Engin. Mater.* 10 (2008) B47-B52.  
DOI: 10.1002/adem.200800103
- [49] Jamnig, B.; Staron, P.; Leitner, H.; Clemens, H.; Ebner, R.; Warbichler, P.; Jeglitsch, F.: On the Precipitation Behaviour in Maraging Steels; in: *The Use of Tool Steels: Experience and Research*; Edited by J. Bergström, G. Fredriksson, M. Johansson, O. Kotnik, and F. Thuvander. Karlstad University, Sweden (2002), Vol. 1, 457–468.
- [50] Bischof, M.; Erlach, S.; Staron, P.; Leitner, H.; Scheu, C.; Clemens, H.: Combining Complementary Techniques to Study Precipitates in Steels, *Z. Metallkunde* 96 (2005) 1074–1080.  
DOI: 10.3139/146.101143
- [51] Leitner, H.; Staron, P.; Clemens, H.; Marsoner, S.; Warbichler, P.: Analysis of the Precipitation Behaviour in a High Speed Steel with Small-Angle Neutron Scattering, *Mat. Sci. Eng. A* 398 (2005) 323–331.  
DOI: 10.1016/j.msea.2005.03.084
- [52] Leitner, H.; Clemens, H.; Akre, J.; Danoix, F.; Staron, P.: On the Evolution of Secondary Hardening Carbides in a High-speed Steel Characterized by APFIM and SANS, *Z. Metallkunde* 98 (2007) 1093–1103.  
DOI: 10.3139/146.101577
- [53] Staron, P.; Schimansky, F.-P.; Scheu, C.; Clemens, H.: SANS Study of Carbon Additions in Ti-45Al-5Nb, *Mater. Res. Soc. Symp. Vol.* 1295 (2011) 195–200.  
DOI: 10.1557/opl.2011.387
- [54] Staron, P.; Christoph, U.; Appel, F.; Clemens, H.: SANS-Investigation on Precipitation Hardening of Two-Phase  $\gamma$ -TiAl Alloys, *Applied Physics A* 74 (2002) S1163-S1165.  
DOI: 10.1007/s003390201870
- [55] Eidenberger, E.; Schober, M.; Stergar, E.; Leitner, H.; Staron, P.; Clemens, H.: Precipitation Behaviour of Fe-25at%Co-9at%Mo Investigated by in-situ SANS and Complementary Methods, *Met. Trans. A* 41A (2010) 1230–1234.  
DOI: 10.1007/s11661-009-9997-8
- [56] Eidenberger, E.; Schober, M.; Staron, P.; Leitner, H.; Clemens, H.: Spinodal Decomposition in Fe-25at%Co-9at%Mo, *Intermetallics* 18 (2010) 2128–2135.  
DOI: 10.1016/j.intermet.2010.06.021
- [57] Banhart, J.; Bellmann, D.; Clemens, H.: Investigation of Metal Foam Formation by Microscopy and Ultra Small-Angle Neutron Scattering, *Acta Materialia* 49 (2001) 3409–3420.  
DOI: 10.1016/S1359-6454(01)00256-7
- [58] Clemens, H.; Wallgram, W.; Kremmer, S.; Güther, V.; Otto, A.; Bartels, A.: Design of Novel  $\beta$ -solidifying TiAl Alloys with Adjustable  $\beta/\beta_2$ -phase Fraction and Excellent Hot-Workability, *Adv. Engin. Mater.* 10 (2008) 707–713.  
DOI: 10.1002/adem.200800164
- [59] Engstler, M.; Mayer, S.; Pauly, C.; Clemens, H.; Mücklich, F.: 3D Characterization of an Intermetallic  $\beta/\gamma$ -Titanium Aluminide Alloy, *Advanced Engineering Materials* 15 (2013) 1125–1128.  
DOI: 10.1002/adem.201300041
- [60] Klein, T.; Schachermayer, M.; Mendez-Martin, F.; Schöberl, T.; Rashkova, B.; Clemens, H.; Mayer, S.: Carbon Distribution in Multi-phase  $\gamma$ -TiAl based Alloys and its Influence on Mechanical Properties and Phase Formation, *Acta Materialia* 94 (2015) 205–213.  
DOI: 10.1016/j.actamat.2015.04.055

- [61] Klein, T.; Clemens, H.; Mayer, S.: Compositional and Microstructural Design of Intermetallic  $\gamma$ -TiAl Based Alloys by Atom Probe Tomography, *Materials* 9 (2016) 755–774.  
DOI: 10.3390/ma9090755
- [62] Liss, K.-D.; Bartels, A.; Clemens, H.; Bystrzanowski, S.; Stark, A.; Buslaps, T.; Schimansky, F.-P.; Gerling, R.; Scheu, C.; Schreyer, A.: Recrystallisation and Phase Transitions in a  $\gamma$ -TiAl Based Alloy as Observed by ex- and in-situ High-energy X-ray Diffraction, *Acta Materialia* 54 (2006) 3721–3735.  
DOI: 10.1016/j.actamat.2006.04.004
- [63] Erdely, P.; Schmoelzer, T.; Schwaighofer, E.; Clemens, H.; Staron, P.; Stark, A.; Liss, K.-D.; Mayer, S.: In Situ Characterization Techniques Based on Synchrotron Radiation and Neutrons Applied for the Development of an Engineering Intermetallic Titanium Aluminide Alloy, *Metals* 6 (2016) 10.  
DOI: 10.3390/met6010010
- [64] Liss, K.-D.; Schmölzer, T.; Yan, K.; Reid, M.; Peel, M.; Dippenaar, R.; Clemens, H.: Dynamics in Metal Forming on Multi-phase TiAl Based Intermetallics Studied in-situ by Time-resolved High Energy X-ray Diffraction, *J. Applied Physics A* 106 (2009) 113526.  
DOI: 10.1063/1.3266177
- [65] Bischof, M.; Leitner, H.; Clemens, H.; Staron, P.; Dehm, G.; Voitechek, A.; Knabl, W.: Microstructure and Mechanical Properties of Si and YN Doped Powder Metallurgical Tantalum, *Z. Metallkd.* 95 (2004) 573–578.  
DOI: 10.3139/146.017990
- [66] Cihak, U.; Staron, P.; Homeyer, J.; Stockinger, M.; Clemens, H.; Tockner, J.: Characterization of Residual Stresses in Turbine Discs by Neutron and High-Energy X-Ray Diffraction and Comparison to Finite Element Modeling, *Mat. Sci. Eng. A* 437 (2006) 75–82.  
DOI: 10.1016/j.msea.2006.04.049
- [67] Application of Photons and Neutrons for the Innovation of Engineering Materials, Guest Editors: Clemens, H.; Kaysser-Pyzalla, A.; Kaysser, W.; Schreyer, A.; *Adv. Engin. Mater.* 13 (2011) 635–850.  
DOI: 10.1002/adem.201100100
- [68] Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science – From Fundamentals to Applications, Editors: Staron, P.; Schreyer, A.; Clemens, H.; Mayer S.: WILEY-VCH, Weinheim, Germany, ISBN 978-3-527-33592-3 (2017).
- [69] Paris, O.; Lang, D.; Li, J.; Schumacher, P.; Deluciae, M.; Rostislav, D.; Tkadletz, M.; Schalk, N.; Kockes, J.; Zhang, Z.; Fritz-Popovski, G.; Teichert, C.; Clemens, H.: Complementary High Spatial Resolution Methods in Materials Science and Engineering, *Adv. Engin. Mater.* 19 (2017) 1600671.  
DOI: 10.1002/adem.201600671
- [70] Bartscher, M.; Kirchheimer, K.; Weißensteiner, I.; Bernhard, C.; Lederhaas, B.; Klein, T.; Mayer, S.; Clemens, H.: Investigation of the Precipitation Behavior of H-Carbides in a TiAl Alloy Containing Carbon by Means of in- and ex-situ Characterization, *Pract. Metallogr.* 55 (2018) 693–703.  
DOI: 10.3139/147.110516
- [71] Jop, M.; Wartbichler, R.; Staron, P.; Maawad, E.; Mayer, S.; Clemens, H.: Microstructure and Phase Analysis of an Additively Manufactured Intermetallic TiAl Alloy using Metallographic Techniques and High-Energy X-Rays, *Pract. Metallogr.* 57 (2020) 84–95.  
DOI: 10.3139/147.110611
- [72] Wartbichler, R.; Clemens, H.; Mayer, S.: Electron Beam Melting of a  $\beta$ -solidifying Intermetallic Titanium Aluminide Alloy, *Adv. Engin. Mater.* (2019) 1900800.  
DOI: 10.1002/adem.201900800
- [73] Primig, S.; Clemens, H.; Knabl, W.; Lorch, A.; Stickler, R.: Orientation Dependent Recovery and Recrystallization Behavior of Hot-rolled Molybdenum, *Int. J. Refractory Metals and Hard Metals* 48 (2015) 179–186.  
DOI: 10.1016/j.ijrmhm.2014.09.008
- [74] Babinsky, K.; Knabl, W.; Lorch, A.; De Kloe, R.; Clemens, H.; Primig, S.: Atom Probe Study of Grain Boundaries in Technically Pure Molybdenum, *Ultramicroscopy* 159 (2015) 445–451.  
DOI: 10.1016/j.ultramic.2015.05.014
- [75] Babinsky, K.; De Kloe, R.; Clemens, H.; Primig, S.: A Novel Approach for Site-Specific Atom Probe Specimen Preparation by Focused Ion Beam and Transmission Electron Backscatter Diffraction, *Ultramicroscopy* 144 (2014) 9–18.  
DOI: 10.1016/j.ultramic.2014.04.003

- [76] Jakob, S.; Leitner, A.; Lorch, A.; Eidenberger-Schobner, M.; Knabl, W.; Pippan, R.; Clemens, H.; Maier-Kiener, V.: Influence of Crystal Orientation and Berkovich Tip Rotation on the Mechanical Characterization of Grain Boundaries in Molybdenum, *Materials and Design* 182 (2019) 107998.  
DOI: 10.1016/j.matdes.2019.107998
- [77] Schuh, B.; Mendez-Martin, F.; Völker, B.; George, E. P.; Clemens, H.; Pippan, R.; Hohenwarter, A.: Mechanical Properties, Microstructure and Thermal Stability of a Nanocrystalline CoCrFeMnNi High-Entropy Alloy after Severe Plastic Deformation, *Acta Materialia* 96 (2015) 258–268.  
DOI: 10.1016/j.actamat.2015.06.025
- [78] Maier-Kiener, V.; Schuh, B.; George, E. P.; Clemens, H.; Hohenwarter, A.: Insights into the Deformation Behaviour of the CrMnFeCoNi High-entropy Alloy Revealed by Elevated Temperature Nanoindentation, *J. Mat. Res.* 32 (2017) 2658–2667.  
DOI: 10.1557/jmr.2017.260
- [79] *Sonderbände der Praktischen Metallographie 2018: Fortschritte in der Metallographie*, Herausgeber: H. Clemens, S. Mayer und M. Panzenböck, INVENTUM GmbH, Sankt Augustin, Deutschland, ISBN 978-3-88355-416-7 (2018).

## Bibliography

DOI 10.3139/147.110670

Pract. Metallogr. 57 (2020) 9; page 614–649

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 0032–678X



### Helmut Clemens

born in 1957, studied materials science at the Montanuniversität Leoben, Austria, gaining his doctorate in 1987. He joined Plansee SE, Austria, as head of the Advanced Materials R&D group in 1990, gaining his lecturing qualification in 1997. From 1998 to 2000 he was Professor for Metallic Materials at the Institute for Physical Metallurgy, University of Stuttgart,

Germany, before moving to the Institute for Materials Research, Helmholtz Zentrum, Geesthacht, in a joint appointment as Professor at the Christian Albrechts University Kiel, Germany. Since July 2003 he is head of the Chair of Physical Metallurgy and Metallic Materials at the Montanuniversität Leoben. Professor Clemens has won several awards, including the prestigious Sorby Award. The photo shows the author in front of the jet engine of the famous "Black Bird".