

MM 2 - Nanotomographie von Hochtemperaturwerkstoffen

Projektleitung

Prof. Dr. Mathias Göken

Lehrstuhl Allgemeine Werkstoffeigenschaften, WW1, Institut für Werkstoffwissenschaften,
Universität Erlangen-Nürnberg

Fragestellungen des Projekts

Bei vielen technischen Legierungen hat die dreidimensionale Anordnung und Struktur von Körnern und Zweitphasen im Nanometerbereich eine wichtige Bedeutung für die Eigenschaften der Werkstoffe. Bislang wird die Charakterisierung dieser Strukturen weit überwiegend über zweidimensionale Querschnittsabbildungen durchgeführt, wobei nur statistische Aussagen über die dreidimensionalen Strukturen abgeleitet werden können. Die Form dreidimensionaler Strukturen kann damit nicht direkt bestimmt werden. Mit der neuartigen Methode der Nanotomographie, die ursprünglich für polymere Werkstoffe entwickelt wurde, können inzwischen auch metallische und keramische Werkstoffe dreidimensional auf Nanometerskala abgebildet werden. Grundlage dieser Methode ist die Abbildung von Serienschnitten mittels Rasterkraftmikroskopie. Mit Hilfe der digitalen Bildverarbeitung werden die Abbildungen der einzelnen Schnitte zusammengefügt und die dreidimensionale Gefügestruktur rekonstruiert. In Kombination mit dem Rasterkraftmikroskop können so kleinste Gefügebestandteile erfasst und ihr Tiefenverlauf dreidimensional mit hoher Auflösung abgebildet werden. Allerdings müssen die Verfahren für einen breiteren Einsatz weiter entwickelt werden, um quasi online dreidimensionale Bilder erzeugen zu können. Hierzu müssen insbesondere in-situ Abtragsverfahren entwickelt werden, die eine gleichzeitige Abbildung im AFM zulassen.

Hochtemperaturwerkstoffe, wie die Nickelbasis-Superlegierungen zeigen komplexe Umwandlungsvorgänge der Mikrostruktur bei Kriechbelastungen, die so genannte Floßbildung, deren genauen Vorgänge, insbesondere dreidimensional, noch nicht verstanden sind. In diesem Projekt soll die Methode der Nanotomographie weiterentwickelt und neben den Nickelbasis-Superlegierungen auch auf andere Hochtemperaturwerkstoffe und Schichten angewandt werden.

Stand der Forschung

Tomographische Verfahren zur dreidimensionalen Strukturabbildung werden immer bedeutender auch für werkstoffwissenschaftliche Fragestellungen. Dreidimensionale Abbildungen sind dabei für eine eindeutige Identifizierung der Morphologie von Ausscheidungsphasen und Kornstrukturen erforderlich. Schnittabbildungen erlauben jedoch nur statistische Aussagen über die Strukturelemente.

So werden die röntgenographischen Verfahren der Computertomographie CT auch im Bereich der Werkstoffe inzwischen intensiv eingesetzt und finden an den Partnerlehrstühlen WTM (Prof. Singer) und WW3 (Prof. Greil) in Erlangen starke Anwendung [1]. Phasenfeldsimulationen ermöglichen inzwischen die Berechnung dreidimensionaler Kornwachstumsmodelle, die mit Experimenten verglichen werden können [2]. Eine dreidimensionale Strukturabbildung ermöglicht neuerdings auch die Methode des Focused Ion Beam (FIB). In diesem Gerät kann mit einem Ionenstrahl abwechselnd Material abgetragen und anschließend abgebildet werden. Allerdings ermöglicht bislang keine dieser genannten Methoden eine Abbildung in allen drei Raumrichtungen im Bereich von wenigen Nanometern, so dass die Nanotomographie lediglich in Verbindung mit der Rastersondenmikroskopie realisiert werden kann.

Eigene Vorarbeiten

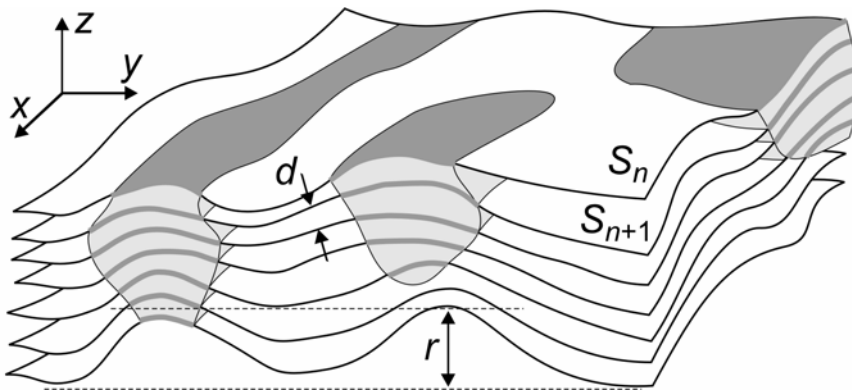


Bild 1: Prinzip der Nanotomographie zur Abbildung dreidimensionaler Werkstoffstrukturen (aus: R. Magerle, Phys. Rev. Lett. 85, 2749 (2000); ©2000 American Physical Society).

In der Arbeitsgruppe des Projektleiters wurden in den letzten Jahren die Mikrostrukturen von Nickelbasis-Superlegierungen intensiv mittels Rasterkraftmikroskopie untersucht und quantifiziert [3, 4]. Mittels Nanoindentierungen konnte dabei auch der Mischkristallhärtungseffekt von Rhenium auf die Matrixphase nachgewiesen werden [5]. In weiteren Vorarbeiten wurde

erstmalig die Methode der Nanotomographie, die von Herrn Magerle entwickelt wurde [6, 7], auf metallische Werkstoffe angewandt. Dabei wurden erste Untersuchungen an der γ/γ' -Struktur und an gefloßten Strukturen von Nickelbasis-Superlegierungen durchgeführt [8]. Der Abtrag erfolgte mittels mechanischer oder elektrolytischer Politur oder anderer chemischer Verfahren. Zur Identifizierung der Phasen können unterschiedliche Kontraste, die die raster-sondenmikroskopischen Abbildungen liefern, genutzt werden. In diesem Fall erfolgte die Phasenidentifizierung über topographische Höhenunterschiede.

Bild 2 zeigt ein Ergebnis dieser Untersuchungen an einer kriechverformten Superlegierung. Im AFM-Bild wurde ein Ausschnitt ausgewählt, der in der Sequenz der Bilder noch einmal dargestellt ist. Helle Bereiche zeigen die Matrix-Phase, die gegenüber den γ' -Teilchen einige Nanometer erhoben ist. Die dreidimensionale Rekonstruktion dieses Bildausschnittes zeigt deutlich die Floßstruktur der Superlegierung. Dabei ist ein schmaler Verbindungssteg zwischen zwei Matrix-Flößen zu erkennen, der nur eine Breite von ca. 30 Nanometern aufweist. Die Vorarbeiten zeigen deutlich, dass es mit dieser Methode möglich ist die γ/γ' -Mikrostruktur der Nickelbasis-Superlegierungen dreidimensional darzustellen. Die erreichbare Auflösung ist dabei in allen Raumrichtungen besser als 10 nm.

AFM im Kontaktmodus (Höhenbilder)

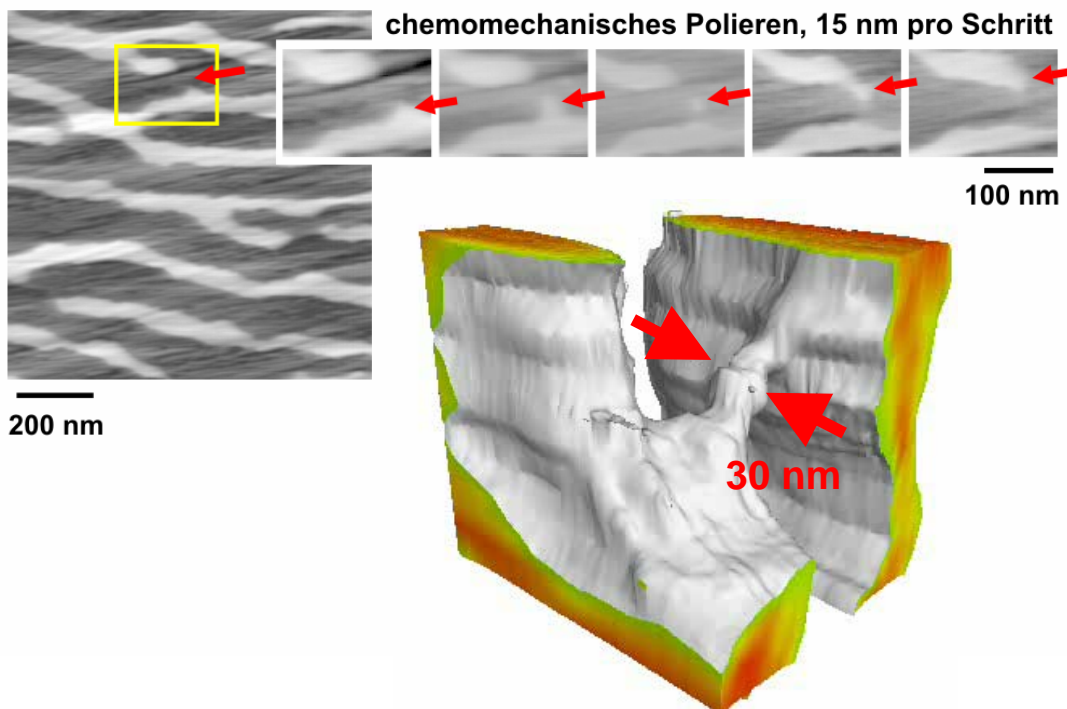


Bild 2: 3D-Abbildung einer kriechverformten CMSX-4 Legierung.

Ziele des Projekts

Die zweiphasige γ/γ' -Struktur der Nickelbasis-Superlegierungen hat eine wichtige Bedeutung für die Hochtemperaturfestigkeit dieser Werkstoffe. In den letzten Jahrzehnten wurden diese Legierungen immer weiter optimiert und der Volumenanteil der γ' Phase erreicht bei den einkristallinen Legierungen inzwischen ca. 70%. Zulegieren von Refraktärelementen wie Rhenium führt zu einer Mischkristallhärtung der Matrixphase. Die Gitterfehlpassung zwischen beiden Phasen und die Grenzflächenenergie bestimmen die Form und Morphologie der Ausscheidungsphase. Genaue dreidimensionale Abbildungen der Struktur sind daher auch für das grundsätzliche Verständnis der Ausscheidungsbildung interessant. In Schnittabbildungen erscheinen die γ' Ausscheidungen im Wesentlichen kubisch, wohingegen in der nanotomographischen Abbildung deutliche Abweichungen von der kubischen Struktur festgestellt werden. Unter Einsatzbedingungen unterliegen die Nickelbasis-Superlegierungen hohen Spannungen und Temperaturen, wobei es zu einer Umlagerung der Ausscheidungsmorphologie kommt. Die bisherigen kubischen Ausscheidungen lagern sich zu einer eher lamellaren Struktur, der sogenannten Floßstruktur, um. Mit der Nanotomographie soll der dreidimensionale Verlauf einzelner Lamellen, sowie ihre Form und Dickenausdehnung studiert werden.

Grundlage solcher ausführlicheren dreidimensionalen Abbildungen ist die Weiterentwicklung der Methodik. Hier soll eine Methode entwickelt werden, bei der der Abtrag in-situ im Rasterelektronenmikroskop erfolgt. Dafür kann eine elektrochemische Flüssigkeitszelle genutzt werden, in der ähnlich wie bei der Elektropolitur ein phasenselektiver Abtrag realisiert werden soll. Die Optimierung der Abtragsbedingungen soll in Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Frau Prof. Virtanen erfolgen. Die Fachkenntnisse in Elektrochemie sollen dabei genutzt werden, um die selektive Auflösung unter möglichst gut definierten elektrochemischen Abtragsbedingungen zu optimieren und zu kontrollieren.

Die Bildrekonstruktion soll möglichst zeitnah parallel zu den Messungen erfolgen. Dazu soll dieses Forschungsprojekt in enger Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Prof. R. Magerle (bislang Universität Bayreuth) durchgeführt werden, der zum 01.01.2005 einen Ruf an die TU Chemnitz angenommen hat. Die Arbeitsgruppe von Professor Magerle wird insbesondere die Algorithmen zur Bildverarbeitung weiterentwickeln und für das Projekt zur Verfügung stellen.

Neben den Abbildungen von Strukturen in den Nickelbasis-Superlegierungen ist es auch geplant, die Methode auf die im Projekt OB2 untersuchten Hochtemperaturschutzschichten anzuwenden, in denen sich eine komplexe Anordnung unterschiedlichster Phasen ausscheiden. Auch auf keramische Werkstoffe, die im Graduiertenkolleg untersucht werden, sollte die Methode anwendbar sein.

Literatur zum Thema

- [1] J. Zeschky, T. Höfner, C. Arnold, R. Weißmann, D. Bahloul-Hourlier, M. Scheffler and P. Greil, Acta mater. **53**, 927 (2005))
- [2] C.E. Krill, L.-Q. Chen, Acta mater. **50**, 3057 (2002)
- [3] K. Durst, M. Göken, Prakt. Metallogr. **38**, 197 (2001)
- [4] M. Göken, H Vehoff, Scripta Materialia **35**, 983 (1996)
- [5] K. Durst and M. Göken, Mat. Sci. & Eng. **A387-389**, 312 (2004)
- [6] R. Magerle, Phys. Rev. Lett. **85**, 2749 (2000)
- [7] R. Magerle, Europäische Patentschrift EP1144989 und U.S. Patent 6,546,788
- [8] M. Göken, R. Magerle, M. Hund, K. Durst, Prakt. Metallogr. Sonderbd. **35**, Metallographietagung Berlin 2003, (Ed.) P.D. Portella, Werkstoff-Informationgesellschaft mbH, Frankfurt (2004), S. 257-262

Dissertationsthemen

Nanotomographische Untersuchungen der Mikrostruktur von Nickelbasis-Superlegierungen

Übergreifende Projektbetreuung - Verknüpfungen mit anderen Projekten

Dieses Projekt ist eng verknüpft mit den beiden Projekten im Bereich MW Metallische Werkstoffe, da zunächst die Untersuchung der Mikrostruktur von Nickelbasis-Superlegierungen im Vordergrund stehen wird. Im weiteren Verlauf sollen dann auch die im Projekt **OB2** mechanisch charakterisierten Schichten bezüglich der Morphologie der einzelnen Phasenbestandteile untersucht werden. Aber auch auf keramische Werkstoffe sollte die Methode anwendbar sein, so dass im weiteren Verlauf auch eine engere Verzahnung mit den Projekten im Bereich **KM** Keramik/Metall Verbundwerkstoffe zu erwarten ist. Hier werden zurzeit erste Voruntersuchungen durchgeführt. Weiterhin wird der Vergleich mit dem am Lehrstuhl von Prof. Singer vorhandenen mikro-CT Verfahren für die Arbeiten interessant sein. Die Zusammenarbeit mit der Arbeitsgruppe von Prof. Virtanen (**OB3**) wird sehr hilfreich für die Entwicklung der in-situ Ätzbedingungen unter kontrollierten elektrochemischen Bedingungen sein.