

MM 1 - Analytische Elektronenmikroskopie feinskaliger Mehrphasenwerkstoffe – Methoden und Anwendungen

Projektleitung

Dr. Rainer Völkl, Prof. Dr. Uwe Glatzel

Lehrstuhl Metallische Werkstoffe, Fakultät für Angewandte Naturwissenschaften, Universität Bayreuth

Fragestellungen des Projekts

In Nickelbasissuperlegierungen, wie auch in den sog. Refraktären Superlegierungen auf Basis der Platingruppenmetalle Pt, Rh und Ir, wird durch eine gezielte Wärmebehandlung in der γ -Matrixphase eine γ' -Phase ausgeschieden. Bildung und Wachstum eutektischer Phasengemische erfolgt i.d.R. derart, dass die Grenzflächen zwischen den Phasen minimale Energien besitzen, darum stehen die Phasen in festen kristallographischen Beziehungen. In den aufgeführten Systemen kann es aufgrund unterschiedlicher Gitterparameter und Ausdehnungskoeffizienten der beteiligten Phasen zum Einbau von Fehlpassungsversetzungen kommen. Bei kohärenten Phasengrenzen bauen sich hingegen Fehlpassungsspannungen auf. Die kristallographischen Beziehungen zwischen den Phasen auf μm -nm Skala und die durch sie hervorgerufenen stark lokalisierten Eigenspannungen beeinflussen maßgeblich das Werkstoffverhalten bei hohen Temperaturen.

Durch die Wahl einer geeigneten Zusammensetzung und Wärmebehandlung wird im Pt-Al-X-Y System eine zweiphasige Mikrostruktur mit einer $L1_2$ -geordneten Pt_3Al -Phase, γ' , in einer kfz Matrix, γ , eingestellt werden. Die Elemente X und Y sollen zum einen die Pt-Matrix mischkristallverfestigen und zum anderen die Transformation der intermetallischen Phase Pt_3Al von der Hochtemperaturmodifikation mit $L1_2$ -Struktur zu tetragonalen Strukturen unterbinden. Bisher ist das Besetzungsverhalten der Elemente auf die Gitterplätze von Pt_3Al jedoch nicht bekannt. Den Nickelbasissuperlegierungen der 4. Generation werden Platinmetalle wie Ru, Ir und/oder Pt zulegiert. Allerdings gibt es noch große Kontroversen wie sich diese Elemente auf die verschiedenen Phasen, bzw. auf die Gitterplätze in den geordneten Phasen, verteilen.

Bei MMC-Werkstoffen (Metal Matrix Composite) spielen die Bindungsverhältnisse zwischen Metall und Keramik eine zentrale Rolle. Durch möglichste feste Bindungen wird eine Festigkeitssteigerung gegenüber der reinen Matrix angestrebt.

Die aufgeführten Beispiele führen auf die zentralen Fragen des beantragten Projektes:

- In welchen kristallographischen Beziehungen stehen die verschiedenen Phasen in feinskaligen Phasenverbunden, wie sie im Graduiertenkolleg erforscht werden.
- Welche kristallographischen Strukturen haben die verschiedenen Phasen?
- Wie verteilen sich die jeweiligen Legierungselemente auf die verschiedenen Phasen?
- Wie verteilen sich die die jeweiligen Legierungselemente auf die Gitterplätze in den geordneten Phasen?
- Lassen sich unerwünschte Phasen vermeiden, bzw. lässt sich eine bestimmte kristallographische Struktur einer Phase herbeiführen?
- Welche Strukturen haben die Phasengrenzen und wie verändern sich die Phasengrenzen bei hohen Temperaturen?
- Wie groß sind die lokalen inneren Spannungen um kohärente Teilchen oder Fasern?
- Wann sind die Phasengrenzen kohärent? Welche Umstände führen zu inkohärenten Phasengrenzen?
- Wie sind die Bindungsverhältnisse zwischen den Phasen in inkohärenten Verbunden?

Eigene Vorarbeiten - Stand der Forschung

In einem gegenwärtig von der DFG geförderten Verbundprojekt der Universität Bayreuth und der Fachhochschule Jena (DFG Gl 181/15-1) werden Superlegierungen auf Platinbasis entwickelt. Analog zu den Nickelbasissuperlegierungen gelingt es in der hochschmelzenden Platinmatrix, eine γ' -Phase auszuscheiden. Das quaternäre Pt-Al-Cr-Ni System wurde unter mehreren Systemen als das bisher aussichtsreichste identifiziert [1]. Eine Legierung mit 12 at.% Al, 6 at.% Cr, 6 at.% Ni und 76 at.% Pt zeigt nach 12 h Homogenisierung bei 1500°C und Luftabkühlung ein den kommerziellen Nickelbasissuperlegierungen vergleichbare Mikrostruktur. Die würfelförmigen γ' -Teilchen mit einem mittleren Kantenlänge von ca. 400 nm und einem Volumenanteil von ca. 50% sind von ca. 50 nm breiten Matrixkanälen umgeben. Die TEM-Folienpräparation der schwierig zu dünnenden Platinmetalle wird beherrscht. In einer Kooperation zwischen der Universität Bayreuth und dem National Institute for Materials Science (NIMS) in Tsukuba, Japan, wird an Superlegierungen auf Rh- und Ir-Basis geforscht [2,3].

Frühere Arbeiten der Arbeitsgruppe beschäftigten sich mit den Wechselwirkungen von Versetzungen und inneren Spannungsfeldern in Nickelbasissuperlegierungen. Mit Hilfe von Neutronenstreuung, CBED (Convergent Beam Electron Diffraction) und FEM (Finite-Elemente-Modellierung) wurden die Zusammenhänge zwischen den Kohärenzspannungen

und dem Werkstoffverhalten von Nickelbasissuperlegierungen der 1., 2. und 3. Generation aufgedeckt [6,7]. Zur schnellen Auswertung von CBED Aufnahmen wurde die spezielle Software ImageCBED++ entwickelt [5]. ImageCBED++ kombiniert digitale Bildverarbeitung und CBED Simulation unter einer leicht zu bedienenden Oberfläche. Zurzeit ist ein kinematischer Algorithmus zur schnellen CBED Simulation implementiert. Die Auswertung erfolgt semiautomatisch.

Ziele des Projekts

Um Kohärenz zwischen der γ - und γ' -Phase und damit eine hohe Kriechfestigkeit von Platinbasissuperlegierungen zu gewährleisten, muss die Fehlpassung zwischen beiden Phasen eingestellt werden. Die Vorarbeiten deuten darauf hin, dass Ni und Co einen großen Einfluss auf die Fehlpassung in Platinbasissuperlegierungen haben. Es soll darum die Fehlpassung in Platinbasissuperlegierungen in Abhängigkeit vom Ni und/oder Co Gehalt mit Hilfe von CBED gemessen bzw. optimiert werden. Analog hierzu werden Rh- und Ir-Basislegierungen auf ihre Fehlpassungsverteilungen hin untersucht. Aufgrund der geforderten Ortsauflösung im sub μm Bereich wird überwiegend CBED im TEM zum Einsatz kommen. Darüber hinaus sollen offene Fragen über die Struktur verschiedener γ' -Phasen in den refraktären Superlegierungen mit Hilfe von CBED beantwortet werden.

Es wird angestrebt die dynamische Simulation von CBED Mustern soweit zu beschleunigen und in das bestehende Programmpaket ImageCBED++ zu integrieren, dass eine nahezu Echtzeitmessung der lokalen Gitterparameter mit höchster Genauigkeit am TEM realisiert werden kann. Zu Messung von Gitterparameter durch Vergleich mit simulierten CBED-Bildern ist ein Modell vom Dehnungszustand im Material zu formulieren. Darum soll ein entsprechendes Finite Elemente Model (FEM) in die Auswertesoftware integriert werden. Mit Hilfe des FEM-Moduls kann wiederum der Spannungszustand ohne Umweg über ein externes FEM-Programm berechnet werden.

Die Elementverteilungen zwischen den jeweiligen Phasen werden mit EDX (Energy Dispersive X-Ray spectroscopy) und mit Hilfe der Energiefilterung im TEM bzw. mit EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) analysiert.

Zur Bestimmung der Elementverteilungen auf den Gitterpositionen in geordneten Phasen sollen entsprechende ALCHEMI-Methoden entwickelt werden (Atom Location by Channeling-Enhanced Microanalysis). Um die Elemente analysieren zu können, deren Röntgenlinien sich in EDX-Spektren überlappen soll eine ALCHEMI-Methode auf Basis von EELS entwickelt werden.

In engen Zusammenarbeiten mit Forschungsgruppen in Japan und am Hahn-Meitner-Institut, Berlin, wird alternativ die 3D-APFIM (3D Atom Probe Field Ion Microscope) wertvolle Informationen liefern.

Literatur zum Thema

- [8] S. Vorberg, M. Wenderoth, B. Fischer, U. Glatzel, R. Völkl, JOM **56** (2004) 40.
- [9] Y. Yamabe-Mitarai, Y. Gu, C. Huang, R. Völkl, H. Harada, JOM **56** (2004) 34.
- [10] R. Völkl, A. Behrends, J. Merker, D. Lupton, B. Fischer, Mat. Sci. Eng. **368** (2004) 109.
- [11] L.A. Cornish, B. Fischer, R. Völkl, MRS Bulletin **28** (2003) 632.
- [12] R. Völkl, U. Glatzel, M. Feller-Kniepmeier, Proc. 14th Int. Conf. on Electron Microscopy, Vol. III (1998) 785.
- [13] R. Völkl, U. Glatzel, M. Feller-Kniepmeier, Acta mater. **46** (1998) 4395.
- [14] R. Völkl, U. Glatzel, M. Feller-Kniepmeier, Scripta Met. Mat. **38** (1998) 893.
- [15] J.L. Kamm, W.W. Milligan: Scripta Met. Mat. **31** (1994) 1461.

Dissertationsthemen

Thema 1: Analyse stark lokalisierter Eigenspannungen in feinskaligen Mehrphasenwerkstoffen

In dieser Arbeit sollen die Fehlpassungen bzw. der Kohärenzspannungen mit hoher Ortsauflösung in Superlegierungen auf Basis der Platingruppenmetalle Pt, Rh und Ir untersucht werden. Die CBED Methode muss hierzu weiterentwickelt werden.

Thema 2: Nanochemie von Refraktärsuperlegierungen auf Basis der Platingruppenmetalle und von Nickelbasissuperlegierungen der 4. Generation

Aufgeklärt werden sollen die Verteilung der Legierungselemente auf die jeweiligen Phasen der Legierungen und auf die Gitterplätzen in den geordneten Phasen mit höchster Ortsauflösung, d.h. auf einer Größenskala von 0.1-100 nm. Hauptanalyseinstrument wird das TEM sein.

Zum gegenwärtigen Zeitpunkt werden zwei Dissertationsthemen vorgeschlagen. Der Kollegiat kann alternativ ein eigenes Thema im Rahmen der oben dargestellten Fragestellungen vorschlagen bzw. bearbeiten.

Übergreifende Projektbetreuung - Verknüpfungen mit anderen Projekten

Neben Herrn Dr. Völkl wird Prof. Glatzel die unmittelbare Betreuung der Kollegiaten übernehmen. Dadurch ist die Kontinuität der Betreuung über die gesamte Laufzeit des Graduiertenkollegs auch dann gewährleistet, falls einer der Betreuer, z.B. wegen eines Forschungssemesters, abwesend sein sollte. In regelmäßigen Abständen werden Forschungsergebnisse mit allen Beteiligten am Graduiertenkolleg ausgetauscht und diskutiert. Für den unwahrscheinlichen Fall des Ausscheidens beider Betreuer können somit andere Forscher im Graduiertenkolleg die Betreuung der laufenden Arbeiten ohne Probleme übernehmen.

Direkte Verknüpfungen bestehen zu den Forschungsvorhaben **MW1** (Singer/Volek), **MW2** (Pyczak/Göken), **MM2** (Göken), **MM3** (Volek/Singer) und **MM4** (Glatzel), die sich mit verschiedenen Aspekten von Superlegierungen der neuesten Generationen beschäftigen. Das Vorhaben **MM1** ergänzt sich ideal mit den konventionellen TEM-Arbeiten im Vorhaben **MW2** und den Vorhaben **MM3** und **MM4**, mit mehr theoretischen Zielrichtungen. Im hier beantragten Vorhaben **MM1** stehen analytische Methoden mit höchster Auflösung im Vordergrund. Aufgrund dieses methodischen Ansatzes werden insbesondere alle Vorhaben, die sich mit der Herstellung von Grundwerkstoffen beschäftigen (Vorhaben **MW1**, **KM1-KM4**), aber auch laufende Projekte und internationalen Kooperationen profitieren. Im Gegenzug stehen dadurch Werkstoffe neuester Entwicklungsstufen für die Untersuchungen zur Verfügung.

Durch die enge Verzahnung mit den anderen Vorhaben im Graduiertenkolleg ist garantiert, dass die Kollegiaten viele Ansprech- bzw. Diskussionspartner finden. Eine „Vereinsamung“ eines Kollegiaten kann dadurch wirksam begegnet werden.

Im Rahmen bestehender internationalen Kooperationen (z.B. National Institute For Material Science, Tsukuba, Japan, Dr. Harada und Dr. Yamabe-Mitarai; oder Ohio State University, Columbus, Ohio, USA, Prof. Mills) werden die Kollegiaten zu Auslandsaufenthalten angehalten.