

Mikroanalytik, Metallographie und werkstoffmechanische Prüfung

Institut für
Werkstoff-Forschung



Mikroanalytik und Metallographie

ist eine zentrale Anlaufstelle im Institut für Werkstoff-Forschung. Als wissenschaftlich-technische Querschnittsaufgabe wird auf hohem Niveau die Grundcharakterisierung von Werkstoffen durchgeführt. Hierzu verfügt die Arbeitsgruppe über ein analytisches Rasterelektronenmikroskop und ein analytisches Transmissionselektronenmikroskop. Weiterhin stehen eine umfangreiche metallographische Lichtmikroskopie und ein Röntgenpulver- sowie ein Texturdiffraktometer zur Verfügung.

Die Metallographie

ist für nahezu alle mikroskopisch zu untersuchenden Proben im Institut die erste Anlaufstelle. Hier werden Schlitte der zu untersuchenden metallischen, keramischen und Verbundproben für die Untersuchung im Lichtmikroskop wie auch im Rasterelektronenmikroskop präpariert, lichtmikroskopisch dokumentiert und untersucht. Bei Bedarf werden für neue Werkstoffe auch geeignete neue Präparationsmethoden entwickelt. Es stehen neben verschiedenen Trenn- und Poliermaschinen eine Reihe von Lichtmikroskopen (u. a. zwei Leica Leitz MM6) mit angeschlossenen Mess- und Dokumentationsprogrammen zur Verfügung.

Die Rasterelektronenmikroskopie

wird für alle Kernthemen des Instituts eingesetzt. Durchgeführt werden u. a. quantitative Phasenanalysen in keramischen und metallischen Systemen, Grenzflächen- und Volumenanalyse in Faserverbundwerkstoffen, Bruchflächenanalysen keramischer Verbundwerkstoffe sowie von Leichtmetalllegierungen, Ni-Basislegierungen und HT-Metallen, Texturuntersuchungen im Mikrobereich (EBSD), vollautomatische Vermessung von Höhenprofilen, z. B. zur Messung der Mikrorauigkeit und in situ-Zug-/

Druckbelastungsversuche an unterschiedlichsten Materialien mit bis zu 5.000 N Belastung.

Die Auflösung des Feldemissionsrasterelektronenmikroskops (Zeiss Ultra 55) beträgt 1 nm bei 15 keV, 1,7 nm bei 1,7 keV und immer noch 4 nm bei 100 eV Strahlenergie. Neben den üblichen Detektoren (SE und BSE) ist das Gerät auch mit SE- und BSE-Detektoren auf der optischen Achse ausgestattet.

Das EDX-System (Oxford INCA) erlaubt die quantitative Elementanalyse sowie die Aufnahme von quantitativen Line-scans und Elementverteilungskarten. Zudem steht ein leistungsfähiges EBSD-System (Oxford Nordlys II / Channel5) für die kristallographische Phasenanalyse und für Texturuntersuchungen zur Verfügung.

Die modernen rasterelektronenmikroskopischen Methoden wie EBSD verlangen qualitativ extrem hochwertige Oberflächen. Hierzu verfügt das Institut über verschiedene Geräte zum Sputtern und zum Ionenstrahlätzen sowie zum Beschichten von Proben.

Die

Transmissionselektronenmikroskopie

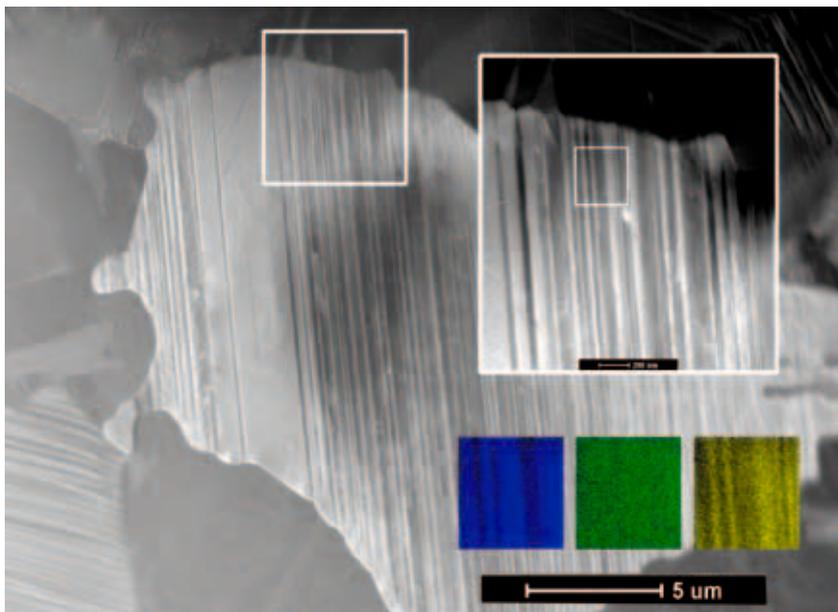
Die analytische Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) ist das einzige Verfahren, welches die umfassende Charakterisierung der Mikrostruktur vom Mikro- bis in den Nanometerbereich durch Verknüpfung und Koppelung von räumlicher Information (Abbildung), chemischer Analyse (EDX und EELS) und Beugungsinformation (Konvergente- und Feinbereichselektronenbeugung) ermöglicht. Sie wird für grundlegende Fragestellungen in allen Themenbereichen des Instituts für Werkstoff-Forschung eingesetzt.

Mit Hilfe der TEM lassen sich Mikrostrukturen analysieren und Mechanismen, die für Herstellung, Eigenschaften und Schädigungen der untersuchten Werkstoffe relevant sind, aufdecken. Als Bei-

spiele seien Diffusionsprozesse, Segregationen, Phasenumwandlungen, der Nachweis von Korngrenzenphasen und die Analyse von Kristallbaufehlern wie Versetzungen oder Stapelfehler genannt.

Das Transmissionselektronenmikroskop (Philips Tecnai F30, 300 kV Beschleunigungsspannung, „Super Twin“-Objektivlinse) verfügt über eine STEM-Einheit mit Hellfeld-, Dunkelfeld- und HAADF-Detektor und ein EDX-System (EDAX). Weiterhin sind ein abbildender Energiefilter (Gatan GIF) für die EEL-Spektroskopie und die elementselektive Abbildung (ESI) sowie eine CCD-Kamera zur Bildaufnahme installiert. Es steht eine Vielzahl von Probenhaltern (analytische Doppelkipp- und Kühlhalter, Rotationshalter, Heizhalter bis 1.300°C) zur Verfügung.

Für die Probenpräparation für die TEM stehen neben einer Vielzahl von mechanischen Präparationseinrichtungen mehrere verschiedene Anlagen zum Ionenätzen sowie eine Anlage zum elektrolytischen Dünnen zur Verfügung.



HAADF-STEM-Bild und EDX-Map einer lamellaren TiAl-Legierung

Die Röntgendiffraktometrie

Die Röntgenbeugung an Pulvern ist fester Bestandteil jeder Grundcharakterisierung eines Werkstoffs. Sie ermöglicht durch einen Datenbankvergleich die schnelle und sichere Identifizierung der in einem Werkstoff vorliegenden Phasen und durch Rietveldanalyse die quantitative Bestimmung der Gehalte derselben. Die exakte Bestimmung der Gitterkonstanten liefert zudem Informationen über Mischkristallbildung.

Als weitere Methode wird am Institut die Texturuntersuchung mit Röntgenstrahlen angewandt, welche zur Untersuchung von wachstums- oder verformungsinduzierten Vorzugsorientierungen dient. Das Institut verfügt über ein bewährtes Pulverdiffraktometer (Siemens D5000) in Bragg-Brentano-Geometrie, das die Messung sowohl von Pulver- wie auch von massiven Proben zulässt. Zur Auswertung stehen die Standard-Softwarepakete EVA und TOPAS (Bruker) zur Verfügung. Weiterhin ist ein Texturdiffraktometer (Siemens D5000TX) in Betrieb.

Werkstoffmechanische Prüfung

bietet die mechanische Charakterisierung von Werkstoffen als wissenschaftlich-technische Querschnittsleistung für alle Abteilungen des Instituts sowie für externe Auftraggeber an. Es werden Werkstoffuntersuchungen bei unterschiedlichen Belastungen unter einachsiger und biaxialer Beanspruchung durchgeführt. Messungen sind an der Luft, im Vakuum und in korrosiver Umgebung im Temperaturbereich von -196°C bis +1.400°C möglich.

Eine besondere Kompetenz hat die Gruppe bei der Durchführung von betriebsnahen Ermüdungs- und Bruchmechanikuntersuchungen an allen Ingenieurwerkstoffen wie Metallen, Keramiken, Polymeren und Verbunden verschiedener Materialien. Die Untersuchung des Rissausbreitungsverhaltens mit der Ermittlung des Schwellenwerts der Rissausbreitung ΔK_{th} , Aufnahme von $da/dN - \Delta K$ -Kurven, Bestimmung von Risswiderstandskurven sowie der Bruchzähigkeit bei unterschiedlichen Temperaturen gehören ebenfalls zum Versuchsprogramm.

Für die aktuellen wissenschaftlich-technischen Fragestellungen werden Versuchspläne konzipiert und spezielle Versuchsmethoden und -einrichtungen entwickelt. Die Versuchsergebnisse werden unter Einbeziehung mikroskopischer Untersuchungen der werkstofflichen Veränderungen nach der Prüfung, wie z. B. Verformung, Rissfortschritt und Versagen, bewertet. Dabei arbeitet die Gruppe eng mit den Fachabteilungen des Instituts und der Mikroanalytik zusammen.

Beispiele für die Entwicklung eigener Prüfanlagen sind

- Prüfanlage zur Untersuchung der thermomechanischen Ermüdung von Schichtsystemen, mit der rohrförmige

Proben gleichzeitig mechanisch und thermisch belastet werden können, wobei die Proben von außen durch einen Strahlungsofen geheizt und von innen mit Druckluft gekühlt werden. Mit diesen Versuchsbedingungen werden die Beanspruchungen im Material einer beschichteten Flugzeugturbinenschaufel nachgebildet.

- Prüfvorrichtung zur bruchmechanischen Charakterisierung der Delaminations-Rissausbreitung von Faserverbundwerkstoffen und hybriden Laminaten unter definierten mixed-mode-Bedingungen
- Versuchsstände zur Untersuchung von Spannungsrisskorrosion in speziellen korrosiven Medien

Das werkstoffmechanische Prüflabor verfügt über servohydraulische Prüfanlagen für einachsige und biaxiale Belastungen, elektromechanische Universalprüfmaschinen für verschiedene Lastbereiche, Resonanzprüfmaschinen für schwingende Beanspruchungen bei hohen Frequenzen und Zeitstandprüfmaschinen. Für Versuche an sehr kleinen Proben ist ein neues Kleinstlabor eingerichtet worden. Zusätzlich werden zur Bestimmung lokaler mechanischer Eigenschaften zwei Härteprüfeinrichtungen für hohe und mittlere Lasten eingesetzt. Für die Prüfung bei hohen und tiefen Temperaturen stehen Öfen, Kryoplanen und Vakuumkammern zur Verfügung. Zur Laborausstattung gehören spezielle Messvorrichtungen zur Aufzeichnung von Kräften, Dehnungen, Temperaturen sowie Messplätze zur Erfassung des Rissfortschritts.

Werkstoffmechanische Untersuchungen werden auch in Kooperation mit Hochschulen und anderen Forschungsinstitutionen sowie für industrielle Partner angeboten.

Laborausstattung

- Universalprüfmaschinen für Prüfkräfte bis 10 kN sowie bis 100 kN
- Einarm-Prüfmaschine für Prüfkräfte bis 1 kN mit zusätzlicher Kraftmessdose bis 500 N
- Servohydraulische Prüfanlagen mit maximalen Prüfkräften von 10 kN bis 400 kN
- Biaxiale Prüfanlage (vier servohydraulische Prüfzylinder mit Kräften bis 1.000 kN)
- Resonanzprüfmaschinen für hohe Frequenzen und Prüfkräfte von 20 bis 100 kN
- Zeitstand-Prüfanlage für Prüfkräfte bis 60 kN
- Härte- und Kleinlasthärtemesseinrichtungen
- Ultraschallprüfapparatur für flächige Werkstücke (400 x 1.000 mm)
- Gleichstrompotenzialmessplätze zur Risslängenbestimmung
- Laser-Extensometer für ortsauflösende Dehnungsmessung und Hochtemperatur-Dehnungsaufnehmer für Temperaturen bis 1.200° C



Das Institut für Werkstoff-Forschung

Der Forschungsschwerpunkt des Instituts für Werkstoff-Forschung liegt in der Entwicklung neuer Werkstofflösungen und ihrer Prozesstechniken für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt, im Energiebereich und im Automobilsektor. In Kooperation mit anderen DLR-Instituten sowie nationalen und internationalen Partnern arbeitet das Institut für Werkstoff-Forschung an grundlagenorientierten Themen und im Bereich angewandter Forschung.

Das Forschungsportfolio erstreckt sich entlang der Bereiche metallischer Strukturen, hybrider Werkstoffsysteme und Intermetallics, keramischer Strukturwerk-

stoffe, thermoelektrischer Materialien und Systeme sowie Hochtemperatur- und Funktionsschichten. Die Entwicklung von numerischen Methoden zur Simulation des Material- und Bauteilverhaltens komplettiert diese Kompetenzen mit dem Ziel, den Transfer von Materialien in industrielle Applikationen zu unterstützen.

Neben der wissenschaftlichen Forschungsarbeit beteiligt sich das Institut an der Ausbildung und Weiterbildung von Jungwissenschaftlern an renommierten deutschen Universitäten mit Professuren und Lehraufträgen.

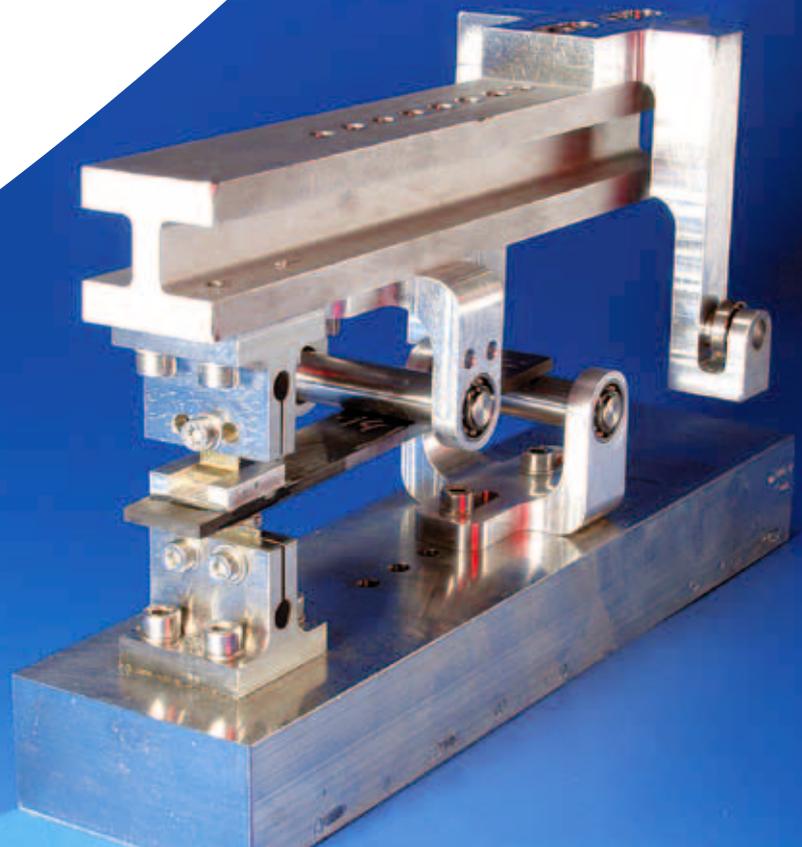
Kontakt:

Mikroanalytik und Metallographie

Dr. Klemens Kelm
Tel.: +49 2203 601-4608
Fax: +49 2203 696480
klemens.kelm@dlr.de

Werkstoffmechanische Prüfung

Janine Schneider
Tel.: +49 2203 601-2823
Fax: +49 2203 696480
janine.schneider@dlr.de



Das DLR im Überblick

Das DLR ist das nationale Forschungszentrum der Bundesrepublik Deutschland für Luft- und Raumfahrt. Seine umfangreichen Forschungs- und Entwicklungsarbeiten in Luftfahrt, Raumfahrt, Energie, Verkehr und Sicherheit sind in nationale und internationale Kooperationen eingebunden. Über die eigene Forschung hinaus ist das DLR als Raumfahrt-Agentur im Auftrag der Bundesregierung für die Planung und Umsetzung der deutschen Raumfahrtaktivitäten zuständig. Zudem fungiert das DLR als Dachorganisation für den national größten Projektträger.

In den 13 Standorten Köln (Sitz des Vorstands), Berlin, Bonn, Braunschweig, Bremen, Göttingen, Hamburg, Lampoldshausen, Neustrelitz, Oberpfaffenhofen, Stuttgart, Trauen und Weilheim beschäftigt das DLR circa 6.500 Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter. Das DLR unterhält Büros in Brüssel, Paris und Washington D.C.

Die Mission des DLR umfasst die Erforschung von Erde und Sonnensystem, Forschung für den Erhalt der Umwelt und umweltverträgliche Technologien, zur Steigerung der Mobilität sowie für Kommunikation und Sicherheit. Das Forschungsportfolio des DLR reicht von der Grundlagenforschung zu innovativen Anwendungen und Produkten von morgen. So trägt das im DLR gewonnene wissenschaftliche und technische Know-how zur Stärkung des Industrie- und Technologiestandortes Deutschland bei. Das DLR betreibt Großforschungsanlagen für eigene Projekte sowie als Dienstleistung für Kunden und Partner. Darüber hinaus fördert das DLR den wissenschaftlichen Nachwuchs, betreibt kompetente Politikberatung und ist eine treibende Kraft in den Regionen seiner Standorte.



DLR

**Deutsches Zentrum
für Luft- und Raumfahrt e.V.**
in der Helmholtz-Gemeinschaft

Institut für Werkstoff-Forschung

Prof. Dr. Heinz Voggenreiter
Linder Höhe
51147 Köln
Tel.: +49 2203 601-3570
Fax.: +49 2203 68936
heinz.voggenreiter@dlr.de

www.DLR.de/wf