

Untersuchung des Gleittransfermechanismus an Korngrenzen in kfz-metallenen oligo- und bikristallinen Proben mittels 2D- und 3D-HR-EBSD

Jonas Rauber, Florian Schäfer, Michael Marx, Christian Motz

Universität des Saarlandes,
Lehrstuhl für Experimentelle Grundlagen der Werkstoffwissenschaften
66123 Saarbrücken

Corresponding author: m-marxmatsci.uni-sb.de

Zielsetzung und Verfahrensweise der Arbeit: Mit dieser Arbeit sollte ein zu den etablierten Methoden alternativer Ansatz zur Untersuchung von Versetzungsprozessen auf Tauglichkeit überprüft werden [1]. Dieser basiert auf der Berechnung des Nye- und Disclinationstensor anhand von mittels EBSD gewonnenen Orientierungsdaten, die mit der Methode der high resolution (HR) electron back scatter diffraction (EBSD) aufbereitet wurden. Es sollte untersucht werden, inwiefern der Disclinationstensor Aufschluss über das Relaxationsverhalten von Korngrenzen geben kann. Hierzu wurde dessen Entwicklung bei andauernder Deformation der Korngrenzen durch statische Lasten sowie durch von einem Ermüdungsriss ausgesandten Versetzungen beobachtet. Mittels 3D-EBSD Tomographie wurde der vollständige Nye-Tensor eines Teilvolumens eines ermüdeten, bikristallinen Mikrobiegebalkens ermittelt und unter Verwendung verschiedener Randbedingungen nach den Dichten einzelner Versetzungstypen aufgelöst. Hierzu musste eine Methode zur HR-EBSD an dreidimensionalen Orientierungsdatensätzen entwickelt werden, da herkömmliche Verfahren dazu nicht imstande sind. Ziel dieser letzten Teilstudie war vornehmlich die Überprüfung der durch diese Methode erzielten Resultate.

Versuchsführung: Zur besseren Kontrolle und Interpretation der Vorgänge an der Korngrenze können Ermüdungsrisse als Versetzungsquellen verwendet werden, deren Wachstumsverhalten Rückschlüsse auf Gleittransferprozesse erlaubt. Hierbei kann je Riss jedoch nur eine einzelne Korngrenze untersucht werden.

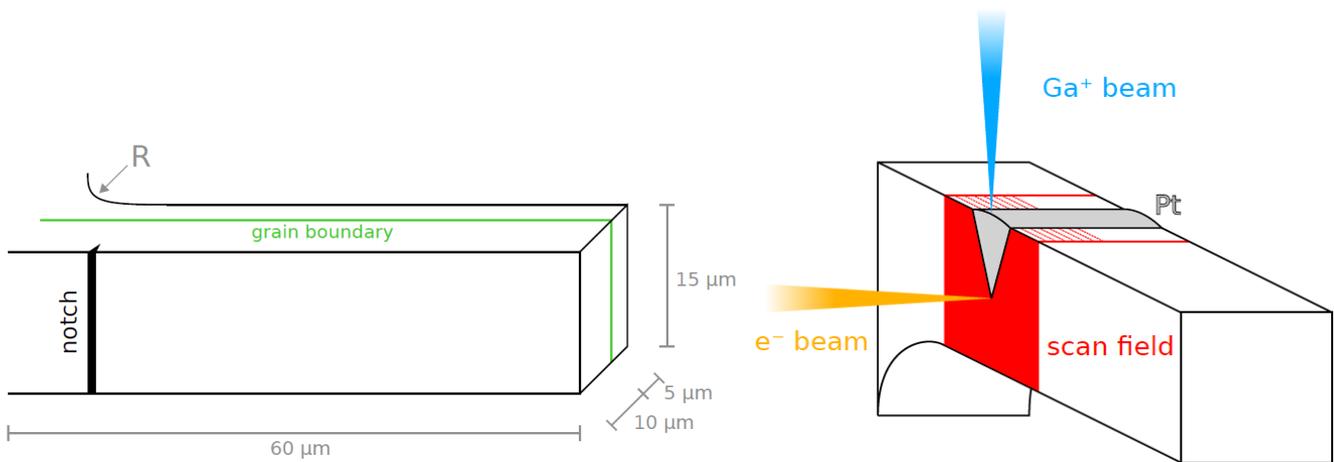


Abb. 1a: Mikro-Biegebalken mit Lage der Korngrenze und Rissstarter-Kerbe.

Abb. 1b: Lage der Scanfeldes auf dem Balken und Einstrahlrichtung des Galliums (Schichtabtrag) und Elektronenstrahls (EBSD-Messung).

Um die Aussagekraft des Nye-Tensors und vor allem dessen Zerlegung in die Dichten einzelner Versetzungstypen bewerten zu können, empfiehlt sich diesen vollständig zu bestimmen. Hierzu muss jedoch ein dreidimensionaler Orientierungsdatensatz erstellt werden, wozu eine 3D-EBSD-Tomographie notwendig ist (Abb. 1b). Hierbei müssen die Messpunkte eng und die Schichten der Tomographie möglichst dünn gewählt werden. Daher bietet sich die eine vollständige FIB-Tomographie an einem Mikro-Biegebalken, der stark lokalisierte Versetzungsstrukturen beinhalten sollte, an.

Daher wurde ein, in einem vorherigen Experiment ermüdeter, Mikrobiegebalken aus der Ni-Basis-Superlegierung CMSX-4 untersucht (Abb. 2a). Der Mikro-Biegebalken wurde zuvor mittels FIB (FEI HELIOS-NanoLab6) geschnitten, wobei eine Korngrenze in Längsrichtung mitten durch den Balken. Senkrecht zur Korngrenze wurde ein Kerb eingebracht (Abb. 1a). Im Anschluss wurde die Probe im Rasterelektronenmikroskop (ZEISS SIGMA) mittels in-situ Nanoindenter (ASMEC UNAT2) ermüdet, bis sich ein Ermüdungsriss ausgebildet hatte und bis zur Balkenmitte gewachsen war und die Risspitze vor der Korngrenze positioniert war. Am Ende des Versuchs war der Balken maximal aufgebogen (Abb.2b). Aufgrund dieser Vorgeschichte zeigte der Balken lokalisierte, starke plastische Deformation und weit aufklaffende Rissflanken. Er eignete sich deshalb und aufgrund seiner geringen Größe hervorragend zur Untersuchung von Versetzungsstrukturen durch 3D-EBSD-Tomographie (FEI HELIOS-NanoLab6) mit anschließender Nye-Tensor-Analyse. Dazu wurde der Balken zur Stabilisierung im FIB mit Platin verfüllt und anschließend per „slice and view“ die in Abb. 3 markierte Fläche bzw. die dazu parallel verlaufenden Flächen darunter gemessen.

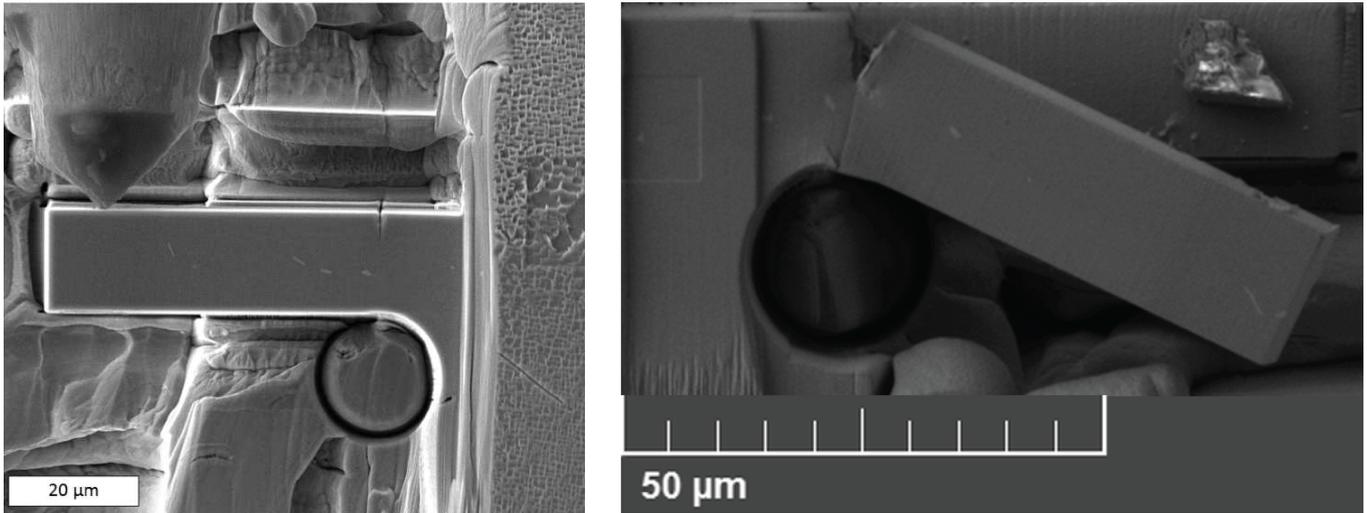


Abb. 2 a) Mikro-Biegebalken vor der Ermüdung im REM (Probe analog zur untersuchten Probe)

Abb. 2 b) Bis zur maximalen Dehnung verformte Probe für die anschließende Tomographie.

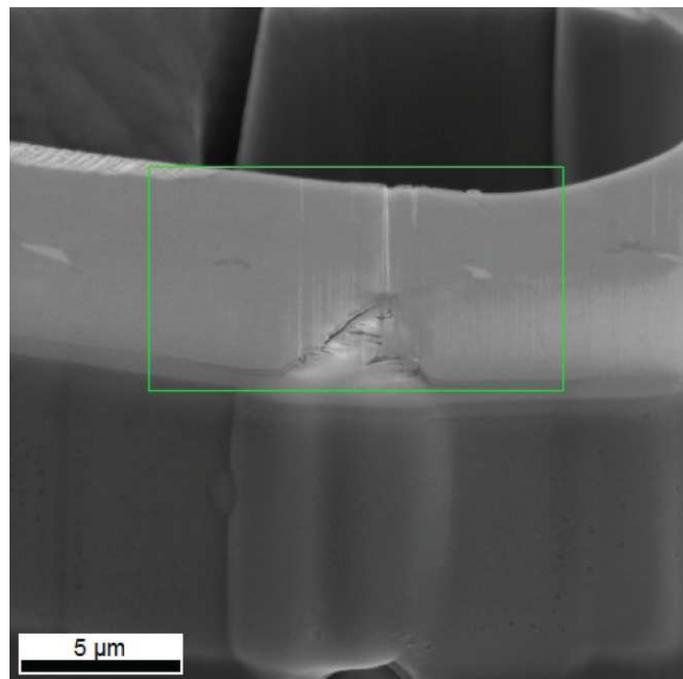


Abb. 3: Balken vor Beginn der Tomographie mit verfülltem Riss. Der grüne Rahmen markiert den Bereich, in dem der EBSD-Scan durchgeführt wird.

Da noch kein Verfahren zur HR-EBSD an dreidimensionalen Datensätzen zur Verfügung steht, musste dieses zunächst aus den für zweidimensionale Datensätze ausgelegten Methoden entwickelt werden. Das Ergebnis ist in Abb. 4 dargestellt.

