

ORIENTIERUNGSVERTEILUNGSBILD EINER STRANGGEPRESSTEN AZ31-(MG-3AL-1ZN)-LEGIERUNG. DIE EINGEZEICHNETEN HEXAGONALEN EINHEITZELLEN STELLEN DIE ORIENTIERUNGEN DER HAUPTKOMPONENTEN DER ENTSTANDENEN FASER-TEXTUR DAR. IN MANCHEN KÖRNERN IST DIE VERFORMUNG ÜBER ZWILLINGSBILDUNG ERSICHTLICH.  
 GRAIN ORIENTATION MAP OF AN EXTRUDED AZ31 (MG-3AL-1ZN) ALLOY. THE HEXAGONAL UNIT CELLS DEPICT GRAIN ORIENTATIONS CORRESPONDING TO THE MAIN COMPONENTS OF THE FIBRE TEXTURE FORMED. IN SOME GRAINS, DEFORMATION VIA TWINNING IS VISIBLE.

## Mikroskopie in der Werkstoffforschung – Höchste Ansprüche an Auflösung, Analytik und nanomechanische Prüfung

Im Jahr 2007 sind am Institut für Werkstoffforschung drei Hochleistungs-Mikroskope in Betrieb genommen worden, mit denen sich das Institut in die internationale Spitzenklasse einordnet. Die Geräte stellen den Wissenschaftlern der GKSS modernste Methoden zur Mikroanalyse und Entwicklung neuer Legierungen zur Verfügung.

Die Palette reicht von der hochauflösenden Rasterelektronenmikroskopie kombiniert mit der Rückstreuielektronenbeugung über die Präparation von Kleinstproben für die Mikroskopie, nanomechanische Prüfung und Nano-Tomographie bis hin zur Abbildung von Kristallfehlern mit subatomarer Auflösung.

### Feldemissions-Rasterelektronenmikroskopie

Im Magnesium-Innovation Center (MagIC) werden die F&E-Arbeiten zur Prozesstechnik (Gießen, Walzen, Strangpressen, Schmieden oder Beschichten) beziehungsweise zur Werkstoffprüfung durch den Einsatz moderner Methoden der metallphysikalischen Charakterisierung unterstützt. Für die Gefügecharakterisierung von Mg-Legierungen sowie Korrosions- und Schutzschichten

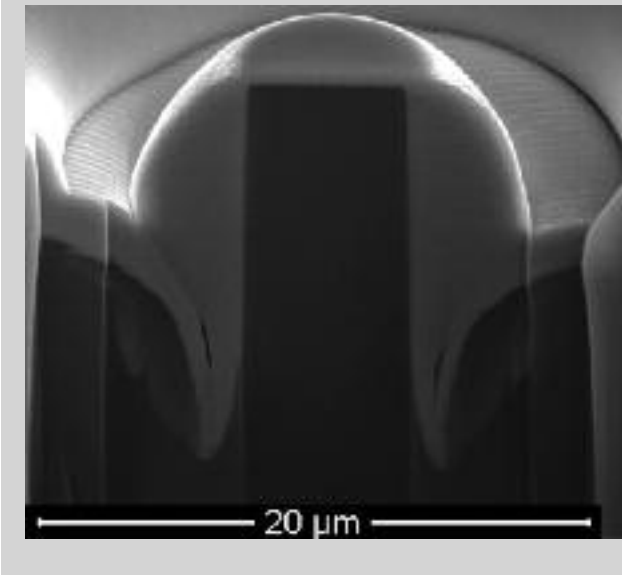
auf Mg-Legierungen ist ein Zeiss Ultra-55 Feldemissions-rasterelektronenmikroskop in Betrieb genommen worden. Die Feldemissions-Elektronenquelle und die Elektrooptik dieses Gerätes sind für den Betrieb bei niedrigen Beschleunigungsspannungen optimiert und deshalb für die hochauflösende Abbildung und Mikroanalyse von Magnesium-Werkstoffen bestens geeignet. Zur Abbildung mit bis zu 900.000-facher Vergrößerung ist das Gerät mit verschiedenen Sekundärelektronen- und Rückstreuielektronen-Detektoren ausgestattet. Die maximale Bildauflösung beträgt 1.0 nm bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV beziehungsweise 1,7 nm bei 1 kV. Zur Gefügeanalyse gehören auch die Ermittlung von Kenndaten für die Modellierung und Simulation mikrostruktureller Vorgänge, weshalb das Gerät mit modernster Bildanalyse-Software ausgerüstet ist.

Eine Zusatzeinrichtung für EBSD (Electron Back Scatter Diffraction beziehungsweise Rückstreuungselektronenbeugung) bestehend aus Leuchtschirm und CCD-Kamera, ermöglicht die lokale Kristallstrukturanalyse von Messbereichen bis auf  $0,1\ \mu\text{m}$  Durchmesser. Mit dieser Technik können die kristallographischen Orientierungen von Körnern gemessen werden und die Ergebnisse als Texturdiagramm oder in Form von Orientierungsverteilungsbildern dargestellt werden. Das Verfahren soll vornehmlich zur Aufklärung des Verformungsverhaltens von thermomechanisch behandelten Mg-Werkstoffen eingesetzt werden. Die energie-dispersive Röntgenmikroanalytik wird in Kombination mit EBSD-Messungen für die quantitative chemische und strukturelle Analyse im Nano- bis Mikrometerbereich verwendet. Wichtige Fragestellungen sind die Analyse von intermetallischen Phasen in neuen Mg-Knetlegierungen sowie in warmfesten Mg-Gusslegierungen und die Analyse der Bestandteile von Korrosions- und Schutzschichten auf Mg-Legierungen. Hierfür ist das Rasterelektronenmikroskop neben dem standardmäßigen Si(Li)-Röntgendetektor zusätzlich mit einem neuartigen Silizium-Drift-Detektor ausgestattet. Letzterer ermöglicht die Röntgenanalyse bei Zählraten bis zu  $10^6/\text{s}$  und somit die rasche Erzeugung von detaillierten Elementverteilungsbildern (so genanntes „Hyper-Mapping“). Diese Technik wird bei Mg-Legierungen eingesetzt, insbesondere um die örtliche Verteilung der Mikro-Legierungselemente wie etwa der Seltene-Erdelemente Ce, Ne oder auch Y zu untersuchen.

### Nanolabor

Das **FEI Dualbeam SEM/FIB Nanolab200** ist das Herzstück des neuen Nanolabors im Bereich der Werkstoffmechanik. Das Gerät zeichnet sich durch die Kombination zweier Hochleistungsmikroskope mit modernsten Handhabungs- und Analytikmethoden aus. In der mit zahlreichen Instrumenten ausgestatteten Vakuumkammer finden Proben mit Abmessungen in einem Bereich von weniger als 1 mm bis etwa 10 cm auf einem Präzisionstisch mit programmierbarer Kipp- und Dreheinrichtung Platz. Das Zweistrahlmikroskop besitzt eine hochauflösende Feld-Emissions-Elektronenquelle, die mit einem fokussierten Ionenstrahl aus einer zweiten Quelle kombiniert werden kann.

Die im Vergleich zu Elektronen sehr viel energiereicheren Gallium-Ionen ermöglichen einen um ein Vielfaches besseren Kontrast bei der Abbildung unterschiedlicher Kristallorientierungen. Auf diese Weise können Körner und Korngrenzen, Zwillinge und Phasengrenzen – also die innere Struktur eines Werkstoffs auf der Mikrometerskala – mit dem Ionenstrahl sichtbar gemacht werden. Diese kontrastreiche Abbildung wird um Analyseeinheiten ergänzt, die es erlauben, die Orientierung der Körner sowie die chemische Zusammensetzung an einer interessanten Stelle quantitativ zu ermitteln.



QUERSCHNITTSAUFNAHME EINER MIT DEM IONENSTRAHL GESCHNITTENEN MIKROSÄULE AUS EINEM MG-EINKRISTALL. DER QUERSCHNITT DURCH DIE DUNKELGRAU DARGESTELLTE SÄULE WURDE EBENFALLS ÜBER FIB-TECHNOLOGIE HERGESTELLT, NACHDEM DARAUF EINE SCHUTZSCHICHT AUS PLATIN (HELLGRAU) ABGESCHIEDEN WURDE. A MICRO-COLUMN (DARK GREY) PREPARED BY FIB TECHNOLOGY IN A MAGNESIUM SINGLE CRYSTAL. THE CUT ALONG THE CROSS-SECTION WAS MADE AFTER DEPOSITION OF A PLATINUM PROTECTIVE LAYER (LIGHT GREY) USING THE ION BEAM.

Werden die Gallium-Ionen mit sehr hoher Energie auf die Probenoberfläche geschossen, schlagen sie Atome aus der Oberfläche heraus. Dieser Effekt wird genutzt, um Kleinstproben mit Mikrometer-Abmessung an ausgewählten Stellen der Probe herazupräparieren. Die Position kann mit Hilfe der Analytik nach unterschiedlichen Kriterien, zum Beispiel für die Untersuchung einer gewünschten Kornorientierung oder einer defektbehafteten Stelle, ausgewählt werden. So können Mikro-Säulen zur mechanischen Prüfung kleinster Volumen oder extrem feine Lamellen für weitere Transmissionselektronenmikroskopie hergestellt werden.

Über ein Mikromanipulator-System und mit Hilfe einer gezielten lokalen Platinabscheidung zum Befestigen der Proben an den Manipulatornadeln können die Lamellen für die weitere Analyse, zum Beispiel für Transmissionselektronenmikroskopische Aufnahmen, auf einem speziellen Träger abgelegt und sicher befestigt werden. Hierbei werden das Platin wie ein Nanokleber und die Gallium-Ionen wie ein Nano-Skalpell zur Handhabung eingesetzt.

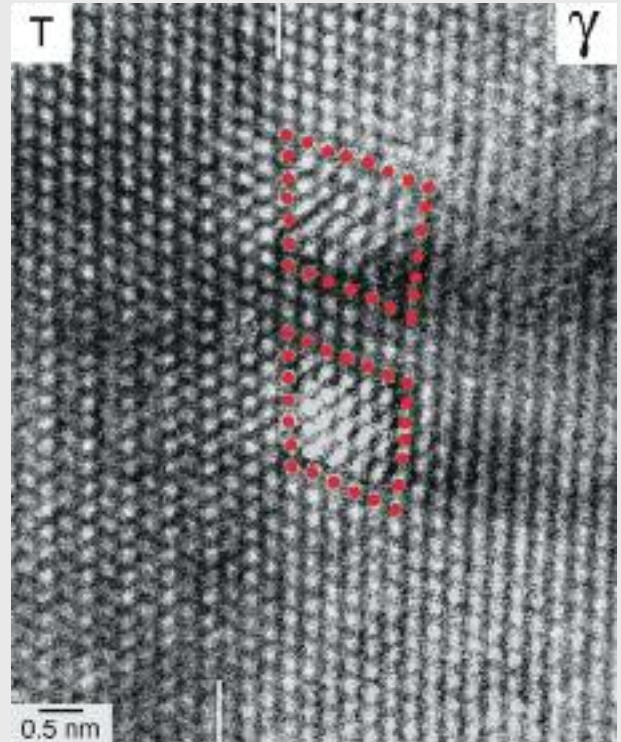
Das Hauptanwendungsgebiet dieses Geräts ist jedoch die Herstellung von kleinsten Proben, wie zum Beispiel von Mikrosäulen für die mechanische Prüfung in Kombination mit einem Nanoindenter. Für das Bauteilverhalten wichtige Verformungs- und Schädigungsvorgänge können hiermit auf der Kristallebene eines Werkstoffs studiert werden. Die gewonnenen Erkenntnisse dienen dann der Entwicklung von Computermodellen oder zur Optimierung von Herstellungsprozessen.

## Transmissionselektronenmikroskopie

Seit ungefähr einem Jahr steht im Bereich der Werkstoffphysik ein Transmissionselektronenmikroskop des Typs **FEI Titan 80 – 300** zur Verfügung, das dem neuesten Stand in der Hochauflösungs-Elektronenmikroskopie entspricht und über fortgeschrittene analytische Möglichkeiten verfügt. Der besondere Vorteil der Transmissionselektronenmikroskopie besteht generell darin, dass die abbildenden Elektronen beim Durchlaufen kristalliner Proben an den Kristallebenen gebeugt werden und dadurch die Kristallstruktur analysiert werden kann. Die Transmissionselektronenmikroskopie stellt heute ein universelles und äußerst leistungsfähiges Analyseverfahren aller Arten von Kristallfehlern dar, die oft die Eigenschaften von Werkstoffen entscheidend beeinflussen.

Die Auflösung von Elektronenmikroskopen war lange Zeit durch die so genannte sphärische Aberration von Linsen für Elektronenstrahlen begrenzt. Von einem solchen Phänomen spricht man, wenn sich für achsenferne und achsennahe Strahlen verschiedene Brennpunkte der Linsen ergeben. Diese Beschränkung konnte vor einigen Jahren mit der Entwicklung spezieller Linsensysteme (Cs-Korrektor) überwunden werden. Unser neues Elektronenmikroskop ist mit einem solchen Korrektor ausgestattet und erreicht damit eine Auflösung  $< 1 \text{ \AA}$ , also eine Auflösung, die kleiner als der Abstand nächster Nachbaratome in Metallen ist. Mit diesem Gerät können nun Feinheiten untersucht werden, die bislang nur schwer zugänglich waren. Ein Beispiel sind Details des atomaren Aufbaus innerer Grenzflächen, ein weiteres die Analyse so genannter Versetzungen, bestimmter Kristallbaufehler, die aus zusätzlichen, ins Kristallgitter eingebrachten Halbebenen bestehen und das plastische Verformungsverhalten eines Materials bestimmen. Beide Fragestellungen sind wichtig, um das mechanische Verhalten der am Institut für Werkstofforschung untersuchten Titanaluminid-Legierungen zu verstehen. Die Abbildung zeigt Versetzungen an einer inneren Grenzfläche einer Titanaluminid-Legierung, die in diesem Fall zu einer besseren Verformbarkeit des Materials beitragen. Das neue Transmissionselektronenmikroskop ist außerdem noch mit zusätzlichen Analysengeräten ausgestattet, die eine lokale chemische Analyse des Materials bis zur atomaren Auflösung gestatten. Dies eröffnet eine Reihe weiterer Möglichkeiten zur Charakterisierung eines Materials wie zum Beispiel die Untersuchung von Phasenumwandlungen auf einer Skala von wenigen Atomabständen. Das langfristige Ziel der elektronenmikroskopischen Arbeiten liegt darin, den inneren Aufbau eines Materials aufzuklären und daraus Konzepte für bessere Legierungszusammensetzungen und Verarbeitungsverfahren zu entwickeln.

Dr. Peter Beaven, Dr. Erica T. Lilleodden, Dr. Michael Oehring  
peter.beaven@gkss.de



HOCHAUFLÖSENDE ELEKTRONENMIKROSKOPISCHE AUFNAHME DER ATOMAREN STRUKTUR VON FEHLPASSUNGSVERSETZUNGEN AN EINER INNEREN GRENZFLÄCHE IN EINER  $\gamma$ -TITANALUMINID-LEGIERUNG. HIGH-RESOLUTION ELECTRON MICROGRAPH OF THE ATOMIC STRUCTURE OF MISFIT DISLOCATIONS AT AN INTERNAL BOUNDARY IN A  $\gamma$ -TITANIUM ALUMINIDE ALLOY.

## Microscopy in Materials Research – Highest requirements on resolution, analytics, and nanomechanical testing

At the Institute of Materials Research, three high-performance microscopes have been put into operation in 2007, bringing the institute into an internationally leading position. The equipment provides state-of-the-art techniques to the scientists of GKSS for analysis and development of new alloys. It covers high resolution scanning and transmission electron microscopy in combination with electron backscatter diffraction, capabilities for micron-scale specimen preparation for microscopic characterization and nanomechanical testing, and imaging of crystal defects with sub-atomic resolution.