

Ganz nah am Objekt

IN-SITU UNTERSUCHUNGEN VON METALLEN IN ELEKTRONENMIKROSKOPIEN

Die Mechanismen von Verformungs- und Umwandlungsprozessen auf atomarer Ebene bestimmen die Eigenschaften von Metallen und damit ihre Einsetzbarkeit in industriellen Produkten. Forscher vom Institut für Werkstoffkunde (IW) zeigen anhand neuester Methoden, wie sich diese Mechanismen aufklären lassen. Die Untersuchungen erfolgen hierbei in-situ, d.h. die Verformungsprozesse werden direkt im Inneren von Elektronenmikroskopen durchgeführt. Die so gewonnenen Daten helfen bei der simulationsgestützten Entwicklung neuer Werkstoffe.

Kleine Dinge ganz groß

Oft sind es die kleinen Dinge, die im Leben eine große Rolle spielen. Das gilt in ganz besonderer Weise auch für die Forschung, also die methodische Suche nach neuen Erkenntnissen und deren systematische Dokumentation. Und wenn etwas so klein ist, dass man es fast nicht mehr sehen kann, dann nehmen wir zum Suchen eine Lupe, um ein größeres virtuelles Abbild zu erzeugen, das wir dann betrachten können. Dieses Hilfsmittel wird bereits seit fast 1000 Jahren verwendet und wenn der Gegenstand, den wir betrachten wollen, noch kleiner ist, nutzen wir Mikroskope zur Vergrößerung.

Obwohl sich die Qualität der Lichtmikroskope in den 400 Jahren seit ihrer Erfindung ständig verbessert hat, wissen wir – seit Ernst Abbe 1870 für Carl Zeiss an den Grundlagen der Mikroskopie gearbeitet hat –, dass sich eine Eigenschaft dieser Geräte nie ändern wird: ihr maximales Auflösungsvermögen.

$$d = \frac{\lambda}{2n \sin \alpha}$$

Abbe fand heraus, dass der Abstand (d) zwischen zwei benachbarten Objekten etwa so groß sein muss wie die Wellenlänge (λ) mit der man die

Objekte beobachtet. Sind die beiden Objekte dichter zusammen, erscheinen sie als ein einziges Objekt im Mikroskop. Man kann über die Qualität der Linsen im Mikroskop (ausgedrückt über die numerische Apertur $n \sin \alpha$) hier noch etwas gewinnen, aber für das sichtbare Licht mit Wellenlängen im Bereich bis 600 nm (Nanometer) erreicht man trotzdem nur circa 200 nm als kleinsten noch auflösbaren Abstand. Ist ein Gegenstand kleiner, wird er nicht mehr erkannt. Nun ist das zwar schon recht klein (etwa 500-mal kleiner als die Dicke eines Haares), aber in atomaren Maßstäben gemessen sind 200 nm noch sehr viel.

Die Lösung

Eine andere Wellenlänge muss her, und zwar eine kürzere. Die bekommt man, wenn man zur Untersuchung der Proben Elektronen einsetzt. Diese werden mit einer Spannung von 20.000 Volt beschleunigt und treffen mit hoher Energie auf die Oberfläche der Probe. Moderne Rasterelektronenmikroskope (REM), die diese Technik nutzen, erreichen so eine Auflösung von weniger als 5 nm, so dass in ihnen schon sehr feine Strukturen sichtbar werden.

Bei metallischen Proben bedeutet dies, dass jetzt nicht nur die so genannten Körner zu erkennen sind, aus denen die Probe besteht, sondern auch Strukturen im Inneren dieser Körner. Solche Struktu-

ren sind zum Beispiel Gleitbänder, die bei der plastischen Verformung von Metallen entstehen, wenn sich Gruppen von Gitterfehlern gemeinsam durch den Kristall bewegen und so zu einem Abgleiten von atomaren Ebenen aufeinander führen. An der Oberfläche entstehen dann treppenförmige Abstufungen. Der ganze Vorgang ähnelt in etwa dem Effekt, der auftritt, wenn man ein Kartenspiel «verkippt» und sich die ehemals genau übereinander liegenden Karten gegeneinander verschieben und einen gezackten Rand erzeugen.

Jetzt kommt Bewegung ins Spiel: Die in-situ Methode im modernen Elektronenmikroskop

Noch spannender als die Auswertung von Strukturen, die an Proben außerhalb des Mikroskops entstanden sind, ist die Betrachtung der Entstehung solcher Strukturen. Hierzu muss aber die komplette Zugprüfmaschine in die kleine Kammer des Mikroskops integriert werden. Eine sonst übliche Prüfmaschine, die über 2 Meter hoch ist und knapp eine Tonne wiegt, muss also auf eine Größe von 30 Zentimeter und ein Gewicht von 2,5 Kilogramm geschrumpft werden (leider schrumpft der Gerätepreis nicht mit). Gleichzeitig muss die Anlage für den Betrieb im Vakuum geeignet sein, was bedeutet, dass alle Bauteile besondere Anforderungen

Bild 1
Original der Berechnung von Ernst Abbe zum Auflösungsvermögen in Lichtmikroskopen
Quelle: Carl Zeiss AG

erfüllen müssen und auf Schmierstoffe weitestgehend verzichtet werden muss.

Mit Hilfe eines solchen Mikro-Zug-Druckmodules kann die Verformung dann direkt unter dem Elektronenstrahl beobachtet werden. In den aufgenommenen Bildern lassen sich die jeweiligen Verformungen ermitteln und anhand der Da-

geschwindigkeit zwar schwierig, dafür lassen sich aber viele Vorgänge beobachten, die sonst nicht zu verfolgen sind. Hierzu gehört die Streckung der einzelnen Körner, die Drehung von Körnern, die zu Beginn des Prozesses ungünstig zur Verformungsrichtung liegen, die Ausbildung von Gleitbändern, das Entstehen von Zwillingen oder die Pha-

und Struktur der Körner, eignen sich diese Daten hervorragend zur Überprüfung von mikromechanischen Werkstoffmodellen. Dies gilt in noch stärkerem Maße, wenn zusätzlich zur Form der Körner auch ihre kristallographische Ausrichtung beziehungsweise die Veränderung dieser Ausrichtung während der Umformung bekannt ist. Hierzu kann im REM ein Verfahren eingesetzt werden, das »Electron Backscatter Diffraction« (EBSD) genannt wird. Mit dieser Methode werden Elektronenbeugungsmuster erzeugt, die entstehen, wenn die Elektronen in der Randschicht der Probe gestreut werden. Von der Breite und Lage der Muster kann man auf die Raumrichtung der Körner schließen. Schwierig beim Einsatz dieser Methode ist allerdings, dass nun zusätzlich noch das EBSD-Gerät ins REM eingebaut werden muss. Hiermit lässt sich aber dann zusätzlich zur Verformung auch die Orientierung der Körner dokumentieren. Ganz besonders spannend sind hierbei die Winkel zwischen einzelnen Körnern. Da es bei der Verformung der Probe an der Oberfläche aber zu dem bereits beschriebenen Kartenspieleffekt kommt, wird die Oberfläche mit zunehmender Verformung immer rauer. Während die Qualität der Bildgebung hiervon unberührt bleibt, ist die Auswertung mittels EBSD leider auf möglichst glatte Oberflächen angewiesen: So wird das Signal mit zunehmender Verformung immer schwieriger auswertbar.

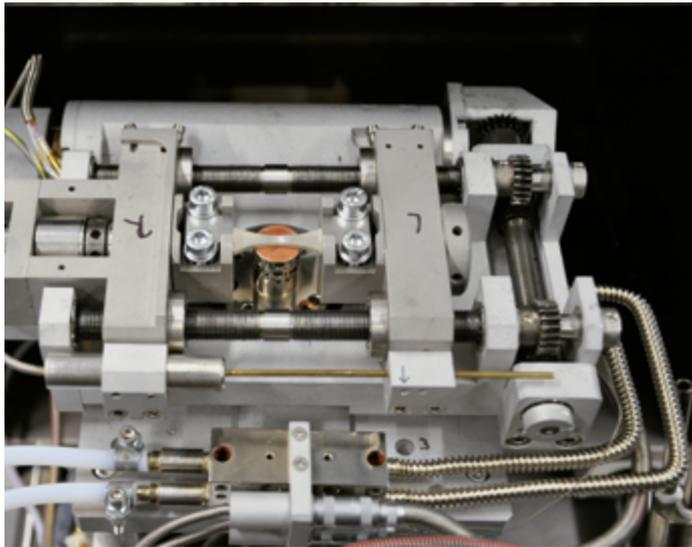


Bild 2
Zugmodul im Rasterelektronenmikroskop (REM)

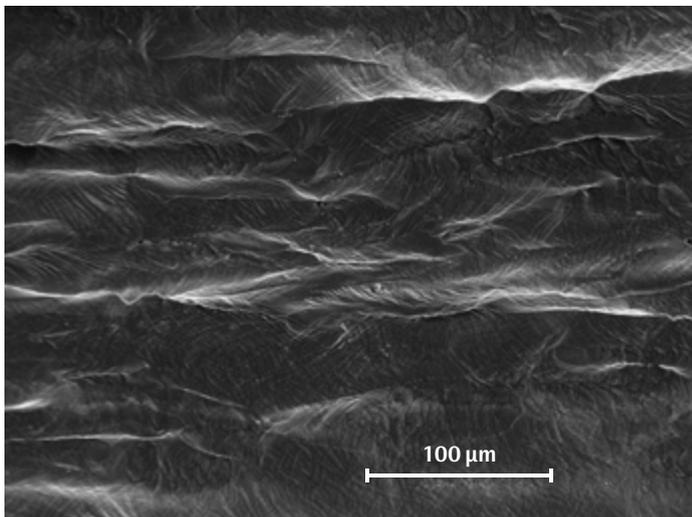


Bild 3
Verformte Oberfläche eines Tiefziehstahls mit Verformungsspuren

ten des Moduls mit den dazugehörigen Kräften korrelieren. Ein Vergleich mit den üblicherweise verwendeten, wesentlich größeren, genormten Proben ist auf Grund der veränderten Geometrie und der langsameren Verformungs-

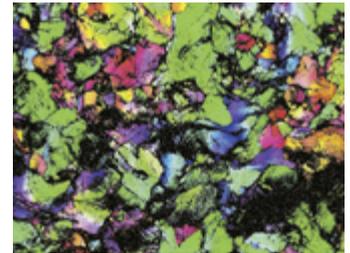
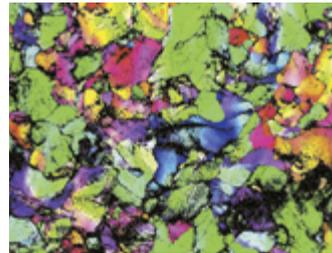
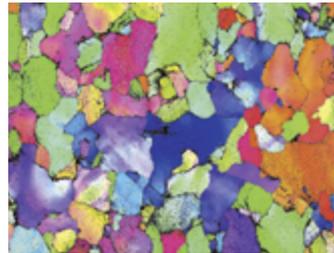
enumwandlung bei Formgedächtnislegierungen.

Da nicht nur die vorliegenden Spannungen, Dehnungen und die aufgetretenen Verformungsmechanismen bekannt sind, sondern auch die Größe

Im TEM geht es noch kleiner

Wenn die zu untersuchenden Strukturen noch feiner sind als es die Auflösung im REM erlaubt, werden Transmissionselektronenmikroskope (TEM) eingesetzt. Sie unterscheiden sich von REM in erster Linie dadurch, dass sie wesentlich höhere Beschleunigungsspan-

Bild 4
Änderung der Orientierung
von Körnern während der Verformung



nungen verwenden, und dadurch, dass sie die Probe wie ein Lichtmikroskop für biologische Proben durchstrahlen. Wendet man das Abbe-Kriterium auf diese Mikroskope an, lässt sich leicht berechnen, dass ihr theoretisches Auflösungsvermögen wesentlich kleiner als der Durchmesser eines Atoms

um es dem Elektronenstrahl zu ermöglichen, sie zu durchstrahlen und noch eine sinnvolle Bildinformation zu generieren. Typische Proben für die Untersuchung im TEM haben eine Dicke von nur etwa 100 nm. Daher müssen die Proben, die zum Beispiel dem Kotflügel oder der B-Säule

mation über den jeweiligen, geometrie- und kraftabhängigen Spannungszustand nötig sind, müssen diese Spannungen parallel mit Hilfe von Simulationsrechnungen ermittelt werden. Dies geschieht, nachdem die Ausgangsgeometrie der Probe mittels FEM-Simulation in einem Lasermikroskop vermessen wurde.

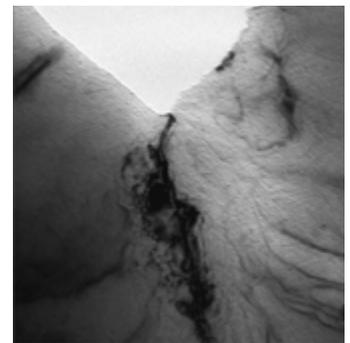
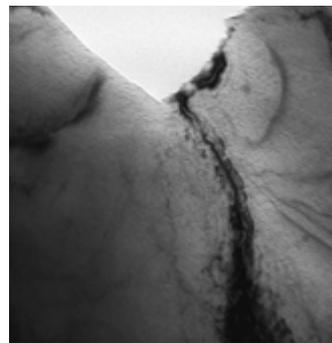
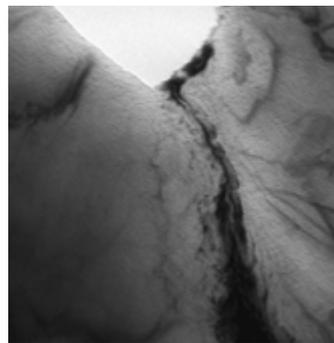
wäre. Aufgrund der auftretenden Linsenfehler erreichen sie diese Auflösung nicht. Bei neuen Geräten können jedoch durchaus einzelne Atomsäulen erkannt werden. Auch für diese Geräte sind Vorrichtungen erhältlich, die eine Verformung der Probe innerhalb des Mikroskops ermöglichen, und es lassen sich bei der Ver-

nommen werden, durch aufwändige Verfahren so weit ausgedünnt werden, bis sie in ihrer Mitte ein winziges Loch haben, an dessen flach ansteigenden Rändern das Material dann so dünn ist, dass es für die mit über 200.000 Volt beschleunigten Elektronen des Mikroskops transparent wird.

Der Verwendung der Ergebnisse in der Lehre – nicht nur für Studenten

Neben den oft eher abstrakten Erkenntnissen, die durch die beschriebenen Versuche gewonnen werden können, lassen sich die entstehenden Bildsequenzen auch hervorragend in der Lehre einsetzen.

Bild 5
TEM-Probe mit Biegelinien und Versetzungen



formung zum Beispiel noch einzelne Gitterfehler – wie Versetzungen beobachten. Versetzungen sind für die Verformung der Metalle ganz wesentlich und man kann sich dies wie die Ausbreitung einer Falte in einem Teppich vorstellen.

Das größte Problem hierbei ist allerdings, dass die Proben extrem dünn sein müssen,

Abgesehen davon, dass es eine sehr schwierige und langwierige Prozedur ist, ein Blech mit der Dicke von ein oder zwei Millimetern so weit zu dünnen, ohne seine Mikrostruktur zu verändern, sind die entstehenden Abweichungen zur Sollkontur natürlich ganz erheblich. Oder, anders gesagt: Das Loch wird meist nicht sehr rund. Da zu einer Auswertung der TEM-Bilder aber die Infor-

Abgesehen von den Studierenden, die so eine anschauliche Vorstellung der ansonsten nur in der Theorie beschriebenen Vorgänge bekommen, erstaunen die Videos oft auch »alte Hasen«, denn sie zeigen immer wieder deutlich, wie vereinfacht unsere Modellvorstellungen sind und wie wenig sich die Realität manchmal um diese Vereinfachungen kümmert.

Stahlverformung im Video

Einzelne Videos zur Verformung ferritischer Stähle im REM oder zum Bruchverhalten von Magnesiumproben sind auf der Homepage (<http://www.iw.uni-hannover.de/iw-mikrostrukturanalyse.html>) des Instituts zu finden.



**Prof. Dr.-Ing.
Hans Jürgen Maier**

Jahrgang 1960, hat in Erlangen Werkstoffwissenschaften studiert und promoviert. Nach einem Forschungsaufenthalt in den USA wurde er 1999 auf den Lehrstuhl für Werkstoffkunde an die Universität Paderborn berufen und ist seit Oktober 2012 Institutsdirektor am IW an der Leibniz Universität Hannover. Schwerpunkt seiner wissenschaftlichen Schwerpunkte ist die Korrelation von Mikrostruktur und mechanischen Werkstoffeigenschaften. Kontakt: maier@iw.uni-hannover.de



Dr.-Ing. habil. Mirko Schaper

Jahrgang 1966, ist seit 1998 am Institut für Werkstoffkunde tätig. Nach einer Promotion zum Thema Gießtechnik von Magnesium folgte die Habilitation auf dem Gebiet der modernen hochfesten Stähle. Sein wissenschaftlicher Schwerpunkt ist der Einfluss der Mikrostruktur auf das makroskopische Verhalten metallischer Werkstoffe. Kontakt: schaper@iw.uni-hannover.de



Dipl.-Ing. Dennis Faßmann

Jahrgang 1981, arbeitet seit 2009 als Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde. Auf Grundlage seiner Arbeiten im Sonderforschungsbereich/TR73 fertigt er momentan seine Dissertation zum Thema Duktile Schädigung und Texturentwicklung in Blechwerkstoffen an. Kontakt: fassmann@iw.uni-hannover.de



Dr. Gregory Gerstein

Jahrgang 1955, wurde in Kiew geboren. Nach dem Studium der Metallphysik arbeitete er an der Akademie der Wissenschaften in der Ukraine. Seit 2001 ist er Mitarbeiter am Institut für Werkstoffkunde. Schwerpunktmäßig beschäftigt er sich mit transmissionselektronenmikroskopischer Werkstoffuntersuchung. Kontakt: gerstein@iw.uni-hannover.de