

Teilprojekt/Arbeitskreisgruppe A06

Titel

Elektronenmikroskopische Analyse von Schmelzprozessen und Erstarrungsgefügen

Projektleitung/-bearbeitung

Projektleitung: Mayer, Joachim, Univ.-Prof. Dr. rer. nat

Projektbearbeitung: Iskandar, Riza, Dr.-Ing

Aretz, Anke, Dr. rer. nat.

Schwedt, Alexander, Dr. rer. nat.

Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie der RWTH Aachen

Aufgabenstellung

Im zweiten Jahr des Teilprojekts sollten *in situ*-Untersuchungen im GK-REM weiterentwickelt werden.

Als Serviceprojekt sollten Analysen der Erstarrungsgefüge, der Nichtgleichgewichtsthermodynamik und der Diffusionsprozesse mittels analytischer REM- und TEM-Messungen durchgeführt werden.

Vorgehensweise

Der Aufbau einer Versuchsanlage zum Laserstrahl-Schweißen im GK-REM wurde implementiert. Eine Studie zur Machbarkeit von Schweißversuchen im Vakuum wurde durchgeführt. Als Test-Materialien wurden Aluminium und Stahl verwendet.

Im zweiten Jahr des Projekts wurden zwei Kooperationsarbeiten durchgeführt; zum Einen Untersuchungen der Lötverbindungen aus Sn- und Ti-basierten Lötmaterialien (Projektpartner TPA5) und einem Al-Ti-B Kornfeinungsstab und zum Anderen Untersuchungen von Pulverkörnern aus Al-Ti-Cr-Nb als Kornfeinungsmittel zur Herstellung von Al-Gussbauteilen (Projektpartner TPB8).

Ergebnisse

In-situ-Untersuchungen im GK-REM

Der Versuchsstand wurde erfolgreich in das GK-REM implementiert. Die Aufnahme des Schweißvorgangs mittels der Testmaterialien ist möglich.

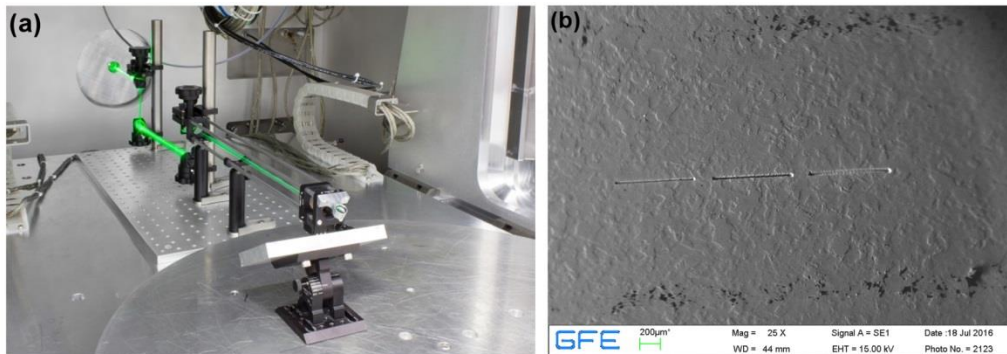


Abb. 1 Aufbau einer Versuchsanlage zum Laserstrahlschweißen.
(a) Versuchsaufbau und (b) Aufnahmen des Schweißvorgangs

Lötverbindungen aus Sn- und Ti-basierten Lötmaterialien (Serviceprojekt 1):

Zum Vergleich mit mittels Melt-Spinning-Verfahrens hergestellten Sn-basierten Lötmaterialien wurde Sn-basiertes Lötmaterial aus Lötpulver produziert. Die pulverförmigen Ausgangsstoffe wurden 5 Stunden lang in der Mühle gemahlen. STEM-HAADF- und EDS-Analysen zeigen verschiedene Partikelgrößen von 20 nm bis 200 nm deutlich. Zwei Phasen - wahrscheinlich Sn und Cu₆Sn₅ - konnten detektiert werden. Die aus Sn₇₅Cu-Pulver bestehende Lötnaht wurde mit Hilfe von EBSD analysiert; diese Untersuchungen verdeutlichen die Unterschiede in der Phasenzusammensetzung.

Das Melt-Spinning-Verfahren wurde weiterhin für zwei Ti-basierte Lötmaterialien (Ti-Ni und Ti-Cu) genutzt. Die Phasen-Untersuchungen mittels EBSD-Analysen zeigen, dass nur am Ti-Ni-Band EBSD-Beugungsmuster gemessen werden konnten. Das bedeutet, dass das Ti-Cu-Band entweder nanokristallin oder amorph ist. Als weiteres Ergebnis wurde gezeigt, dass sowohl Ti als auch Ni homogen verteilt sind. Nachweisbar durch EBSD ist lediglich Ti₂Ni.

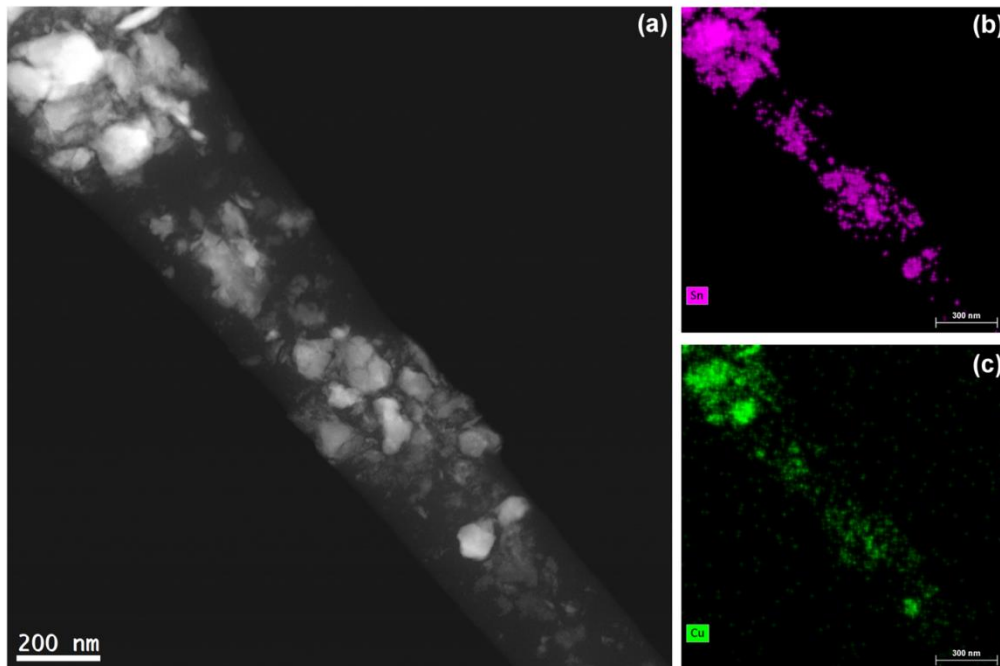


Abb. 2 STEM-HAADF und EDS Analysen zum Sn75Cu25-Lötpulver. Die pulverförmigen Ausgangsstoffe werden 5 Stunden lang in der Mühle gemahlen. Die verschiedene Partikelgröße von 20 bis 200 nm wird verdeutlicht. Zwei Phasen, wahrscheinlich Sn und Cu₆Sn₅ detektiert werden.

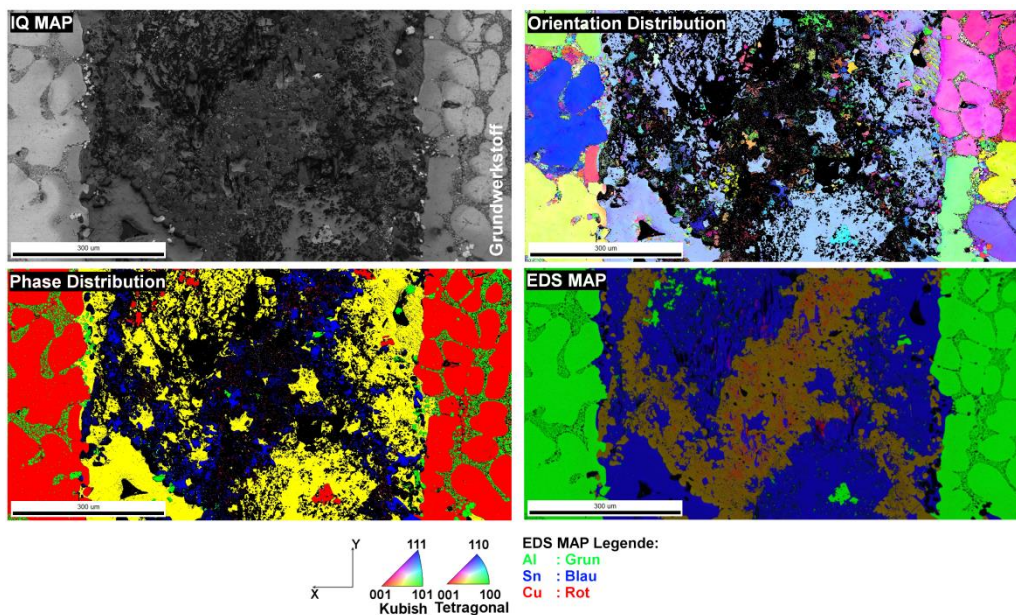


Abb. 3 EBSD-Analysen zum Sn75Cu25-Pulver-Lötnaht.

EBSD- Analysen der Lötnaht verdeutlichen die Unterschiede in der Phasen Zusammensetzung. Drei Kubische Phasen; Al (Rot), Si (Grün), Sn (Gelb) und eine Tetragonal CuAl₂ (Blau) werden identifiziert.

Kornfeinungsmittel für die Herstellung von Al-Gussbauteilen (Serviceprojekt 2):

Bisher wurden lediglich TEM- und SAED-Analysen des Al-Ti-B Kornfeinungsstabs durchgeführt. Eine Ausscheidung, die als Keimbildner wirken könnte, wurde mittels SAED- und EELS-Analysen als TiB_2 identifiziert.

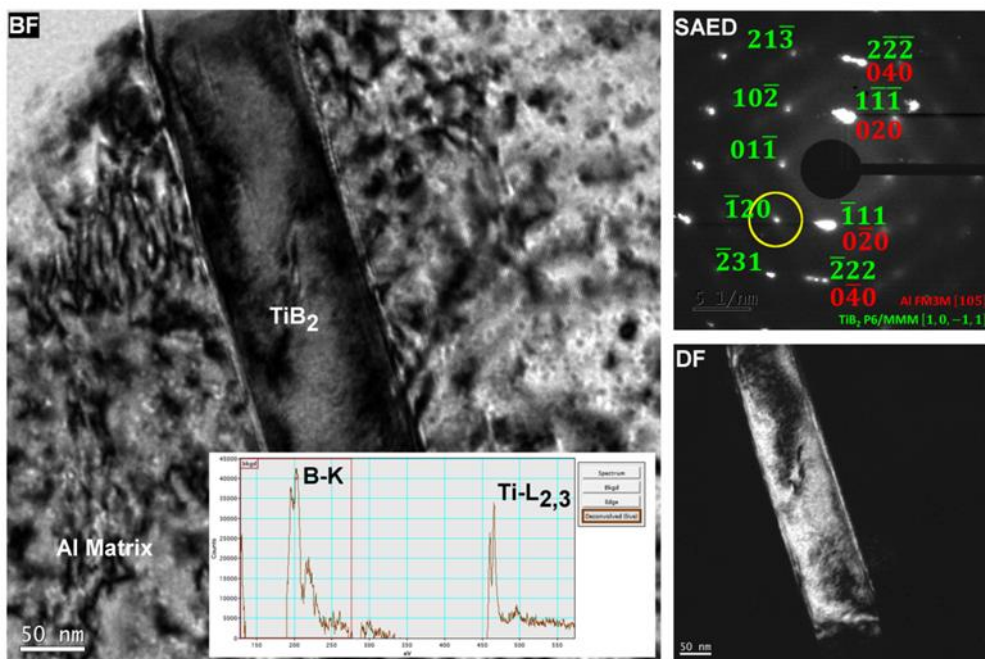


Abb. 4 TEM und SAED-Analysen der Al-Ti-B Kornfeinungsstabs. Eine Ausscheidung, die als Keimbildner wirken könnte. Diese Ausscheidung kann durch SAED und EELS Analysen als TiB_2 identifiziert werden.

Zusammenfassung und Ausblick

1. Weitere Untersuchungen zu einem stabilen *in-situ*-Versuchsaufbau im GK-REM sind notwendig.
2. Zu Serviceprojekt 1: Die besten Resultate ergeben sich für die Sn-basierten Melt-Spinning-Lötmaterialien. Verschiedene Untersuchungsmethoden mittels Elektronenmikroskopie zeigen die unterschiedlichen Phasen und Differenzen in der Kristallinität der Lötmaterialien. Um nanokristalline Phasen zu identifizieren, benötigt man hochauflösende Methoden; dazu wird Nano-Beugung implementiert.

3. Zu Serviceprojekt 2: Weitere TEM-Untersuchungen der Al-Ti-Cr-Nb-Pulverkörner sind notwendig, um nähere Informationen über die chemische Zusammensetzung der Pulver Ausscheidungen zu erhalten.

Veröffentlichungen

Metallographische Analyse des Verhaltens eines Low-Transformation-Temperature-Werkstoffes (LTT) als lokal begrenzte metallurgische Injektion im Elektronenstrahlschweißprozess.

Stefan Gach, Alexander Schwedt, Uwe Reisgen, Joachim Mayer, Materialprüfung, im Druck.

Folgende Veröffentlichungen sind in 2017 geplant:

1. Characterisation of Ti based braze ribbons produced by melt spinning process for joining hot-working steel 1.2343.
Kirsten Bobzin, Mehmet Öte, Stefanie Wiesner, Ludwig Pongratz, Joachim Mayer, Anke Aretz, Riza Iskandar, Alexander Schwedt, Journal Paper, in Planung (2017)
2. Untersuchungen der Schmelzbaddynamik beim Laserstahlmikroschweißen durch Insitu-Beobachtung mittels Großkammer-REM, in Planung (2017)
3. Phase analysis of Electron Beam welded Low-Transformation-Temperature (LTT) materials, in Planung (2017)