



## Mikrostrukturcharakterisierung lasermodifizierter Randschichten

### Aufgabenstellung

Bei vielen Bauteilen stellt die Randschicht den am höchsten beanspruchten Werkstoffbereich dar. Deshalb werden mechanische, thermische und thermochemische Randschichtbehandlungstechnologien sowie Beschichtungsverfahren eingesetzt, um die mechanische Belastbarkeit der Randschichten zu verbessern, den Schutz vor Korrosion und Verschleiß zu erhöhen oder bestimmte Funktionseigenschaften der Oberflächen zu erreichen. Der Einsatz von lasergestützten Verfahren bietet sich dabei u. a. in solchen Fällen an, in denen nur bestimmte Bereiche der Oberfläche behandelt werden sollen oder wenn große Temperaturgradienten erforderlich sind.

Da das Verhalten der Randschichten in hohem Maße durch ihren mikrostrukturellen Aufbau bestimmt wird, ist zur Verbesserung ihrer Eigenschaften und Optimierung ihrer Herstellungsverfahren eine umfassende und hochauflösende Charakterisierung der Oberflächen und oberflächennahen Bereiche unerlässlich. Methoden zur Erfassung der Topographie der Oberfläche, für die Beurteilung des oberflächennahen Gefügestandes oder die Ermittlung von Änderungen der chemischen Zusammensetzung sind dafür besonders gefordert.

### Lösungsweg

Im IWS werden zur umfassenden Charakterisierung von Randschichten und Beschichtungen sich gegenseitig ergänzende Methoden der Metallographie, der Raster- und Transmissionselektronenmikroskopie (REM, TEM) und der energiedispersiven Röntgenmikroanalyse (EDX) eingesetzt.

Dabei werden die verschiedenen in der Elektronenmikroskopie zur Verfügung stehenden Abbildungsverfahren ausgenutzt: u. a. Material- und Kristallorientierungskontrast im REM sowie Hell- und Dunkelfeldabbildung und Beugungsanalyse im TEM bis zur Hocharauflösung.

Es werden spezielle Techniken zur schädigungsarmen Präparation von Querschliffen angewendet, wodurch auch heterogene Werkstoffe und komplizierte Schichtsysteme untersucht werden können.

Für verschiedenste Materialien stehen Prozeduren für die zielgenaue Herstellung elektronentransparenter Querschnittspräparate durch Probenoberflächen bereit. Um den Anforderungen nach Kantenschärfe und weitgehender Freiheit von Präparationsartefakten nachzukommen werden in vielen Fällen Ionenstrahlmethoden eingesetzt.

### Ergebnisse

Die folgenden Beispiele geben einen Überblick über die Leistungsfähigkeit des IWS auf dem Gebiet der Mikrostrukturcharakterisierung von Randschichten.

Für ausscheidungshärtbare Cr-Ni-Stähle wurde eine Technologie entwickelt, bei der durch lokales Laserlösungs-glühen und anschließende Auslagerungswärmebehandlung eine verschleiß- und ermüdungsresistente aufgehärtete Randschicht an den Stellen der höchsten Bauteilbeanspruchung erzeugt werden kann. Die Optimierung des Verfahrens erforderte den Einsatz hochauflösender Strukturuntersuchungen. Als entscheidender mikrostruktureller Mechanismus für die Erzielung der gewünschten Härtesteigerung wurde die Bildung von Clustern aus Kupferatomen und feiner Kupferausscheidungen nachgewiesen (Abb. 1).

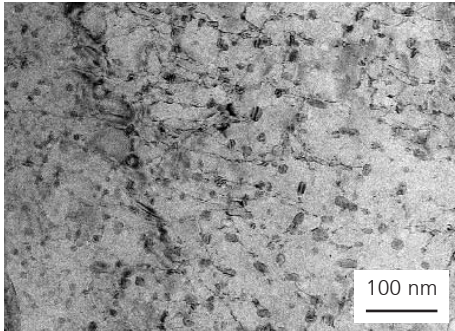


Abb. 1: TEM-Aufnahme der Randschicht des Stahls X5CrNiCuNb16.4 im überalterten Zustand: Nachweis der feinen Kupferausscheidungen

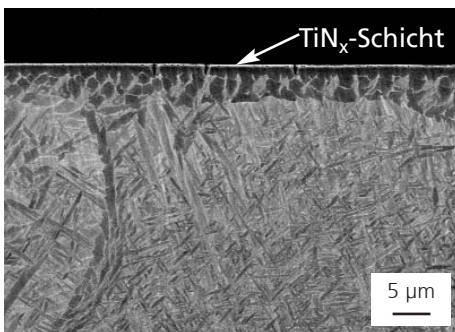


Abb. 2: REM-Aufnahme eines ionenpolierten Querschliffs durch die äußerste Randschicht von lasergasnitriertem Ti-6Al-4V

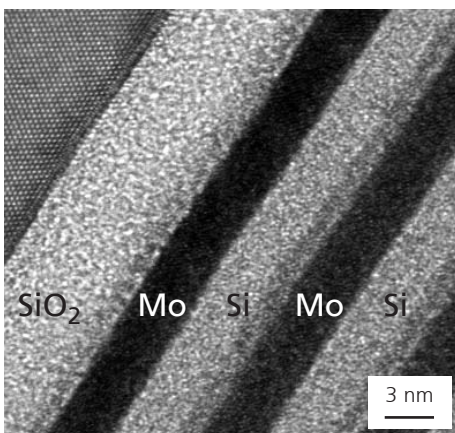


Abb. 3: TEM-Hochauflösungsaufnahme einer Mo-Si-Nanometer-Vielfachschicht (Querschnitt). Links oben ist das einkristalline Si-Substrat sichtbar; die Schichten sind weitgehend amorph.



Mit dem Lasergasnitrieren wird eine Verbesserung der Verschleißbeständigkeit von Titanwerkstoffen bei gleichzeitig hoher Dauerschwingfestigkeit angestrebt. Durch Aufklärung der eigenschaftsbestimmenden Strukturdetails wurde herausgefunden, dass die Bildung von Titanitrid in der laserbehandelten Randschicht die Rissinitiierung begünstigt. In Abb. 2 ist erkennbar, dass sich auf der Oberfläche der lasernitrierten Probe ein etwa 1  $\mu\text{m}$  dicker Film gebildet hat, der als Titanitrid identifiziert wurde. Vor dem Einsatz des Werkstoffes muss deshalb dieser dünne Film von der Oberfläche der 0,5 mm tiefen Nitrierschicht entfernt werden.

Bei der Entwicklung von Dünnschichtsystemen stehen die Morphologie, der kristalline Aufbau und die Gleichmäßigkeit der Einzelschichten sowie die Beschaffenheit der Grenzflächen im Mittelpunkt. Hierbei liefert das TEM wichtige Informationen. Bei der in Abb. 3 dargestellten Mo-Si-Vielfachschicht erkennt man u. a. die hohe Präzision der Einzelschichten und die an der Unterseite der Mo-Schicht auftretende Diffusionszone. Bei der Untersuchung einer Ni-Cr-Si-Schicht stand die Suche nach Unterschieden der chemischen Zusammensetzung in verschiedenen Schichtlagen im Zentrum des Interesses (Abb. 4).

Mittels Laserschockbehandlung sollen durch laserinduzierte Druckstöße lokal Druckeigenspannungen in Metalloberflächen eingebracht werden. Grundlagenuntersuchungen zu den dabei ablaufenden Hochgeschwindigkeits-Verformungsprozessen haben u. a. darauf gezielt, den Einfluss von Parametern der Laserbehandlung auf die mechanische Zwillingsbildung zu erkennen. Durch Präparation mittels Ionenpolitur und Nutzung der im REM verfügbaren Abbildungscontraste konnten sowohl

die durch die plastische Verformung hervorgerufenen Oberflächengleitstufen als auch die Änderung der Kristallorientierung im  $\{211\}\langle 111 \rangle$  Zwillingsystem nachgewiesen werden (Abb. 5).

Neben der Charakterisierung gezielt veränderter Randschichten ist es oftmals von Interesse, ob eine abtragende Materialbearbeitung die Randschicht eines Werkstoffes beeinflusst. Als Beispiel ist hier der Randbereich einer Laserbohrung angeführt (Abb. 6). Es konnte nachgewiesen werden, dass bei geeigneter Wahl der Bearbeitungsparameter unerwünschte Veränderungen des Bohrlochrandes wie Risse und Anschmelzungen vermieden oder zumindest minimiert werden können.

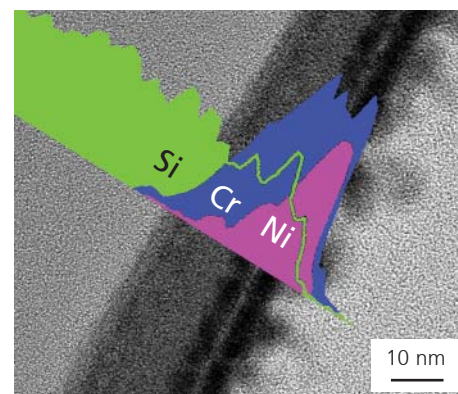


Abb. 4: TEM-Aufnahme eines Querschnitts durch eine Ni-Cr-Si-Schicht mit aus der EDX-Mikroanalyse gewonnenen Ergebnissen zur Elementverteilung in der Schicht

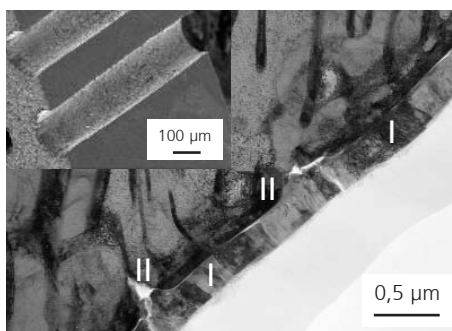


Abb. 6: REM-Aufnahme eines Längsschliffs (links oben) und TEM-Aufnahme des Randbereichs einer Laserbohrung mit sehr dünnem Schmelzfilm (I) und Wärmeinflusszone (II)

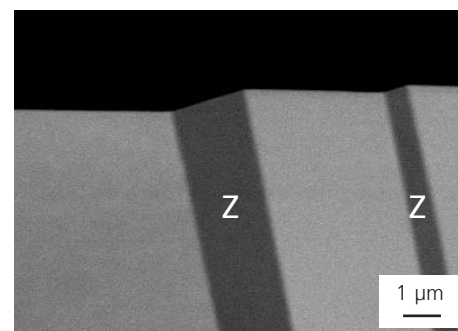


Abb. 5: REM-Aufnahme eines laserschockverformten Eiseneinkristalls im Orientierungskontrast mit Verformungszwillings (Z).

Ansprechpartner

Dr. Jörg Bretschneider  
Tel.: 0351 / 2583 217

joerg.bretschneider@iws.fraunhofer.de

