

Mikrostrukturelle Untersuchungen am Transmissions-Elektronen-Mikroskop

Untersuchungen zur Korngrößenverteilung und Kornorientierung am TEM mit Hilfe des Programms ASTAR® (NanoMEGAS) an zwei ausgewählten Wolfram-Legierungen

Ute Jäntsich, M. Klimenkov, M. Rieth

Einführung

Mit dem Programm ASTAR® der Firma NanoMEGAS (Frankreich) steht im IAM eine EBSD ähnliche Untersuchungsmethode für Struktur- und Phasenanalysen nanostrukturierter Materialien zur Verfügung, bei welchem Beugungsbilder herangezogen werden. Die ergänzenden Ergebnisse zur Orientierung nanokristalliner Gefüge unterstützen Bewertungen zur Eignung von Materialien wie Wolframlegierungen in den extrem belasteten Bauteilen künftiger Fusionsreaktoren.

Durchführung

Versuchsmaterialien: Wolfram-Tantal-Legierungen

WTa 1 - 1 Gew.-% Tantal

WTa 5 - 5 Gew.-% Tantal

Versuchsablauf:

- Zugschnitt aus Bruchstücken von Kerbschlagbiegeversuchen (Prüftemperatur: 1100°C) mittels Diamantdrahtsäge
- Herstellung der TEM-Proben durch elektrochemisches Polieren im Tenupol
- Nachpräparation der WTa 5 - Probe im FIB (Abb. 1)
- Untersuchungen im TEM mit HAADF, EDX und ASTAR
- Ermittlung der Korngrößenverteilung anhand der HAADF-Aufnahmen mit Unterstützung des Programms a4i (Aqinto).

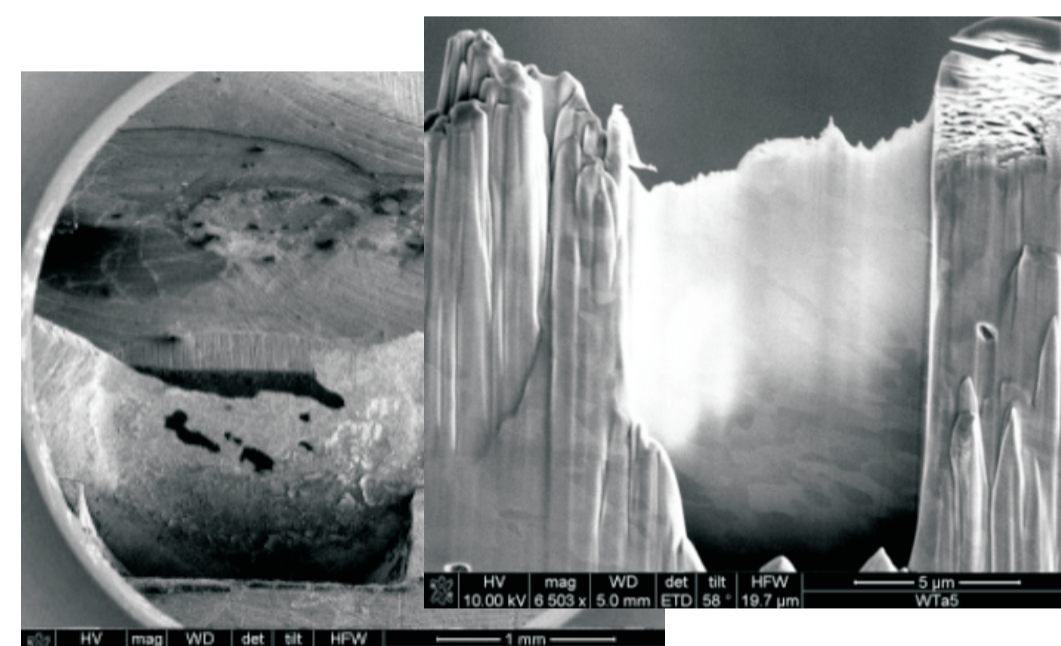


Abb. 1: Aufnahmen zur Nachpräparation im FIB, TEM-Lamelle WTa 5

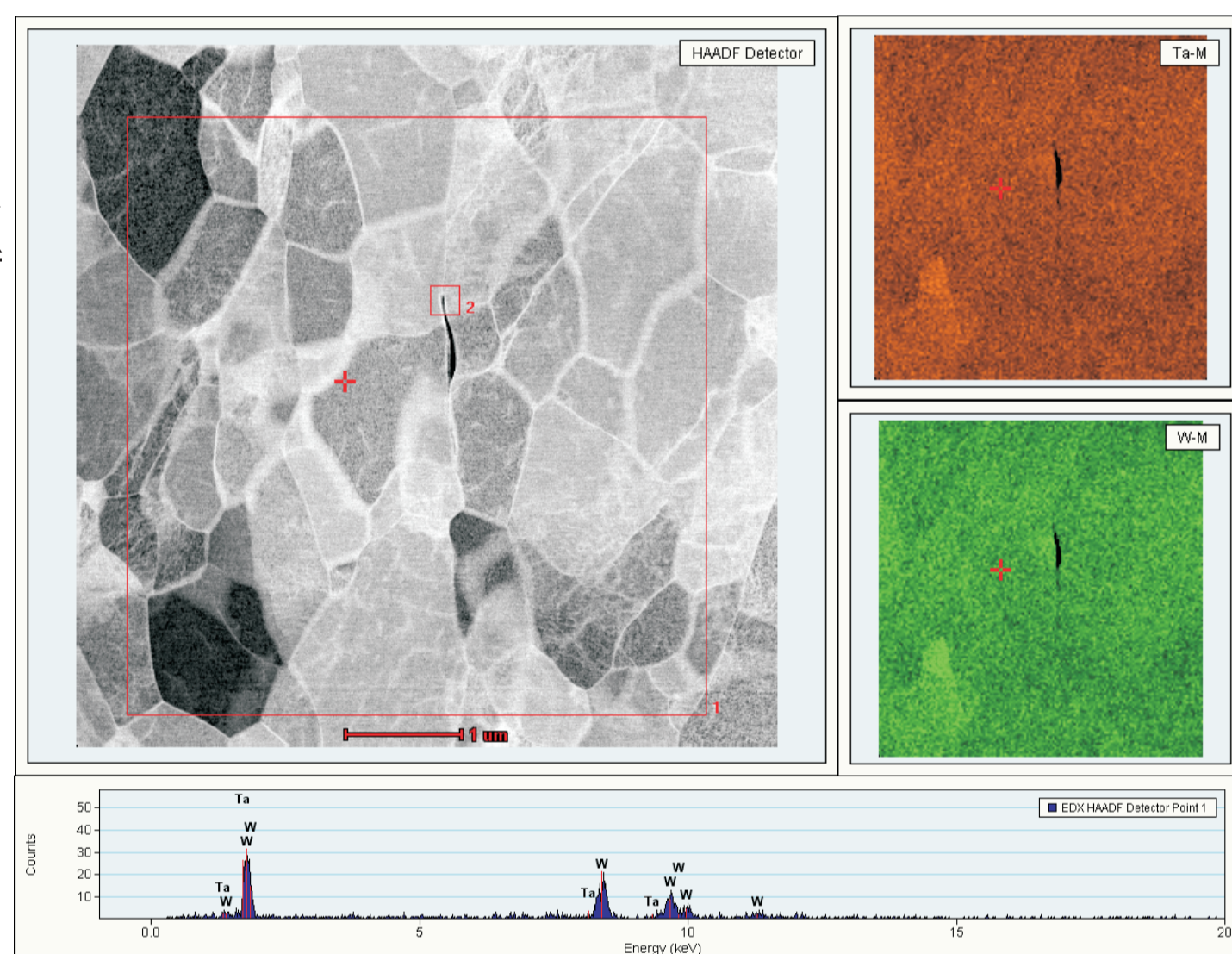
Ergebnisse

Untersuchungen mit HAADF und EDX

Kristallstruktur WTa 1 - Abb. 2

- längliche Körner mit Versetzungen
- Sehnenlänge 0,03 bis 1,7µm; mittlere Sehnenlänge 0,5µm;
- Anisotropie (hor/ver) 0,83
- keine getrennt vorliegenden Tantal-Partikel.

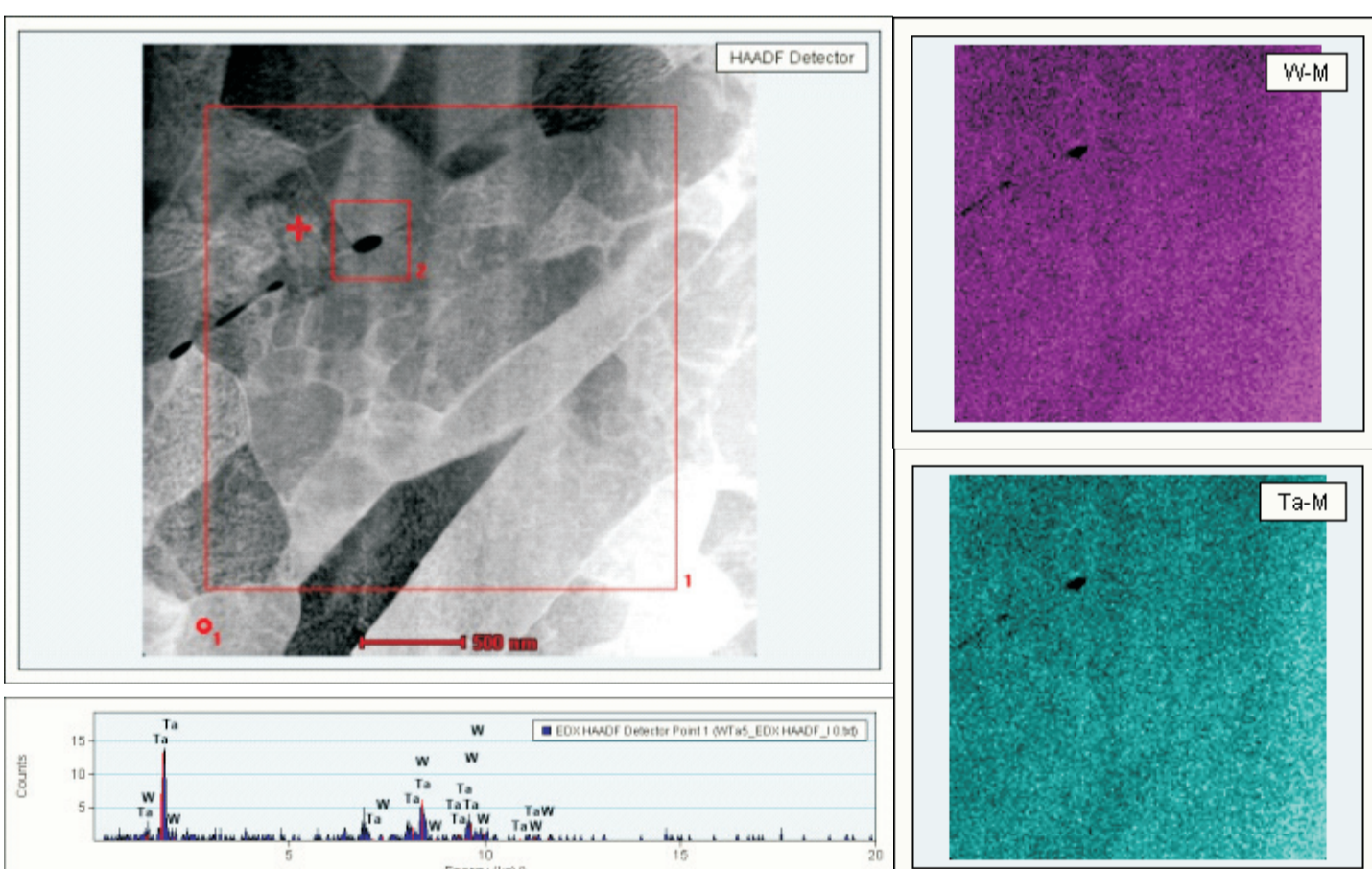
Abb. 2: HAADF-Aufnahme mit EDX-Mapping, WTa 1



Kristallstruktur WTa 5 - Abb. 3

- längliche Körner mit Versetzungen
- Sehnenlänge 0,03 bis 0,9µm; mittlere Sehnenlänge 0,4µm;
- Anisotropie (hor/ver) 1,09
- keine getrennt vorliegenden Tantal-Partikel.

Abb. 3: HAADF-Aufnahme mit EDX-Mapping, WTa 5



Untersuchungen mit ASTAR

Kornorientierungen WTa 1 - Abb. 4 und 5

- keine Vorzugsorientierungen
- zahlreiche Subkörner (Winkel: 5° bis 15°)
- Nachweis der Biegung der durchstrahlten Fläche von 5° an einem Korn, Dicke des gebogenen Bereichs der TEM-Probe nach dem Polieren ca. 30 bis 70nm (siehe Abb. 5) - Ist bei der Bewertung der Orientierung zu berücksichtigen.

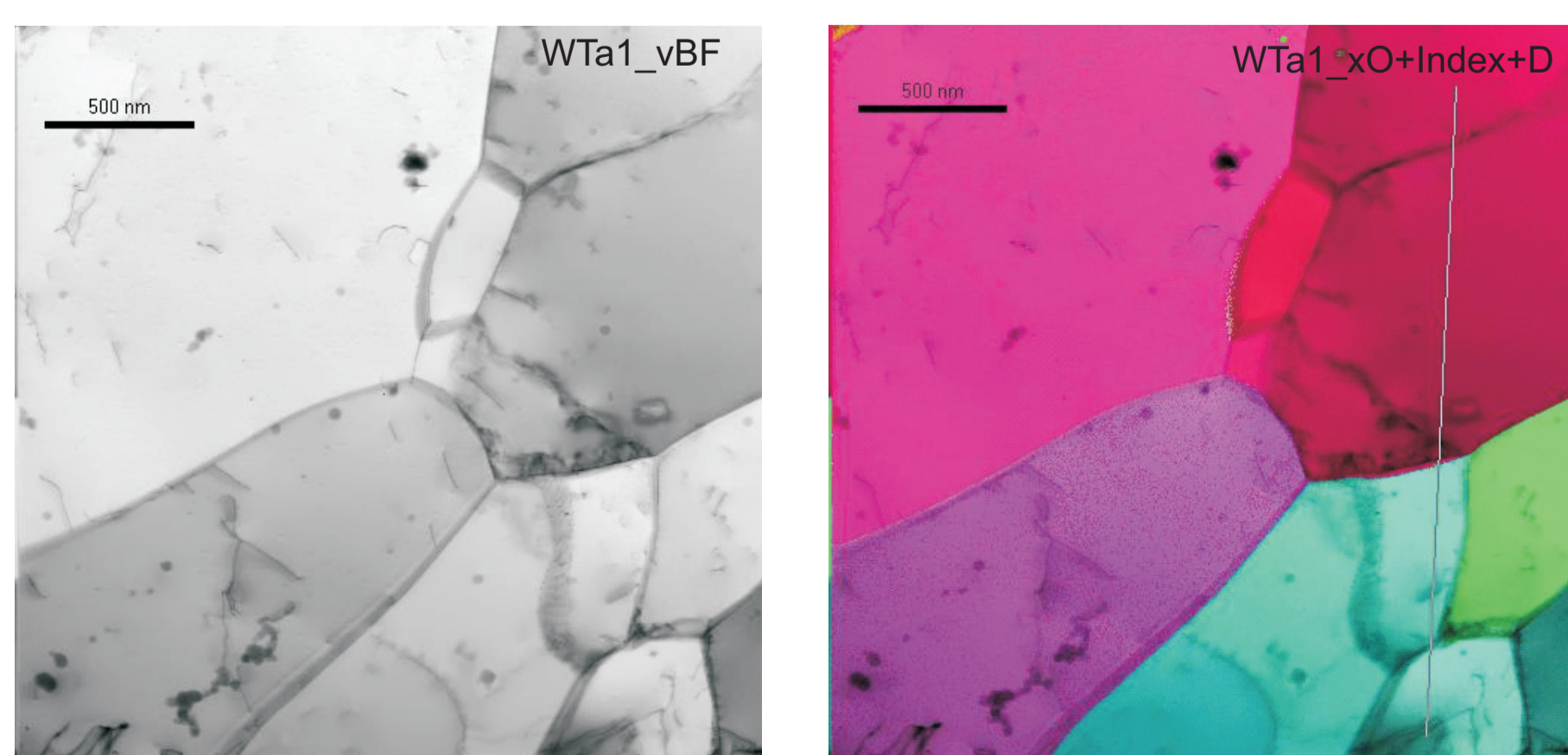


Abb. 4: Auswertungs-Maps nach Scann mittels ASTAR, WTa 1

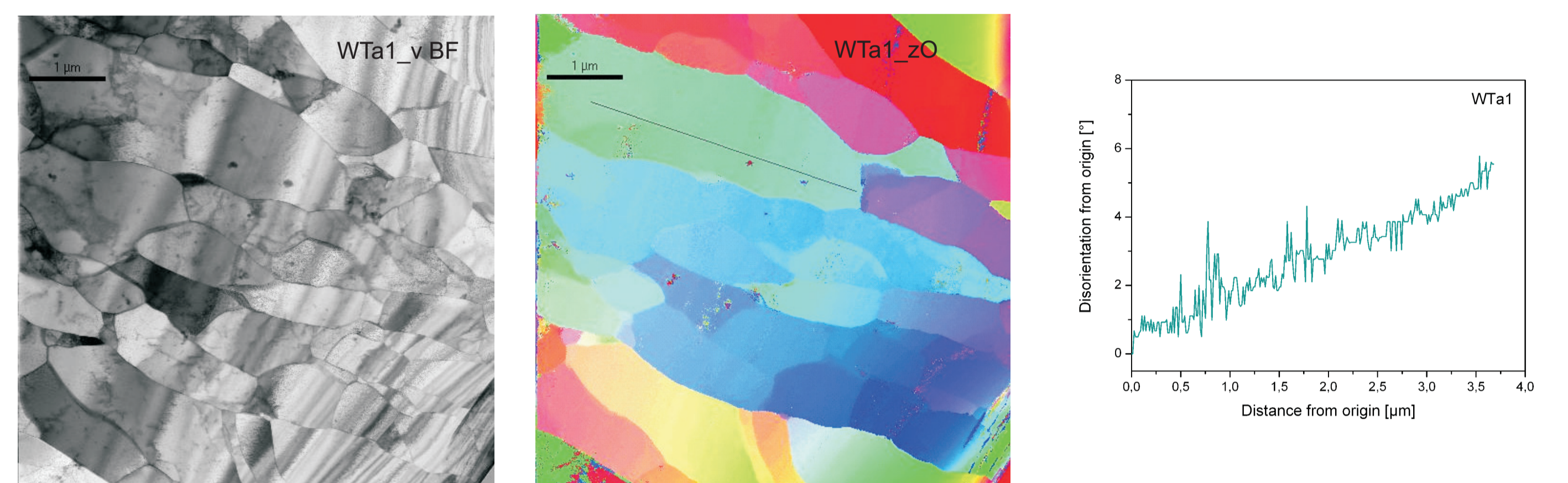


Abb. 5: Auswertungs-Maps nach Scann mittels ASTAR, WTa1

Kornorientierungen WTa 5 - Abb. 6 und 7

- keine Vorzugsorientierungen
- Dicke FIB-Lamelle ca. 170nm
- keine Probleme hinsichtlich Orientierungsänderungen aufgrund der Biegung der durchstrahlten Fläche
- Überlagerungen von Orientierungen durch zu dicke TEM-Lamelle

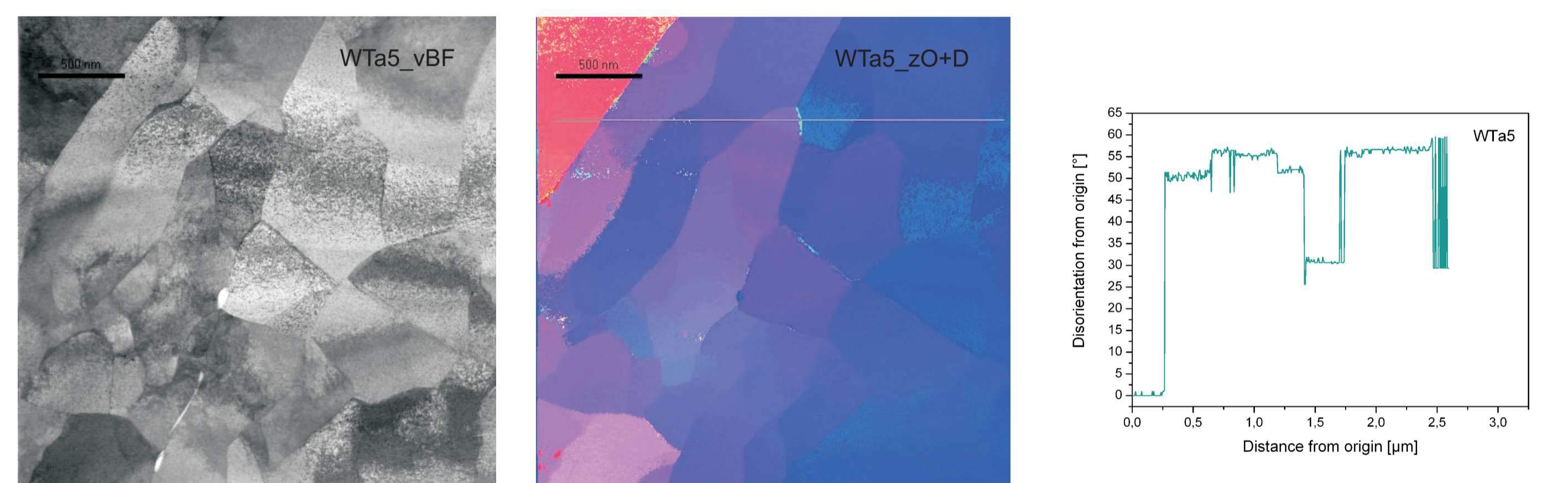


Abb. 6: Auswertungs-Maps nach Scann mittels ASTAR, WTa5

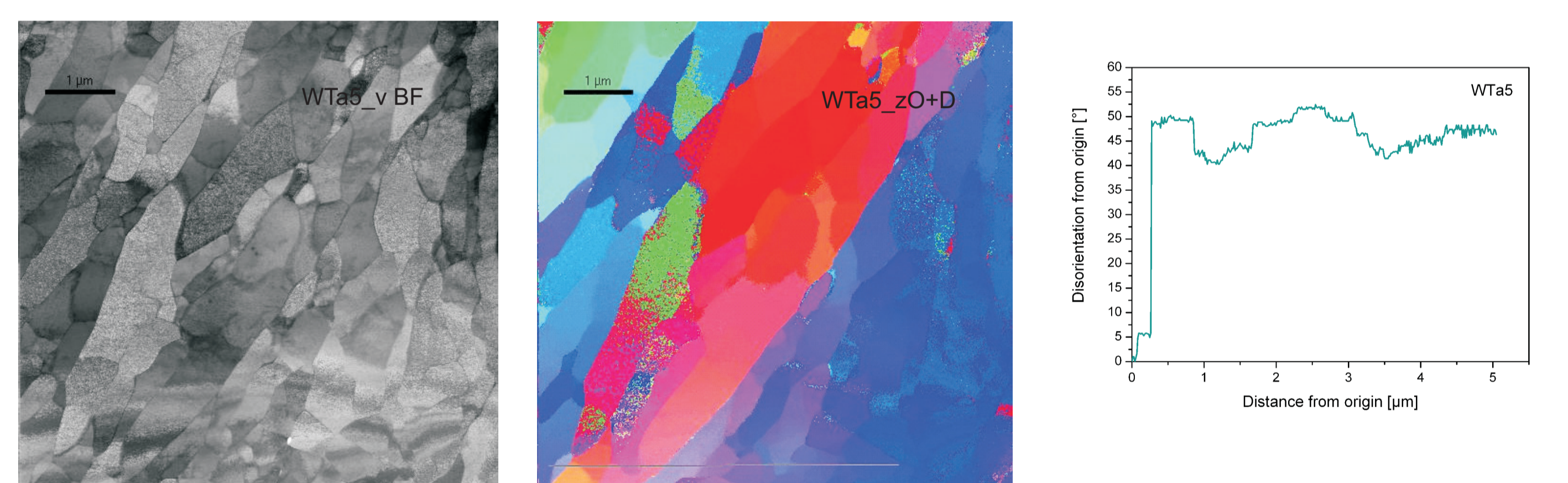


Abb. 7: Auswertungs-Maps nach insgesamt zwei Scanns mittels ASTAR, WTa 5

- ausgeprägter Nachweis von Subkorn Grenzen (bis max. 15°) im Vergleich zu WTa 1, ursächlich durch den beginnenden Rekristallisationsprozess während der Kerbschlagbiegefestigkeits-Prüfung bei einer Temperatur von 1100°C.

Zusammenfassung

- » ASTAR liefert ergänzend zu am TEM vorhandenen Analysemethoden wichtige Ergebnisse zur Kornorientierung (Anisotropie) in dem zu untersuchenden Gefüge:
 - für Untersuchungen mit ASTAR sind FIB-Lamellen besser geeignet
 - die Wolframlegierungen WTa 1 und WTa 5 besitzen längliche Körner mit Versetzungen, die Sehnenlängen zwischen 0,03 und 0,9 bzw. 1,7µm aufweisen
 - separate Tantal-Partikel sind nicht vorhanden
 - Vorzugsorientierungen wurden in beiden Materialien nicht nachgewiesen
 - vorhandene Subkorn Grenzen (bis max. 15°) belegen einen beginnenden Rekristallisationsprozess, der während des Kerbschlagbiegeversuchs durch jeweils eine Prüftemperatur von 1100°C ausgelöst wurde. Bei der Legierung WTa 5 stellt sich dieser ausgeprägter dar.

- » Die Wolframlegierungen mit Tantal sind aufgrund ihrer Struktur ein vielversprechender Werkstoff, der seinen Einsatz in extrem temperatur- und strahlenexponierten Bauteilen in geplanten Fusionsreaktoren finden kann. Weitere Untersuchungen an diesem Material schließen sich an.