



FÜGEZONENUNTERSUCHUNGEN AN KERAMIK-STAHL-VERBUNDEN

Dr. Uwe Mühle, Dipl.-Ing. Anne Günther, Dr. Tassilo Moritz, Dr. Mathias Herrmann

Das Foliengießen als neuartiges Verfahren zur Co-Fertigung von Metall-Keramik-Schichtverbunden ermöglicht die prozess- und ressourceneffiziente Fertigung einer Vielzahl von Produkten. Besonders im Bereich der Stahl-Zirkoniumoxid-Werkstoffverbunde sind für den verwendeten Co-Fertigungsprozess (Co-Fertigung + Co-Sinterung) viele Anwendungsbereiche attraktiv. Die Kombination des Hochleistungsstahls Crofer22 APU und Zirkoniumoxid wird in der Brennstoffzellenentwicklung eingesetzt. Das Fraunhofer IKTS ist eine der führenden Forschungseinrichtungen auf diesem Gebiet. Weiterhin bietet diese Materialkombination Anwendungsmöglichkeiten bei der Herstellung von Hochtemperaturfiltern, Gastrennmembranen und bei der Werkzeugfertigung.

Die zweite Materialgruppe ist die Kombination von Zirkoniumoxid mit hochlegiertem 17-4PH Stahl, welcher auch als Chirurgienstahl bekannt ist. Für die Anwendung im medizintechnischen Bereich können diese Verbunde eine innovative Alternative zu den bisherigen chirurgischen Instrumenten, wie bipolaren Scheren, Zangen und Pinzetten werden (Bild 1). Zur weiteren Verbesserung der Produkteigenschaften ist die genaue Kenntnis der Vorgänge zwischen den beteiligten Werkstoffen auf mikroskopischer Ebene unabdinglich. Ein Schlüsselthema bei der Weiterentwicklung der co-gesinterten Metall-Keramik-Verbunde sind die mechanischen, chemischen und Langzeiteigenschaften. Zu deren Verständnis ist es notwendig, die bisher genutzten Untersuchungsmethoden (Licht- und Rasterelektronenmikroskopie) durch die abbildende und analytische Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) zu ergänzen. Das erfordert die Entwicklung eines geeigneten Präparationsverfahrens auf der Basis der Focused Ion Beam Technik (FIB).

Die ersten Experimente bezogen sich darauf, unter Nutzung von Erfahrungen aus anderen Werkstoffklassen eine FIB-basierte Lift-out-Präparation an der Grenzfläche zwischen Metall und Keramik zu extrahieren. Es zeigte sich, dass bei einer Reihe von Materialkombinationen, insbesondere bei dicht gesinterten Materialien, die Präparation einer elektronentransparenten Folie in hoher Qualität gelingt (Bild 2). Im Falle poröser Materialien wird die notwendige Stabilität durch Infiltration und Aushärtung eines Epoxidharzes erreicht.

Für die elementanalytischen Untersuchungen erweist sich die energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) im TEM als besonders geeignet. Weiterhin werden strukturanalytische Untersuchungen mittels Elektronenbeugung durchgeführt. Für beide Methoden ist es angebracht, die Foliendicke nicht zu klein zu wählen, was auch der Robustheit der Probe zu Gute kommt. Für die abbildenden Untersuchungen erwies sich die Scanning TEM (STEM) Methode im Hellfeld aufgrund der hohen Strahlintensität (Bild 3) am geeignetsten. In diesem Modus wurden EDX-Spektren und Elementverteilungsbilder besonders interessanter Bereiche erstellt. Es zeigte sich, dass insbesondere die Legierungselemente des Stahls oxidische Ausscheidungen an der Grenzfläche zur Keramik bilden. Deren Einfluss auf die mechanische Stabilität und das Korrosionsverhalten wird Gegenstand weiterer Untersuchungen sein.

- 1 Bipolare Schere mit Stahl-Keramik-Stahl-Schichtaufbau.
- 2 FIB-präparierte TEM-Lamelle eines Stahl-Keramik-Verbunds.
- 3 Grenzfläche mit Ausscheidung.