

Buehler® SumMet™

Die Summe unserer Erfahrung
*Ein Leitfaden zur Präparation von Werkstoffen
und deren Auswertung*

Zweite Auflage

BUEHLER® SumMet™

SumMet - Die Summe unserer Erfahrung

*Ein Leitfaden zur Präparation von
Werkstoffen und deren Auswertung*

Titel der Originalausgabe:
BUEHLER® SumMet™
The Sum of our Experience
A guide to Materials Preparation & Analysis

Copyright © 2007 Buehler, An ITW Company

Buehler, An ITW Company
Worldwide Headquarters
41 Waukegan Road
Lake Bluff, IL, 60044 USA

Alle Rechte vorbehalten. Das Werk einschließlich aller seiner Teile ist urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung des Herausgebers unzulässig und strafbar. Das gilt insbesondere für Vervielfältigungen, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und die Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

ISBN Nummer des englischen Originals: 0-9752898-0-2

Erstdruck: August 2007

Stand der deutschen Ausgabe: September 2013

Dieses Buch wurde von Buehler erstellt.

Trademarks

Alle Bezeichnungen in diesem Buch, die als Trademark oder Servicemark verwendet werden, sind eingetragen.

Hinweis und Haftungsausschluss

Wir haben versucht, dieses Buch so vollständig und gewissenhaft wie möglich zu erstellen, geben allerdings keine Garantie für das Gelingen der aufgeführten Methoden und die Richtigkeit der Informationen. Die Autoren und der Herausgeber übernehmen auch keinerlei Haftung oder Verantwortung für mögliche Schäden oder Ansprüche, die sich aus Inhalten oder Informationen aus diesem Buch ergeben.

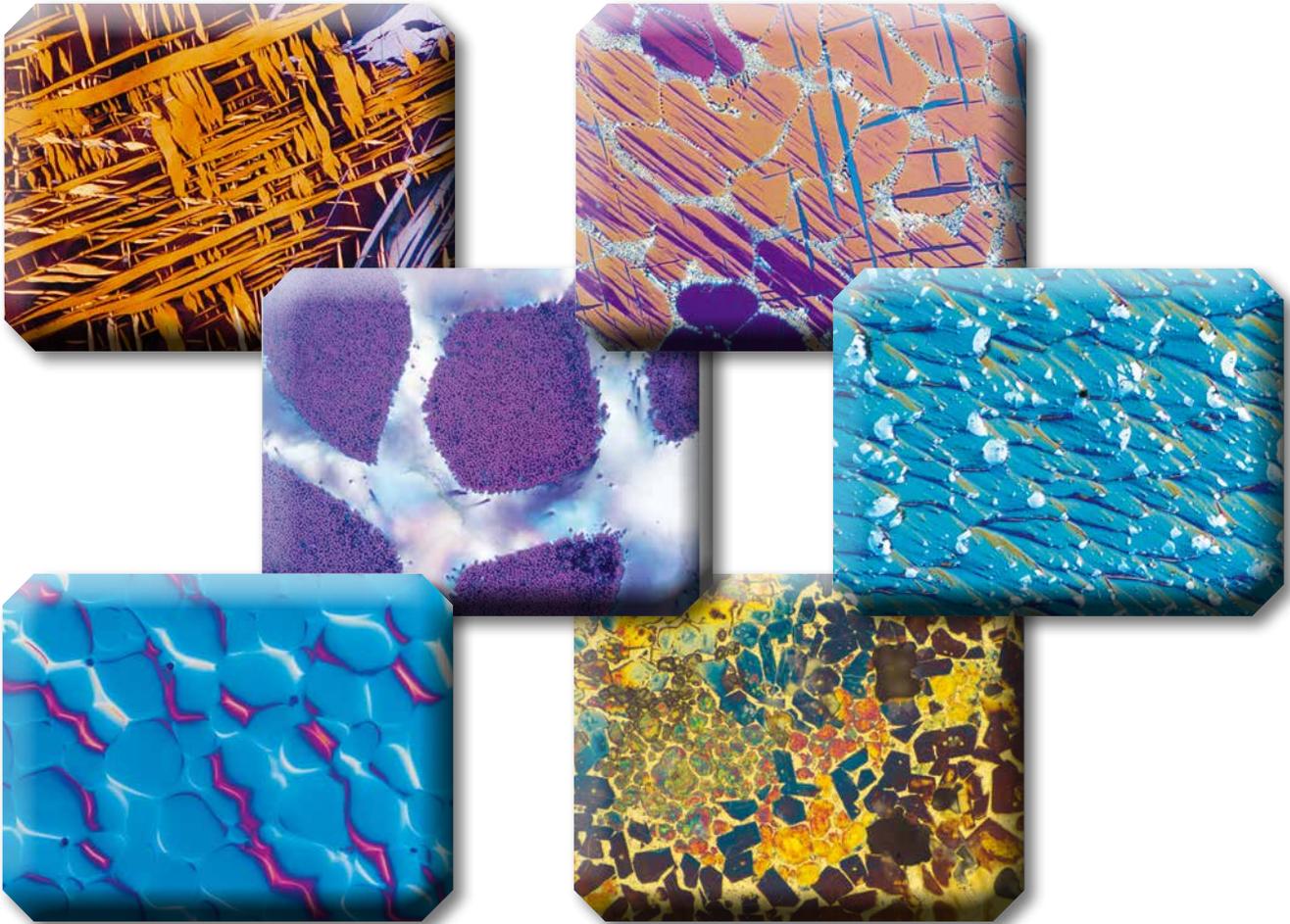
Inhaltsverzeichnis

Einleitung	2	Probenandruck [N].....	32
Probennahme	3	Leichtmetalle	34
Ziel der Probenpräparation.....	4	Aluminum	34
Ausarbeitung der Präparationsmethoden	4	Magnesium	36
Trennen	5	Beryllium.....	37
Nasstrennschleifen	5	Niedrig schmelzende Metalle	38
Präzisionstrennen	8	Sb, Bi, Cd, Pb, Sn und Zn	38
Einbetten von Proben	10	Refraktärmetalle	40
Klemmen	10	Titan	40
Warmeinbetten	10	Zirkonium und Hafnium.....	41
Kalteinbetten	12	Andere Refraktärmetalle.....	43
Kantenschutz	13	Cr, Mo, Nb, Re, Ta, V und W.....	43
Schleifen und Polieren	16	Eisenmetalle	45
Schleifen	16	Kupfer, Nickel und Kobalt	49
Schleifmedien.....	16	Kupfer.....	49
Manuelles Schleifen.....	18	Nickel.....	50
Läppen.....	18	Kobalt	50
Polieren	19	Edelmetalle.....	53
Manuelles Polieren	20	Au, Ag, Ir, Os, Pd, Pt, Rh und Ru.....	53
Automatisches Polieren	20	Rhodium	53
Poliertücher.....	20	Thermische Spritzschichten.....	55
Chemiefasertücher.....	20	Hartmetalle.....	57
Gewobene Poliertücher.....	20	Keramik.....	59
Florige Poliertücher	20	Mineralien	61
Tonerdepoliertücher.....	20	Glas	63
Poliermittel.....	23	Verbundwerkstoffe.....	64
Diamantpoliermittel	23	Leiterplatten (PCB)	67
Oxidische Poliersuspensionen	24	Materialien der Elektronik	69
Vibrationspolieren.....	25	Polymere	72
Präparationsablauf	25	Ätzen.....	74
Elektrolytisches Polieren	27	Ätzverfahren	74
Reinigen und Trocknen.....	28	Selektives Ätzen	75
Sauberkeit.....	28	Elektrolytisches und anodisches Ätzen.....	78
Beispiele für Präparationsmethoden.....	29	Thermisches Ätzen	79
Die traditionelle Methode.....	29	Interferenzschichten-Kontrastierung.....	79
Aktuelle Methoden	29	Ätzmittel.....	80
Präparationsmethoden für ausgewählte		Lichtmikroskopie.....	86
Materialien	32	Das Lichtmikroskop	86

Inhaltsverzeichnis

Bestandteile des Mikroskops	87	Das Verfahren nach Vickers (EN ISO 6507)...	107
Beleuchtung.....	87	Das Verfahren nach Knoop.....	108
Kondensor	87	Fehlerquellen und Präzision	109
Gesichtsfeldblende.....	87	Automatisation	111
Aperturblende	87	Sicherheit im Labor	112
Filter	87	Laborgeräte.....	113
Objektiv	88	Persönliche Schutzausrüstung (PSA)	113
Achromate.....	88	Chemikalienlagerung und -handhabung.....	114
Planachromate	88	Ätzmittel.....	114
Apochromate.....	88	Lösungsmittel.....	115
Planapochromate	88	Säuren	118
Okular.....	88	Basen.....	121
Mikroskopisch	88	Weitere Chemikalien	121
Auflösung	88	Zusammenfassung	122
Schärfentiefe.....	90	Zusammenfassung	123
Aufnahmeverfahren	90	Glossar	124
Hellfeld	91	Literaturverzeichnis	128
Dunkelfeld	91	Ausgewählte Bücher zur Laborsicherheit	129
Polarisation	92	Webseiten mit hilfreichen Informationen zur Laborsicherheit.....	129
Differentieller Interferenzkontrast.....	92	Anhang	130
Bildarchivierung und -analyse.....	94	ASTM Normen Metallographie	138
Bilddatenerfassung.....	94	ASTM Normen zur Härteprüfung.....	139
Bildverbesserung.....	97	ISO Normen zur Metallographie.....	140
Manuelle Bildvermessung.....	97	ISO Normen zur Härteprüfung	140
Automatische Bildvermessung.....	97	Andere nationale Standards.....	140
Schwellwert	97	Registrierte Markennamen von Buehler	143
Binärbildbearbeitung.....	98	Unregistrierte Markennamen von Buehler.....	143
Allgemeine Applikationen	101		
Korngröße	101		
Porosität	101		
Linienmessung	101		
Form- und Größenmessung	101		
Prozentuale Phasenanteilsbestimmung	101		
Härteprüfung.....	102		
Geschichtlicher Überblick	102		
Die Härteprüfverfahren	104		
Das Verfahren nach Brinell.....	104		
Das Verfahren nach Rockwell	104		

SumMet - Die Summe unserer Erfahrung



Buehler ist einer der weltweit führenden Hersteller von Geräten und Verbrauchsmaterialien für die Metallographie und Materialanalyse. Wir sind Ihr zuverlässiger Partner bei allen Fragen zur Probenpräparation und Werkstoffprüfung. Profitieren Sie von unserer jahrelangen Erfahrung, unserem technischen Support und, wenn nötig, unserem Kundendienst. Ein dichtes Netz von Niederlassungen und Händlern bietet Ihnen professionelle Unterstützung und Service rund um den Globus. Bei der Bestellung von Verbrauchsmaterialien sind wir bemüht, Ihren Auftrag innerhalb von 24 Stunden zu erledigen. Im Internet haben Sie rund um die Uhr Zugriff auf unsere Präparationsmethoden.

One world, one company, all of your needs.



BUEHLER

Einleitung

EINLEITUNG

Die Metallographie (Materialographie) ist eine werkstoffkundliche Untersuchungsmethode, bei der das Gefüge sichtbar gemacht, mit optischen Mitteln untersucht, sowie qualitativ und quantitativ beschrieben wird.

Die richtige Probenvorbereitung ist Voraussetzung um das wahre Gefüge betrachten, identifizieren, auswerten und dokumentieren zu können. Fehlinterpretationen sind häufig auf eine unsachgemäße Probenvorbereitung zurückzuführen. Erfahrungsgemäß ist die Herstellung einer guten, zur mikroskopischen Beurteilung verwertbaren Probe eine weitaus größere Herausforderung als die Interpretation und Auswertung selbst.

Trotzdem wird der Probenvorbereitungsprozess oft als eine triviale Tätigkeit behandelt. Die Qualität der Probenvorbereitung ist jedoch der entscheidende Faktor in der Gefügebeurteilung und Gefügeanalyse.

In einer vom globalen Wettbewerb bestimmten Welt müssen Materialwissenschaftler und Metallographen schnell und effektiv zu Ergebnissen im Bereich der Probenpräparation kommen. Seit Jahrzehnten ist Buehler ein verlässlicher Partner im Bereich der Materialwissenschaften. Im Sinne eines umfassenden Kundenservices haben Buehler-Mitarbeiter „SumMet“ geschrieben. Das vorliegende Buch soll Ihnen einen Einblick in die praktische Materialographie geben und Ihnen Hilfestellung bei

der Ihrer täglichen Arbeit sein. Dies gilt im Besonderen für die Präparationsanleitung ausgewählter Materialien im Mittelteil des Buches. Sie sollten bei Anwendung der vorgestellten Rezepte in der Lage sein, die Präparation an eigenen Proben nach systematisch erprobten und reproduzierbaren Methoden durchführen zu können.

SumMet ist die „Summe unserer Erfahrung“ und gibt diese Erfahrung nun in komprimierter Form an unsere Kunden weiter. SumMet vermittelt Schritt für Schritt Kenntnisse in den Bereichen Trennen, Einbetten und Schleifen/Polieren. Darüber hinaus bietet SumMet Grundlagen und Informationen zur Präparation von ausgewählten Materialien, zu den Themen Ätzen, Mikroskopie, Härteprüfung, Bildbearbeitung sowie zum sicheren Arbeiten im Labor.

Die Väter der klassischen Metallographie

Als Begründer der Metallographie gilt der britische Privatgelehrte Henry Clifton Sorby (1826-1908). Er ist nicht nur Stammvater der klassischen Metallographie, sondern auch Vater der mikroskopischen Petrographie und Begründer der Mikrospektroskopie. Zeitgleich entwickelten in Deutschland Adolf Martens (1850-1914) und sein wichtigster Mitarbeiter, Emil Heyn (1867-1922) die wissenschaftliche Metallographie und führten erste Materialprüfungsverfahren ein.

Innovative Metallographie steht immer auch im Zeichen ihrer Tradition. Begonnen hat alles mit den ersten visuellen Betrachtungen von Metalloberflächen sowie Bruchgefügen der Metalle. Diese wurden anfänglich mit einfachen optischen Mitteln wie Lesestein, Lupe oder dem Vergrößerungsglas durchgeführt. Die rasche Entwicklung in der Mikroskopie sowie technischer Fortschritt bei den Präparationstechniken trug dazu bei, das wahre Gefüge von Eisen, Stahl und anderer Werkstoffe bis heute in immer besserer Qualität darstellen und dokumentieren zu können.



Probennahme

PROBENNAHME

Die zur Präparation ausgewählten Proben müssen repräsentativ für das zu prüfende Material sein. Umfassende stichprobenartige Prüfungen, wie sie von Statistikern befürwortet werden, werden selten in vollem Umfang ausgeführt. In der Praxis findet man kaum einen erhöhten Stichprobenumfang, da die Prüfkosten normalerweise stark überwacht und auf ein notwendiges Minimum beschränkt werden.

Eine Ausnahme bildet die produktionsbezogene Untersuchung an Serien- oder Kleinteilen. Ein großes Schmiedestück beispielsweise kann nicht mit dem gleichen Prüflös geprüft werden, da das Bauteil kommerziell unbrauchbar gemacht werden würde.

Bei Schadensfalluntersuchungen werden die Proben in der Nähe der Fehlstelle entnommen, um die Ursache für das Versagen zu finden.

Üblicherweise wird die zu untersuchende Probe aus einem größeren Werkstück herausgetrennt und dann für die Prüfung vorbereitet. Zum Trennen können unterschiedliche Trennverfahren eingesetzt werden. Beispielsweise kann ein Werkstück in einer Fertigungseinrichtung von einem Profil mittels Bandsäge oder eines Trennschleifers vorgetrennt werden. Das Teil wird an das Labor weitergeleitet, wo es dann in kleinere Teile zerteilt wird. Alle Trennprozesse schädigen das Material, einige Methoden – wie das Schneidbrennen oder Winkelschleifen – produzieren sehr starke Materialveränderungen am Bauteil.

Jede mechanische Probenentnahme wirkt sich durch Verformung innerhalb des Werkstoffes aus. Die Trennfläche der Probe sollte deshalb so weit von der zu untersuchenden Stelle entfernt sein, dass diese unbeschädigt von Verformungseinflüssen bleibt. Das zu untersuchende Material sollte nur minimalen thermischen und mechanischen Belastungen ausgesetzt sein. Die Trennfläche der Probe wird nur bei Anwendung von sehr schonenden Trennverfahren z.B. Präzisionstrennen, als Ausgangspunkt für die materialographische Untersuchung verwendet. In der Regel wird die Verformung, die durch das Trennen je nach Material mehr oder weniger tiefe Spuren im Werkstoff hinterlassen hat, durch die nachfolgenden Präparationsprozesse beseitigt. Nur so kann das wahre Gefüge sichtbar gemacht und Fehlinterpretationen vermieden werden.

Viele materialographische Untersuchungen oder Normen erfordern mehr als eine Probe und schreiben vor, wo die Probennahme erfolgen soll. Für jedes Metall/Material gibt es Zusammensetzungen, welche die Probe leichter oder schwieriger präparieren lassen. Im Allgemeinen können sogar

schwierigste Proben mit den BUEHLER-Methoden problemlos präpariert werden. Alle Methoden wurden entwickelt, um ein Maximum an Qualität und Reproduzierbarkeit bei hoher Wirtschaftlichkeit zu gewährleisten. Wenn Sie jedoch mit einfach zu präparierenden Proben arbeiten oder aber Routineuntersuchungen durchführen, können Sie die Zeiten oder Stufen aus der empfohlenen Methode reduzieren. Änderungen an den empfohlenen Methoden sind vom Benutzer abhängig und basieren auf der Erfahrung des Metallographen und der zu erreichenden Qualität.

Generell gilt: Verformung die vom Trennen, Planschleifen oder späteren Bearbeitungsstufen herrührt, muss entfernt werden, um das wahre Gefüge sichtbar machen zu können und ist Voraussetzung für eine eindeutige Interpretation der Materialstruktur. Bei Routineuntersuchungen und der Interpretation einfacher Gefügestände ist es nicht immer notwendig, dass alle Kratzer vollständig entfernt sind.

TIPPS ZUR PROBENNAHME

Wenn Sie Untersuchungen an einem Ihnen nicht vertrauten Bauteil durchführen wollen, ermitteln Sie zuerst die Lage der Probe und dokumentieren diese im Bezug mit dem ursprünglichen Material oder dem Ausgangszustand. Anschließend bereiten Sie Abschnitte im Längs- und Querschnitt vor, um die gewünschten Informationen zu erhalten. Bedenken Sie, dass es sein kann, dass die Mikrostruktur viel homogener aussieht, wenn sie im Querschnitt betrachtet wird. Wenn das Material kaltgezogen wurde oder nach dem Warmumformen nicht vollständig rekristallisiert wurde, erscheinen die Körner im Querschnitt äquiauxial. Im Längsschnitt dagegen erscheinen diese in gestreckter Form und sind daher größer.

Ziel der Probenpräparation

ZIEL DER PROBENPRÄPARATION

Die verwendete Präparationsmethode und die präparierte Probe sollten folgende Eigenschaften besitzen um das wahre Gefüge zum Vorschein zu bringen:

- Die durch das Trennen, Schleifen und Polieren herbeigeführte Verformung muss entfernt oder soweit reduziert werden, dass das wahre Gefüge sichtbar ist.
- Ausbrüche, Zerschneiden harter Partikel oder Phasen, Verschmieren und andere Artefakte müssen vermieden werden.
- Reliefbildung (d.h. Höhenunterschiede zwischen Phasen unterschiedlicher Härte) muss soweit als möglich vermieden werden, ansonsten können die Schlitze bei höheren Vergrößerungen nicht in einer Fokusebene dargestellt werden.
- Wenn der Randbereich einer Probe untersucht werden soll, muss die Oberfläche randscharf und plan präpariert sein.
- Beschichtete oder plattierte Oberflächen müssen plan gehalten werden, wenn sie geprüft, vermessen oder fotografiert werden sollen.
- Die Proben müssen ordnungsgemäß zwischen den Präparationsstufen gereinigt werden.
- Das gewählte Ätzmittel muss entweder komplett oder selektiv in der Lage sein, das Material anzuätzen. Dieses hängt stark vom Zweck der Untersuchung ab. Es sollte generell klare Phasen, Korngrenzen und einen guten Kontrast bieten.

Wenn diese Merkmale erfüllt sind, wird das wahre Gefüge sichtbar und kann interpretiert, vermessen und dokumentiert werden. Die Vorbereitungs- methode sollte bei einem Minimum an Zeit und Kosten so einfach wie möglich sein und reproduzierbare Ergebnisse bei hoher Qualität liefern.

Die Vorbereitung von Metallographischen Schliffen erfordert im Allgemeinen fünf Arbeitsschritte:

- 1.) Trennen**
- 2.) Einbetten**
- 3.) Schleifen**
- 4.) Polieren**
- 5.) Ätzen / Kontrastieren**

Je nach Zustand und Vorbereitung der Probe können einzelnen Schritte ausgelassen oder übersprungen werden.

Ausarbeitung der Präparationsmethoden

Die Präparationszeiten der in diesem Buch aufgeführten Methoden sind so angegeben, dass sie für die Mehrheit der Materialien und Legierungen eines Werkstoffes verwendet werden können, um das wahre Gefüge ohne Artefakte oder wahrnehmbare Kratzer darzustellen.

Die Methoden wurden auf halbautomatische Präparationssystemen auf einer 200 mm (8 Zoll) Arbeitsscheibe und einem Probenhalter mit 6 x 30 mm Ø Proben entwickelt.

Für jede Werkstoffgruppe wurden die Methoden mit Hilfe verschiedener Proben (unterschiedliche Material- und Legierungsvarianten sowie verschiedene Herstellungs- und Verarbeitungsverfahren) entwickelt und zusammengestellt.

In jeder Werkstoffgruppe kann es Materialien mit Zusammensetzungen oder Verarbeitungsbedingungen geben, die es leichter oder schwieriger gestalten, die jeweilige Probe zu präparieren. Generell kann gesagt werden, dass selbst die schwierigsten Proben nach den aufgeführten Methoden zu präparieren sind, ggf. muss die letzte Stufe nach dem Ätzvorgang wiederholt werden. Wenn perfekte Farbätzungen durchgeführt werden sollen, empfiehlt es sich, die Schlusspolitur je nach Material mittels Vibrationspolitur durchzuführen.

Bei Proben, die einfacher zu präparieren sind oder wenn bei Routineuntersuchungen nicht immer höchste Perfektion angestrebt wird, können die Zeiten verkürzt werden oder Präparationsstufen übersprungen bzw. weggelassen werden (in der Regel die Feinstpolitur am Ende).

Es bleibt dem Geschick und Können des Anwenders überlassen, die vorgeschlagen Methoden nach eigener Erfahrung zu modifizieren oder abzuändern oder den eigenen Untersuchungserfordernissen anzupassen.



TRENNEN

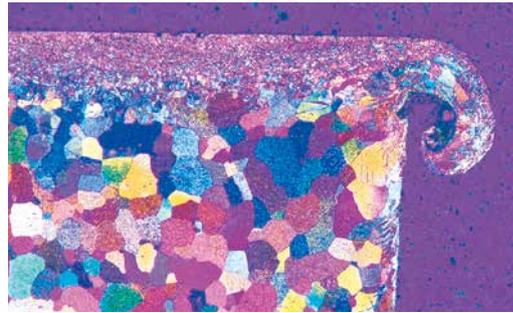
Proben zur materialographischen Probenpräparation werden in der Regel aus Guss- oder Bauteilen bzw. Halbzeugen entnommen. Sehr große Teile (Motorblöcke, Achsen usw.) müssen für ein anschließendes Trennen im Labor vorgetrennt werden. Dieses kann mit Hilfe von Bandsägen, Schneidbrennen oder ähnlichen Werkzeugen durchgeführt werden. Grundsätzlich sollten Sie darauf achten, dass diese Techniken nicht die Mikrostruktur in dem zu untersuchenden Bereich zerstören und dass die Materialeigenschaften erhalten bleiben. Mit den handelsüblichen Trenngeräten für die Materialographie können Sie diese negativen Einflussfaktoren um ein Vielfaches reduzieren. Bei relativ spröden Materialien sollten Sie darauf achten, dass durch die auftretenden Kräfte (Spannkraft, Schnittkraft) Ihre Probe nicht zerstört wird.

Nasstrennschleifen

Um irreparable Schäden an der Probe und dem Gefüge zu vermeiden, muss dem Trennvorgang eine besondere Bedeutung beigemessen werden. Die Probe sollte möglichst ohne Anlaufschäden, Verformung oder Materialstörungen wie Ausbrüche oder Risse getrennt werden. Darüber hinaus soll die Trennung möglichst mit geringem Zeitaufwand durchgeführt werden. Im Materiallabor werden meist Nasstrennschleifmaschinen eingesetzt. Das Nasstrennen ist dem Trockentrennen oder anderen Trennmethode vorzuziehen. Durch die Kühlung der Schnittfläche wird eine hitzebedingte Veränderung des Probengefüges vermieden. Ein weiterer Vorteil dieser Methode ist, dass der



Nasstrennschleifmaschine AbrasiMatic 300



Materialverformung und Gratbildung durch das Trennen. Geglühte Titanprobe farbgeätzt nach Weck, polarisiertes Licht (100 x)

Abrieb von der Kühlflüssigkeit während des Trennvorgangs fortgespült wird. Dadurch wird die Rauigkeit der Schnittoberfläche reduziert. Gleichzeitig vermindert die Kühlmittelzufuhr den Verschleiß der Trennscheiben. Eine optimale Schnittfläche verringert die Anzahl der nachfolgenden Präparationsschritte und verkürzt die gesamte Präparationsdauer auf ein Minimum. Der Trennschnitt ist daher für die Qualität und Aussagekraft der fertigen Präparation von grundlegender Bedeutung.

Eine optimale Wirkung des Kühlwassers wird erzielt, wenn möglichst viel davon in den Trennschnitt geleitet wird. Durch die Verwendung eines geeigneten Kühlmittelzusatzes (z.B. Cool) wird einer Überhitzung der Probe vorgebeugt, der Angriff der Probenoberfläche reduziert und eine sehr feine Oberfläche erzeugt. Darüber hinaus wirkt der Zusatz als Korrosionsschutz.

Die Proben müssen während des Trennvorgangs fest eingespannt sein und der Druck sollte vorsichtig und gleichmäßig aufgebracht werden, um einen Trennscheibenbruch zu vermeiden. Einige Reinformaterialien wie etwa Titan (siehe Abbildung oben) sind für Trennschäden sehr anfällig.

Trennscheiben bestehen aus Schleifkörnern, vor allem Aluminiumoxid- oder Siliziumkarbid. Die Körner werden durch unterschiedliche Bindungen aus Harz oder Gummi fixiert. Aluminiumoxid ist das bevorzugte Schleifmittel für Eisenlegierungen und Siliziumkarbid wird für Nichteisenmetalle und Mineralien eingesetzt. Trennscheiben besitzen verschiedene Bindungshärten und unterschiedliche Körnungen, damit diese für unterschiedlichste Materialien eingesetzt werden können. Wenn die Härte oder der Querschnitt des Materials zunimmt, werden die Schleifkörner schneller stumpf oder brechen und die Bindung muss in der Lage sein, neue Schleifkörner freizugeben.

Es gilt: Je härter das zu trennende Material ist, desto weicher sollte die Bindung der Trennscheibe sein.



Trennen

Tabelle 1: Trennscheiben für die Materialographie

Empfohlene Anwendung	Bindung	Abrasiv	Verfügbare Durchmesser	
			(Zoll)	(mm)
Standardtrennscheiben				
Werkzeugstahl und gehärtete Stähle > 60HRC	Kunstharz	Al ₂ O ₃	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 455
Harter Stahl 50 HRC	Kunstharz	Al ₂ O ₃	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 455
Mittelharter Stahl 35-50 HRC	Kunstharz	Al ₂ O ₃	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 455
Weicher oder geglähter Stahl 15-35 HRC, 46-90HRB	Gummi	Al ₂ O ₃	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 455
Mittelharte Nichteisenmetalle, Uran, Titan, Zirkonium	Gummi	SiC	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 455
Weiche Nichteisenmetalle, Aluminium, Kupfer, Messing etc.	Gummi	SiC	9, 10, 12, 14, 16, 18	229, 254, 305, 356, 406, 455
Superlegierungen	Gummi	Al ₂ O ₃	10, 12, 14, 16, 18	254, 305, 356, 406, 455
Dünne Trennscheiben zum verformungsarmen Trennen				
Harte Stähle ≥ 45 HRC	Gummi	Al ₂ O ₃	5, 9, 10*, 12	127, 229, 254*, 305
Mittelharte bis weiche Stähle ≤ 45 HRC	Gummi	Al ₂ O ₃	5, 7, 9, 10, 12, 14	127, 178, 229, 254, 305, 356
Harte und weiche Nichteisenmetalle	Gummi	SiC	7	178

*Kunstharzbindung

Im Buehler Katalog finden Sie nähere Angaben zu den genauen Abmessungen von Außen- und Innenlochdurchmesser sowie Dicke der Trennscheiben.

Da die Trennscheiben während des Gebrauches verschleifen, sollte die Bindung so hart wie möglich sein, gleichzeitig aber weich genug, um die Probe materialschonend trennen zu können. Wenn Sie beispielsweise mit einer zu niedrigen Geschwindigkeit oder aber mit einer zu harten Scheibe arbeiten, tritt das Problem auf, dass sich nicht genügend Schleifpartikel lösen, um das Bauteil effizient trennen zu können. Durch die entstehende Wärmebildung ändert sich die vorhandene Gefügestruktur erheblich. Starke Hitze kann das Korn oder die Partikel vergrößern, erweichen oder Phasentransformationen verursachen und im Extremfall dazu führen, dass die Probe zu brennen oder gar zu schmelzen anfängt.

Die zu trennenden Materialien besitzen unterschiedliche Eigenschaften; daher sind manche Bauteile empfindlicher als andere. Es besteht die Notwendigkeit, eine für Ihr Material geeignete Trennscheibe auszuwählen. Die Größe der Trennmaschine beeinflusst auch die Scheibenparameter. Trennscheiben werden mit zunehmendem Durchmesser auch dicker und entfernen mehr Material im Schnitt. Außerdem entwickeln sie mehr Hitze beim Trennvorgang. Wählen Sie daher für Fälle,

bei denen der Materialverlust (Schnittbreite) oder die Hitzeentwicklung beim Trennschnitt gering sein muss, die dünnste verfügbare Scheibe aus. Buehler AcuThin Blades sind die dünnsten verfügbaren Scheiben im Korundbereich und sorgen für eine sehr saubere und unbeeinflusste Oberfläche. Es gibt auch metall- oder kunstharzgebundene Diamanttrennscheiben in den Größen von 8 Zoll (203 mm) bis 12 Zoll (305 mm) Durchmesser. Diamanttrennscheiben eignen sich zum Trennen sehr harter und spröder Materialien (> 900HV), wobei die Kunstharzbindung den Einsatz bei Hartmetallen findet und die metall- oder messinggebundenen Scheiben zum Trennen von Keramiken o.ä. eingesetzt werden. Die CBN- Trennscheiben (kubisches Bornitrid) werden überwiegend zum Trennen von härteren Eisenmetallen und hochlegierten Stählen verwendet.

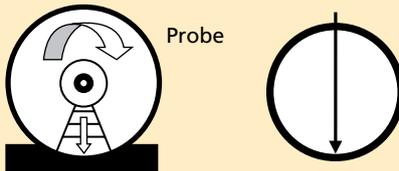
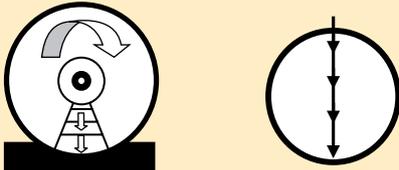
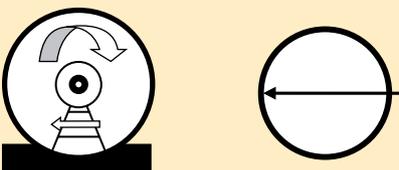
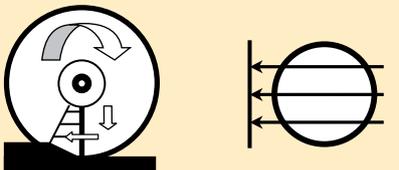
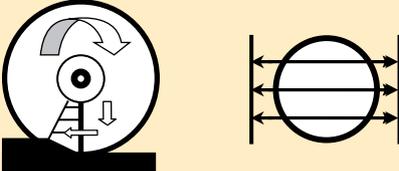
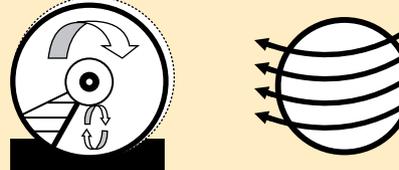
Der Kappschnitt war das erste industriell eingesetzte Trennverfahren. Hier ist die Trennscheibe mittels einer Welle direkt am Motor befestigt. Durch einen Griff, der am Motor gekoppelt ist, kann die Trennscheibe nach unten ins Bauteil gefahren werden. Für einen effizienten Schnitt muss das Bauteil ausgerichtet und gespannt werden, um

den Kontaktbereich mit der Trennscheibe zu reduzieren. Wenn ein runder Zylinder getrennt wird, ist der Kontaktbereich anfangs sehr klein. Wenn der Schnitt voranschreitet, vergrößert sie sich, bis der Maximaldurchmesser erreicht ist. Gleichzeitig nimmt der auf die Probe wirkende Druck zu und

kann eine starke Hitze erzeugen, da die Kühlflüssigkeit nicht mehr bis ins Bauteilinnere vordringen kann. Als Folge davon kann das Material an der Oberfläche verbrennen.

Ein Kappschnittgerät kann zusätzlich mit einer Pulstechnik ausgestattet sein. Durch das Pulsieren

TRENNVERFAHREN UND TRENNRICHTUNG

		Trennrichtung
3a	Kappschnitt Die traditionelle Variante. Die Probe bestimmt den Kontaktfläche. In der Regel ergeben sich Probleme beim Trennen von großen Teilen.	
3b	Pulsierender Kappschnitt Kontaktfläche wird ebenfalls von der Probe bestimmt. Die Pulstechnik wirkt schlagartig auf das Werkstück und führt daher zu schnellem Trennscheibenverschleiß.	
3c	Fahrschnitt Die Trennscheibe steht fest und der Trenntisch wird zusammen mit der Probe gegen die Scheibe bewegt.	
3d	Planar Cut The abrasive wheel lowers into the sample at an incremental rate before the cutting table moves in the forward motion. Wheel contact arc is determined by cut depth.	
3e	Saw Cut The wheel contact arc can be precisely controlled via depth increment. The traverse stroke must always exceed the part length to avoid a change in wheel contact arc area. Machine needs to be set for each part.	
3f	Orbital Ähnlich wie c, wird jedoch automatisch durchgeführt. Einfacher und schneller in der Durchführung. Probendurchmesser ist Trennscheibenabhängig und minimaler Kontaktbereich während des Trennvorganges ist gegeben.	



Trennen

wird kein konstanter Druck ausgeübt, sondern ein Wechsel von Druck und Entlastung zwischen Trennscheibe und Probe durchgeführt. Bei diesem Vorgang werden die Schleifkörner besser ausgelastet und die Kühlung optimiert. Die Schnittqualität nimmt zu, während die Trennzeit und die Abnutzung der Scheibe abnimmt.

Optimales Trennen bedeutet, dass die Probe so wenig wie möglich beschädigt wird. Dies kann erreicht werden, indem der Druck konstant und ein geringer Kontaktbereich zwischen Probe und Trennscheibe eingehalten wird. Diese Technik nennt sich MACC-Trennen (Minimum Area of Contact Cutting).

Eine andere Möglichkeit, die Kontaktfläche gering zu halten ist Fahrschnitt. Beim Fahrschnitt wird der Trenntisch gegen die feststehende Trennscheibe geführt. Der Schnitt kann je nach Materialstärke, in einem Rutsch oder in mehreren Stufen durchgeführt werden. Beim stufenweisen Trennschnitt fährt der Trenntisch nach jedem Schnitt in die Startposition zurück. Die Trennscheibe wird anschließend weiter abgesenkt und dann in der selben Schnittfuge weitergetrennt. Folglich sind die Schnittzeiten länger und die Maschine sollte möglichst programmierbar sein.

Der orbitale Trennschnitt vereinigt die Vorteile der klassischen Trenntechniken. Bei diesem Trennverfahren führt die Trennscheibe kleine elliptische Bewegungen aus, es besteht daher immer nur ein minimaler Kontakt zur Probe. Damit können selbst schwierigste Materialien mit bester Schnittqualität getrennt werden. Für dieses Verfahren wurden spezielle Trennscheiben entwickelt, welche eine bis zu 300% höhere Standzeit aufweisen. Das orbitale Konzept ist im Deltatrenner von Buehler verfügbar. Die Trenner beinhalten ebenfalls die SmartCut-Funktion, welche den Prozess überwacht und das Bauteil vor Beschädigungen schützt.

Präzisionstrennen

Präzisionstrennmaschinen werden in der Materialographie verwendet, um Teile zu trennen, die klein, zart, spröde und äußerst schwer zu trennen sind. Ein weiterer Einsatz ist der präzise Trennschnitt unmittelbar an der zu untersuchenden Ebene. Aufgrund der geringen Reibungen ist die Trennoberfläche sehr verformungsarm. Wie der Name schon sagt, ist diese Art des Trennens entwickelt worden, um sehr genaue Schnitte durchzuführen. Diese Maschinen sind kleiner dimensioniert als die üblichen Trenngeräte und verwenden ebenfalls kleinere Trennscheiben. Der Scheibendurchmesser reicht von 76 bis 203 mm (3 bis 8 Zoll). Die Bindung der dabei verwendeten Trennscheiben besteht aus Bronze oder Stahl, in welchen Diamanten oder kubisches Bornitrid gebunden sind. Hier



IsoMet Präzisionstrennmaschine mit Fahrschnitt

finden ebenfalls Trennscheiben aus Aluminiumoxid oder Siliziumkarbid ihre Verwendung. Da die Trennscheiben um ein Vielfaches dünner sind als bei den Trennschleifmaschinen, wird folglich weniger Hitze während des Trennens generiert und auftretende Schäden werden minimiert.

Bauteile, die normalerweise mit den Trennschleifmaschinen getrennt werden, können in der Regel auch mit Präzisionstrennmaschinen getrennt werden. Die Zeit jedoch ist um ein Vielfaches höher aber die Qualität und die Beeinflussung der Wärme aufgrund der geringen Lasten geringer. Präzisionstrenner werden häufig benutzt für das Trennen von Hartmetallen, keramischen Materialien, thermischen Spritzschichten, Leiterplatten, elektronischen Komponenten, Knochen, Zähnen usw.

Buehler bietet Ihnen eine Vielzahl von Präzisionstrennscheiben mit unterschiedlichen Durchmesser, Körnungen und Diamantkonzentrationen an.

TIPPS ZUM TRENNEN

Wenn Sie ein Material mit der richtigen Trennscheibe trennen und die Schittgeschwindigkeit nach kurzer Zeit nachlässt, sollten Sie den Druck erhöhen. Dies hilft, die Bindung zu lösen und setzt neue, scharfe Schleifkörner frei, um den Schitt zu verbessern. Als Faustregel gilt: Je Härte das Material, desto weicher die Trennscheibe. Eine Ausnahme biete hier nur die Diamanttrennscheibe, da die Körnung sich nicht abnutzt.

Tabelle 2: Auswahlkriterien für Präzisionstrennscheiben

TRENNSCHEIBEN SERIE	3 x 0,007in [76x0,15 mm]	4 x 0,012in [102x0,3 mm]	5 x 0,015in [127x0,4 mm]	6 x 0,015in [150x0,5 mm]	7 x 0,025in [180x0,6 mm]	8 x 0,035in [203x0,9 mm]
IsoMet Diamantstrennscheiben						
Series 30HC Kunststoffe, Gummi, weiche gummiartige Materialien			X**		X**	X
Series 20HC aggressives Trennen von Metallen Eisen- und Nichteisenmetalle, Titan			X*		X	X
Series 15HC Metalmatrixverbundwerkstoffe, PCBs, Knochen, Titan, Thermische Spritzschichten	X	X	X	X	X	X
Series 20LC Harte und zähe Materialien, Strukturkeramik			X*		X	X
Series 15LC Harte und spröde Materialien, Glas, Al ₂ O ₃ , Zr ₂ O ₃ , Beton	X	X	X	X	X	X
Series 10LC Mittelharte bis weiche Keramik, Glasfaserverstärkte Verbundwerkstoffe	X		X		X*	X
Series 5LC Weiche und brüchige Keramik, Faserverbundwerkstoffe mit feinen Fasern, CaF ₂ , MgF ₂ , Kohlefaserbundwerkstoffe	X		X			
IsoCut CBN-Trennscheiben Bornitrid-Trennscheiben werden zum Trennen von harten, zähen Materialien eingesetzt und verkürzen die Tennzeit erheblich						
LC (geringe Konzentration) Fe-, Co-, Ni-Basiswerkstoffe und Superlegierungen	X	X	X	X	X	X
HC (hohe Konzentration) Fe-, Co-, Ni-Basiswerkstoffe und Superlegierungen		X	X	X	X	X
AcuThin Trennscheiben Zum Trennen von kleinen Teilen und empfindlichen Materialien sowie zum verformungsarmen Trennen						
	Bindung/ Abrasive		5 x 0.19in [127x0,5mm]		7 x 0.03in [180x0,8mm]	
Werkzeugstahl, harter Stahl ≥ 45 HRC	R/Al ₂ O ₃		X			
Mittelharter bis weicher Stahl ≤ 45 HRC	R/Al ₂ O ₃		X			
Korundstrennscheiben für den allgemeinen Einsatz						
Für Eisenwerkstoffe, Edelstahl, Gußeisen und Spritzschichten	R/Al ₂ O ₃				X	
Für spröde, zähe Nichteisenmetalle, Aluminium, Kupfer, Titan, Uran, Zirkon	R/SiC				X	

*Alternate blade thickness of 0,020in [0,5 mm]

**Alternate blade thickness of 0,30in [0,8 mm]

Eine komplette Auflistung der Trennscheiben sowie anderes Zubehör für Präzisionstrenngeräte finden Sie im Buehler Produktkatalog.



Einbetten

EINBETTEN VON PROBEN

Durch das Einbetten der Probe wird in erster Linie eine bessere Handhabung für die anschließende Präparation und Auswertung erreicht. Außerdem können unterschiedlich dimensionierte Proben in Formen gleichen Durchmessers oder Abmaße gebracht werden um diese in geeigneten Probenhaltern halbautomatisch präparieren zu können. Sehr kleine und unhandliche Proben können durch das Einbetten überhaupt erst bearbeitet werden. Ein weiterer Vorteil eingebetteter Proben ist es, dass Kanten oder Oberflächenfehler während der metallographischen Präparation geschützt und erhalten werden.

Bei der Auswahl der richtigen Einbettmethode ist darauf zu achten, dass die Probe in keiner Weise durch Druck oder Hitze beeinflusst wird.

Phenolharze werden in der Metallographie seit 1928 für das Warmeinbetten verwendet. Vor dieser Zeit wurden Proben nicht eingebettet oder aber mit Hilfe von Schwefelpulver, Wachs und niedrig schmelzenden Materialien eingebettet. Diese alten Einbettverfahren brachten eine Vielzahl von Problemen mit sich. Die spätere Einführung von Polymeren war eine große Verbesserung gegenüber diesen Methoden. Die anschließende Entwicklung von Kalteinbettmitteln (Gießharze) in den 1950ern fügte den Metallographen eine Vielzahl von Kalteinbettmitteln hinzu. Durch die verhältnismäßig geringen Temperaturen war es eine gute Alternative.

Klemmen

Die einfachste Methode, Proben zu fassen ist das Einspannen oder Klemmen. Sie wird meist für die Untersuchung von dünnen Blechen verwendet.

Mehrere Proben können so in Sandwichform zusammen gelegt werden und machen es dadurch zu einer einfachen und kostengünstigen Methode. Ein Nachteil dieser Methode ist das Einziehen von Flüssigkeiten und Schmutz zwischen den Blechen, welche anschließend wieder austreten können und das Poliertuch kontaminieren oder gar die Untersuchung unmöglich machen. Diese Probleme können durch ein vorheriges Bestreichen der Proben mit Sekundenkleber oder Epoxidharz und ein festes Anziehen der Schrauben minimiert oder sogar vermieden werden. Die Klemmen bestehen in der Regel aus Stahl, Aluminium oder anderen leicht zu bearbeitenden Materialien.

Warmeinbetten

Bei diesem Verfahren werden die Proben unter Druck und Temperatur in einem speziellen Kunststoffgranulat eingebettet. Als Einbettmittel kommen Duroplaste wie Phenolharz (PhenoCure), Diallylphthalate oder Epoxidharze (EpoMet) bzw. Thermoplaste wie das transparente Acrylharz



SimpliMet XPS1 Automatische Einbettpresse

Tabelle 3: Anwendungsgebiete Warmeinbettmittel

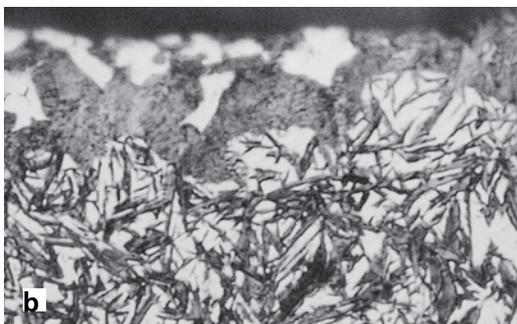
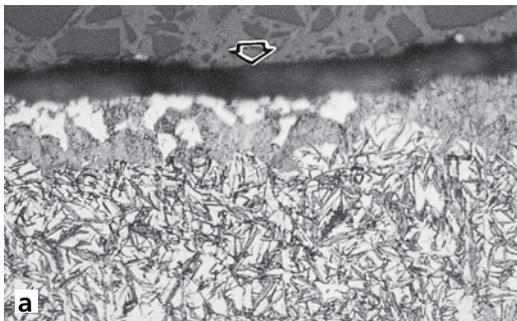
Material	Allgemeine Anwendungen	Bester Kantenschutz; sehr geringe Schrumpfung; feine Partikel; füllt kleinste Einbuchtungen	Bester Kantenschutz; geringe Schrumpfung	geringster elektrischer Widerstand REM - EDX/WDX	Transparenz
Keramik	PhenoCure	EpoMet F	EpoMet G	ProbeMet	TransOptic
Stahl	PhenoCure	EpoMet F	EpoMet G	ProbeMet	TransOptic
Schichten	PhenoCure	EpoMet F	EpoMet G	ProbeMet	TransOptic
Aluminium	PhenoCure			ProbeMet	TransOptic
Kupfer/Messing	PhenoCure			ProbeMet	TransOptic
Farbe	schwarz, rot oder grün	schwarz	schwarz	kupfer	transparent
Temperatur	300°F [150°C]	300°F [150°C]	300°F [150°C]	300°F [150°C]	350°F [177°C]
Druck	4200 psi [290 bar]	4200 psi [290 bar]	4200 psi [290 bar]	4200 psi [290 bar]	2100 psi [145 bar]



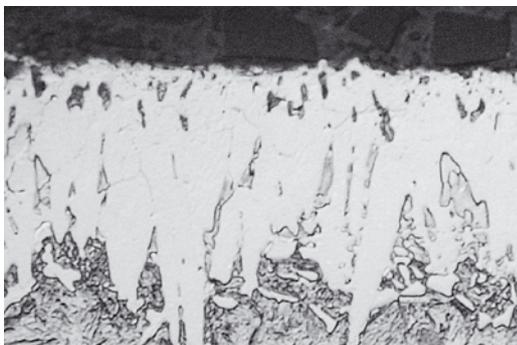
TransOptic zur Anwendung. Thermoplastische Kunstharze erweichen erst bei erhöhten Temperaturen und sollten unter Druck, mittels spezieller Kühlung (Intervall), gekühlt werden. Duroplaste dagegen können theoretisch bei maximaler Temperatur aus der Presse genommen und an der Luft gekühlt werden. Grundsätzlich sollte jedoch immer unter Druck in einer Einbettpresse gekühlt werden, weil dadurch die Spaltbildung minimiert werden kann (Abbildung unten). EpoMet Einbettmittel, ein wärmeaushärtendes Epoxid, liefert den besten Kantenschutz und die geringste Schrumpfung (Abbildung rechts). Das EpoMet Einbettmaterial ist auch gegen kochende Säuren resistent, während Phenolharze von Säuren und Alkohol angegriffen werden können.



Buehler Warmeinbettmittel



Kantenschutz der aufgekohlten Probe ist nicht gegeben, da PhenoCure eine zu starke Schrumpfung aufweist.
a) oben, 500x; b) unten, 1000x (3% Nital).



Guter Randanschluss eines boriierten 42CrMo4 Eingebettet in EpoMet (1000x, 3% Nital)



Einbetten

Kalteinbetten

Kalteinbettmaterialien bestehen in der Regel aus zwei Komponenten (Harz und Härter) und polymerisieren nach dem Anrühren. Sie werden eingesetzt, um temperatur- und druckempfindliche Proben einzubetten bzw. wenn sehr viele Proben schnell eingebettet werden sollen. Acrylharze wie VariDur und SamplKwick werden aufgrund ihrer niedrigen Kosten und der schnellen Aushärtezeit am meisten verwendet, obwohl diese Harze mehr oder weniger schrumpfen.

Sehr beliebt und geeignet für die Kalteinbettung sind Epoxidharze. Diese Harze erzeugen beim Aushärten wenig Wärme und besitzen einen geringen Schrumpfspalt. Besonders das Vakuumfiltrieren kann sehr gut mit niedrigviskosen Epoxidharz wie EpoThin oder EpoHeat durchgeführt werden. Ep-

oxide sind für temperaturempfindliche und poröse Proben sowie Korrosions- oder Oxidationsproben sehr gut geeignet. Farbpigmente können dem Harz für die Untersuchung an porösen Materialien wie thermischen Spritzschichten oder Mineralproben hinzugefügt werden. Die meisten Epoxidharze härten bei Raumtemperatur zwischen einer und vierundzwanzig Stunden aus. Eine Ausnahme bildet EpoHeat. Es härtet unter Temperatur im Ofen aus (30-65 °C). In Abhängigkeit von der eingestellten Temperatur können Sie selber die Aushärtezeit definieren.

Epoxidharze bieten einen guten Kantenschutz, welcher auf die physikalische Anhaftung und die geringe Schrumpfung zurückzuführen ist. Acrylharze haften nicht an der Probe und schrumpfen während der Aushärtung, so dass kein guter

Tabelle 4: Eigenschaften der Kalteinbettmittel von Buehler

Name	Basis	Aushärte- temperatur	Shore D Härte*	Aushärte- zeit	empfohlene Einbettform	Bemerkungen
EpoThin	Epoxid	130°F [55°C]	78 bester Kantenschutz	9 Stunden	beliebig	Klar, sehr niedrige Viskosität, sehr geringe Schrumpfung, bestens zum Vakuumimprägnieren geeignet
EpoxiCure	Epoxid	130°F [55°C]	82 bester Kantenschutz	6 Stunden	beliebig	Klar, sehr geringe Schrumpfung, für die allgemeine Anwendung
EpoKwick	Epoxid	293°F [145°C]	82 guter Kantenschutz	90 Minuten	SamplKup™	Klar, schnell aushärtend, akzeptable Schrumpfung
EpoColor	Epoxid	293°F [145°C]	82 guter Kantenschutz	90 Minuten	SamplKup	Rot gefärbtes Epoxidharz, leuchtet rot im Dunkelfeld und unter polarisiertem Licht
EpoHeat	Epoxid	338°F [170°C]	85 bester Kantenschutz	90 Minuten @ 55 °C	beliebig	Transparent, gelblicher Farbton, Die lange Topfzeit erlaubt das Anmischen größerer Mengen
VariDur 3000	Acryl	252°F [122°C]	90 exzellenter Kantenschutz	15 Minuten	beliebig	Blau, quartzverstärkt, hervorragende Kantenschärfe, keine Schrumpfung
VariDur	Acryl	170°F [77°C]	85 akzeptabler Kantenschutz	10 Minuten	beliebig	Grau, niedrige Viskosität, opak, abrasion resistant
SamplKwick	Acryl	179°F [79°C]	85 geringer Kantenschutz	5-8 Minuten	beliebig	Halbtransparent, schnelle Aushärtung, akzeptable Schrumpfung
VariKleer	Acryl	212°F [100°C]	84 geringer Kantenschutz	5-15 Minuten	SamplKup	Klar transparent bei Aushärtung im Drucktopf, minimale Schrumpfung. Silikon oder EPDM Einbettformen sollten nicht verwendet werden.
VariKwick	Acryl	[85°C]	85 geringer Kantenschutz	~5 Minuten	beliebig	Blau, schnelle Aushärtung, moderate Schrumpfung und Viskosität
VariDur 10	Acryl	[100°C]	geringer Kantenschutz	8 Minuten	beliebig	Halbtransparent, geringe Schrumpfung, hohe Viskosität
VariDur 200	Acryl	[100°C]		8 Minuten	beliebig	Blau, mineralstoffgefüllt, geringe Schrumpfung, hohe Viskosität

* Das Abriebverhalten des Einbettmittels hat in der Regel einen höheren Einfluß auf die Kantentrübung als seine Härte.



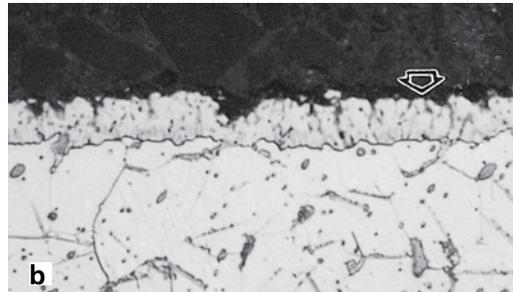
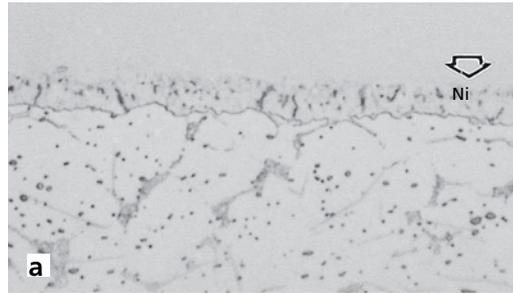
Kantenschutz aufgebaut werden kann. Um die Kantenerhaltung dennoch zu bewahren, kann die Probe mittels EdgeMet Kit stromlos beschichtet werden. Ebenfalls kann der Buehler Flat Edge Filler (Keramikpulver) dem Harz hinzugefügt werden. Um eine elektrische Leitfähigkeit zu erhalten, können leitfähige Partikel (Buehler ConductiveFiller) dem Harz beigegeben werden.

Eine Besonderheit unter den Kalteinbettmitteln ist VariDur 3000. Dies liegt an seinen hervorragenden metallographischen Eigenschaften. VariDur 3000 ist ein Methylmethacrylat mit Styrol und härtet ohne Schrumpfspalt aus. Es eignet sich daher ideal für alle Anwendungen, bei denen Randbereiche untersucht werden sollen (z.B. Funktionsschichten, Schadensfälle). Da kein Spalt entsteht, kann auch keine Flüssigkeit (Polier- oder Ätzmittel) zwischen die Probe und das Einbettmittel eindringen. Die präparierte Probe kann somit problemlos mikroskopiert und ausgewertet werden. Darüber hinaus besitzt VariDur 3000 eine hohe Eigenhärte. Proben können mühelos randscharf und ohne Kantenabrundung präpariert werden.

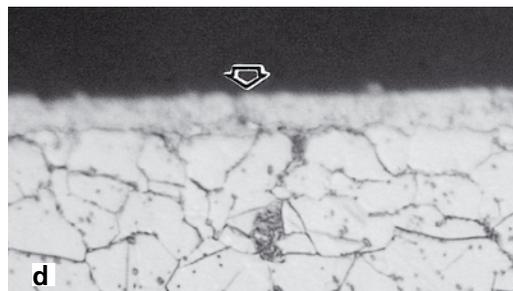
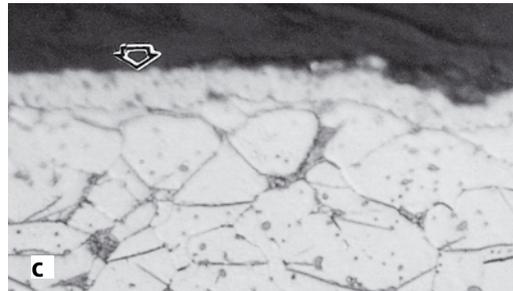
Bei der Präparation von kalteingebetteten Proben bemerkt man schnell, dass die Oberflächenspannung zwischen der Probe und der Tuchoberfläche viel höher ist als bei einer Warmeinbettung. Da die Proben angesaugt werden, kann das Halten der Probe erschwert werden. Wenn eine halb- oder vollautomatische Präparation erfolgt, kann ein Quietschton entstehen. Das Geräusch können Sie reduzieren, indem Sie das Gerät im Gegenlauf betreiben (Kopf und Arbeitsscheibe laufen in entgegengesetzter Richtung). Grundsätzlich sollte bei dem Kalteinbetten, insbesondere bei den Epoxidharzen, beachtet werden, dass die auftretende exotherme Reaktion während der Kathalyse (Aushärtung) variieren kann. Dies ist von der Menge des Einbettmaterials abhängig. Je kleiner die Menge, desto geringer die exotherme Reaktion und Wärmeentwicklung. Bei großen Formen sollte man daher in Schichten arbeiten, da bei einer zu großen Menge an Einbettmaterial Blasen- und Rißbildung auftreten kann. Das EpoHeat kann bei Mengen bis zu 250 g verwendet werden, ohne dass eine Temperatur erreicht wird, bei dem die angerührte Masse vorzeitig polymerisiert.

Kantenschutz

Die Kantenerhaltung ist ein klassisches metallographisches Problem. Viel Erfahrung ist notwendig, um es in den Griff zu bekommen. In den meisten Fällen ist die Unebenheit auf die falsche Auswahl des Einbettmaterials zurückzuführen und in den wenigsten Fällen auf die Präparation. Als erstes sollten Ihre Proben fettfrei sein und daher mit Alkohol gereinigt werden, da bei einer fettigen



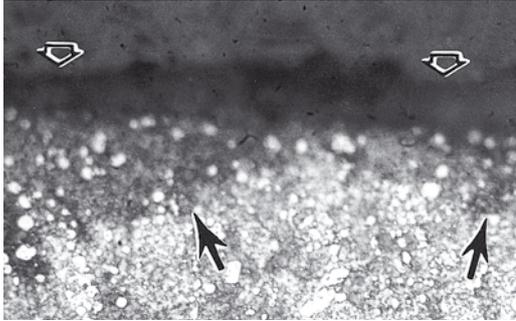
Beispiel eines C15 Kohlenstoffstahls mit Nickelschicht (a, oben), bei der kein optimaler Kontrast gegeben ist. Das schwarze EpoMet Einbettmittel bietet guten Kontrast und geringe Schrumpfung (b, unten). Geätzt mit 3% Nital (1000x)



Schlechter Kantenschutz bei einer salzbadnitrierten Probe, eingebettet mit PhenoCure (c) und Methylmethacrylat (d) Präpariert im gleichen Probenthaler wie die Proben (a) und (b). Geätzt mit 3% Nital (1000x)



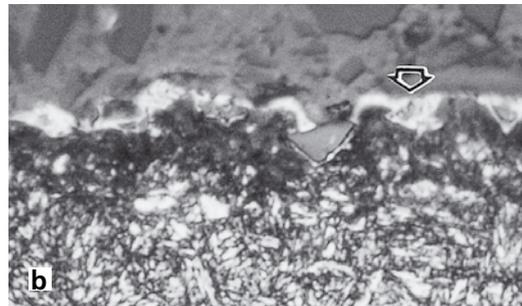
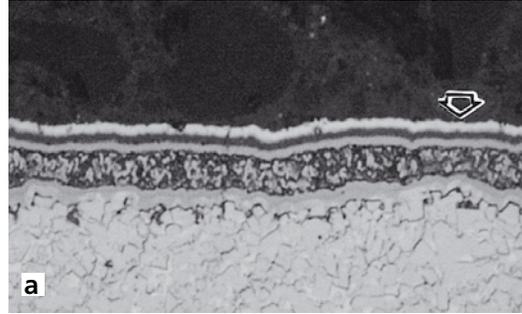
Einbetten



Austritt von Ätzmittel nach der Ätzung.
Schnellarbeitsstahl, eingebettet mit PhenoCure
Vilella Ätzmittel (500x)

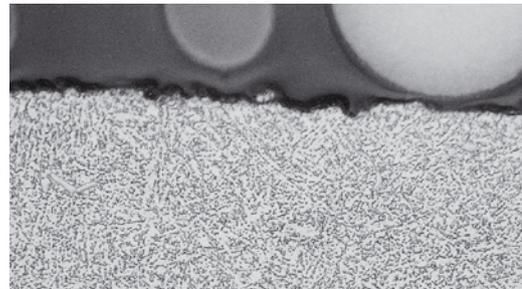
Oberfläche kein Anhaften möglich ist. Wie schon erwähnt, sollte ein schrumpffarmes Einbettmaterial genommen werden und eventuell die Probenoberfläche stromlos beschichtet werden. In einigen Fällen kann es jedoch sein, dass der Abbildungscontrast an der Übergangsstelle zwischen einer Probe und der stromlosen Schicht nicht stark genug und somit für bestimmte Auswertungen unzulänglich ist. Die Abbildungen auf der linken Seite zeigen die Oberfläche eines Kohlenstoffstahles (C15), der im Salzbad nitriert wurde. Diese Proben wurden stromlos mit Nickel beschichtet und in unterschiedlichen Einbettmitteln eingebettet. Je nach Einbettung ist es schwer zu entscheiden, wo die Nickelschicht anfängt, da der Randkontrast nicht optimal ist (Abbildung a). Abbildung (b) zeigt den optimalen Randkontrast zwischen Einbettmaterial und Nickelschicht. Zum Vergleich zeigen die Bilder darunter eine in Phenolharz eingebettete nitrierte C15-Probe (c). Die Abbildung (d) zeigt die Einbettung in Methylmethacrylat. Im Gegensatz zu den Proben (a) und (b) ist hier keine Randschärfe vorhanden.

Die Einführung neuer Techniken hat sehr dazu beigetragen, Kantenabrundungen zu minimieren. Einbettpressen, die unter Druck die Probe kühlen, erzeugen eine viel höhere Probendichte. Spalten sind oftmals auf das falsche Einbettmaterial zurückzuführen. Ebenfalls kann es sein, dass Ätzmittel aus den Spalten austritt und die Probe nachätzt. Ebenso führt die Verwendung von Poliertüchern wie Billiard oder Wollfilz sehr schnell zu einer Kantenabrundung. Die Polierzeiten sollten kurz sein, da die Poliertücher eine hohe Stoßbelastbarkeit aufweisen. Kurzflorige und harte Tücher produzieren eine bessere Kantenschärfe mit allen warmhärtenden und thermoplastischen Materialien. Dennoch gibt es immer noch Unterschiede zwischen den polymeren Materialien, die für das Einbetten verwendet werden. Duroplaste liefern bessere Kantenschärfe als thermoplastische Harze.



Hervorragender Kantenschutz bei einer Multibeschichtung aus gesinterten Karbiden (a) und bei einer nitrierten, sandgestrahlten Probe (b). In der Mitte ist ein Partikel vom Strahlvorgang zu sehen. In beiden Fällen wurde EpoMet als Einbettmittel verwendet.

a: 1000x, geätzt mit Murakami
b: 1000x, geätzt mit 2% Nital



Flat Edge Filler wurde dem EpoxiCure hinzugefügt, um den Kantenschutz bei der H13 Warmarbeitsstahlprobe zu verbessern. Geätzt mit 4% Pikral (500x)

Die besten Ergebnisse erhalten Sie mit EpoMet, einem Epoxidharz, welches einen Füllstoff enthält.

Die Abbildungen rechts oben zeigen weitere Beispiele für perfekte Kantenschärfe. Feines Aluminiumoxidpulver wurden dem Epoxidharz hinzugefügt, um die Kantenschärfe zu verbessern. Jedoch ist es keine wirklich gute Lösung, da die Härte über 2000 HV liegt und zu hart für weichere Materialien ist. Vor kurzem ist ein weiches keramisches Pulver (ca. 775 HV) eingeführt worden, welches ein ähnliches Schleifverhalten wie Metall aufweist. Eine gute Lösung ist die Zugabe von Buehler FlatEdgeFiller.



Hinweise zur Erzielung einer optimalen Randschärfe:

- Eingebettete Proben besitzen eine bessere Randschärfe als uneingebettete Proben. Oftmals ist es unmöglich, bei uneingebetteten Proben eine Kantenschärfe zu erzielen. Warm eingebettete Proben erreichen eine bessere Kantenschärfe als das kalt eingebettete Proben.
- Elektrolytisches oder stromloses Nickel beschichten (z.B. mit EdgeMet Kit) von Proben kann zum Erzielen einer besseren Kantenschärfe beitragen. Wenn die Warmeinbettpresse jedoch zu schnell abkühlt, kann es vorkommen, dass sich die Schicht von der Probe ablöst und einen Spalt hinterlässt.
- Thermoplastische Einbettmaterialien sind weniger wirkungsvoll als wärmeaushärtende Harze (Duroplast). Für höchste Kantenschärfe und geringste Schrumpfung sollte EpoMet, ein epoxidbasiertes Harz, verwendet werden.
- Die Einbettproben niemals heiß aus der Presse nehmen, um sie schneller in einem Wasserbad abzukühlen. Dabei würden Risse und eine starke Spaltbildung, bedingt durch die thermische Schrumpfung, auftreten. Vollautomatische Einbettpressen unterbinden diesen Effekt.
- Automatische Präparationssysteme erzeugen eine höhere Planheit als manuelles Handpolieren.
- Benutzen Sie den Zentralandruck, um eine höhere Planheit zu erzielen.
- Positionieren Sie den Probenhalter so, dass er nicht über die Mitte der Arbeitsscheibe hinaus geht.
- Wenn Sie SiC-Papier verwenden, sollten Sie Papier mit Kleberückseite (PSA) verwenden, da es eine bessere Planheit als nicht selbstklebendes Papier besitzt.
- UltraPrep und ApexDGD Diamantschleifscheiben erzielen eine hohe Planheit und können für eine Vielzahl von Materialien eingesetzt werden.



Cast n'Vac 1000 Imprägnierausrüstung

- Verwenden Sie harte, glatte Tuchoberflächen wie UltraPad, UltraPol oder TexMet für das Vorpolieren. Für die feineren Stufen nehmen Sie mittelharte, feine Poliertücher wie z.B. VerduTex oder VerduTex/TriDent.
- Für höchste Planheit sollte das Apex-System verwendet werden, welches Planschleifscheiben wie ApexDGD oder ApexHercules Feinschleifscheiben beinhaltet. Wann immer es möglich ist, sollten diese eingesetzt werden, da sie ebenfalls die Polierzeiten und Anzahl der Präparationsstufen reduzieren können.

TIPPS ZUM EINBETTEN

Epoxidharz haftet physisch an der Probe und ist daher für spaltfreie Einbettungen geeignet. Wenn die Viskosität niedrig ist, kann Epoxid in Poren und Risse mit Vakuum gezogen werden. Acrylate sind für Vakuumimprägnierung zu dickflüssig und können im Drucktopf ausgehärtet werden, um die Schrumpfung und Blasenbildung zu reduzieren. Alle Proben sollten vor dem Einbetten entfettet werden (Aceton, Ethanol). Gießharze sind bedingt lagerfähig und sollten daher kühl gelagert werden.



Schleifen und Polieren

SCHLEIFEN

Traditionell wird die Probenvorbereitung in Schleifen und Polieren eingeteilt, wobei diese beiden Verfahren wiederum in Stufen von grob bis fein unterteilt sind. Beide Prozesse unterliegen dem selben Mechanismus des spanabhebenden Materialabtrages.

Beim Schleifen werden die oberen Materialschichten mit Hilfe gebundener Schleifkörner (SiC , Al_2O_3 , Diamant oder CBN) abgetragen. Ziel moderner Präparationsmethoden ist es, die Anzahl von Präparationsstufen minimal zu halten oder SiC -Papier durch Schleifmedien (in der Regel Diamantscheiben) mit höherer Standzeit zu ersetzen. Bei vielen Materialien ist dies auch möglich, jedoch bleibt eine Vielzahl an Werkstoffen, für die SiC -Papier am effektivsten zum Schleifen geeignet ist.

Die erste Stufe nach dem Trennen sollte mit der feinst möglichen Körnung begonnen werden. Diese muss in der Lage sein, die durch das Trennen entstandenen Schäden zu beseitigen. Eine Körnung von P180 bis P320 ist bei Proben ausreichend, die mit einer Nassstrennmaschine getrennt wurden. Trennflächen die von einer Bandsägen oder ähnliche Trennverfahren stammen, erfordern die Verwendung größerer Schleifstufen, die im Allgemeinen zwischen P80 und P120 liegen. Die nachfolgenden Schleifstufen sollten ein bis zwei Schleifkörnungen feiner sein als die vorausgegangene Körnung. Bestenfalls ist es möglich, die Schleifstufen jeweils zu halbieren (P280 oder P320, P600 und P1200).

Auch beim Schleifen sollte mit Wasser gearbeitet werden, vorausgesetzt, die Probe ist nicht wasserempfindlich. Nassschleifen reduziert die Erwärmung und sorgt dafür, dass der Abrieb weggespült wird.

Jede Schleifstufe sollte die vorangegangene Verformung beseitigen, verursacht ihreseits allerdings neue Schäden. Die Tiefe der Deformation nimmt mit feiner werdender Körnung ab. Es ist zu bedenken, dass bei weichen Materialien die Deformation um ein Vielfaches größer ist als bei harten Materialien.

Bei der halb- oder vollautomatischen Präparation von fest in den Probenhalter eingespannten Proben ist es notwendig, alle Proben zuerst auf ein gleiches Niveau zu bringen. Dieser Vorgang wird als Planschleifen bezeichnet und beseitigt in der Regel auch die Verformung, welche durch das Trennen verursacht worden ist.

Hierzu können grobe SiC - oder Al_2O_3 -Papiere verwendet werden. Allerdings haben diese in der Regel unter dem hohen Druck nur eine geringe Standzeit. Eine Alternative ist die Verwendung moderner Schleifmedien mit Diamanten als Schleifmittel oder den Einsatz spezieller Planschleifma-

schinen mit hoher Drehzahl und einem Schleifstein aus Aluminiumoxid.

Für sehr harte Materialien wie Keramik und Hartmetall werden immer Diamantschleifscheiben, z.B. Apex DGD oder UltraPrep eingesetzt.

Die neuesten Scheiben sind ApexDGD Diamantschleifscheiben, welche das SiC -Papier direkt ersetzen können. Die Standzeit einer solchen Scheibe liegt bei etwa 350 - 750 Proben (ApexDGD Color, ApexDGD). Nach Erzielung einer planen Oberfläche kann entweder mit einer feineren Schleifstufe weiter geschliffen werden oder aber man beginnt schon mit dem Vorpolieren. Eine direkte Abfolge durch Vorpolieren reduziert die Schleifstufen, wobei harte Tücher wie UltraPlan oder ApexHercules mit Diamantkörnungen von $6\ \mu\text{m}$ bis $15\ \mu\text{m}$ verwendet werden sollten.

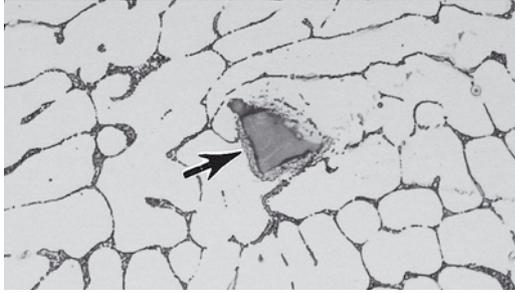
Vor allem bei Bauteile der Mikroelektronik und bei der Bearbeitung von Siliziumwafern kommen UltraPrep Diamantläppfilme zum Einsatz. Hierbei handelt es sich um feine Polyesterfolien, auf die eine feine Schicht von Diamantpartikeln aufgebracht ist. UltraPrep Läppfilm wird zur Erzielung sehr feiner und planer Oberflächen eingesetzt. Sehr eng tolerierte Diamanten gewähren einen guten Abtrag und eine hervorragende Qualität der Probe.

Schleifmedien

Die in der Materialographie verwendeten Schleifmittel sind Siliziumkarbid (SiC), Aluminiumoxid (Al_2O_3), Schmirgel ($\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Fe}_3\text{O}_4$), komposite Keramiken und Diamanten. „Schmirgelpapier“ wird aufgrund seiner geringen Abtragsrate kaum mehr eingesetzt. Am häufigsten wird wasserfestes SiC -Papier verwendet. Aluminiumoxid-Papier, wie das PlanarMet, hat eine bessere Abtragsrate als SiC -Papiere und wird für grobe Schleifprozesse verwendet.

Die Schleifmittel sind auf Papier gebunden und werden durch eine Deckschicht fixiert. Die Schleifmittel können auch in Pulverform unter Verwendung einer Trägersubstanz aufgesprüht werden. Größere SiC -Körner drücken sich bei weichen Metallen wie Pb, Sn, Cd und Bi in das Material ein. Das gleiche Problem tritt aber auch bei der Verwendung von Diamantpartikeln auf, insbesondere dann, wenn diese mit zu harten Poliertüchern oder einem zu hohen Druck verwendet werden.

CarbiMet SiC -Papier wird in den USA entsprechend dem ANSI/CAMI Standard (B74.18-1996) hergestellt, während Buehler-Met II SiC -Papiere in Europa entsprechend dem FEPA Standard (43 GB -1984, R 1993) hergestellt werden. Beide Standards geben die gleichen Methoden vor, um die Schleifkörner zu fraktionieren. Für die groben Kör-



Eingedrücktes SiC-Korn (Pfeil) in einer 6061-T6 Aluminiumlegierung (500x, wässrige 0.5% HF)

ner wird Sieben, für mittlere Körnungen (Grit 240-600 oder P280-P1200) Sedimentation und für sehr feine Korngrößen die elektrische Widerstandsfähigkeitsmethode angewandt.

Die Körnungsangaben unterscheiden sich ab Grit 180 (P180), die äquivalenten Größen können mit Hilfe der Tabelle unten bestimmt werden. Es gibt einen wesentlichen Unterschied zwischen den beiden Standards. Bei der ANSI/CAMI-Norm ist die mittlere Korngrößenverteilung breiter als in der FEPA-Norm. Eine breitere Kornverteilung erlaubt

es, mit geringerem Druck zu beginnen zu, so dass weniger Hitze generiert und weniger Schaden verursacht wird. Jedoch produzieren die unterschiedlichen Korngrößen ein breiteres Spektrum von unterschiedlichen Kratzern. Das Kratzerbild ist für die Güte und Effizienz des Schleifgangs jedoch wenig aussagefähig. Wichtig ist, dass Deformation abgetragen und möglichst wenig neue Verformung eingebracht wird.

ApexDGD Diamantschleifscheiben sind ein idealer Ersatz für herkömmliches SiC-Papier oder andere Schleifmedien. Sie bieten hohen Materialabtrag bei kurzen Schleifzeiten und gewähren plane Oberflächen und optimale Randschärfe. Darüber hinaus sind sie extrem haltbar und langlebig. Die Scheiben können, mit Ausnahme extrem weicher Materialien, zum Bearbeiten der meisten technischen Werkstoffe eingesetzt werden.

Bei den ApexDGD Color-Scheiben sind die Diamanten in Kunstharz-Clustern eingebunden. Der Materialabrieb kann zwischen den Kunstharz/Diamant-Bereichen gut weggespült werden. Dies gewährt einen hohen und effizienten Materialabtrag. Apex

Tabelle 5: Europäische/USA Körnungsgrößen

FEPA (Europa)		ANSI/CAMI (USA)		
Kornnummer	Größe (µm)	Kornnummer (Grit)	Größe (µm)	Schmirgelgröße
P60	269	60	268	
P80	201	80	188	
P100	162	100	148	
P120	127	120	116	
P180	78,0	180	78,0	3
P240	58,5	220	66,0	2
P280	52,2	240	51,8	
P320	46,2			
P360	40,5	280	42,3	1
P400	35,0	320	34,3	0
P500	30,2	360	27,3	
P600	25,8			
P800	21,8	400	22,1	00
P1000	18,3	500	18,2	000
P1200	15,3	600	14,5	
P1500	12,6	800	12,2	0000
P2000	10,3	1000	9,2	
P2500	8,4	1200	6,5	
P4000*	5,0*			

Die Tabelle gibt die mittlere Korngröße für Schleifmittel nach ANSI/CAMI gemäß ANSI Standard B74.18-1996 und für FEPA genormtes Papier gemäß FEPA Standard 43-GB-1984 (R1993) wieder. Der ANSI/CAMI Standard listet SiC Partikelgrößen bis 600 Grit. Angaben für feinere ANSI/CAMI Papiere stammen aus dem CAMI Buch, Coated Abrasive (1996).

*FEPA Angaben kleiner als P2500 sind nicht genormt und richten sich nach Angaben der Hersteller. Die Angaben in der Tabelle sind nicht verbindlich für die tatsächliche Korngröße. In der Praxis können die Hersteller auch mit anderen mittleren Korngrößen und Kornverteilungen arbeiten.



Schleifen und Polieren

DGD Color eignet sich, im Gegensatz zu Apex DGD mit kontinuierlichem Diamantbelag, auch zum Schleifen weicher und empfindlicher Materialien. Zähe Werkstoffe wie austenitische Stähle, Ni-Basislegierungen oder Titan, sollten dagegen nicht mit ApexDGD Color bearbeitet werden, da der Scheibenverschleiß höher ist.

Manuelles Schleifen

Beim manuellen Schleifen ohne Geräte wird das SiC-Papier häufig von der Rolle oder als Streifen verwendet. Die Probe wird gegen das Papier gedrückt und von oben nach unten gerieben. Hierbei erzeugt das Einhalten eine Schleifrichtung eine bessere Planheit als wenn die Probe hin und her bewegt wird. Dieses Verfahren kann trocken oder nass durchgeführt werden. Die Zuführung von Wasser kühlt die Probe und spült den Abrieb weg. Das Verfahren kann auf planen Unterlagen oder mit einfachen Geräten wie z.B. Buehler HandiMet ausgeführt werden.

Bandschleifgeräte wie die SurfMet sind häufig im Labor vorhanden. Diese Maschinen werden mit groben Schleifbändern von P60 bis P240 Körnungen ausgerüstet und verwendet, um eine Probe zu planen oder um einen Grat zu entfernen. Außerdem werden sie gerne zur Herstellung von Schliffen benutzt, die nur makroskopisch untersucht werden müssen.

Manuelles Schleifen oder Polieren kann am effizientesten mit einfachen Geräten wie der MetaServ 250 durchgeführt werden.

Läppen

Läppen ist eine Technik, bei der die Abrasivpartikel frei auf der Oberfläche einer Trägerscheibe rollen. Während des Läppprozesses ist die Scheibe mit kleinen Mengen Schleifmittel wie Diamanten- oder Siliziumkarbid versehen. Läppscheiben können aus vielen verschiedenen Materialien hergestellt werden; Gusseisen und Kunstharz werden am häufigsten verwendet. Läppen produziert eine andere Probenoberfläche als das Schleifen, da es das Material auf eine andere Art entfernt. Einige Läppscheiben werden mit Diamantensuspensionen besprüht. Anfangs rollen die Diamantenpartikel über die Läppoberfläche und drücken sich nach einer kurzen Zeit in die Läppscheibe ein, um so eine sehr feine Oberfläche zu erhalten.



SurfMet Bandschleifgerät



MetaServ Schleif- und Poliergeräte



Diverse Schleifmedien



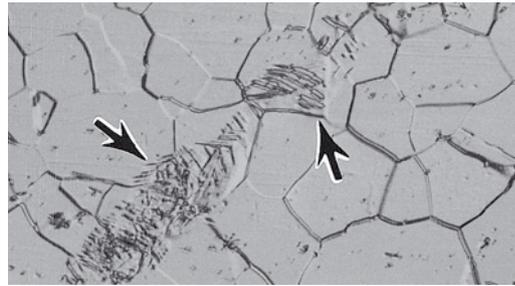
POLIEREN

Die klassische Definition eines Poliervorgangs geht auf die industrielle Politur zurück. Hierbei geht es hauptsächlich um die Erzielung einer glänzenden Oberfläche durch Einebnen und Verschmieren von Unebenheiten der Materialoberfläche. Eine Oberfläche gilt als gut poliert, wenn sie glänzt und das Licht wie ein Spiegel reflektiert. Für die Metallographie ist diese Betrachtungsweise eher unzulänglich. Der metallographische Polierprozess beruht wie beim Schleifen auf dem spanabhebenden Abtrageeffekt der Poliermedien, jedoch ist der Abrieb um einiges geringer als beim Schleifen, da ausschließlich mit sehr feinen Körnungen gearbeitet wird. Anders als beim Schleifen wird das Abrasivmittel „lose“ auf ein Poliertuch aufgetragen. Dieses kann in Form von Pasten oder Suspensionen geschehen. Durch den Polierdruck werden die Abrasive in der Unterlage fixiert und wirken dadurch ähnlich wie gebundenes Korn.

Der Polierprozess soll die verbleibende Deformation nach dem letzten Schleifgang entfernen. Auf diese Weise kann das wahre Gefüge sichtbar gemacht werden. Bei den meisten metallischen und nicht metallischen Legierungen reicht es aus, eine Politur bis zu einer minimalen Korngröße von 3 μm oder 1 μm durchzuführen. Feinere Poliermittel werden dagegen für kritischere Untersuchungen wie Schadensfallanalyse oder zur Erzielung von Proben mit höchster Güte eingesetzt.

Die metallographisch polierte Oberfläche, sollte möglichst plan und verformungsfrei sein. Je nach Aufgabenstellung können feine Kratzer toleriert werden. Eine gut präparierte Oberfläche ist notwendig, um das wahre Gefüge für die metallographische Beurteilung zu erhalten, sowohl qualitativ als auch quantitativ. Es sollten keine fehlerhaften Strukturen wie verformtes Material, Grübchen, Kometenschweif, Verschmutzung oder Relief (Höhenunterschiede zwischen verschiedenen Phasen oder zwischen Poren und Grundwerkstoff) erzeugt werden.

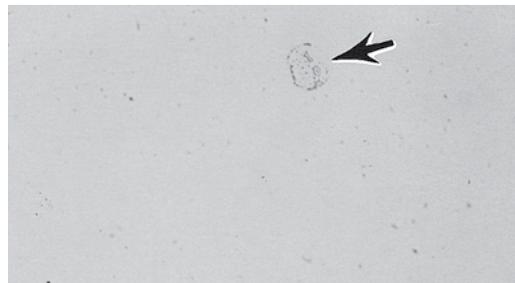
Das Polieren wird normalerweise in mehreren Stufen durchgeführt. Üblicherweise wird mit 6 μm oder 3 μm Diamantpoliermittel auf glatten, harten Poliertüchern vorpoliert. Bei harten Materialien wie gehärtetem Stahl, Keramik und gesinterten Karbiden kann es sein, dass eine zusätzliche grobe Polierstufe erforderlich ist. Anschließend kann mit einer 1 μm Diamantstufe auf weichen Poliertüchern fortgefahren werden. Um eine Erwärmung oder Verformung auf der Oberfläche zu verhindern, sollte ein passendes Schmiermittel sparsam eingesetzt werden. Die Zwischenpolitur sollte gründlich ausgeführt werden, so dass die letzte Polierstufe kurz gehalten werden kann.



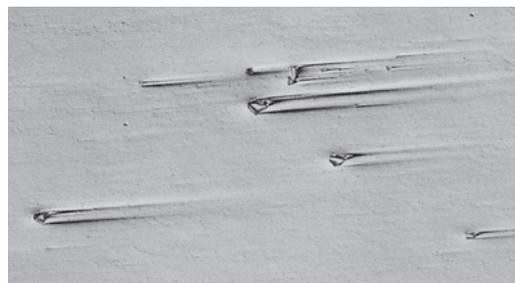
Plastische Verformung (Pfeil) bei einer geglühten Titanlegierung (500x, DIC, Ätzmittel nach Kroll)



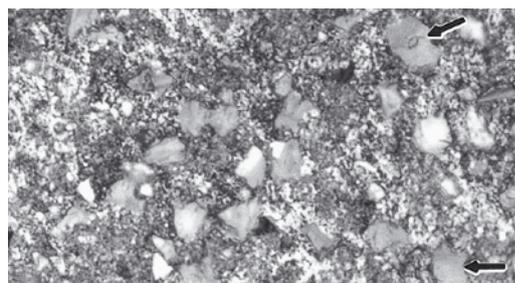
Grübchenbildung (Pfeil) auf der Oberfläche einer Messinglegierung (Cu-20% Zn)(100x)



Verschmutzung (Pfeil) auf der Oberfläche einer Ti-6% Al-2% Sn-4% Zr-2% Mo Legierung (200x)



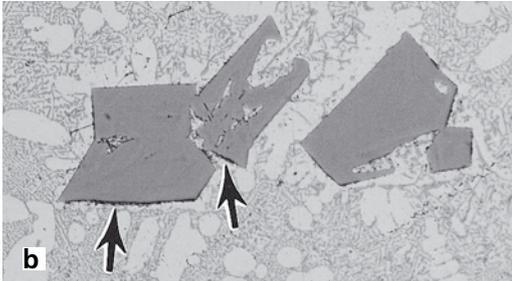
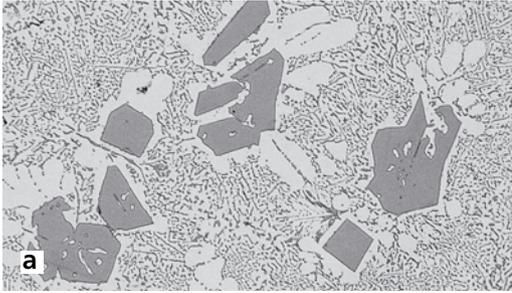
Kometenschweife hinter den Nitriden bei einem H13 Warmarbeitsstahl (200x, DIC)



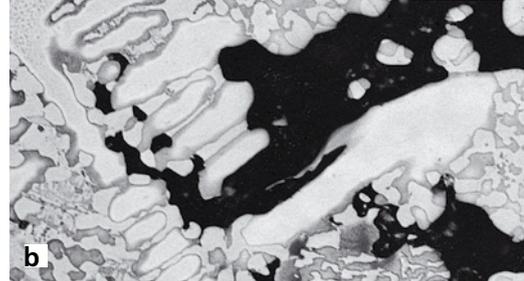
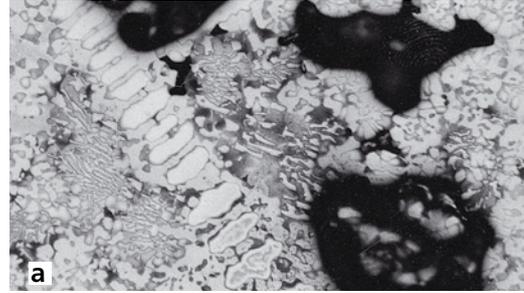
Diamantpartikel (Pfeile) eingedrückt in Blei (1000x)



Schleifen und Polieren



Geringes Relief (a) und Relief (b) an den Kanten der Primären übereutektischen Siliziumpartikel in einer Al-19.85% Si Gussprobe (200 x, wässrige 0.5% HF)



Starkes Relief (a) und wenig Relief (b) an Poren in einer Hartlotprobe, geätzt mit Glyceregia Ätzmittel (100 x)

Mechanisches Polieren

Als mechanisches Polieren werden Polierverfahren bezeichnet, die mit Hilfe von Poliermitteln und Poliertüchern auf einer rotierenden Scheibe durchgeführt werden. Das Poliertuch wird hierbei auf einer Trägerscheibe befestigt. Während früher die Poliertücher aufgespannt oder mit einem druckunempfindlichen Kleber aufgeklebt wurden, sind heute fast ausschließlich selbstklebende Tücher im Einsatz. Wenn sich ein aufgezogenes Tuch unter dem angewandten Druck während des Polierens bewegt, ist das Endergebnis nicht zufriedenstellend und die Standzeit des Tuches wird verringert. Für halbautomatische Präparationsprozesse können nur fest aufgeklebte Tücher verwendet werden.

Manuelles Polieren

Beim Polieren von Hand wird die Probe mit einer oder beiden Händen gehalten und sollte gegen die Scheibenlaufrichtung geführt werden. Außerdem sollte die Probe von der Tuchmitte bis zum Rand bewegt werden, um das Tuch nicht einseitig abzunutzen und um das Poliermedium zu verteilen. Einige Metallographen verwenden eine kleine Handgelenkrotation, während sie die Probe vom Zentrum zum Rand der Scheibe bewegen. Die Probe sollte ebenfalls nach einigen Umdrehungen um 45 bis 90° gedreht werden, so dass der Abtrag nicht einseitig ist (Kometenschweif).

Der richtige Druck hängt von der Erfahrung ab. Im Allgemeinen wird ein fester Handdruck auf die

Probe angewandt. Manuelles Polieren kann nicht unter reproduzierbaren Bedingungen durchgeführt werden.

Automatisches Polieren

Die automatische Probenpräparation kann mit einer Vielzahl von Maschinen durchgeführt werden. Dazu dienen einfache Geräte bis hin zur mikroprozessorgesteuerten Vollautomaten. Die Probenanzahl ist bei den Geräten variabel und reicht von einer Probe bis zu zwölf Proben, welche zur gleichen Zeit bearbeitet werden können. Durch eine automatisierte Präparation wird die Probenzahl und Qualität bei gleichzeitiger Einsparung der



Schleif- und Poliersystem EcoMet mit AutoMet



Verbrauchsmaterialien gesteigert. Die Planheit der Proben wird ebenfalls durch eine Automatisierung verbessert.

Es gibt zwei unterschiedliche Arten des Probenandrucks beim automatischen Betrieb. Im Zentraldruck werden die Proben fest in einem Probenhalter eingespannt. Der Automatikaufsatz drückt dabei die fest fixierten Proben auf die Schleif- oder Polierunterlage. Können nicht alle Plätze mit Proben bestückt werden, ist es notwendig, die Proben symmetrisch anzuordnen oder mit Blindproben zu arbeiten, um einen gleichmäßigen Abtrag zu erzielen. Der Zentraldruck eignet sich immer dann, wenn mehrere Proben des selben Materials gleichzeitig anfallen und diese mit einer reproduzierbaren Methode schnell präpariert werden sollen. Darüber hinaus erzielen Sie im Zentraldruck die bestmögliche Planheit. Sollte sich allerdings herausstellen, dass das Präparationsergebnis nach dem Ätzen nicht ausreichend ist, müssen die Proben erneut fixiert und die Vorbereitungsfolge wiederholt werden. Um dies zu vermeiden, wird in der Praxis manuell nachpoliert.

Beim Einzelandruck werden die Proben lose in den Probenhalter eingelegt. Der Druck wird während der Präparation separat durch einzelne Stempel für jede Probe aufgebracht. Diese Methode ist empfehlenswert, wenn es darum geht, einzelne Proben zu präparieren. Der Probendurchmesser ist variabel und reicht von 25 mm bis 50 mm Probendurchmesser. Nach jeder Präparationsstufe können die Proben aus dem Halter entnommen werden und ggf. kann eine Stufe ohne Probleme wiederholt werden. Ein Nachteil dieser Methode ist, dass geringfügiges Kippen der Proben auftreten kann. Je höher die Probe ist, desto leichter fängt sie an zu kippen und reduziert damit die Planheit.



BuehlerVanguard 2000 vollautomatisches Präparationssystem

Poliertücher

Gute Poliertücher sollten in der Lage sein, die Polierkörnung zu halten, eine hohe Standzeit aufweisen und keine neuen Verformungen verursachen. Als Poliertücher können Kunst- und Naturfasertücher (Baumwolle, Seide) oder Wollfilze zum Einsatz kommen. Die Tücher unterscheiden sich durch Webart und Florhöhe. Die sich daraus ergebenden Härtegrade bzw. Stoßelastizitäten beeinflussen das Verhalten beim Polieren. Die Stoßelastizität einer Polierunterlage wirkt sich auch unmittelbar auf die Planheit bzw. die Kantenerhaltung der Probe aus. Florfreie Tücher oder Chemiefasertücher werden in der Regel zum Vorpolieren mit groben Körnungen verwendet, während Poliertücher mit geringem bis mittlerem Flor universell einsetzbar sind. Zum Schlusspolieren sollten weiche Poliertücher und kurze Zeiten verwendet werden um eine Reliefbildung zu minimieren.

Chemiefasertücher

Hier werden spezielle Fasern zu einer dichten und langlebigen Polierunterlage verpresst (TexMet-Produkte). Sie zeichnen sich durch eine geringe Stoßelastizität aus und bieten hervorragende Planheit und Randschärfe.

Gewobene Poliertücher

Kunst- oder Naturfasern werden zu Poliertüchern unterschiedlicher Härte und Stoßelastizität gewoben (UltraPad, VerduTex, VerduTex/TriDent, PoliCloth). Sie sind universell einsetzbar und bieten eine gute Planheit der Probe.

Florige Poliertücher

Kunstfasern bzw. Samt werden mit unterschiedlicher Florhöhe angeboten (VelTex, MicroFloc, ChemoMet, MicroCloth, MasterTex). Sie sind die idealen Tücher für allgemeine Anwendungen bzw. zum Polieren weicher Werkstoffe und Endpolieren aller Materialien. Florige Tücher sind auch für die Politur mit oxidischen Suspensionen zu empfehlen. Wenn Sie Ihre Poliersuspension mit einem Ätzmittel anwenden, bietet sich der Einsatz des chemisch beständigen ChemoMet an.

Tonerdepoliertücher

Speziell zur Politur mit Tonerde steht ein Wollfilztuch zur Verfügung. Das Tuch ist ca. 2 mm stark, besonders fest verarbeitet und hat eine geschliffene florige Oberfläche. Gegenüber Billardtüchern hat es eine erheblich längere Lebensdauer. Neben dem Wollfilz wird das MicroCloth zur Tonerdepolitur mit gutem Erfolg eingesetzt.



Schleifen und Polieren

Tabelle 6: Übersicht Poliertücher

Polier-tuch	Empfohlene Korngröße	Abrasiv	Tuch Charakteristik	Anwendung	Materialien
UltraPad	15 - 3 µm	Diamant	hartes Kufstfasertuch, hoher Materialabtrag und Standzeit	Universell zum Feinschleifen und Vorpolieren	Keramik, Hartmetalle, Stähle, Spritzschichten, Verbundwerkstoffe
UltraPol*	6 µm & Up	Diamant	Hard woven, nonaggressive silk cloth	Excellent surface finished used to retain flatness in medium to hard specimens	Minerals, coals, ceramics, inclusion, retention in steels, and refractory metals
Nylon*	15 - 1 µm	Diamant	mittelhartes, gewobenes Kunstfasertuch ohne Flor Ölbeständig	Gute Planheit	Eisenmetalle, Stähle, Karbide und Gusseisen
TexMet P	15 - 3 µm	Diamant	sehr hartes, perforiertes Chemiefasertuch	Universell zum Feinschleifen und Vorpolieren hoher Materialabtrag und gute Planheit bei harten Proben	Keramik, Karbide, Mineralien, Hartmetalle, Glas, metallische Verbundwerkstoffe
TexMet C	15 - 0,02 µm	Diamant Al ₂ O ₃ , SiO ₂	mittelhartes Chemiefasertuch	Universell zum Vor- und Endpolieren gute Planheit bei harten Proben	Harte Eisenmetalle, Hartmetalle, Spritzschichten und Keramik, elektronische Bauteile, Leiterplatten, cast irons, Cermet, Mineralien, Verbundwerkstoffe, Kunststoffe
TriDent*	9 - 1 µm	Diamant Al ₂ O ₃ , SiO ₂	mittelhartes, gewobenes Kunstseidentuch ohne Flor	Gute Planheit und hervorragende Oberflächenqualität, geringere Standzeit als VerduTex	Eisen- und Nichteisenmetalle, Mikroelektronik und Beschichtungen
VerduTex*	9 - 1µm	Diamant	mittelhartes, gewobenes Kunstseidentuch ohne Flor	Gute Planheit und hervorragende Oberflächenqualität	Eisen- und Nichteisenmetalle, Mikroelektronik und Beschichtungen
VelTex	9 - 1µm	Diamant	kurzfloriges, samtiges Synthetiktuch	Universell zum Endpolieren	Weiche Materialien
WhiteFelt	6 - 0,02µm	Al ₂ O ₃	weicher, robuster Wollfilz	Vor- und Endpolieren mit Tonerde	Ferrous and nonferrous metals
PoliCloth	6-1µm	Diamant	mittelhartes, gewobenes Wolltuch	Gute Planheit, hoher Abtrag	Gusseisen, Aluminium, weiche Materialien, Kohle
MicroCloth	6 - 0,02 µm	Diamant Al ₂ O ₃ , SiO ₂	weiches, mittelfloriges Synthetiktuch	Universell zum Vor- und Endpolieren	Eisen und Nichteisenmetalle, Keramik, Verbundwerkstoffe, Leiterplatten, Gusseisen, Cermet, Kunststoffe
MicroFloc	6 - 1 µm	Diamant	kurzfloriges, robustes Synthetiktuch	Universell zum Vor- und Endpolieren	Eisenmetalle und Stähle
MasterTex	1 - 0,05µm	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	weiches, kurzfloriges Synthetiktuch	Endpolitur	Weiche Nichteisenmetalle und Mikroelektronik
ChemoMet	1 - 0,02µm	Al ₂ O ₃ , SiO ₂	weiches, poröses Synthetiktuch (säuren- und laugenbeständig)	Universell Einsatz beim chemisch-mechanischen und mechanischen Polieren	Alle technischen Legierungen und Materialien sowie elektronische Bauteile

* Interchangeable in many of the following methods



Poliermittel

Zum Polieren werden hauptsächlich folgende Poliermedien verwendet: Diamant, Aluminiumoxid (Al_2O_3) und amorphes Siliziumdioxid (SiO_2) in kolloidaler Suspension. Für bestimmte Materialien kann Zeroxid (CeO), Chromoxid (Cr_2O_3), Magnesiumoxid (MgO) oder Eisenoxid verwendet werden. Mit Ausnahme von Diamanten werden diese Poliermittel normalerweise in destilliertem Wasser gelöst aber wenn das Material wasserempfindlich ist, kann es sein, dass andere Lösungen wie Äthylenglykol, Alkohol, Kerosin oder Glycerol erforderlich sind. Die Diamantsuspensionen sollten nur mit dem vom Hersteller empfohlenen Lubrikanten verwendet werden. Buehler bietet auch Diamantsuspensionen auf Ölbasis oder in Pastenform an, um wasserempfindliche Materialien polieren zu können.

Diamantpoliermittel

Bei Diamanten zur Probenpräparation ist eine enge Toleranz der Körnung sehr wichtig. Befinden sich in einem Produkt Diamanten, die von der Sollkorngröße abweichen, heißt das für die Präparation, dass zu große Körner störende Kratzer verursachen. Umgekehrt sind Diamanten, die kleiner als die angegebene Körnung sind, für einen effektiven Präparationsprozess nutzlos. MetaDi Diamantprodukte zeichnen sich durch besonders enge Toleranzen bei der angegebenen Korngröße aus und bieten somit optimale Präparationseigenschaften. Eine konstante Konzentration der Diamanten gewährleistet reproduzierbare Ergebnisse und eine hohe Oberflächengüte bei kurzen Präparationszeiten.



MetaDi Poliermittel

MetaDi Diamantpasten können mit natürlichen oder synthetischen Diamanten geliefert werden. Natürliche Diamanten weisen aufgrund ihrer kristallinen Struktur mehr scharfe Kanten auf, wodurch ein besseres Schneidverhalten und eine geringe Rauigkeit der polierten Probenoberfläche erreicht wird, als bei Verwendung synthetischer Diamanten. Der wirtschaftliche Aspekt und das gute Polierverhalten machen MetaDi II Diamantpasten mit synthetischen Diamanten jedoch zu einer sinnvollen Alternative, insbesondere, wenn geringfügig längere Präparationszeiten in Kauf genommen werden.

MetaDi Diamantsuspensionen sind umweltfreundlich und problemlos in der Anwendung. Sie enthalten synthetische, monokristalline Diamanten und sind in zwei Ausführungen erhältlich: als Suspension auf Wasserbasis für die allgemeine Anwendung oder als Suspension auf Ölbasis, für weiche oder wasserempfindliche Proben.

MetaDi Supreme ist eine ebenfalls auf Wasserbasis hergestellte Suspension, allerdings mit polykristallinen Diamanten. Diese haben den Vorteil, dass Ihre Oberfläche sehr zerklüftet ist. Dadurch stehen mehr schneidfähige Kanten zur Verfügung. Polykristalline Diamanten haben eine höhere Abtragsrate und polieren effektiver als monokristalline Diamanten. MetaDi Supreme ist daher bei den meisten Werkstoffen die beste Wahl. Der höhere Preis relativiert sich, wenn neben dem Preis auch

Der Siegeszug von Diamanten zur Politur

Diamantschleifmittel wurden in den späten 1940ern zur metallographischen Probenpräparation eingeführt. Ihre Verwendung in der Metallographie geht jedoch auf das Jahr 1929 zurück. Dr. Samuel Hoyt, der bei General Electric arbeitete und den WCCo-Werkstoff CARBOLOY entwickelt hatte, sah die Politur an Saphirlagern, welche mittels Diamantenstaub auf Ölbasis durchgeführt wurde.

Das veranlasste ihn dieses Poliermittel zu verwenden, um seine Hartmetalle für die Metallographie zu präparieren. Er veröffentlichte seine Arbeit im Jahr 1930. Das war das Geburtsjahr der Diamantpolitur im industriellen Sinne. Diamantschleifmittel wurden zunächst in einer Trägerpaste angewendet. Erst viel später wurden Aerosolsprays und Suspensionen entwickelt. Ursprünglich wurden natürliche Diamant eingesetzt. Später wurden synthetische monokristalline Diamanten entwickelt, welche eine ähnliche Morphologie wie die natürlichen Diamanten besitzen. In den 90er Jahren des vergangenen Jahrhunderts haben sich polykristalline Diamanten am Markt durchgesetzt.



Schleifen und Polieren

die Präparationszeit und die Schliffqualität bei der Auswahl des Poliermediums in Betracht gezogen wird. Bei allen MetaDi Diamantsuspensionen gewährleistet die Zusammensetzung und eingestellte Viskosität der Trägerflüssigkeit eine stets gleichbleibende Konzentration der Diamanten. Die Suspensionen sind selbsttragend und mit einem umweltfreundlichen Sprühsystem ausgestattet.

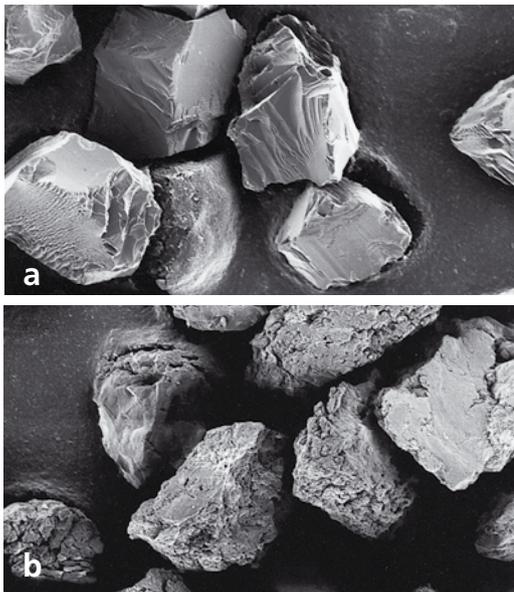
Polykristalline Diamanten wie sie in der MetaDi Supreme verwendet werden zeichnen sich durch ihre Vielzahl schneidfähiger Kanten aus. Dies bietet einen besonders effektiven Materialabtrag. Studien haben gezeigt, dass die Abtragsrate von polykristallinen Diamanten bei den meisten Materialien höher ist als bei den monokristallinen Diamanten.

Oxidische Poliersuspensionen

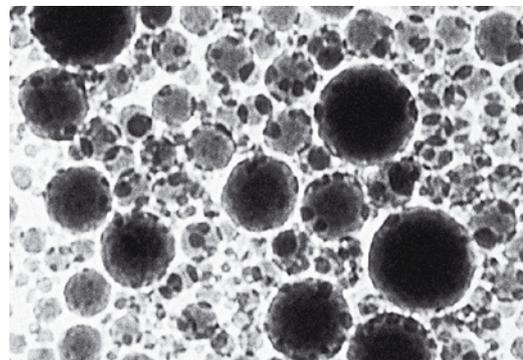
Kolloidales Siliziumdioxid wurde zuerst für das Polieren von Siliziumwafern verwendet. Das Siliziumdioxid ist amorph, und die Lösung hat einen basischen-PH-Wert von etwa 9,5. Die Oxidpartikel haben eine sphärische Form. Die Abtragsrate ist sehr gering und setzt sich aus einer chemisch-mechanischen Präparation zusammen. Zur Erzielung einer schadenfreien Oberfläche bei NE-Materialien sollte kolloidales Siliziumdioxid für die Schlusspolitur verwendet werden. Eine Ätzung kann unterschiedlich auf mit kolloidalem Siliziumdioxid polierte Oberflächen reagieren. Zum Beispiel kann eine Korngrenzenätzung am besten nach der Politur mit Siliziumdioxid durchgeführt werden, da Aluminiumoxid die Oberfläche zuschmieren kann. Dadurch kommen beispielsweise Korngrenzen

oder Flächen besser zum Vorschein. Grundsätzlich ist die Reinigung nach der Politur mit Oxidmitteln schwieriger. Die Proben sollten direkt nach der Schlusspolitur mit Reinigungsflüssigkeit gereinigt werden. Bei automatisierten Systemen sollten Sie frisches Wasser für die letzten 20 s hinzufügen, damit die Proben und das Tuch gereinigt werden können. Die anschließende Reinigung ist nun einfacher, da Oxidpoliermittel dazu neigen auszukristallisieren. Vor der Verwendung eines kristallisierenden Oxidpoliermittels sollte der Flaschenrand gereinigt werden, da sich am Rand harte Partikel befinden, welche die Proben zerkratzen können. Der sicherste Weg ist die Verwendung von nicht auskristallisierendem Siliziumdioxid wie beispielsweise MasterMet II. MasterMet kolloidale Siliziumdioxidsuspensionen werden oftmals für sehr weiche, schwierig zu polierende Materialien eingesetzt und können sehr gut mit Vibrationspoliergeräten kombiniert werden. Vibromet wird oft für die Schlusspolitur bei empfindlichen Materialien oder für EBSD-Untersuchungen verwendet.

Für routinemäßige Untersuchungen ist eine 1 μm Diamantpolitur als letzte Polierstufe ausreichend. Ebenfalls kann traditionell mit MicroPolish II deagglomerierte Tonerde auf weichen Tüchern poliert werden. Alphanerde (0,3 μm) und Gammatonerde (0,05 μm) welche in Pulverform oder als Suspension erhältlich sind, sind sehr effektiv und in der Metallographie weit verbreitet. Der Einsatz hierbei ist entweder die Schlusstufe bei Eisenmaterialien oder aber die Politur direkt nach dem Schleifen mit SiC-Papier (traditionell). Die MasterPrep Suspension wird durch ein spezielles Solgel-Verfahren hergestellt und bietet eine bessere Qualität als herkömmliche kalzinierte Tonerde. MasterPrep ist agglomeratfrei. Kalzinierte Tonerden zeigen immer einen Grad von Agglomeration.



Vergleich von monokristallinen (a, oben) und polykristallinen (b, unten) synthetischen Diamanten (SEM, 450x)



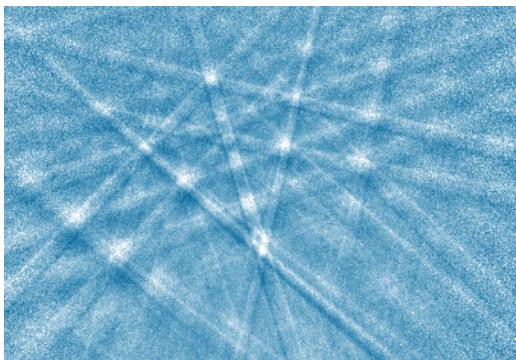
Amorphe Siliziumpartikel in kolloidaler Lösung (TEM, 300000x)



Vibrationspolieren

Das Vibrationspolieren bietet neben den elektrolytischen Polieren eine günstige Möglichkeit, hervorragend polierte und nahezu verformungsfee Oberflächen mit geringem Aufwand herstellen zu können. Das Vibrationspoliergerät VibroMet 2 besitzt einen kräftigen Frequenzgenerator, der eine nahezu vollständig horizontale Bewegung ohne vertikalen Anteil erzeugt. Dieser versetzt die Proben im Poliertopf in eine sanfte Eigenbewegung, so dass nach einigen Stunden ohne weiteres Zutun fertig polierte Proben mit exzellenter Oberfläche und hervorragender Randschärfe entstehen. Poliert werden die Proben mit oxidischen Poliersuspensionen wie MasterPrep, MicroPolish oder MasterMet. Vibrationspolieren eignet sich besonders für die Präparation empfindlicher Materialien und weicher Werkstoffe. So können z.B. extrem weiche Werkstoffe wie reinste Edelmetalle oder Materialien, die zur Bildung von Schmierschichten neigen, mittels Vibrationspolitur mühelos poliert werden, ohne dass das Gefüge durch eingedrückte Partikel oder zu starkes Relief verfälscht wird. Oberflächen, die mit VibroMet präpariert wurden sind praktisch verformungsfrei. Daher eignen sich vibrationspolierte Proben besonders zur EBSD-Untersuchung (Elektronenrückstreubeugung). Die unten aufgeführte Tabelle zeigt die Verbesserung der Bandkontrastes vor und nach dem Vibrationspolieren.

Element	Bandkontrast (0 bis 255)	
	Standardpräparation	Vibrationspolitur
Mg	161,2	175,25 (+ 8,7%)
Si-Einkristall	205,75	233,0 (+ 13,2%)
Ti	134,0	146,2 (+ 9,1%)
Ni	85,0	102,8 (+ 20,9%)
Nb	145,6	151,2 (+ 3,8%)
Pb	Kein Pattern	108,0



Beugungsmuster einer EBSD-Untersuchung



VibroMet Vibrationspoliergerät

Präparationsablauf

Bevor ein Vibrationspolieren durchgeführt werden kann, müssen die Proben ordnungsgemäß mittels der in diesem Buch erläuterten Präparationsmethoden (inklusive der Endpolitur) präpariert werden. Eine saubere Probenvorbereitung ist auch hier die Grundlage für das Vibrationspolieren. Wie oben schon erläutert, werden zum Vibrationspolieren sehr feine Diamant- oder Oxidpoliersuspensionen verwendet. Als Empfehlung gilt, die zuletzt verwendete Poliersuspension aus der Präparationsmethode zu übernehmen. Falls die Methode die Verwendung von chemischen Zusätzen wie Wasserstoffperoxyd o.ä. vorsieht, kann dieser Zusatz weggelassen werden. Das Vibrationspolieren wird ganz ohne chemische Zusätze durchgeführt. Dieses ist ein weiterer Vorteil vom Vibrationspolieren. Die Suspension wird ausreichend auf dem Tuch verteilt. Das Poliertuch sollte bei der Verwendung von Oxidpoliermedien stark feucht sein, da Oxidpolitur den Nachteil besitzt, auszukristallisieren. Diesem kann entgegengewirkt werden, indem MasterMet 2 anstatt MasterMet verwendet wird. Dieses kristallisiert nicht aus!

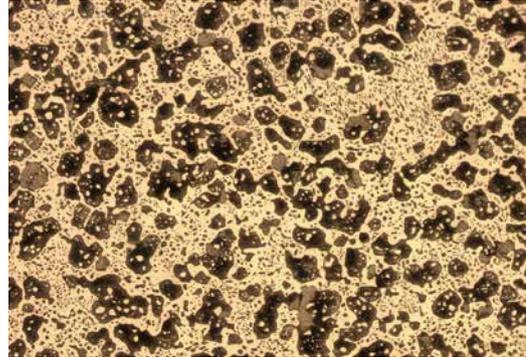
Als Poliertuch sollten nur florige Poliertücher wie MicroFloc, MicroCloth, MasterTex oder VelTex verwendet werden, da diese in der Lage sind die Proben zu transportieren. Dadurch wird ein gleichmäßiger Verformungsabtrag gewährleistet, ohne dass die Kanten stark abgerundet werden.

Der Probenandruck wird mittels Eigengewicht der Proben oder Zusatzgewichte aufgebracht. Die Proben müssen ausreichend schwer sein und ein Mindestgewicht von 10 N (1 kg) haben. Falls das Gewicht zu gering ist, kann es vorkommen, dass die Proben während des Poliervorgangs korrodieren oder anlaufen. Auch hier können die Druckempfehlungen aus der Präparationsmethode übernommen werden.



Schleifen und Polieren

Für die Polierdauer gibt es keine verbindlichen Angabe, da diese von vielen Faktoren abhängig ist. Eine der wichtigsten Faktoren ist die Amplitudenstärke, welche am Gerät einstellbar ist. Dieser Wert ändert die Stärke oder Intensität der Schwingungen, welches direkten Einfluss auf die Polierzeit nimmt. Im Falle von neuen oder unbekannt Materialien, müssen die Zeiten empirisch ermittelt werden. Am besten werden die Proben mit einer mittleren Amplitudenstärke für ca. 30 min poliert. Im Anschluss daran werden die Proben im Licht- oder Rasterelektronenmikroskop untersucht. Falls die Polierqualität nicht ausreichend ist, kann die Proben weiterpoliert werden. Die meisten Materialien zeigen bereits nach einer Polierdauer von 20 min eine starke Verbesserung der Oberflächenqualität.



Bleilegierung, vibrationspoliert



Vibrationspolierter ferritischer Stahl, REM-Aufnahme mit dem Overlay der Orientierungskarte für α -Eisen.



Präparation uneingebetteter Proben



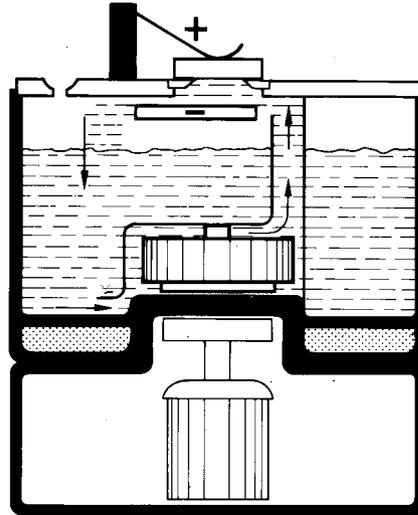
Präparation von Proben im Halter mit Gewichten



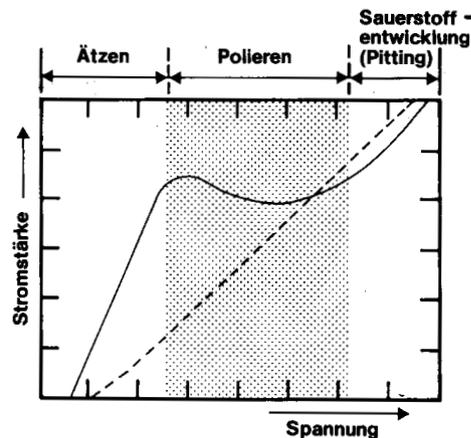
Elektrolytisches Polieren

Elektrolytisches Polieren ist eine schnelle Präparationsmethode, um polierte Proben bzw. Proben mit verformungsfreier Oberfläche herzustellen. Die Technik zeichnet sich durch eine hohe Geschwindigkeit und Reproduzierbarkeit aus. Die Proben sollten hierbei bis zu einer P1200 SiC-Körnung vorgeschliffen werden. Die meisten Elektrolyte erzielen einen Abtrag von ca. 1mm/min. Im Allgemeinen tendieren elektrolytisch polierte Oberflächen dazu, wellig zu sein, welches bei hohen Vergrößerungen ein Problem darstellen kann. Weiter tendiert Elektropolieren dazu, Oberflächen, Schichten und Poren an den Kanten abzurunden. In zweiphasigen Legierungen wird eine Phase bevorzugt angegriffen werden, und Einschlüsse werden in den meisten Fällen herauspoliert. Folglich wird elektrolytisches Polieren nicht für die Schadensfallanalyse empfohlen, kann aber als Schlusspolierstufe eingesetzt werden, um die letzten Verformungsschichten sicher abzutragen.

Beim elektrolytischen Polieren wird die Einebnung der geschliffenen Probenoberfläche durch anodische Auflösung der Schliifffläche in einer elektrolytischen Zelle erreicht. Werden zwei Metallelektroden unter Gleichstrom in eine elektrisch leitende Flüssigkeit gebracht, findet ein Teilchenfluss von der Anode zur Kathode statt. Die Metallatome der



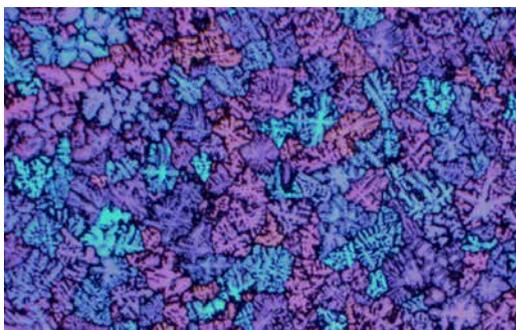
Der Elektrolyt wird mittels einer Umwälzpumpe zwischen Kathode (-) und Probe (+) befördert. Durch gleichmäßigen Elektrolytfluss werden die abgetragenen Teilchen fortgespült und die Probenoberfläche gleichmäßig benetzt. Eine integrierte Kühlwasserleitung schützt den Elektrolyten vor übermäßiger Erwärmung.



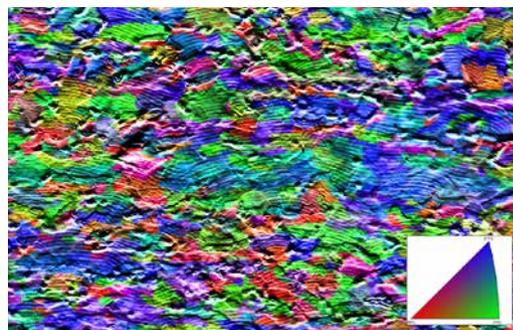
Einfluss von Stromdichte und Spannung auf die Probe. Der für das Polieren geeignete Bereich ist grau unterlegt. Bei niedriger Spannung wird der Schliff geätzt. Steigt die Spannung weiter an, kommt es zu übermäßiger Gasblasenbildung im Elektrolyten und zu unregelmäßigem Stromfluss, der zu Grübchenbildung (Pitting) führt.



PoliMat Elektropoliergerät



Aluminiumguss, dendritische Struktur gebarkert, 40V, 460 sek (Polarisiertes Licht, 25 x)



Elektropolierter ferritischer Stahl, EBSD-Untersuchung. Aufnahme mit dem Overlay der Orientierungskarte für α -Eisen.



Schleifen und Polieren

Anode gehen als Ionen in den Elektrolyten über und bewegen sich zur Kathode hin. Beim elektrolytischen Polieren bewirkt dieser Vorgang, dass die erhabenen Bereiche der Probenoberfläche, die als Anode geschaltet ist, schneller abgetragen werden, so dass unter den richtigen Bedingungen eine polierte Oberfläche erzielt wird. Die Dauer des Poliervorgangs beträgt in der Regel weniger als 30 s, was im Vergleich zum mechanischen Polieren eine erhebliche Zeitersparnis bedeutet. Das elektrolytische Polieren eignet sich für alle homogenen Metalle und Legierungen. Heterogene Legierungen und Verbundwerkstoffe sind infolge der unterschiedlichen Potentiale der einzelnen Phasen weniger zum elektrolytischen Polieren und Ätzen geeignet. Die meisten Werkstoffe, außer rostfreie Stähle, können nach dem Polieren mit dem selben Elektrolyten geätzt werden.

Reinigen und Trocknen

Die Probe wird durch Abwischen mit Watte und einer flüssigen, reinigenden Lösung (Seife) unter fließendem warmen Wasser gespült. Anschließend wird mit Alkohol abgesprüht und unter einem kräftigen, warmen (nicht heißen!) Luftstrahl getrocknet.

Bei wasserempfindlichen Proben kann Alkohol für das Waschen verwendet werden.

Die Reinigung im Ultraschallbad ist erforderlich, wenn die Proben porös oder rissig sind. Generell sollten die Proben so kurz wie möglich im Ultraschallbad verbleiben.

Sauberkeit

Die Vorkehrungen für Sauberkeit müssen, wie zuvor erwähnt, streng beachtet werden, um Verunreinigungen zu vermeiden. Dies betrifft die Probe selbst, die Hände des Metallographen und das Gerät, inklusive Poliertücher!

TIPPS ZUM REINIGEN DER PROBE

Poröse oder rissige Proben, die nicht oder unvollständig mit Epoxidharz infiltriert wurden, sollten im Ultraschallbad gereinigt werden, um eine Kontamination bei der nächsten Stufe zu vermeiden. Exzessives Ultraschallreinigen kann bei weichen NE-Metallen die Oberfläche zerstören.

TIPPS ZUM POLIEREN

Um ein altes Poliertuch einfacher von der Scheibe entfernen zu können, sollten Sie die Arbeitsscheibe in heißes Wasser legen. Dadurch erweicht der Kleber. Das Tuch läßt sich anschließend leicht ablösen. Alternativ können Sie MagnoPad Trägerscheiben verwenden. Diese sind mit einer Antihafbeschichtung versehen, von der sich Tücher leicht ablösen lassen.

Beispiele für Präparationsmethoden

PRÄPARATIONSMETHODEN

Die traditionelle Methode

Über die letzten vierzig Jahre hinweg ist ein allgemeines Verfahren angewandt worden, welches für die Präparation der meisten Metalle und Legierungen verwendbar ist. Es basiert darauf, die Proben mit einer Vielzahl an wasserfesten Siliziumkarbidpapieren abnehmender Körnung zu schleifen und anschließend mit kleiner werdenden Diamantpoliermitteln auf Poliertüchern zu polieren. Die Schlusspolitur wird in der Regel mit Aluminiumoxid (Tonerde) in unterschiedlichen Körnungen durchgeführt. Dieses Verfahren wird im Folgenden als traditionelle Methode bezeichnet und ist in Tabelle 7 beschrieben. Es kann zur manuellen oder automatisierten Probenpräparation angewendet. Die traditionelle Methode ist nicht reproduzierbar und Poliertücher werden beliebig ausgewählt oder ggf. Stufen eingespart oder weggelassen. Zeiten und Drücke konnten auch variiert werden, um den Bedarf der Arbeit oder dem Material anzupassen. Dies ist die Kunst des Metallographen.

Gleich- und Gegenlauf

Beim Gleichlauf (>>) haben Probenhalter und Arbeitsscheibe die selbe Drehrichtung. Beim Gegenlauf bewegen sich Probenhalter und Arbeitsscheibe in entgegengesetzter Richtung. Der Gegenlauf (><) liefert ein aggressiveres Abtragsverhalten als der Gleichlauf.

Die meisten Buehler Schleif- und Poliermaschinen verfügen über Gleichlauf und Gegenlauf.

Aktuelle Methoden

Neue Konzepte und Verbrauchsmaterialien wurden entwickelt, um den Metallographen die Probenpräparation zu erleichtern. Den größten Fortschritt gab es beim Schleifen, da man dort versucht hat, das SiC-Papier einzusparen oder ganz wegfällen zu lassen. In allen Fällen ist jedoch mindestens eine Schleifstufe notwendig, welche mit SiC-Papier oder anderen Schleifscheiben durchgeführt werden muss. Es spricht im Großen und Ganzen nichts gegen das SiC-Papier, nur dass die

Tabelle 7. Traditionelle Methode für die meisten Metalle und Metall-Legierungen

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#120 [P120] SiC Wasser	6 [27]	240-300		bis plan
CarbiMet 2	#220 [P240] oder #240 [P280] SiC Wasser	6 [27]	240-300		1:00
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	240-300		1:00
CarbiMet 2	#400 [P600] SiC Wasser	6 [27]	240-300		1:00
CarbiMet 2	#600 [P1200] SiC Wasser	6 [27]	240-300		1:00
Canvas Tuch	6 µm MetaDi Diamant Paste mit MetaDi Fluid als Lubrikant	6 [27]	120-150		2:00
Billard oder Filztuch	1 µm MetaDi Diamant Paste mit MetaDi Fluid als Lubrikant	6 [27]	120-150		2:00
MicroCloth	Wässriges 0,3 µm Alpha-Al ₂ O ₃ MicroPolish Gemisch	6 [27]	120-150		2:00
MicroCloth	Wässriges 0,3 µm Gamma-Al ₂ O ₃ MicroPolish Gemisch	6 [27]	120-150		2:00

 = Arbeitsscheibe  = Probenhalter

Beispiele für Präparationsmethoden

Lebenszeit sehr gering ist. Bei der Verwendung eines Halbautomaten muss der erste Schritt die Verformung vom Trennen beseitigen. Der erste Schritt nennt sich daher Planschleifen. SiC-Papier kann zum Planschleifen verwendet werden, jedoch wird dort mehr als ein Papier benötigt. Alternativ können ebenfalls PlanarMet Schleifpapiere verwendet werden. Um das SiC-Papier sicher zu ersetzen, sollte auf die ApexDGD (Diamond Grinding Disc)-Scheiben umgestellt werden, da diese eine Standzeit von bis zu 1000 Proben aufweisen. Die Apex Scheiben erzeugen eine hohe Probenplanheit und besitzen ein ähnliches Abtragsverhalten wie herkömmliches SiC-Papier. Auch konventionelle Ultra-Prep Diamantscheiben können zum Schleifen eingesetzt werden (harte Materialien). ApexHercules H und S Feinschleifscheiben (Diamant wird bei der Verwendung hinzugefügt) können nach der ersten Schleifstufe eingesetzt werden, um die Planheit der Proben beizubehalten. Bei diesem riesigen Angebot an Produkten ist es schwierig, das beste Produkt für die jeweilige Anwendung zu finden. Jedes dieser Produkte hat Vor- und Nachteile, und dies ist nur die erste Stufe.

Eine oder mehrere Vorpoliertstufen folgen dem Planschleifen mit Diamantkörnungen auf florfreien Tüchern. Dabei werden häufig Tücher aus Seide, Nylon oder Polyester verwendet. Diese erzeugen einen hohen Abtrag, sorgen für Planheit und haben hohe Standzeiten. Seidentücher wie das UltraPol Tuch erzeugen die beste Planheit und ausgezeichnete Oberflächen, je nach der verwendeten Diamantengröße. Das UltraPad, ein dickes, dicht gewebtes Tuch, ist aggressiver, bietet aber fast die

gleiche Oberflächenqualität bei höherer Standzeit wie das UltraPol Tuch. Synthetische Chemotextiltücher wie die TexMet Tücher bewirken ausgezeichnete Planheit und sind aggressiver als Seide. Sie sind ausgezeichnet für die Kantenerhaltung bei unterschiedlichen Phasenpartikeln und Schichten. Diamantsuspensionen sind beim automatisierten Polieren am beliebtesten, da sie leicht während des Polierens hinzugefügt werden können. Um einen noch besseren Abtrag erzielen zu können, empfiehlt es sich, auf das Tuch zuerst ein wenig Diamantpaste von derselben Größe aufzutragen. Das Endpolieren kann mit sehr feinen Diamanten wie 0,1 µm ausgeführt werden. Dieses hängt vom Material und den Anforderungen ab. Anderweitig wird das Schlusspolieren mit MasterMet, MicroPolish, MasterPrep unter Verwendung von weichen Flortüchern durchgeführt. Für einige Materialien wie Titan- und Zirkonlegierungen, kann beim Schlusspolieren dem Oxidpoliermittel Säure hinzugefügt werden, um Verformungsschichten besser abzutragen. Der Gegenlauf wird bei dünnflüssigen Poliermedien bevorzugt, da dieser das Poliermedium länger auf dem Tuch belässt. Beispiele für allgemeine Präparationsmethoden finden Sie in den Tabellen 8 bis 10. Weitere Präparationsmethoden für verschiedene Materialien werden auf den nächsten Seiten beschrieben.

Die erste Schleifkörnung ist von der Oberflächenrauigkeit und der Tiefe des Trennschadens abhängig. Es wird nicht empfohlen, mit einer gröberen Körnung als wirklich notwendig zu beginnen. Um die Planheit beizubehalten, können ApexHercules-Scheiben zum Vorpoliieren verwendet werden.

Tabelle 8: Allgemeine 4-Stufen-Methoden für die meisten Metalle und Metall-Legierungen

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#120 [P120] bis #240 [P280] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	6 [27]	150		2:00



= Arbeits-scheibe



= Probenhalter

*MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf

Beispiele für Präparationsmethoden

Diese Scheiben werden im Allgemeinen für Materialien, die härter als 175 HV sind, eingesetzt. Ein Präparationsbeispiel für alle gängigen Stähle finden Sie in Tabelle 9. Das Planschleifen kann auch mit ApexDGD oder ApexDGDColor Schleifscheiben durchgeführt werden. Dieses richtet sich in erster Linie nach der Härte Ihrer Materialien. Oftmals finden die Hercules bei der zweiten Schleifstufe mit 9 µm-Körnung ihren Einsatz. Grundsätzlich wird die Körnung den Hercules hinzugefügt, da diese keine Eigenkörnung besitzen. Polykristalline Diamantsuspensionen werden aufgrund ihrer höheren Abtragsrate gegenüber den monokristallinen Diamanten bevorzugt. Nach einer 9 µm Diamantpolitur kann der Schliff oftmals zur Makroverarbei-

tung verwendet werden. Für einen Mikroschliff ist die Körnung aber noch zu grob. Daher sollte der Schliff weiter poliert werden.

Als Universalpoliertuch kann das VerduTex/TriDent Tuch mit 3 µm MetaDi Supreme verwendet werden. Nach dieser Politur ist das Ergebnis für die meisten Anwendungen ausreichend. Es ist dennoch möglich, eine weitere Stufe mit 1 µm Diamantkörnung hinzuzufügen oder eine Oxidpolitur durchzuführen. Die Oberflächenqualität verbessert sich speziell beim Einsatz von Feinstpolitursuspensionen wie MasterMet oder MasterPrep in relativ kurzer Präparationszeit erheblich. Vier Präparationsstufen sind in der Regel ausreichend.

Tabelle 9: 4-Stufen-Methode für Stahl mit ApexHercules

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#120 [P120] bis #320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
Apex Hercules H Planschleifscheibe	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
ChemoMet	0.05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		2:00



= Arbeitsscheibe



= Probenhalter

*MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf

Tabelle 10: 4-Stufen-Methode für Nichteisenmetalle ApexHerculesc

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#220 [P280] bis #320 [P400] SiC Wasser	5 [22]	300		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	6 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		4:00
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	5 [22]	150		2:00



= Arbeitsscheibe



= Probenhalter

*MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf

Präparationsmethoden für ausgewählte Werkstoffe

PRÄPARATIONSMETHODEN FÜR AUSGEWÄHLTE MATERIALIEN

In diesem Kapitel finde Sie unsere Empfehlungen für die Präparation eines breiten Spektrums von Werkstoffen entsprechend ihrer gemeinsamen Eigenschaften in Hinblick auf das Periodensystem der Elemente. Das Periodensystem ist unterteilt in metallische, nichtmetallische und halbmetallische Stoffe. Benachbarte Elemente weisen Ähnlichkeiten in der atomaren Struktur und ihren physikalischen Eigenschaften auf und bieten so eine gute Basis für die Auswahl geeigneter Präparationsmethoden. Im Periodensystem der Elemente sind verwandte Gruppen mit unterschiedlichen Farben dargestellt, um deren Gemeinsamkeit hinsichtlich einer Präparationssystematik hervorzuheben.

Die durch das Periodensystem vorgegebene Einteilung der Elemente wird für die Präparation der vorgestellten Materialien noch weiter untergliedert. Insbesondere ist das bei den auf dem Element Eisen basierenden Materialien (Stahl, Edelstahl, Gusseisen) der Fall, da die einzelnen Legierungen sehr unterschiedliche Eigenschaften besitzen können.

Neben den klassischen Metallen kommen weitere Werkstoffe zum Einsatz. Diese können entsprechend der Natur dieser Materialien wie folgt gruppiert und unterteilt werden:

- **Hartmetalle**
- **Keramiken**
- **Komposit: Metall Matrix, Polymer Matrix und Keramik Matrix**
- **Leiterplatten**
- **Elektronische Materialien**
- **Kunststoff & Polymere**

Alle in diesem Buch vorgestellten Methoden wurden auf ihre Praxistauglichkeit getestet.

Die Präparationen wurden überwiegend auf halbautomatischen Schleif- und Poliergeräten mit einer \varnothing 203 mm Arbeitsscheibe durchgeführt. Im Probenhalter waren jeweils sechs Proben (\varnothing 30 mm) eingespannt. Die Ergebnisse waren dabei vergleichbar mit den Resultaten, die bei der Präparation auf Maschinen mit größeren Arbeitsscheiben erzielt wurden.

Der Probenhalter wurde über die Kopfposition der Maschine so eingestellt, dass die Proben teilweise über den Rand der Arbeitsscheibe hinausragten. So wird die Arbeitsplatte voll ausgenutzt und die Kantenschärfe der Probe verbessert. Beim Einstellen der Kopfposition ist darauf zu achten, dass die Mitte der Arbeitsscheibe von den Proben nicht überfahren wird, da dies zum sogenannten Halbmondeffekt führen kann.

Probenandruck [N]

Bei der Probenpräparation wird der Druck üblicherweise in N angegeben. Länder mit englischer Maßeinheit verwenden die Maßeinheit lbs (Pfund). Der angegebene Probenandruck bei den SumMet Präparationsmethoden bezieht sich auf 30 mm Probendurchmesser im Einzelandruck.

Bei Verwendung eines Zentraldruckprobenhalters muss der angegebene Druck mit der Anzahl der Proben multipliziert werden. Im Zentraldruck ist darauf zu achten, dass der Probenhalter symmetrisch bestückt ist und mindestens 3 Proben eingespannt sind, um eine gleichmäßige Druckverteilung zu erhalten. Gegebenenfalls müssen „Blindproben“ im Probenhalter eingespannt werden.

Bei Proben mit abweichenden Probendurchmessern muss der Druck der Probenoberfläche angepasst werden. Der zu aufzubringende Druck richtet sich nach dem Durchmesser der Probe und der Materialhärte. Richtwerte befinden sich in der jeweiligen Präparationsmethode und erfordern nur noch die Anpassung an den Durchmesser.

25 mm = 20 N

30 mm = 20-25 N

40 mm = 30 N

50 mm = 30-35 N

Generell gilt: Weichere Materialien sollten nur mit geringem Druck bearbeitet werden, während harte Materialien mehr Druck vertragen.

Bei einem Wechsel des Arbeitsscheibendurchmessers verhalten sich die Proben unterschiedlich. (Abrieb/Weg). Beispielsweise haben die Proben bei einer 254 mm oder 305 mm Arbeitsscheibe einen 25% bzw. 50% höheren Abrieb als bei einer Arbeitsscheibe mit \varnothing 203 mm. Das heißt, dass die Zeiten auf 80% bzw. 67% reduziert werden können, wenn Sie eine größere Arbeitsscheibe verwenden. Daher macht es Sinn, größere Maschinen bei einem erhöhten Probenaufkommen oder aber bei größeren Bauteilen zu verwenden.

Präparationsmethoden für ausgewählte Werkstoffe

Periodensystem der Elemente

1 H Hydrogen	2 He Helium																																																																																																																								
3 Li Lithium	4 Be Beryllium	5 B Boron	6 C Carbon	7 N Nitrogen	8 O Oxygen	9 F Fluorine	10 Ne Neon	11 Na Sodium	12 Mg Magnesium	13 Al Aluminium	14 Si Silicon	15 P Phosphorus	16 S Sulfur	17 Cl Chlorine	18 Ar Argon	19 K Potassium	20 Ca Calcium	21 Sc Scandium	22 Ti Titanium	23 V Vanadium	24 Cr Chromium	25 Mn Manganese	26 Fe Iron	27 Co Cobalt	28 Ni Nickel	29 Cu Copper	30 Zn Zinc	31 Ga Gallium	32 Ge Germanium	33 As Arsenic	34 Se Selenium	35 Br Bromine	36 Kr Krypton	37 Rb Rubidium	38 Sr Strontium	39 Y Yttrium	40 Zr Zirconium	41 Nb Niobium	42 Mo Molybdenum	43 Tc Technetium	44 Ru Ruthenium	45 Rh Rhodium	46 Pd Palladium	47 Ag Silver	48 Cd Cadmium	49 In Indium	50 Sn Tin	51 Sb Antimony	52 Te Tellurium	53 I Iodine	54 Xe Xenon	55 Cs Caesium	56 Ba Barium	57 Fr Francium	87	88 Ra Radium																																																																	
85 At Astatine	86 Rn Radon	81 Tl Thallium	82 Pb Lead	83 Bi Bismuth	84 Po Polonium	85	86	87	88	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102	103	104	105	106	107	108	109	110	111	112	113	114	115	116	117	118	119	120	121	122	123	124	125	126	127	128	129	130	131	132	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150	151	152	153	154	155	156	157	158	159	160	161	162	163	164	165	166	167	168	169	170	171	172	173	174	175	176	177	178	179	180	181	182	183	184	185	186	187	188	189	190	191	192	193	194	195	196	197	198	199	200

Thermal TSC Sprays Coatings	Sintered SC Carbides	Ceramics C	Composites CM	Minerals M	Printed PCB Circuit Boards	Electronic EM Materials	Polymers P
---	-----------------------------------	----------------------	-------------------------	----------------------	--	--------------------------------------	----------------------

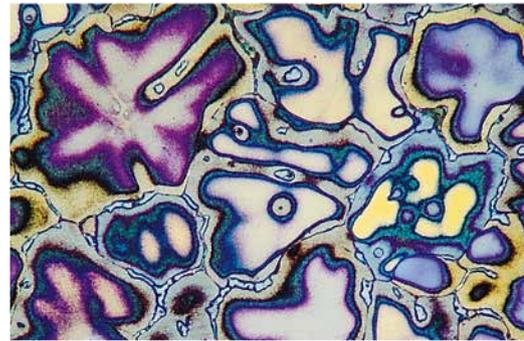
Providing a recommendation for preparing a specific material is fairly straight-forward for the grinding-polishing procedure. However, there are many more variables to be considered when making recommendations for the other 4 segments of preparation. In the following chapters, you will find additional information on each material for sectioning, mounting, imaging & analysis and hardness testing. The recommendations are based on best practices for the most typical situation.

LEICHTMETALLE



Aluminium

Aluminium ist ein weiches, duktils Leichtmetall. Bei reineren Legierungen ist Deformation ein allgemeines Präparationsproblem. Nach der Präparation bildet sich schnell eine Schutzoxidschicht, welche eine Ätzung schwierig macht. Kommerzielle Legierungen enthalten viele unterschiedliche intermetallische Phasen mit einer Vielfalt an Kompositionen. Diese intermetallischen Phasen werden vor der Grundmasse vom Ätzmittel angegriffen. In der Praxis werden daher unterschiedliche Ätzmittel für die Phasenidentifikation verwendet. Heute wird oftmals die energiedispersive Röntgenanalyse (EDX) aufgrund ihrer größeren Zuverlässigkeit zur Phasenidentifikation eingesetzt. Fünf- und vierstufige Präparationsmethoden für Aluminiumlegierungen werden unten aufgeführt. Früher wurde häufig MgO für die Schlusspolitur eingesetzt, jedoch hinterläßt es noch starke Kratzer. Kolloidales Siliziumdioxid ist das bevorzugte Poliermedium für den letzten Schritt und ist in sehr feinen Körnungen erhältlich. Für Farbätzungen empfiehlt sich eine Vibrationspolitur, um die letzten, sehr feinen Kratzer zu beseitigen. Die Fünf-Stufen-Präparation



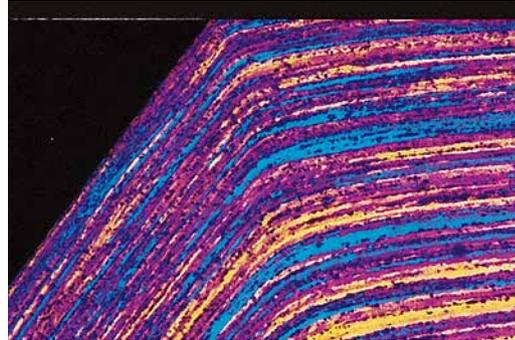
Dendritische Seigerungen in einer 206 Aluminiumgusslegierung, Farbätzung nach Weck, polarisiertes Licht (200x)

empfeht sich bei sehr reinen Legierungen (SP = super pure) oder kommerziellen (CP = commercially pure) Gusslegierungen, welche schwer zu präparieren sind. Die Verwendung des ChemoMet Tuches wird empfohlen, wenn die Kantenschärfe wichtig ist.

Tabelle 11: 5-Stufen-Methode für reines Aluminium

Trennen	Trennschneider mit einer Trennscheibe, die für das Trennen von weichen Nichteisenmetallen geeignet ist.				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit PhenoCure, Kalteinbetten mit EpoxiCure, EpoThin oder Sampkwick				
Oberfläche	Abrasive / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	5 [22]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		4:00
TriDent	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		2:00
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	5 [22]	150		1:30
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf					
Imaging & Analysis	Dendritic spacing, Porosity Assessment, Grain Size (depending on the type of aluminum and its processing)				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				

Bei reinem Aluminium und einigen Legierungen kommt es vor, dass sich Diamantpartikel eindrücken. Dies geschieht häufig bei der Verwendung von Suspensionen. Versuchen Sie dann, den Druck zu verringern oder verwenden Sie Diamantpasten, da diese weniger dazu neigen, Partikel einzudrücken. SP- und CP-Aluminium kann einer kurzen Vibrationspolitur (gleiche Produkte bei Schlusspolitur) unterzogen werden, um die Kratzerbildung zu verringern. Dies ist jedoch häufig nicht erforderlich. Es hat sich gezeigt, dass MasterPrep bei der Schlusspolitur von Aluminium sehr wirkungsvoll ist. Auf keinen Fall sollte Standardtonerde (kalziniert) verwendet werden. Für viele Aluminiumlegierungen können ausgezeichnete Ergebnisse mit der in Tabelle 12 beschriebenen Vier-Stufen-Methode erzielt werden. Eine Vibrationspolitur ist normalerweise bei Aluminiumlegierungen nicht mehr notwendig, da die Matrix und die Phasen auspoliert sind.



Deformierte, gestreckte Kornstruktur einer strang-gepressten 6061-F Al-Legierung nach dem Abscheren. Gebarkert, polarisiertes Licht (100x)

TIPPS ZUR ALUMINIUM-PRÄPARATION

Viele niedriglegierte Al-Legierungen sind schwer zu präparieren. Ein Vibrationspolierer ist in der Lage, verformungs- und kratzerfreie Oberflächen zu erzielen, um die Proben zu anodisieren oder farbzuzüchten. Bei der Untersuchung sollte ein Polarisations- oder Nomarski DIC-Filter verwendet werden.

Tabelle 12: 4-Stufen-Methode für Aluminium-Legierungen

Trennen	Trennschneider mit einer Trennscheibe, die für das Trennen von weichen Nichteisenmetallen geeignet ist.				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit PhenoCure, Kalteinbetten mit EpoxiCure, EpoThin oder SamplKwick				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	5 [22]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		4:00
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	5 [22]	150		1:30
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf					
Imaging & Analysis	Dendritic spacing, Porosity Assessment, Grain Size (depending on the type of aluminum and its processing)				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				



Leichtmetalle



Magnesium

Die Präparation von Magnesium und dessen Legierungen ist aufgrund der Grundmassenhärtigkeit und der höheren Härte von einigen Phasen sehr schwierig. Ein weiteres Problem ist die Reaktivität des Metalls. Mechanische Zwillinge können während der gesamten Probenvorbereitung auftreten. Grundsätzlich sollte Wasser wenig oder gar nicht verwendet werden. Reines Magnesium wird langsam vom Wasser angegriffen, während Mg-Legierungen sehr viel schneller reagieren können. Einige Autoren sagen, dass Wasser bei keinem Schritt verwendet werden sollte, sondern verwenden eine 1:3 Mischung aus Glycerol und Ethanol, die sie sogar beim Schleifen als Kühlmittel benutzen.



Mechanische Zwillinge in hochreinem Magnesium (99.8% Mg), Essig-Pikrin-Ätzung, polarisiertes Licht (50x)

Es sollte immer ein Kühlmittel verwendet werden, um die Brandgefahr des Mg-Staubs zu binden. Die Reliefbildung ist immer dann gegeben, wenn mit weichen Tüchern gearbeitet wird. Nachfolgend ist eine Fünf-Stufen-Methode für Magnesium und seine Legierungen zu sehen (Tabelle 13).

MasterPolish ist beinahe wasserfrei und erzielt ausgezeichnete Ergebnisse als Schlusspolitur. Nach der letzten Stufe waschen Sie die Proben am besten mit Ethanol. Die Reinigung ohne Wasser ist relativ schwierig, daher kann die Probe für eine Sekunde unter fließendem Wasser gereinigt werden. In dieser kurzen Zeit wird die Mikrostruktur nicht beeinträchtigt. Beim Ätzen kann Watte die Oberfläche zerkratzen. Für beste Ergebnisse sollte die Probe geätzt, poliert und wieder geätzt werden. Magnesium hat ein hexagonales, dichtgepacktes Raumgitter und reagiert auf polarisiertes Licht. Um die Polarisation zu verbessern, sollte zur Schlusspolitur ein Vibrationspoliergerät eingesetzt werden.

TIPPS ZUR MAGNESIUM-PÄPARATION

Verwenden Sie für die Politur Diamantpasten und Läppöl oder Diamantsuspensionen auf Ölbasis die bis zu 0,1 µm erhältlich sind, zusammen mit einem kurzflorigen Poliertuch.

Tabelle 13: 5-Stufen-Methode für Magnesium-Legierungen

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Trennen	Präzisionstrenner, 15HC Trennscheibe, trennen ohne Wasser				
Einbetten	Kalteinbetten, z.B. mit EpoxiCure, EpoThin or SamplKwick				
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC* Wasser	3 [13]	300		bis plan
TexMet C	9 µm MetaDi Oil-based Diamantsuspension	3 [13]	150		6:00
TexMet C	3 µm MetaDi Oil-based Diamantsuspension	3 [13]	150		5:00
TexMet C	1 µm MetaDi Oil-based Diamantsuspension	3 [13]	150		4:00
ChemoMet	0,05µm MasterPolish Al ₂ O ₃ -Suspension	4 [18]	150		1:30
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *SiC Oberflächen mit Wachs bestreichen, um das Eindringen von Schleifkörnern zu verhindern.					
Imaging & Analysis	Dendritic spacing, Porosity Assessment, Grain Size				
Härteprüfung	Brinell				



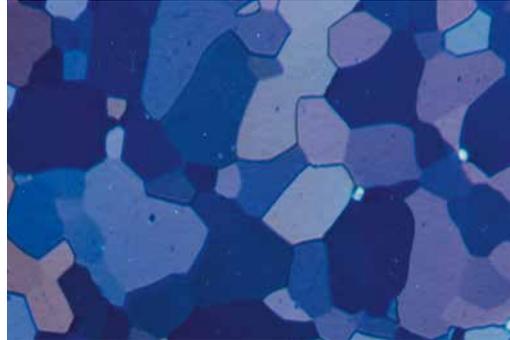
Gussstruktur einer Magnesium-Legierung mit 2.5% Seltene Erden, 2.11% Zn und 0.64% Zr, zeigt einen Film auf den Korngrenzen der Erdmetalle und Ausscheidungen in den Körnern (Kornfarbe variiert durch Kornausrichtung). Vereinzelt mechanische Zwillinge in den Körnern, Essig-Pikrin-Ätzung, polarisiertes Licht (100x)



Beryllium

Beryllium ist schwierig zu präparieren und stellt ein Gesundheitsrisiko für den Metallographen dar. Nur Personen, die mit der Toxikologie vertraut und richtig ausgerüstet sind, sollten mit diesem Metall arbeiten. Der Schleifstaub ist äußerst toxisch. Der nasse Trennschnitt verhindert Luftverunreinigung, aber der zurückbleibende Schmutz muss unbedingt fachgerecht entsorgt werden. Wie auch Mg neigt dieser Werkstoff dazu, beim Trennen plastische Verformung aufzubauen und mechanische Zwillinge zu bilden. Grundsätzlich ist daher ein geringer Druck zu verwenden. Obwohl einige Autoren sagen, dass dieser Werkstoff wasserfrei bearbeitet werden sollte, kann er mit Wasser geschliffen werden. Bei der Präparation wird oftmals eine chemische Politur [2] empfohlen. Tabelle 14 zeigt eine Vier-Stufen-Methode für Beryllium.

Für den letzten Schritt mischen Sie Wasserstoffperoxid (30% Konzentration - Hautkontakt meiden!) mit MasterMet oder MasterMet 2 in einem Verhältnis von einem Teil Wasserstoffperoxid zu fünf Teilen MasterMet. Oxalsäure-Lösungen (5% Konzentration), die mit Tonerde angesetzt werden, können ebenfalls verwendet werden. Für eine optimale Polarisation sollte die Mischung aus Wasserstoffperoxid und Siliziumdioxid im Verhältnis 1:10 bestehen und vibrationspoliert werden.



Kornstruktur einer P/M Beryllium Knetlegierung
Ungeätzt, polarisiertes Licht (100x)

TIPPS ZUR BERYLLIUM-PRÄPARATION

Diamanten von Suspensionen oder Sprays können sich leicht in den Werkstoff eindrücken. Wechseln Sie häufiger das Tuch (fachgerechte Entsorgung!) und verwenden Sie zur Präparation Diamantpaste, um das Problem zu lösen. Eine weitere Möglichkeit ist die zusätzliche Verwendung von MasterPrep als Schmier- und Poliermittel.

Tabelle 14: 4-Stufen-Methode für Beryllium

Trennen		Präzisionstrenner, 15HC Trennscheibe, trennen ohne Wasser			
Einbetten		Kalteinbetten, z.B. mit EpoxiCure, EpoThin or SamplKwick			
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	4 [18]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	4 [18]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	4 [18]	150		4:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	3 [13]	150		2:00

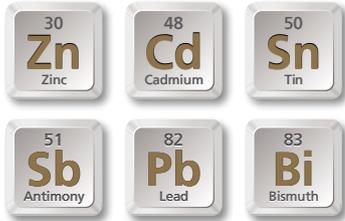
= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf

Imaging & Analysis	Dendritic spacing, Porosity Assessment, Grain Size
Härteprüfung	Brinell



Niedrig schmelzende Metalle

NIEDRIG SCHMELZENDE METALLE:



Sb, Bi, Cd, Pb, Sn und Zn

Reine Metalle wie Antimon, Wismut, Kadmium, Blei, Zinn und Zink sind sehr weich und schwierig zu präparieren.

Reines Antimon ist ziemlich spröde, jedoch sind Legierungen, die Sb enthalten, spröder und schwieriger zu präparieren.

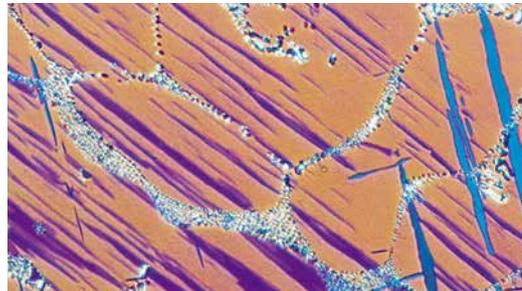
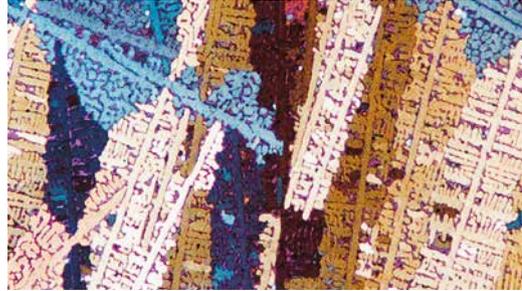
Bismut (oder Wismut) ist ein weiches aber sprödes Metall und einfach zu präparieren. Bismutpartikel in Werkzeugstahl sind da schon etwas schwieriger.

Kadmium und Zink sind schwer zu bearbeiten, da diese ein dichtgepacktes, hexagonales Raumbgitter aufweisen und daher zu starken Verformungen neigen, wenn sie zu aggressiv bearbeitet werden.

Zink ist schwerer als Zinn oder Blei und tendiert dazu, spröde zu sein. Zink wird häufig verwendet, um Bandstahl (galvanisierter Stahl) für Korrosionsschutz zu beschichten und ist in der Metallographie ein weitläufiges Thema. Reines Zink ist sehr schwierig zu präparieren.

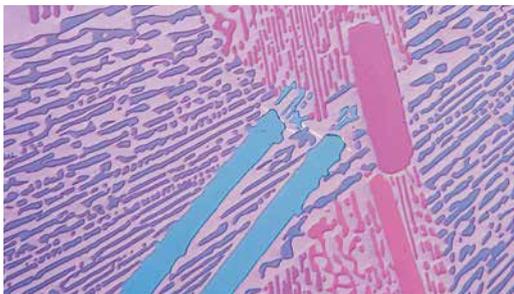
Blei ist sehr weich und dehnbar und reine Pb-Proben sind im Vergleich zu den Legierungen schwieriger zu präparieren.

Zinn, das allotropisch ist und ein kubisch raumzentriertes Gitter bei Raumtemperatur aufweist, ist weich und bildet wenige mechanische Zwillin-



(oben) Cadmium Dendriten und Cd-Bi Eutektikum in einer Cd – 20% Bi Legierung (ungeätzt, polarisiertes Licht, 50X). (unten) Gussmikrostruktur einer Zn – 0.1% Ti – 0.2% Cu Legierung beinhaltet mechanische Zwillinge und ein drei-phasiges Eutektikum (Alpha-Zn, Cu-Zn und $Zn_{15}Ti$) in netzförmiger Matrix, Palmerton Ätzung, polarisiertes Licht (200x)

ge. Blei und Zinn haben ebenfalls einen niedrigen Schmelzpunkt und eine niedrigere Rekristallisationstemperatur und werden in der Regel kalteingebettet. Die hohen Temperaturen und Drücke in den Warmeinbettpressen würden die Proben beschädigen oder gar zerstören. Da die Legierungen dieser Metalle höhere Härten besitzen, sind diese auch leichter zu bearbeiten. Eine Erhitzung der Probenoberfläche beim Schleifen sollte vermieden werden, da sich Schleifpartikel in den Proben eindrücken können.



Dendriten aus Cu,Sb, umrandet von einer eutektischen Mischung von Antimon und Cu_2Sb , in einer Sb – 30% Cu Gussprobe, ungeätzt, polarisiertes Licht (200x)

Niedrig schmelzende Metalle



Um das Eindringen von Schleifkörnern zu verhindern, kann das Schleifpapier mit Kerzenwachs (kein Bienenwachs) bestrichen werden. Diamant ist kein sehr wirkungsvolles Poliermittel bei diesen Metallen und es empfiehlt sich die Verwendung von Tonerden wie MicroPolish. Der 1 µm Tonerdenschliff entfernt eingebettete Schleifpartikel viel wirksamer als eine Diamantpolierstufe. Nachfolgend ist eine Methode für diese Legierungen zu sehen (Tabelle 15).

Für beste Ergebnisse sollten Sie eine Schlusspolitur mit dem Vibrationspoliergerät unter Verwendung von MasterMet (Cd, Zn, Bi) oder MasterPrep (Pb, Sn, Sb) durchführen. Die Polierzeit mit dem Micro-Cloth Tuch liegt bei etwa einer bis zwei Stunden. Grundsätzlich wird hier die vorhandene Verformung reduziert und die Polarisierung wird stark verbessert.

TIPPS ZUR PÄPARATION NIEDRIG SCHMELZENDER METALLE

Eingedrückte Schleifpartikel sind ein generelles Problem bei weichen, niedrig schmelzenden Materialien. Vor Verwendung des Schleifpapiers sollte das Papier mit Wachs bestrichen werden. Johnson (Wear, Vol. 16, 1970, S.351-358) zeigte, dass Kerzenwachs sehr viel wirkungsvoller als Paraffin ist. Grundsätzlich sollte die Schicht dünn sein, da sonst die Abtragsrate drastisch sinkt.

Tabelle 15: 6-Stufen-Methode für niedrig schmelzende Materialien

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser (gewachst)*	4 [18]	150		bis plan
CarbiMet 2	#400 [P800] SiC Wasser (gewachst)*	4 [18]	150		1:00
CarbiMet 2	#600 [P1200] SiC Wasser (gewachst)*	4 [18]	150		1:00
CarbiMet 2	#1200 [P2500] SiC Wasser (gewachst)*	4 [18]	150		1:00
MicroFloc	1 µm MicroPolish II Al ₂ O ₃ -Suspension	5 [22]	150		5:00
MicroFloc	0.05 µm MicroPolish II Al ₂ O ₃ -Suspension**	4 [18]	150		4:00

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter

*Bestreichen Sie das Schleifpapier mit einer Kerze. **Anmerkungen zum Vibrationspolieren finden Sie im Text.

Imaging & Analysis	Grain Size, Measurement & Analysis applications
Härteprüfung	N/A



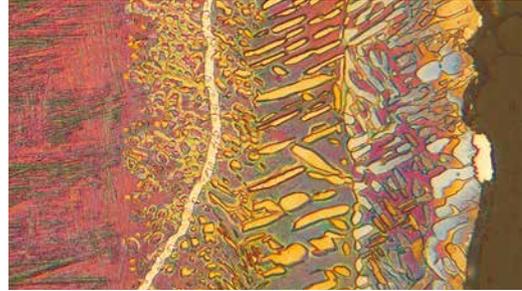
Refraktärmetalle

REFRAKTÄRMETALLE



Titan

Reines Titan ist weich und duktil und wird sehr leicht beim Trennen und Schleifen beschädigt. Die Präparation von kommerziellem Reintitan ist schwieriger als die von den Titanlegierungen. Einige Wissenschaftler sagen, dass Titan beim Warmeinbetten mit Phenolharzen Wasserstoff absorbieren kann. Des Weiteren ist es möglich, dass durch die hohen Temperaturen Hydride in Lösung gehen können. Dies ist ebenfalls möglich, wenn Kalteinbettmittel eine zu hohe exotherme Reaktion bei der Polymerisation durch übermäßige Hitze erzeugen. Wenn der Hydridphasenanteil wichtig ist, dann müssen die Proben in einem Kalteinbettmittel bei einer sehr niedrigen Aushärtetemperatur (lange Aushärtezeiten bedeuten niedrigere Temperaturen und umgekehrt) eingebettet werden. Titan ist schwer zu trennen und hat eine niedrige Schleif- und Polierrate. Die folgende Methode gilt für Titan und dessen Legierungen und beinhaltet die Verwendung einer chemisch-mechanischen Schlusspolitur. Das chemisch-mechanische Polieren erzielt das beste Ergebnis, um Ihre Proben zum Farbätzen verformungsfrei herzustellen. Der chemische Zusatz wird dem Schlusspoliermittel

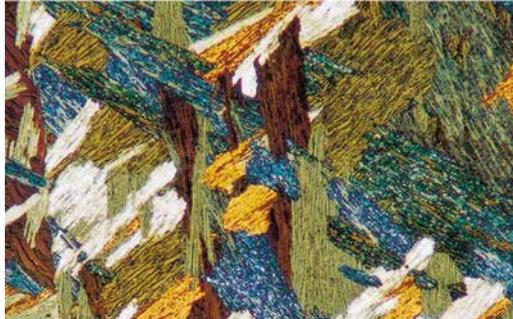


Alpha Mischkristall einer Ti – 3% Cr Legierung, wärmebehandelt (1038 °C, Wasser gekühlt), Farbätzung nach Beraha, polarisiertes Licht (500x)

hinzugefügt. Dies sollte mit Vorsicht geschehen, um Hautverbrennungen zu vermeiden. Verwenden Sie daher Ihre PSA (persönliche Schutzausrüstung). Die Drei-Stufen-Methode in Tabelle 16 kann zu einer Vier-Stufen-Methode durch Hinzufügen einer 3 µm oder 1 µm Diamantstufe modifiziert werden. Chemische Additive werden für die chemisch-mechanische Präparation eingesetzt. Die einfachste Mischung besteht aus 10 ml Wasserstoffsuperoxid (30% Konzentration – Hautkontakt vermeiden!) und 50 ml MasterMet (kolloidales Siliziumdioxid). Einige Metallographen fügen einige ml des Kroll Ätzmittels oder Salpetersäure und Flusssäure (!!!) hinzu (Kontakt vermeiden!). Es kann sein, dass die Schlusspolitur dadurch verbessert wird, jedoch beeinflussen diese Zusätze die Wirkung des Wasserstoffperoxids nur wenig. Die Polarisation von Titan kann durch eine Vibrationspolitur mittels kolloidalem Siliziumdioxid verbessert werden.

Tabelle 16: 3-Stufen-Methode für Titan und Titanlegierungen

Trennen	Trennschneider mit einer Trennscheibe, die für Titan empfohlen ist.				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		10:00
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid**	5 [22]	150		10:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter					
* MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
** Attack polish may be used, 1 part Ammonium Persulfate solutions (10g Ammonium Persulfate per 100ml distilled Wasser) or 30% Hydrogen Peroxide to 5 parts Silica.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers				



Alpha-Beta Struktur einer Ti – 6% Al – 4% V Gusslegierung, anlassgeätzt, polarisiertes Licht (100x)



Zirkon und Hafnium

Reines Zirkon und Hafnium sind weiche, verformbare Materialien, welche durch eine zu aggressive Vorgehensweise bei der Präparation plastisch verformt werden und mechanische Zwillinge bilden können. Wie bei den meisten temperaturbeständigen Metallen sind die Abtragsgeschwindigkeiten beim Schleifen und Polieren gering und es ist daher schwierig, sie kratzerfrei zu polieren. Des Weiteren besteht die Gefahr, dass sich beim Warmeinbetten ebenfalls mechanische Zwillinge bilden. Beide Materialien können harte Phasen enthalten, welche eine Reliefkontrolle erschweren. Um die Polarisierung zu verbessern, wird in der Praxis als letzte Stufe oftmals eine elektrolytische Politur durchgeführt. Alternativ können dem Poliermittel Chemikalien hinzugefügt oder eine Vibrationspolitur verwendet werden. In Tabelle 17 ist eine Vier-Stufen-Methode aufgezeigt, bei der jegliche Nacharbeit überflüssig wird.

Einzelne chemische Additive werden in der Praxis angewandt. Eine Mischung besteht aus 1-2 Teilen Wasserstoffsuperoxid (30% Konzentration) und zu 8 oder 9 Teilen MasterMet oder MasterMet 2. Eine andere Lösung beinhaltet 5 ml Chromtrioxide (20 g CrO₃ zu 100 ml Wasser) und 95 ml MasterMet oder MasterpPrep. Zusätze von Oxal-, Fluss- oder Salpetersäuren werden ebenfalls eingesetzt.

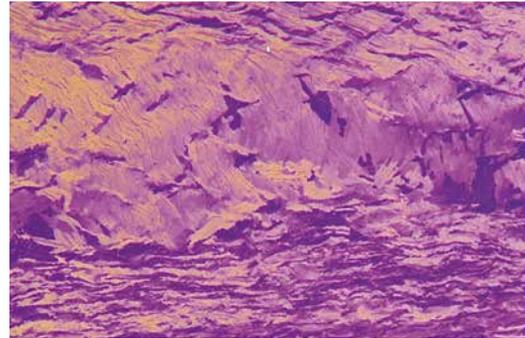
Tabelle 17: 4-Stufen-Methode für Zirkon und Hafnium

Trennen		Präzisionstrenner, 15LC Trennscheibe				
Einbetten		Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser*	5 [22]	300	 	bis plan	
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension**	5 [22]	150	 	5:00	
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension**	5 [22]	150	 	3:00	
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	5 [22]	150	 	7:00	

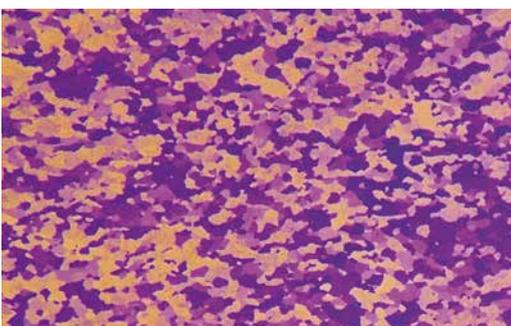
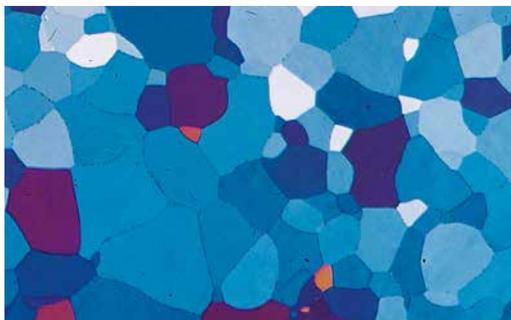
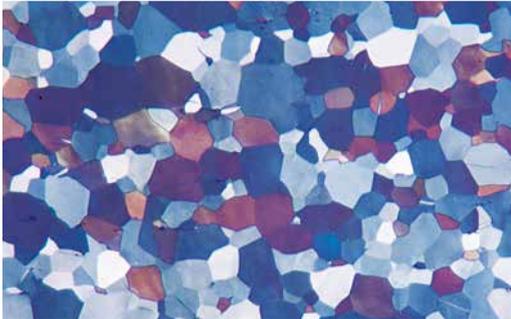
 = Arbeitsscheibe  = Probenhalter
 *Bestreichen Sie das Schleifpapier mit einer Kerze **MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Grain Size, Measurement & Analysis Applications
Härteprüfung	Vickers

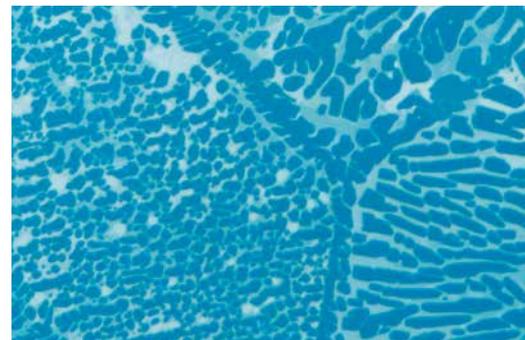
Da alle chemischen Zusätze stark oxidierend sind, ist Vorsicht geboten. Chemische Lösungen werden in [2] beschrieben. Es sollte unter einer Abzugshaube mit der PSA gearbeitet werden. Ann Kelly entwickelte eine ausgezeichnete chemische Politur für temperaturbeständige Metalle wie Zr, Hf und Ta. Sie besteht aus 25 ml Milchsäure, 15 ml Salpetersäure und 5 ml Flusssäure. Die Polierdauer liegt bei zwei Minuten. Die Präparation von extrem reinem Zr, und Hf ist schwierig und hierfür sollte die Methode in Tabelle 15 eingesetzt werden (eine 5 µm oder 3 µm Tonerdestufe hinzufügen), da Diamanten hier unwirksam sind. Anschließend sollten Sie die Chromtrioxid Lösung und zum Schluss polieren die Lösung von Ann Kelly verwenden.



Kaltgezogene Mikrostruktur eine Zirkon XL Knetlegierung (Zr - 3% Sn - 0.8% Nb - 0.8% Mo) im Polierzustand 200x mit Polarisation.



(oben) Equiaxiale Kornstruktur einer Zirkon Knetlegierung (ungeätzt, gekreuztes polarisiertes Licht, 100x). (Mitte) Equiaxiale Kornstruktur einer Hafnium Knetlegierung (ungeätzt, gekreuztes polarisiertes Licht, 100x). (unten) Feine rekristallisierte Kornstruktur einer Zr - 1.14% Cr eines gewalzten Bleches im Polierzustand bei 200 x, polarisiertes Licht.



Mikrostruktur (α -Zr + AlZr) einer Zr - 8.6% Al-Legierung im Polierzustand bei 200x mit Polarisation.

TIPPS ZUR PRÄPARATION VON REFRAKTÄRMETALLEN

Aufgrund der geringen Abtragsgeschwindigkeiten beim Schleifen und Polieren kann der Gegenlauf die Zeiten reduzieren. Bei der Politur von Refraktärmetallen sollten chemische Zusätze verwendet werden. Diese sorgen dafür, dass die Verformungsschichten abgetragen werden und die Polarisation besser zum Vorschein kommt.

ANDERE REFRAKTÄRMETALLE



Cr, Mo, Nb, Re, Ta, V und W

Diese temperaturbeständigen Metalle besitzen kubisch-raumzentrierte Gitter (ausser Rhenium, hexagonales Gitter). Die reinen Metalle sind relativ weich und verformbar, während die handelsüblichen Legierungen spröde sein können. In der Regel können sie leicht kaltumgeformt werden, jedoch ist es dann schwierig, ein verformungsfreies Gefüge nach der Glühung zu erzielen.

Reines Chrom ist weich und spröde, während Chromschichten hart und spröde sind. Die Präparation von Chrom ist einfach, allerdings ist die Ätzung auf Chrom und evtl. Chromkarbiden sehr schwierig.

Molybdän kann unterschiedliche Eigenschaften besitzen. Es kann zäh, aber auch spröde sein. Dies ist im Allgemeinen von den Legierungsbestandteilen abhängig. Molybdän ist anfällig für Verformungsschäden durch Trennen und Schleifen. Reines Niob (Columbium) ist weich, verformbar und schwierig bei der Präparation.

Nioblegierungen sind aufgrund der höheren Härte leichter zu präparieren. Man hat festgestellt, dass die Abtragsgeschwindigkeiten je nach Raumgitter variieren können.

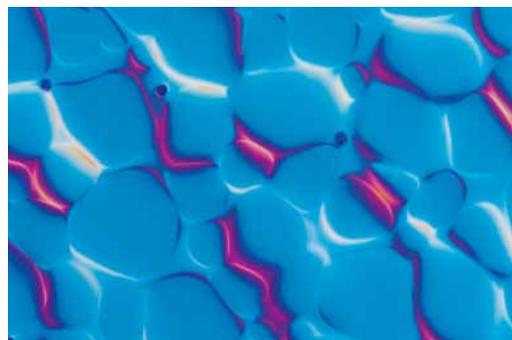
Rhenium ist in Bezug auf Kaltverformung sehr empfindlich und formt schnell mechanische Zwillinge.

Tantal ist weicher als Niob und sehr schwierig zu präparieren, da es starke Verformungsschichten während des Trenn- und Schleifvorgangs aufbaut. Tantal kann harte Phasen enthalten, die eine Reliefbildung begünstigen.

Vanadium ist ein weiches Metall, welches durch Wasserstoff versprödet und die Präparation im versprödeten Zustand einfacher macht.

Obwohl Wolfram einige harte Phasen beinhaltet, die zur Reliefbildung neigen, ist die Präparation relativ einfach.

Die mechanische Präparation dieser Metalle kann durch chemische Zusätze vereinfacht werden. Eine manuelle Probenvorbereitung ist aufgrund der niedrigen Poliergeschwindigkeit und der langen Zeiten nicht ratsam und eher ermüdend. Es empfiehlt sich daher die Verwendung eines Polieraufsatzes, besonders dann, wenn eine chemische Politur eingesetzt wird.



Mikrostruktur einer gesinterten W – 5.6% Ni – 2.4% Fe Legierung. Wolframphase in Eisen-Nickelmatrix, ungeätzt, Nomarski DIC (200x)

Tabelle 18: 4-Stufen-Methode für Refraktärmetalle*

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		10:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		8:00
ChemoMet	0,02 - 0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid plus Ätzmittel**	6 [27]	150		5:00

= Arbeitsscheibe

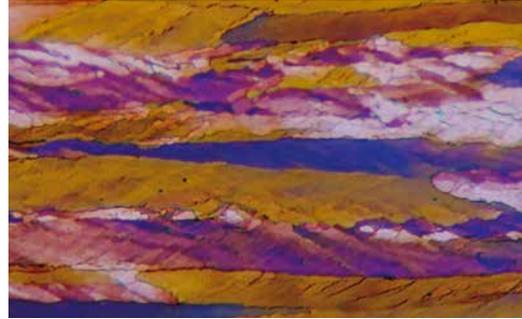
= Probenhalter

*MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

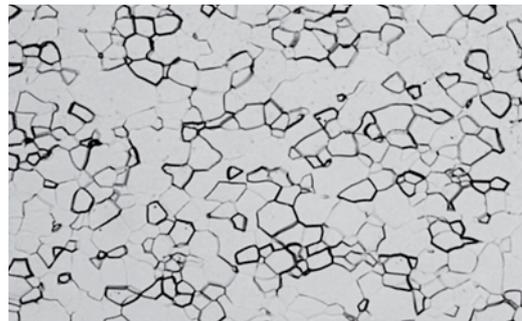
**Hinweise im Text

*Aufgrund des breiten Materialspektrums können keine weiteren Anaben gemacht werden.

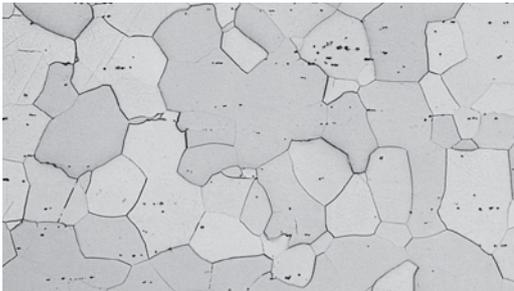
In Tabelle 12 sehen Sie eine Vier-Stufen-Methode für Refraktärmetalle und deren Legierungen. Viele chemische Additive [2] werden für diese Metalle und ihre Legierungen in der Literatur vorgeschlagen. Eine gute Universalätzpolitur besteht aus einer Mischung aus 5 ml Chromtrioxidlösung (20 g CrO₃ in 100 ml Wasser lösen) und 95 ml MasterMet. Vermeiden Sie Hautkontakt, da dies eine stark oxidierende Lösung ist. Für Nb, V und Ta verwenden Sie eine Lösung, die aus 30 ml Wasser, 30 ml Salpetersäure, 30 ml Salzsäure und 15 ml Flußsäure besteht. Es kann ebenfalls ein Wechsellieren angewandt werden. Eine alternative chemische Politur für Nb, V, und Ta besteht aus 120 ml Wasser, 6 g Eisenchlorid, 30 ml Salzsäure und 16 ml Flußsäure. Eary und Johnson empfehlen, die V-Probe 1 min, die Nb-Probe 2 min und die Ta-Probe 3 min in die Lösung zu geben und anschließend abzupolieren. Eine Vibrationspolitur mit MasterMet wird ebenfalls empfohlen.



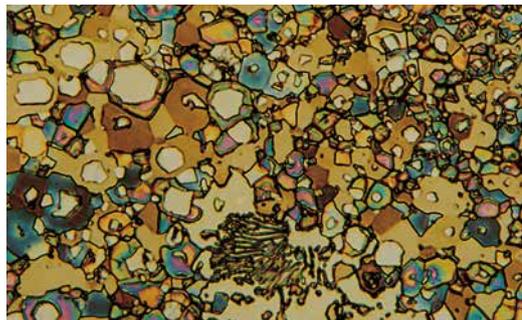
Nicht rekristallisiertes Gefüge bei Reimolybdän, Längsschliff (500 x, polarisiertes Licht, Ätzung mit Wasser, Wasserstoffsuperoxid (30 %) und Schwefelsäure, Verhältnis 7:2:1).



Equiaxiale Alpha Körner in Reinvanadium (200 x, geätzt mit Glycerin, Salpetersäure, Flußsäure, 1:1:1 Mix).



(oben) Alpha-Mischkristall in einer Mo - 47.5 % Re Legierung. Die kleinen Punkte sind Sigmaphasen (Murakami Ätzmittel, 200 x). (Mitte) Verformte Alpha-Mkr. und Sigmaphase (schwarze Punkte) in einer W - 25 % Re Legierung, (Murakami Ätzmittel, Hellfeld 500 x). (unten) Zeigt das gleiche Bild wie in der Mitte, jedoch unter Verwendung des Nomarski DiC Filters zur optischen Kontrastierung der Körner.



Legiertes Wolfram 10 % Ti beinhaltet wenig Alpha-Ti, Beta-Ti-W Eutektikum und Körner von Beta-Ti, W variiert an Kompositionen und Kornorientationen 500x, Doppelätzung mit Kroll/Murakami



Korngrenzausscheidung in einer kaltgewalzten Nb - 28 % Ta - 10.5 % W - 0.9 % Zr Legierung im Längsschliff 500 x, Ätzung: Milchsäure, Salpetersäure und Flußsäure im Verhältnis von 30:10:5.

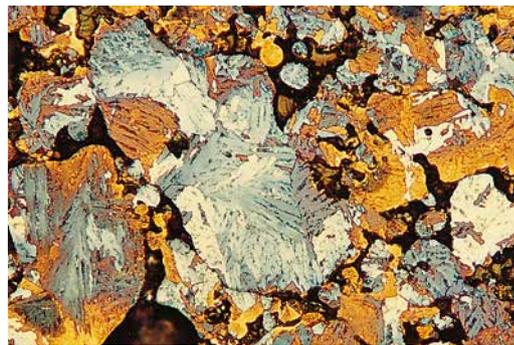
EISENMETALLE



Legierungen auf Eisenbasis werden am häufigsten in der Technik verwendet. Die Zusammensetzungen und Mikrostrukturen von eisenbasierten Legierungen sind viel breiter als in jedem anderen System im Metallbereich. Reineisen, das keinen Kohlenstoff enthält, ist es weich und verformbar. Eine verformungsfreie Präparation ist daher schwierig. Eisenbleche (Tiefziehblech) bereiten ebenfalls Präparationsprobleme, da sie oftmals von Schutzschichten wie Zink, Aluminium oder Zn-Al Mischungen umgeben sind. Im Allgemeinen sind harte, spröde Legierungen viel leichter bei der Probenvorbereitung zu bearbeiten. Bei der Reinheitsgraduntersuchung an einem Werkzeugstahl kann der Anteil der Einschlüsse je Ebene um 2% variieren. Ein unter Vakuum hergestellter Stahl zeigt dagegen nur geringe Unterschiede. Im Stahl können unterschiedliche Einschlüsse, Karbide und Nitridphasen existieren und untersucht werden.



Normalisierter C-Stahl mit Ferrit und Perlit (lamellarer Zementit). Geätzt mit 3% Nital (200x).



Martensitische Mikrostruktur in einem pulvermetallurgisch hergestellten Stahl
Geätzt nach Klemm I, polarisiertes Licht, 200x

Tabelle 19: 4-Stufen-ApexHercules-Methode für harte Stähle und Eisenlegierungen

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Trennen Trennschneider mit einer geeigneten Trennscheibe					
Einbetten Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet oder Kalteinbetten mit VariDur 3000					
Apex DGD Red	75 µm Diamant Wasser	6 [27]	300		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
MicroCloth	0.05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Phase Area Percent, Object Measurement, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop, Rockwell				

Durch Hinzufügen von mindestens zwölf oder mehr Prozent Chrom wird die Korrosionsrate bei Stahl drastisch reduziert und ermöglicht die Herstellung eines breiten Spektrums an rostfreien Stählen. Werkzeugstähle decken ebenfalls ein breites Spektrum von Kompositionen ab und können eine sehr hohe Härte (62-66 HRC) besitzen.

Die Präparation von Eisenmetallen und deren Legierungen ist mit Hilfe der beschriebenen Methoden einfach. Die Kantenschärfe und Erhaltung der Einschlüsse ist hervorragend. Die folgenden Methoden decken den Großteil der Eisenmetalle und Legierungen ab.

Alternativ zum SiC-Papier können die ApexHercules Scheiben mit groben Diamantkörnungen (30

- 45 µm) zum Planschleifen verwendet werden. Eisenwerkstoffe können sehr gut mit Aluminiumoxid endpoliert werden können, die Verwendung von MasterPrep wird empfohlen.

Für weichere Stähle kann eine ApexDGD Violett und die ApexHercules S mit 9 µm Diamantsuspension verwendet werden (Tabelle 20). Diese Methode ist auch bei austenitischen Stählen und weichen Stahlblechen anwendbar.

UltraPol oder UltraPad Tücher mit groben Diamantkörnern können hier ebenfalls als Schleifpapierersatz dienen. Die Methode eignet sich bestens für Farbätzungen. Je nach Bedarf kann eine Vibrationspolitur ergänzt werden.

Tabelle 20: 4-Stufen-Methode für weiche bis mittelharte Eisenlegierungen

Trennen	Abrasive Cutter with a wheel recommended for use on ferrous materials HRC15-35				
Einbetten	Warm- oder Kalteinbetten, z.B. mit EpoMet or VariDur 200				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
MicroCloth	0.05µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Object Measurement, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				

Tabelle 21: 3-Stufen-Methode für Stähle

Trennen	Abrasive Cutter with a wheel recommended for use on ferrous materials HRC35-60				
Einbetten	Warm- oder Kalteinbetten, z.B. mit EpoMet or VariDur 3000				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex DGD Red	75 µm Diamant Wasser	6 [27]	300		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
MicroFloc	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Case Depth, Decarburization Depth Assessment, Grain Size, Phase Area Percent, Object Measurement, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop, Rockwell				

Viele Stähle, insbesondere harte Stähle, können in 3 Stufen mit ausgezeichneter Qualität präpariert werden (Tabelle 21).

Für alle Stähle kann SiC-Papier eingesetzt werden. Die Anfangskörnung richtet sich nach der Härte oder dem Trennverfahren bzw. der Oberflächenqualität. Bei weichen Metallen beginnt man mit einem P280 oder P320 SiC-Papier. Für härtere Stähle wird eine P120 oder P180 SiC-Körnung bevorzugt verwendet. Um das SiC-Papier komplett zu ersetzen, empfehlen wir die Verwendung des Apex Systems, welche Planschleifscheiben in unterschiedlichen Arten und Korngrößen beinhaltet.

Die in Tabelle 22 beschriebene Methode wird für lösungsgeglühte austenitische, ferritische und martensit aushärtende hochlegierte Stähle empfohlen. Zum Planschleifen kann ein SiC-Papier mit einer P320 Körnung verwendet werden. Bei den härteren martensitischen Legierungen, wie beispielsweise 1.4125 (440C), kann mit einer größeren Stufe (P180) vorgeschliffen werden. Zum Erhalt der Kantenschärfe sollte die ApexHercules S mit 9 µm Diamantsuspension verwendet werden. Da der lösungsgeglühte austenitische oder ferritische Edelstahl aufgrund der hohen Verformungsneigung am schwierigsten ist, kann zusätzlich eine 1 µm Diamantpolierstufe eingesetzt werden. Die Schlußpolitur wird mit sehr weichen kurzflorigen Poliertüchern durchgeführt. Auch eine Vibrationspolitur ist hier sehr empfehlenswert.



Mikrostruktur einer austenitisch-ferritischen Duplexprobe (Ferrit braun, Austenit weiss). Die Probe wurde bei 816 °C 48 h gehalten, um die Sigma-Phase zu formen (orange Partikel). Elektrolytisch geätzt in 20%-iger wässriger NaOH-Lösung (Natriumhydroxid) bei 3 V, 9 s (500x)

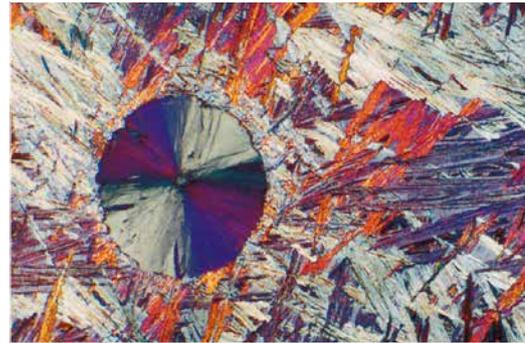
Tabelle 22: 4-Stufen-Methode für Edelstahl und martensitaushärtende Stähle

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Trennen	Abrasive Cutter with a wheel recommended for use on ferrous materials HRC35-50				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet				
CarbiMet 2	#120 [P120] bis #320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0,05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Phase Area Percent, Object Measurement, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop, Rockwell				

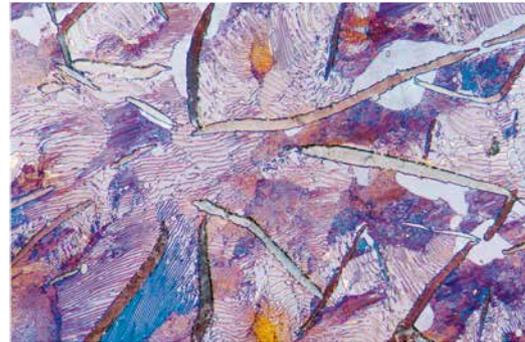
Als Gusseisen bezeichnet man Eisenlegierungen mit einem hohen Anteil von Kohlenstoff (> 2 %) und Silizium (> 1,5 %) sowie weiteren Bestandteilen wie Mangan, Chrom oder Nickel. Man unterscheidet zwischen dem grauen Gusseisen (Grauguss), in dem der Kohlenstoff in Form von Graphit, und dem weißen Gusseisen, in dem der Kohlenstoff in Form von Zementit vorkommt.

Die einfachste Gusseisensorte ist Gusseisen mit Lamellengraphit (Bezeichnung nach aktueller europäischer Norm „GJL“ oder früher nach DIN „GGL“), in dem der Graphit in Form von dünnen, unregelmäßig geformten Lamellen vorliegt. Diese Lamellen wirken bei Zugbelastung als Kerben, daher ist die Zugfestigkeit relativ gering. Im Gegensatz zur Zugfestigkeit ist die Übertragung der Druckspannung wesentlich besser. Bessere mechanische Eigenschaften hat Gusseisen mit Kugelgraphit (Sphäroguss, duktiles Gusseisen, Bezeichnung GJS nach aktueller europäischer Norm DIN EN 1563, früher GGG nach DIN 1693), bei dem der Graphit in mehr oder weniger kugelförmiger Form vorliegt. Erreicht wird dies durch Entschwefeln der Schmelze mittels Zugabe von geringen Mengen an Magnesium, Cer oder Calcium kurz vor dem Abgießen. Eine neuere Werkstoffentwicklung ist der Vermiculargraphit-Guss (Bezeichnung GJV nach aktueller europäischer ISO-Norm 16112, früher GGV). Bei ihm liegt der Graphit weder in Lamellenform noch als Kugelform vor, sondern als Vermikeln (Würmchen). Die mechanischen Eigenschaften dieses Werkstoffes liegen zwischen dem Gusseisen mit lamellarem Graphit und denen des Gusseisens mit Sphäroliten (Kugelgraphit). Seine Herstellung ist jedoch schwieriger und erfordert eine in engen Toleranzen geführte Schmelzbehandlung.

Die Präparationsmethode für Gusseisen richtet sich nach dem Grundgefüge der Matrix und ist ähnlich der Präparation vergleichbarer Stähle. Bei der Präparation von Grauguss ist darauf zu achten, dass der Graphitanteil während der Präparation nicht ausbricht, da sonst eine Untersuchung auf NE-Einschlüsse erschwert wird.



Grauguss, globularer Graphit in einer Matrix aus Bainit und Restaustenit
 Farbätzung mit modifiziertem Beraha-Ätzmittel und polarisiertes Licht. (500x)



Grauguss, lamellarer Graphit in einer Perlitmatrix
 Farbätzung mit Beraha-Ätzmittel (1000x)

Tabelle 23: 4-Stufen-Methode für Gusseisenlegierungen

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Trennen	Trennschneider mit einer geeigneten Trennscheibe				
Einbetten	Warm- oder Kalteinbetten				
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	5 [22]	300		bis plan
TexMet C	9 µm MetaDi Diamant Supremesuspension*	5 [22]	150		5:00
TriDent	9 µm MetaDi Diamant Supremesuspension*	5 [22]	150		4:00
MicroCloth	0,05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	5 [22]	150		2:00

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter

Imaging & Analysis	Graphite in Cast Iron
Härteprüfung	Brinell

KUPFER, NICKEL UND KOBALT



Kupfer

Reines Kupfer ist äußerst duktil und kaltverformbar. Kupfer und seine Legierungen besitzen ein breites Spektrum an Zusammensetzungen. Diese beinhalten mehrere Varianten des fast reinen Kupfers für elektrische Anwendungen (OFE), legiertes Messing und Bronzen sowie ausscheidungs-härtbare Legierungen mit hohen Festigkeiten. Cu-Legierungen können leicht durch zu grobes oder aggressives Trennen oder Schleifen sehr stark und tief verformt werden. Besonders bei reinen Legierungen ist es schwierig, Kratzer zu entfernen. Nach der Schlusstufe kann eine Vibrationspolitur unter Verwendung von kolloidalem Siliziumdioxid eingesetzt werden, um die feinen Restkratzer zu entfernen. Zur chemisch-mechanischen Politur kann dem MasterMet Wasserstoffsuperoxid und Ammoniaklösung im Verhältnis von 98:1:1 hinzugefügt werden. Durch die Verwendung eines Vibrationspolierers (VibroMet) entfallen die chemischen Zusätze. Das Planschleifen kann ebenfalls mit dem ApexDGD Color durchgeführt werden.



Alphaphase mit Rekristallisationszwillingen in einer kaltverformten und geglühten Arsen-Bronze-Legierung
Geätzt nach Klemm, polarisiertes Licht (50x)

Tabelle 24: 5-Stufen-Methode für Kupfer und Kupferlegierungen

Trennen	Trennschneider mit einer Trennscheibe, die für das Trennen von Nichteisenmetallen geeignet ist.				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit PhenoCure oder Kalteinbetten mit VariDur				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#220 [P240] bis #320 [P400] SiC Wasser	5 [22]	300		bis plan
TexMet C	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		5:00
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		3:00
VerduTex	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		2:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid**	5 [22]	150		1:30
= Arbeitsscheibe	= Probenhalter	*MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.		**Plus attack polishing reagent (see text for details)	
Imaging & Analysis	Grain Size, Coating Thickness Layer, Measurement & Analysis Applications				
Hardness Testing	Vickers, Knoop				



Kupfer, Nickel und Kobalt

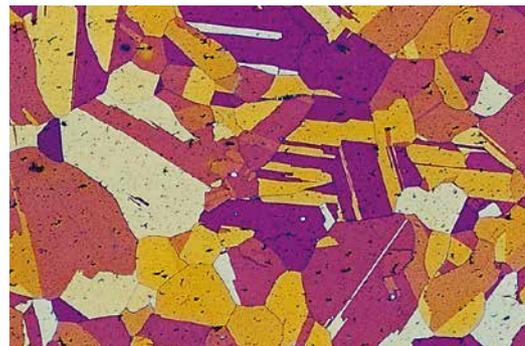


Nickel

Nickel und seine Legierungen besitzen ein kubisch-flächenzentriertes Raumgitter und können auf dieselbe Weise wie Edelmetalle präpariert werden. Reines Nickel (> 90%) neigt bei der Präparation dazu, Schmier- und Verformungsschichten zu bilden. Zweiphasige Nickellegierungen sind in der Regel einfacher. Magnetwerkstoffe wie NiFe-Legierungen sind am schwierigsten zu präparieren, da diese spröde sind und ebenfalls sehr starke Verformungsschichten aufbauen können. Das Monelmetall (NiCu) sowie die korrosionsbeständigen (NiCrFe) Legierungen sind schwieriger bei der Präparation als reines Nickel. Generell sind lösungsgeglühte Legierungen schwieriger zu präparieren als gealterte (gehärtete) Legierungen. Um eine besonders gute Qualität zu erzielen, empfiehlt sich die Verwendung des Apex-Systems. Bei allen Nickel-Legierungen kann auch die ApexHercules S Scheiben eingesetzt werden. Tabelle 25 finden Sie eine Methode für Nickellegierungen wie NiCr, NiCrFe, NiTi.

Bei Verwendung einer Farbätzung empfiehlt sich der Einsatz eines Vibrationspoliergerätes. Hierbei werden die gleichen Verbrauchsmaterialien wie in der letzten Stufe eingesetzt. Zusätzlich kann eine 1 µm Polierstufe vor der Endpolitur eingefügt werden. Diese Stufe kann je nach Legierung die Restkratzer entfernen.

Für reines Nickel, Nickel-Kupfer- und Nickel-Eisen-Legierungen wird eine Fünf-Stufen-Methode (Tabelle 26) bevorzugt. Alternativ zum SiC-Papier können die ApexDGD Color Schleifscheiben verwendet werden. Chemisch-mechanische Methoden finden bei diesen Materialien keine Anwendung. Sollten Restkratzer ein Problem sein, kann eine Vibrationspolitur verwendet werden. Master-Prep erzielt bei den reineren Ni-Legierungen ein besseres Ergebnis als MasterMet.



Alphakörner mit Rekristallisationszwillingen in einer lösungsgeglühten und doppelt gealterten Waspaloy Nickelbasis Superlegierung, farbgeätzt nach Beraha (100x)

Tabelle 25: 4-Stufen-Methode für Nickel, Nickelbasis-Superlegierungen und Ni-Cr-Fe Legierungen

Trennen		Trennschneider mit einer für Superlegierungen geeigneten Trennscheibe			
Einbetten		Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet			
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#240 [P280] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
ChemoMet	0,02-0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid**	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Porosity Assessment, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				

Kupfer, Nickel und Kobalt



Tabelle 26: 5-Stufen-Methode für Ni, Ni-Cu und Ni-Fe Legierungen

Trennen	Trennschneider mit einer für Superlegierungen geeigneten Trennscheibe				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#240 [P280] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
TriDent	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		2:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid**	6 [27]	150		2:00
 = Arbeitsscheibe  = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Porosity Assesment, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				



Kupfer, Nickel und Kobalt



Kobalt

Kobalt und seine Legierungen sind schwieriger zu präparieren als Nickel und seine Legierungen. Kobalt ist ein zähes Metall, das ein hexagonales Raumgitter aufweist und sehr empfindlich auf Verformung reagiert. Die Schleif- und Polierrate ist bei Co, geringer als bei Ni, Cu oder Fe. Die Probenvorbereitung ist trotz des hexagonalen Raumgitters ähnlich wie bei den Nickellegierungen. Obwohl der Werkstoff ein hexagonales Raumgitter besitzt, bringt die Untersuchung unter Polarisation keine Vorteile mit sich. Nachfolgend finden Sie eine Fünf-Stufen-Präparationsmethode (Tabelle 27) für diese Legierungen.

Üblicherweise sind zwei Schleifstufen mit SiC-Papier oder Apex DGD Color notwendig, um die Proben plan zu schleifen. Bei guter Schnittqualität kann mit einem P320 SiC-Papier begonnen werden. Unabhängig von der Härte, sind Co-Legierungen schwieriger zu trennen als die meisten Stähle oder Fe-Legierungen. Nach der mechanischen Präparation kann ein Zwischenätzen (Polieren-Ätzen-Polieren) erfolgen.



Äquiaxiale Kornstruktur einer Elgiloy-Legierung (Co – 20% Cr – 15% Fe – 15% Ni – 7% Mo – 2% Mn – 0.15% C – 0.05% Be) nach dem Warmwalzen, farbgeätzt nach Beraha, polarisiertes Licht (100x)

Morral empfiehlt dabei zwei Lösungen: Mischung von gleichen Teilen konz. Salpeter- und Salzsäure oder 40 ml Milchsäure, 30 ml Salzsäure, 5 ml Salpetersäure. In beiden Lösungen wird die Probe getaucht und anschließend wieder abpoliert. Für Routineuntersuchungen kann die 1 µm Polierstufe ausgelassen werden.

Tabelle 27: 5-Stufen-Methode für Kobalt und Kobalt-Legierungen

Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Trennen	Trennschneider mit einer für Superlegierungen geeigneten Trennscheibe				
Einbetten	Warmeinbetten, z.B. mit EpoMet				
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TexMet C	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
TexMet C	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Porosity Assesment, Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				

EDELMETALLE



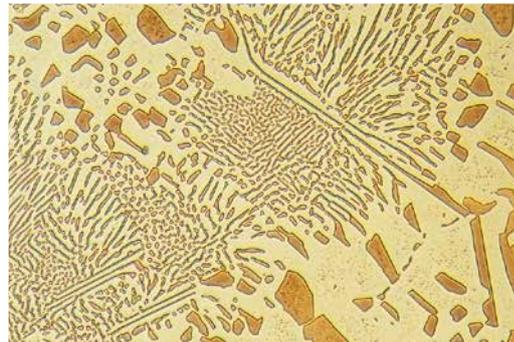
Au, Ag, Ir, Os, Pd, Pt, Rh und Ru

Edelmetalle sind weich und verformbar. Die Vorbereitung ist ziemlich schwierig. Reines Gold ist sehr weich und für sein gutes Verformungsverhalten bekannt. Schmiedelegerungen sind härter und daher leichter zu präparieren. Gold ist ebenfalls schwierig zu ätzen. Silber ist sehr weich, verformbar und für Oberflächenbeschädigung aufgrund von Verformung anfällig. Das Eindrücken von Schleifpartikeln ist ein generelles Problem bei Gold, Silber und deren Legierungen. Iridium ist dagegen viel härter und leichter zu präparieren. Osmium besitzt geringe Abtragsraten, ist anfällig gegen Verformung und kommt als technischer Werkstoff selten zum Einsatz. Palladium ist von der Präparationsseite einfacher zu bearbeiten als die anderen Edelmetalle. Platin ist weich und verformbar und findet in der Praxis häufig Verwendung. Das Ein-

drücken von Schleifpartikeln ist grundsätzlich ein Problem bei der Probenvorbereitung.

Rhodium

Rhodium ist ein hartes Metall und relativ leicht zu präparieren. Rh ist in Bezug auf Oberflächenbeschädigung durch Trennen und Schleifen empfindlich. Ruthenium ist ein hartes, sprödes Metall, welches einfach zu präparieren ist.



Eutektisches Gefüge in einer Ag – 28% Cu Legierung. Die Farbätzung nach Klemm hat die Kupferphase angeätzt. Die Silberphase bleibt ungeätzt (500x)

Tabelle 28: Stewart's manuelle Methode für Edelmetalle

Trennen	Präzisionstrenner mit einer Trennscheibe, die für das Trennen sehr weicher Materialien geeignet ist			
Einbetten	Kalteinbetten, z.B. mit EpoThin			
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/ min]	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#240 [P280] SiC Wasser (gewachst)*	Moderate	400	bis plan
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser (gewachst)*	Moderate	400	1:00
CarbiMet 2	#400 [P600] SiC Wasser (gewachst)*	Moderate	400	1:00
CarbiMet 2	#600 [P1200] SiC Wasser (gewachst)*	Moderate	400	1:00
TriDent	6 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension**	Moderate	400	2:00
MasterTex	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension**	Moderate	400	2:00
*Bestreichen Sie das Schleifpapier mit einer Kerze **MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.				
Imaging & Analysis	Porosity Assessment, OmniMet Object Measurements, Measurement & Analysis Applications			
Härteprüfung	Vickers, Knoop			

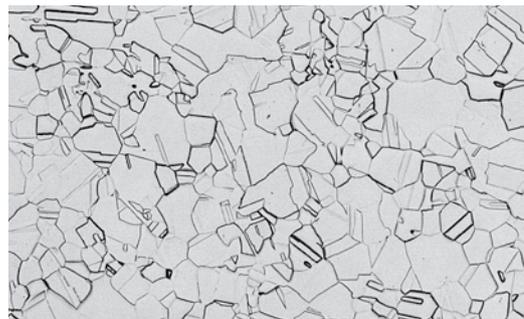
Stewart (Tech-Notes, Vol. 2, Issue 5) (Tabelle 28) hat eine Methode entwickelt, um Schmucklegierungen zu präparieren. Generell handelt es sich dabei um kleine Teile, welche eingebettet werden müssen. Stewart empfiehlt die Verwendung von EpoMet G (schwarz) und TransOptic bei transparenten Einbettungen. Zerbrechliche Kügelchen sollten kalteingebettet werden. Schleifen und Polieren wird bei 400 U/min durchgeführt.

Im Anschluss an diese Präparation kann eine Vibrationspolitur mit kolloidalem SiO₂ auf MasterTex, ChemoMet oder MicroCloth erfolgen. Um die Qualität weiter zu verbessern. Eine 1 µm Diamantpolierstufe ist für Routinearbeiten ausreichend. Eine chemisch-mechanische Polierstufe kann bei Gold durchgeführt werden. Bei Silber funktioniert dieses jedoch nicht. Um kleine Kratzer dennoch entfernen zu können, sollte eine Zwischenätzung erfolgen.

Ein Verfahren für ein automatisiertes Präparationsystem wurde nach dem Experimentieren mit einer Anzahl von Edelmetallen entwickelt. Die meisten dieser Metalle und Legierungen sind ziemlich weich, es sei denn, sie werden im gefrorenen Zustand präpariert. Diese spezielle Technik verhindert das Eindrücken von Schleifpartikeln während der Präparation. Bei dieser Methode wird nur eine SiC-Papierstufe verwendet. TexMet-Tücher werden verwendet, da diese das Schleifmedium gut halten können und das Eindrücken reduzieren. Um ein Eindrücken weitgehend zu verhindern, sollte ebenfalls darauf geachtet werden, dass nur Dia-

mantpasten Anwendung finden. Zum Schmiren und Kühlen sollte destilliertes Wasser in geringem Maße hinzugefügt werden. Die Schlussstufe wird mit einem ChemoMet Tuch und MasterPrep durchgeführt. Aufgrund des ausgezeichneten Korrosionswiderstandes von Gold ist eine Verwendung von SiO₂ nutzlos. Die Methode finden Sie in Tabelle 29.

Für 18-karätiges Gold und höher (> 75% Au) ist es notwendig, eine Angriffspolierlösung beim letzten Schritt zu benutzen. Eine wässrige, oxidierende Lösung aus 5 g CrO₃ in 100ml destilliertem Wasser funktioniert hierbei gut. Mischen Sie 10 ml dieser Stammlösung mit 50 ml MasterPrep Suspension. Wenn die Lösung zu dick wird, können weitere 20-30 ml destilliertem Wasser beigemischt werden. Eine 3 bis 6 minütige Polierdauer entfernt die letzten Kratzer.



Äquiaxiale Kornstruktur mit Zwillingen in einer kaltverformten und geglühten 18-Karat Goldlegierung
Neyoro 28A: 75% Au – 22% Ag – 3% Ni
Geätzt mit gleichen Teilen an: 10% NaCN und 30% H₂O₂ (50x)

Tabelle 29: 5-Stufen-Methode für Edelmetalle

Trennen		Präzisionstrenner mit einer Trennscheibe, die für das Trennen sehr weicher Materialien geeignet ist				
Einbetten		Kalteinbetten, z.B. mit EpoThin				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	3 [13]	300		bis plan	
TexMet C	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	3 [13]	150		5:00	
TexMet C	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	3 [13]	150		3:00	
TexMet C	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	3 [13]	150		2:00	
ChemoMet	0,05µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		2:00	

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Porosity Assesment, OmniMet Object Measurements, Measurement & Analysis Applications
Härteprüfung	Vickers, Knoop

Thermische Spritzschichten



Thermische Spritzschichten

Thermische Spritzschichten (TSC) und thermische Barrierebeschichtungen (TBC) werden häufig auf Metallsubstraten verwendet. Diese Schichten sind vollständig homogen und besitzen einen porösen Anteil. Darüber hinaus treten häufig lineare Trennungen vom Substrat auf. Proben dürfen auf keine Fall warmeingebettet werden, da die Schichten unter Druck zerstört werden können. Es wird empfohlen, ein niedrigviskoses Epoxidharz mit Farbpigmenten unter Vakuum zu verwenden. Durch die Pigmentierung können Porosität und Oxide im Dunkelfeld besser voneinander unterschieden werden. Durch die Vakuumeinbettung werden zu-

sätzlich die Poren gefüllt und vor mechanischer Beanspruchung geschützt. Die Planheit vom Grundmaterial zur Beschichtung ist für die Untersuchung ausgesprochen wichtig. Eine Vielzahl von Präparationsmethoden können verwendet werden. Die ApexHercules S Planschleifscheibe produziert hierbei eine außergewöhnliche Planheit und reduziert die Präparationszeit auf ein Minimum.

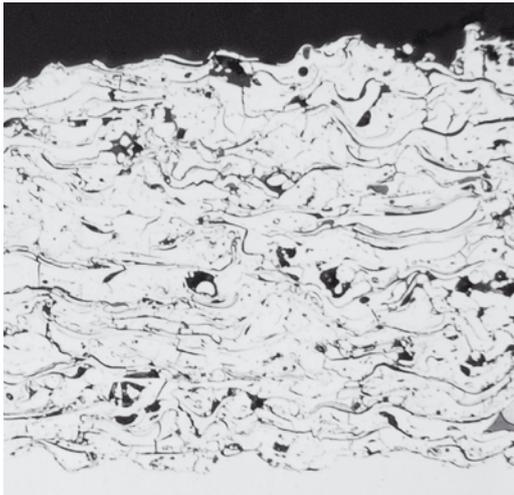
Es werden zwei 4-Stufen-Methoden für TSC und TBC mit metallischer Schicht vorgestellt, bei denen die ApexHercules verwendet wird (Tabelle 30 und 31). Eine Methode (Tabelle 32) beschreibt die Präparation keramischer Schichten.

Tabelle 30: 4-Stufen-Methode für TSC- und TBC-Proben mit metallischer Beschichtung

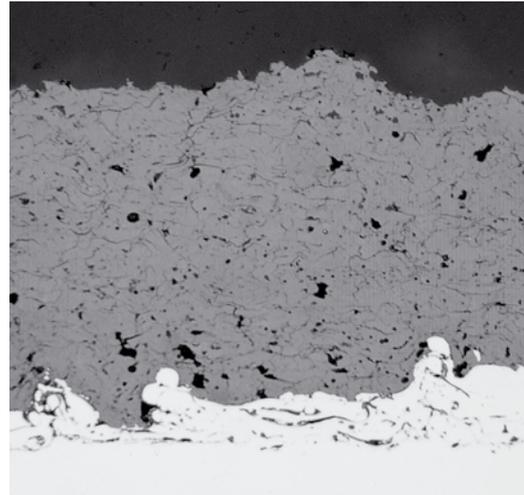
Trennen	Präzisionstrenner mit 15HC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. Vakuumimprägnieren mit EpoThin				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex Color Yellow	35µm Diamant Wasser	6 [27]	300		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	9µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
TriDent	3µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0.02 - 0.06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	4 [18]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Porosity Assessment, Coating Layer Thickness, Particle Sizing, Phase Area Percent				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				

Tabelle 31: Alternative 4-Stufen-Methode für TSC- und TBC-Proben mit metallischer Beschichtungs

Trennen	Präzisionstrenner mit 15HC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. Vakuumimprägnieren mit EpoThin				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex Hercules H Planschleifscheibe	30 µm Diamant Wasser	6 [27]	300		bis plan
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	4 [18]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Porosity Assessment, Coating Layer Thickness, Particle Sizing, Phase Area Percent				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				



NiCrAlY Spritzschicht auf Stahl beinhaltet Porosität (schwarze Punkte), lineare Trennungen (längliche schwarze Linien) und Einschlüsse (graue Partikel), ungeätzt (100x)



Mikrostruktur eines Stahlsubstrates mit zwei Spritzschichten. NiAl-Haftschiicht (unten) und Yttrium-Zirkonoxidschiicht (oben) (ungeätzt, 100x). Die Haftschiicht beinhaltet Poren, lineare Trennungen und Einschlüsse. Die Oxidschiicht beinhaltet nur Porosität.

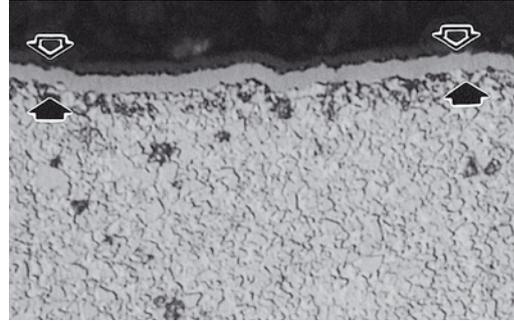
UltraPrep Diamantschleifscheiben mit 30 µm oder 45 µm können alternativ zum Planscheifen verwendet werden. (Tabelle 30 und 31). Das UltraPad Poliertuch kann in der zweiten Polierstufe zusammen mit 9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension eingesetzt werden (Tabellen 30 und 32).

Tabelle 32: 4-Stufen-Methode für TSC- und TBC-Proben mit keramischer Beschichtung

Trennen	Präzisionstrenner mit 15HC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kalteinbetten, z.B. Vakuumimprägnieren mit EpoThin				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex Color Red	75 µm Diamant Wasser	5 [22]	300		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		4:00
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Porosity Assessment, Coating Layer Thickness, Particle Sizing, Phase Area Percent				
Härteprüfung	Vickers, Knoop				

HARTMETALLE

Hartmetalle oder gesinterte Karbide sind sehr hart und werden pulvermetallurgisch hergestellt. Die in der Praxis verwendeten Hartmetalle bestehen aus Wolframkarbid oder MC-Karbidarten. Als Binde-material wird meistens Kobalt und seltener Nickel eingesetzt. Moderne Schneidwerkzeuge werden häufig mit einer Vielzahl von sehr harten Phasen wie Aluminiumoxid, Titankarbid, Titanitrid und Titancarbonitrid hartstoffbeschichtet. Um ein Abplatzen der Schichten während des Trennens zu vermeiden, werden Präzisionstrenner empfohlen. Bei einer nicht sachgemäßen Probenvorbereitung werden die sehr dünnen Schichten beschädigt oder gar zerstört. In Tabelle 33 und 34 finden Sie



Oberfläche eines WC – 11.5% Co Schneidwerkzeuges, angereichert mit 1.9% Ta und 0.4% Nb (formt komplexe Karbide, dunkle Regionen in der Matrix). Bauteil mit Aluminiumoxid (Pfeile) beschichtet, um die Lebenszeit zu verbessern, geätzt mit Murakami (1000x)

Tabelle 33: 4-Stufen-Methode für Hartmetalle

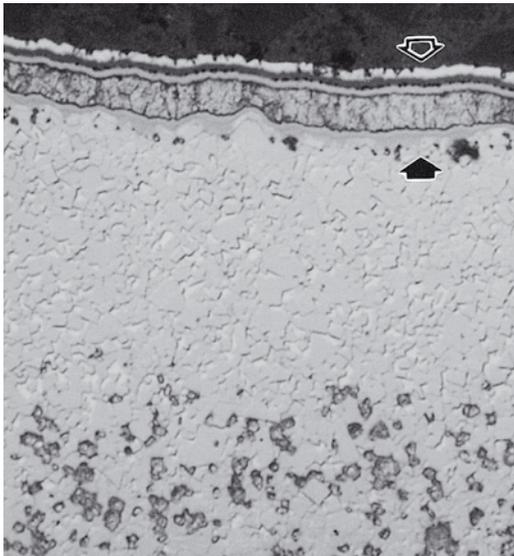
Trennen	Präzisionstrenner mit 20LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. VariDur 3000				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
UltraPrep Metal-Bonded Disc	45 µm Diamant Wasser	6 [27]	300		bis plan
TexMet P	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Porosity Assessment, Particle Sizing, Coating Layer Thickness				
Härteprüfung	N/A				

Tabelle 34: 4-Stufen- ApexHercules H-Methode für Hartmetall

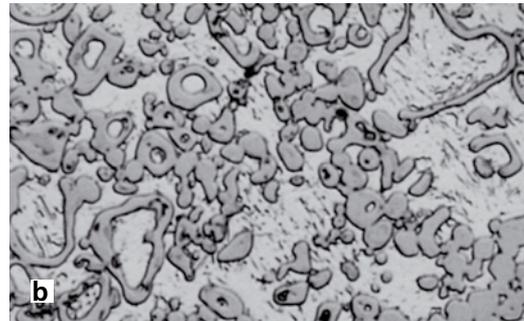
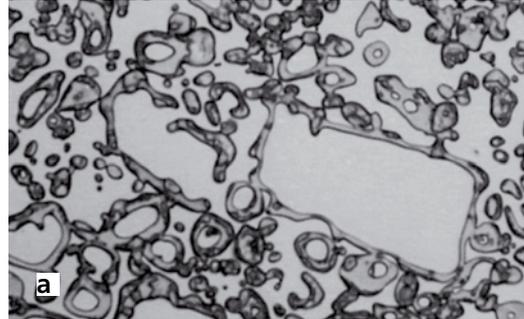
Trennen	Präzisionstrenner mit 20LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. VariDur 3000				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex Hercules H Planschleifscheibe	30µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150-200		bis plan
Apex Hercules S Planschleifscheibe	9µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
VerduTex	3µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
ChemoMet	0.02 - 0.06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	6 [27]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Porosity Assessment, Particle Sizing, Coating Layer Thickness				
Härteprüfung	Vickers				

unterschiedliche Präparationsmethoden für Hartmetalle. Zum Schleifen der Proben empfiehlt sich die Verwendung von UltraPrep- oder ApexDGD Diamantschleifscheiben.

Bei der Endpolierstufe sollte je nach Karbidart MasterMet oder MasterPrep verwendet werden, insbesondere dann, wenn die Proben ein Multischichtsystem aufweisen. Aufgrund der hohen Härte reicht bei Routineuntersuchungen eine Diamantpolierstufe bis 3 µm aus. Ebenfalls ist es möglich, eine 1 µm Diamantpolitur als Endpoliermedium zu verwenden.



Mikrostruktur an der Oberfläche eines Multischicht, CVD beschichteten WC - 8% Co Schneidwerkzeug. Die Pfeile zeigen auf die CVD Schichten von TiCN, TiN, TiC und Aluminiumoxid. Die Region unterhalb der Beschichtungen besteht aus Co, um die Risswiderstandsfähigkeit zu verbessern. Ta, Ti und Nb wurden der Grundmasse hinzugefügt, um die Verschleißigenschaften zu verbessern (dunkle Stellen unten). Probe geätzt mit Murakami (1000x)



Mikrostruktur eines kalt isostatisch gepressten Ferro-Titanit Nikro 128 (Fe - 13.5% Cr - 9% Co - 4% Ni - 30% TiC) Werkzeuges;

(a) TiC Ätzung mit Murakami bei Raumtemperatur und (b) elektrolytisch geätzt mit wässriger 1%iger Chromtrioxidlösung bei 2V/ 30s, um die martensitische Matrix zu entwickeln (1000x)

TIPPS ZUR PRÄPARATION VON HARTMETALLEN

Um die Grenzen zwischen den WC-Partikeln und dem Binder zu sehen, sollte das letzte Poliertuch gezielt ausgewählt werden. Wenn Sie die Eta-Phase oder Graphit sehen wollen, sollten Sie ein florfreies Poliertuch wie VerduTex/TriDent oder TexMet verwenden. Um die Phasengrenzen zwischen den WC-Partikeln und dem Kobaltbinder sichtbar zu machen, sollte ein Poliertuch mit mittlerem Flor wie MasterTex oder MicroCloth eingesetzt werden.



KERAMIK

Keramische Materialien sind äußerst hart und spröde und können Poren enthalten. Aufgrund der hohen Härte müssen Keramikwerkstoffe mit Diamanttrennscheiben getrennt werden. Wenn die Probe thermisch geätzt wird, dann sollte ein Einbettmaterial verwendet werden, welches sich einfach wieder entfernen lässt. Auch eine Vakuuminfiltration mit Epoxidharz sollte dann nicht durchgeführt werden. Eine Verformung oder Schmiering findet bei der Präparation nicht statt, jedoch können Ausbrüche oder Risse auftreten.



Mikrostruktur einer gepressten Siliziumnitrid-Keramik
Ungeätzt (500 x)

Tabelle 35: 4-Stufen-Methode für die meisten Keramikarten

Trennen	Präzisionstrenner mit 10LC oder 20LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. VariDur 3000				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
UltraPrep Metal-Bonded Disc	45µm Diamant Wasser	8 [36]	300		bis plan
Apex Hercules H Planschleifscheibe	9µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
VerduTex	3µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
VerduTex	1µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Porosity Assessment				
Härteprüfung	Vickers				

Tabelle 36: 4-Stufen-Methode für die meisten Keramikarten

Trennen	Präzisionstrenner mit 10LC oder 20LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. VariDur 3000s				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex Color Red	75 µm Diamant Wasser	8 [36]	300		bis plan
TexMet P	15 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		6:00
VerduTex	6 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Grain Size, Porosity Assessment				
Härteprüfung	Vickers				

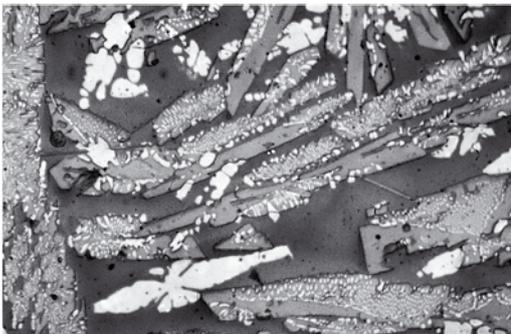


Keramik

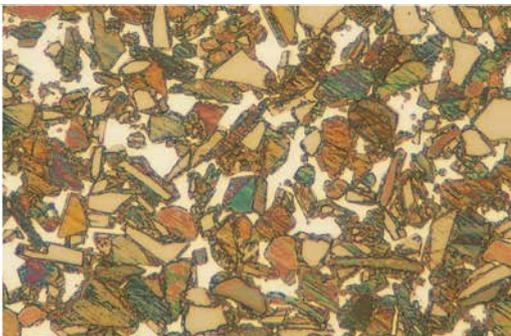
Auftretende Ausbrüche sind bei der Präparation ein größeres Problem, da diese als echte Porosität fehlinterpretiert werden können. Um bei der Präparation und der anschließenden Interpretation Erfolg zu haben, sollten daher formbeständige und harte Polierscheiben oder Tücher eingesetzt werden. Da SiC-Papier eine ähnliche Härte wie Keramik besitzt, ist das Schleifen damit unwirksam. Fast alle Keramikarten können daher problemlos mit Diamanten bearbeitet werden. Da die Präparationszeiten und die auftretenden Kräfte während der Präparation hoch sind, sollte der Prozess automatisiert werden. Durch die Automatisierung wird ebenfalls die Reproduzierbarkeit gesteigert. In den Tabellen 35 und 36 finden Sie zwei geeignete Präparationsmethoden für keramische Materialien. MasterPolish 2 Mischoxidsuspension wurde speziell für die Präparation von Keramiken entwickelt und produzieren ein besseres Oberflächenfinish als eine 1 µm Diamantkörnung.

TIPPS ZUR KERAMIK-PRÄPARATION

Bei porösen Materialien wird das Einbetten mit einem niedrig-viskosen Einbettmaterial (unter Vakuum) empfohlen. Um ein zu langes oder ein zu aggressives Schleifen zu vermeiden, sollte der Schnitt mit feinen Diamanttrennscheiben so nah wie möglich am Untersuchungspunkt liegen. Grundsätzlich sollte die kleinstmögliche Trenn- und Schleifkörnung eingesetzt werden, um Ausbrüche oder Rissbildungen entgegenzuwirken.



Mikrostruktur eines Aluminiumoxids (Matrix), Zirkonoxids (grau), Siliziumdioxids (weiss) Refraktärmaterials, Ungeätzt (200x).



Silizium - SiC Keramik elektrolytisch geätzt mit 10%iger wässriger Oxalsäure (500x)



MINERALS

Mineralien sind Elemente oder chemische Verbindungen, die im Allgemeinen kristallin und durch geologische Prozesse entstanden sind. Gestein ist die komplexe Zusammenballung verschiedener Mineralien. Mineralien werden je nach Zusammensetzung in verschiedene Gruppen eingeteilt. Die wichtigsten Gruppen sind in Tabelle 37 aufgeführt.

Bei der Präparation geologischer Proben unterscheidet man zwischen zwei grundsätzlichen Arten der Probenpräparation: Dünnschliff- und Anschliff-technik. Dünnschliffe werden normalerweise als ca. 30 µm dicke Proben für die Durchlichtmikroskopie zur Analyse unter polarisiertem Licht erstellt. Anschliffe werden im Auflicht betrachtet. Dabei handelt es sich im Wesentlichen um opake Proben von Erzen, Kohle oder opaken Mineralien.

Die meisten geologischen Proben können nach ihrer Härte und Empfindlichkeit gegenüber Wasser gruppiert werden. Die Mohs-Härte ist in Härtegrade von 1 bis 10 geteilt und stellt die gebräuchlichste Methode dar, die Härte von Mineralien anzugeben (Tabelle 38). Ihrer Definition nach sind härtere Materialien in der Lage, alle Stoffe, die in der Skale niedriger eingeordnet sind, zu ritzen.

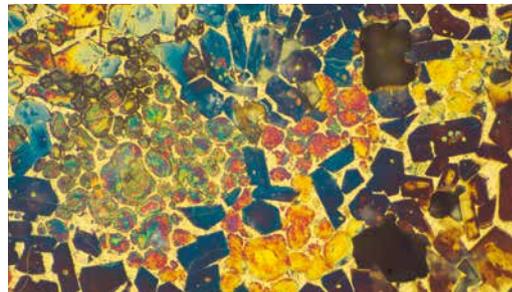
Besonders vorsichtig muss bei der Präparation wasserempfindlicher Materialien vorgegangen werden. Diese können unter anderem erodieren (Erde), sich aufsaugen (Ton und Lehm), reagieren (Salze) oder beschleunigt reagieren (Zement).

In Tabelle 39 finden Sie eine allgemeine Methode für die meisten wasserunempfindlichen Mineralien verschiedener Härte. Wasserempfindliche Materialien können ähnlich präpariert werden, allerdings sollte das Wasser durch AutoMet Lappöl oder Glycerin bei den Schleifstufen ersetzt werden. Diamantpaste (mit Lappöl als Lubrikant) oder ölbasierte Suspensionen können im 9 µm und 3 µm Polierprozess verwendet werden. Für die Schlusspolitur wird MicroCloth und MicroPolish II 0,05 µm Aluminiumoxid Pulver in einer 50 : 50 Mischung aus Propylenglycol und Alkohol empfohlen.

Tabelle 38: Mohs Härteskala

Mohs Härte	Mineral	Formel
1	Talk	$Mg_3Si_4O_{10}(OH)_2$
2	Gips	$CaSO_4 \cdot 2H_2O$
3	Calcit (Kalkspat)	$CaCO_3$
4	Fluorit (Flussspat)	CaF_2
5	Apatite	$Ca_5(PO_4)_3(OH,Cl,F)$
6	Orthoclas (Feldspat)	$KAlSi_3O_8$
7	Quartz	SiO_2
8	Topas	$Al_2SiO_4(OH,F)_2$
9	Korund	Al_2O_3
10	Diamant	C

Weitere Informationen zur Präparation von An- und Dünnschliffen finden Sie im Internet unter www.buehler.com: "BUEHLER® Guide to Petrography".



Microstructure of a cement clinker (Portland cement used for construction), showing various phases such as alite and belite. The specimen has been etched with 2% nital, ~260x. Reflected light.

Tabelle 37: Mineraliengruppen

Mineralien Gruppe	Beispiele
Sulfide	Cobaltit, Pyrit, Realgar
Oxide und Hydroxide	Microilit, Spinel
Halide	Cryolit, Fluorit, Halit, Prosopit
Nitrate, Karbonate, Borate	Magnesit, Malachit, Mother of Pearl, Rhodozit
Sulfate	Crocoit, Chromates Gypsum
Phosphate, Arsenate, Vanadate	Lazulit, Purpurite, Pyromorphit, Variscit, Zenotim
Silikate	Analcim, Smaragdit, Smoky Quartz Zektzerit, Zircon
Nichtminerale	Amber, Coal, Opal, Pearl, Vulcanit



Mineralien

Tabelle 39: 4-Stufen Methode für Anschliffe an mineralischen Proben und Gesteinen

Trennen	Präzisionstrenner mit 15LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kalteinbetten, z.B. EpoThin oder EpoHeat				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex DGD	45 µm Diamant Wasser	5 [22]	300		3:00
TriDent Cloth	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension	3 [13]	150		4:00
TriDent Cloth	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension	3 [13]	150		4:00
TexMet	0,05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	4 [18]	150		2:00
 = Arbeitsscheibe	 = Probenhalter				
Imaging & Analysis	Phase Area Percent				
Härteprüfung	N/A				

GLAS

Glas wird traditionell mit losen SiC-Pulver auf einer Trägerscheibe geschliffen und anschließend mit Ceriumoxid poliert. Diese Methode ist weit verbreitet und kann für die meisten Gläser verwendet werden, allerdings besteht durch die losen Abrasivkörner die Gefahr, dass die Kanten der Gläser beschädigt werden. Fortschritte bei der Entwicklung von Diamantschleifscheiben mit gebundenem Korn haben dazu geführt, dass diese Scheiben zunehmend in der Glaspräparation Verwendung finden, zumal für bestimmte Untersuchungen (FTIR und Interferometrie) absolut kratzerfreie und plane Oberflächen benötigt werden..



Quarzröhre nach 6 µm Politur

Tabelle 40: 5-Stufen Methode für Glas

Trennen	Präzisionstrenner mit 15LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
Apex DGD	45 µm Diamant Wasser	5 [22]	300		5:00
Apex DGD	15 µm Diamant Wasser	5 [22]	300		5:00
Apex DGD	3 µm Diamant Wasser	5 [22]	300		5:00
TexMet C Cloth	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension	5 [22]	150		4:00
MasterTex Cloth	MasterPolish 2	5 [22]	150		4:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter					
Imaging & Analysis	Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	N/A				

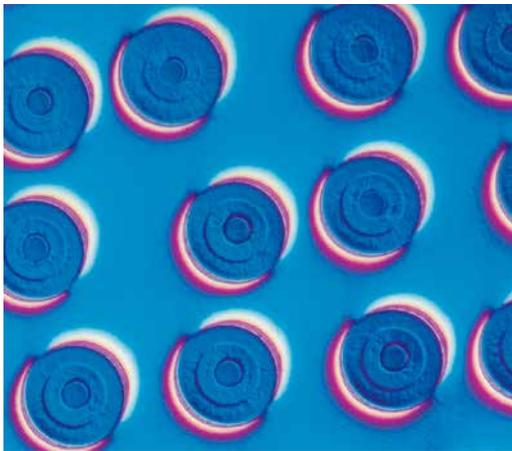
Tabelle 41: Traditionelle Methode für Glas

Trennen	Präzisionstrenner mit 15LC Diamanttrennscheibe				
Einbetten	Kaltinbetten, typically Epothin or EpoHeat				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	5 [22]	300		bis plan
CarbiMet 2	#400 [P800] SiC Wasser	5 [22]	300		1:00
TexMet P Cloth	MiroMet (CeO) 1 µm	5 [22]	150		5:00
MicroCloth	MiroMet (CeO) 1 µm	5 [22]	150		2:00
= Arbeitsscheibe = Probenhalter					
Imaging & Analysis	Measurement & Analysis Applications				
Härteprüfung	N/A				

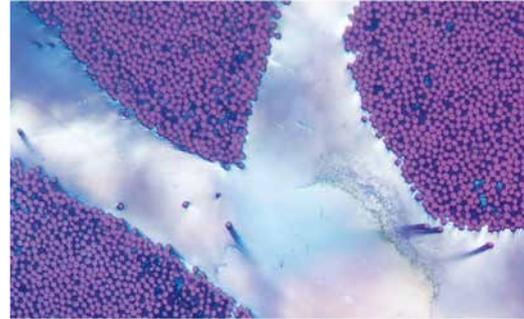
VERBUNDWERKSTOFFE

Verbundwerkstoffe, auch Composite (engl.) genannt, haben einen breiten Bereich an Zusammensetzungen und werden in Untergruppen eingeteilt. Metallmatrix-Verbund (MMC), Polymermatrix-Verbund (PMC) und Keramikmatrix-Verbund (CMC). Im Allgemeinen ist es schwierig, diese Materialien zu präparieren, da die Phasen unterschiedliche Härten und somit unterschiedliche Poliereigenschaften besitzen. Die Reliefbildung ist daher ein allgemeines Problem. Ausbrüche treten besonders bei PMCs auf. Das Trennen verursacht eine starke Zerstörung, die durch das Planschleifen entfernt werden muss.

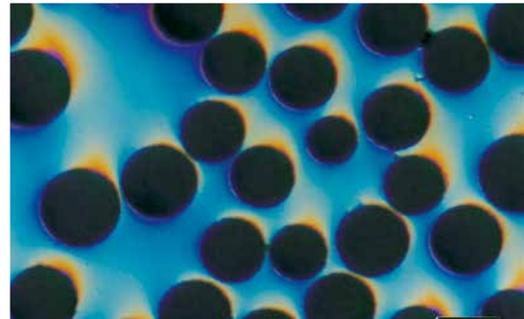
Die Einbettung sollte mit Epoxidharz unter Vakuum erfolgen.



Mikrostruktur eines Metallmatrix-Verbundmaterials, SiC-Fasern in Titanmatrix (ungeätzt, Nomarski DIC, 100x)



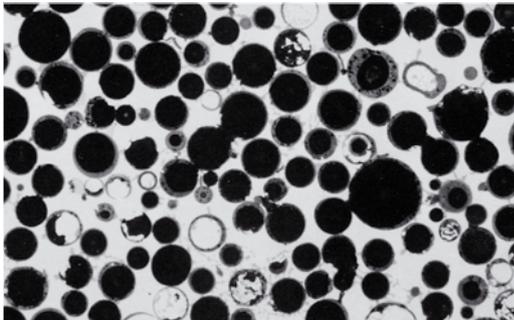
Mikrostruktur eines Polymermatrix-Verbundes, Graphit faserverstärktes Polysulfon (ungeätzt, polarisiertes Licht, 100x)



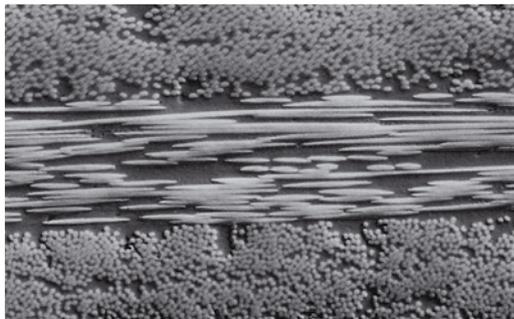
Mikrostruktur von Aluminiumoxid-Fasern in Aluminium-Lithiummatrix (500x, poliert, Nomarski DIC)

Tabelle 42: 4-Stufen-Methode für Metallmatrix-Verbundwerkstoffe

Trennen	Precision Saw with 15HC blade recommended for metal matrix composites					
Einbetten	Kaltinbetten, z.B. Epoxidharze					
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
Apex Color Yellow	35 µm Diamant Wasser	5 [22]	300	 	bis plan	
UltraPad	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150	 	4:00	
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150	 	3:00	
ChemoMet	0,02-0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	6 [27]	150	 	1:30	
 = Arbeitsscheibe  = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.						
Imaging & Analysis	Fiber density, Phase Area Percent, OmniMet Object Measurements					
Härteprüfung	N/A					



Synthetikschaum mit stellenweise hohlen Keramik-fasern in 7075 Aluminum (geätzt mit 0,5%iger wässriger Flusssäure 100x)



Kohlefaserverstärkter Kunststoff (CFK), (Nomarski DIC, 100x)

Polymermatrix Composites

Polymerverbundwerkstoffe werden normalerweise auf Poren und Lunker untersucht, daneben sind Aussagen über die Fasercharakteristik sowie den Faseranteil und deren Verteilung zu treffen. Aussagefähige Proben müssen daher möglichst relief-frei sein. Daneben werden Schadensmechanismen untersucht oder mikrostrukturelle Untersuchungen der Matrix durchgeführt.

Eine Vielzahl unterschiedlichster Kunststoffe (Thermo- und Duroplaste) finden als Matrixmaterial für faserverstärkte Verbundwerkstoffe Verwendung. Darüber hinaus können Modifikatoren als dispergierte Phasen von wenigen Nanometern bis Mikrometergröße in die Matrix eingebracht sein. Die Fasern zur Verstärkung sind in der Regel aus Kohle, Glas, Bor oder natürlichen Materialien.

Die Charakteristik der Grenzflächen spielt bei den Materialeigenschaften eine wichtige Rolle. Bei der Untersuchung von Schadensursachen wird besonders auf Erscheinungen wie Delamination geachtet.

Um Gewicht zu sparen werden vor allem in der Luft- und Raumfahrtindustrie Bauteile aus Verbundwerkstoffen mit Wabenstruktur oder geschäumte Materialien eingesetzt.

Tabelle 43 zeigt ein allgemeine Präparationsmethode für die Präparation von vielen Polymermatrixverbundwerkstoffen. Einige Faserverstärkungsmaterialien, speziell wenn sie kleiner als 10 µm

Tabelle 43: 4-Stufen-Methode für Polymermatrix-Verbundwerkstoffe

Trennen	Precision Saw with 15HC blade recommended for metal matrix composites				
Einbetten	Kalteinbetten, z.B. Epoxidharze				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	6 [27]	300		bis plan
TexMet P	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		5:00
MicroCloth	0,05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	6 [27]	150		1:30
= Arbeitsscheibe = Probenhalter *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.					
Imaging & Analysis	Phase Area Percent, Porosity Assessment, OmniMet Object Measurements				
Härteprüfung	N/A				

sind, können bei der Diamantpolitur anfällig für spröde Ausbrüche sein. Hier kann es sinnvoll sein, die 3 µm Stufe durch eine Politur mit 0,3 µm Aluminiumoxid auf einem TexMet C Tuch zu ersetzen. Für die meisten Untersuchungen (Bestimmung der Porosität, Faserverteilung und Untersuchung auf Delamination) ergibt dies eine aussagefähige Probe bei geringem bis akzeptablem Relief.

TIPPS ZUR PRÄPARATION VON VERBUNDWERKSTOFFEN

Trennschäden treten vorwiegend an den Fasern auf und sind schwer wieder zu beseitigen. Verwenden Sie Präzisionstrenner mit feinen Diamanttrennscheiben wie Scheiben der Serie 5 LC oder 10 LC. Dünnere Scheiben verursachen grundsätzlich geringere Schäden. Verbundwerkstoffe können durch Warmeinbetten zerstört werden. Epoxidharze mit niedrigen Aushärtetemperaturen sind daher zu bevorzugen. Grobe Schleifstufen sollten durch feinere Körnungen ersetzt werden.

Tabelle 44: 4-Stufen-Methode für Keramikmatrix-Verbundwerkstoffe

Trennen		Präzisionstrenner mit 15HC Diamanttrennscheibe				
Einbetten		Kalteinbetten, typically epoxy				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
UltraPrep Metal-Bonded Disc	45 µm Diamant Wasser	6 [27]	300		bis plan	
UltraPad	15 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		4:00	
VerduTex	6 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		3:00	
VerduTex	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	6 [27]	150		2:00	

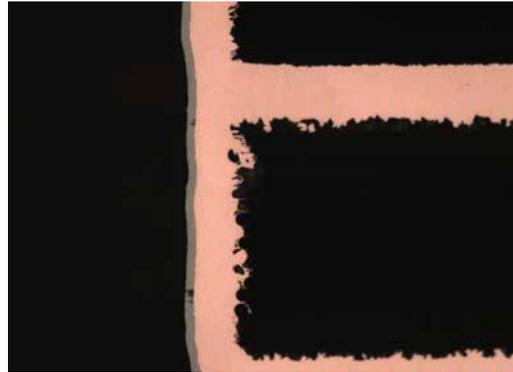
= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Phase Area Percent, Porosity Assesment, OmniMet Object Measurements
Härteprüfung	N/A

LEITERPLATTEN (PCB)

Die Mehrzahl der Leiterplatten sind starr und bestehen in der Regel aus gewobenen Glasfasern in einer polymeren Grundmasse. Die flexiblen PCBs nehmen immer mehr an Bedeutung zu und bestehen üblicherweise aus geklebten Schichten des Polyamids. Die Leiterbahnen können entweder plattiert sein oder aus Folien bestehen. Die Plattierungen oder Folien bestehen aufgrund der guten Leiteigenschaften aus Kupfer, Gold und manchmal auch aus Nickel. Je nach Einsatzgebiet der PCBs, sind verschiedene Lotmaterialien vorhanden.

Im ersten Moment würde man denken, dass die Präparation aufgrund der reichhaltigen Werkstoffkompositionen kompliziert ist, aber dem ist nicht so. Da diese Materialien nicht hart und spröde, sondern weich sind, ist die Erzielung eines Schliffes recht einfach. Dieses ändert sich jedoch, wenn bereits gepackte Leiterplatten mit Keramik oder Kondensatoren bearbeitet werden sollen. Hinweise hierzu finden Sie auf den nächsten Seiten. Eine allgemeine Präparationsmethode für Leiterplatten finden Sie in Tabelle 45.



Nickelschicht auf der Durchkontaktierung (Kupfer) einer Leiterplatte, 500x

Tabelle 45: 6-Stufen Methode für Leiterplatten (Zielpräparation)

Trennen		Präzisionstrenner mit 15HC Diamanttrennscheibe				
Einbetten		Kalteinbetten, z.B. SamplKwick oder VariKleer				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	3 [13]	150		Hit edge of the target	
CarbiMet 2	#600 [P1200] SiC Wasser	3 [13]	150		Hit the level of interest	
TriDent	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		3:00	
TriDent	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		3:00	
TriDent	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		3:00	
ChemoMet	0,05µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension + 0,06µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid (50:50)	4 [18]	150		1:15	

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Manual Interactive Thickness, Porosity Assessment
Härteprüfung	Knoop



Leiterplatten

Die Qualitätssicherung beruht auf statistischen Auswertungen, basierend auf Schichtdicken oder Lochdurchmessern der Leiterplatten. Um genug Daten für die Qualitätsstatistik zu erhalten, sind viele Proben notwendig, da es schwierig ist, die Kontaktierungen oder Lochmitte zu treffen. Am leichtesten ist es, die Proben in Coupons zu teilen und mit dem Nelson Zimmersystem von Buehler zu bearbeiten. Das System beinhaltet die Couponerstellung, Ausrichtung der Kontaktierungen und Zielschleifen der PCBs.

TIPPS ZUR PRÄPARATION VON LEITERPLATTEN

Um die Durchkontaktierungen bei der Einbettung füllen zu können, ist es hilfreich, den Coupon zuvor in die Härterflüssigkeit zu geben und anschließend schnell mit Methacrylat einzubetten. Durch das Tränken der Leiterplatte können Luftblasen weitgehend vermieden werden. Als Einbettmaterial wird VariKleer unter Aushärtung im Drucktopf empfohlen.

MATERIALIEN DER ELEKTRONIK

Unter dem Begriff der elektronische Materialien wird ein breites Spektrum an Materialien zusammengefasst. Das kommt daher, weil die meisten mikroelektronischen Bauteile aus unzähligen Einzelkomponenten zusammengesetzt sind. Beispielsweise könnte eine Mikroprozessoranalyse von einem Metallographen einen präzisen Schnitt durch eine belegte Siliziumscheibe erfordern. Die Beläge können aus mehrfachen Dünnschichten von Oxiden, Polymeren und anderen dehnbaren Metallen wie Kupfer, Aluminium und hitzebeständigen Metallen wie Wolfram und/oder Titan-Wolfram bestehen. Die Verpackung solcher Bauteile könnte zudem Materialien mit so unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften wie hartes Aluminiumoxid und weiches Lotmaterial enthalten. Die Lotmaterialien können bis zu 97% Blei



Aluminum circuitry on silicon substrate Heatsink Small Outline Package (HSOP), 500x

enthalten. Bei solch einer Vielzahl von Materialien in einem einzigen Bauteil, wobei diese Materialien auch noch sehr unterschiedliche Eigenschaften aufweisen, ist es praktisch unmöglich, eine allgemein gültige Präparationsmethode zu entwickeln, um perfekte metallographische Ergebnisse zu erzielen. Stattdessen müssen wir uns bei der Präparation auf einige wenige Materialien konzentrieren, die für uns von besonderem Interesse sind.

Das wichtigste Material bei elektronischen Bauteilen ist Silizium. Silizium ist ein relativ hartes und sprödes Material, welches nicht gut mit SiC-Papier geschliffen werden kann. Da die SiC-Partikel im Schleifpapier sehr scharf sind, produzieren sie starke Beschädigungen an den SiC-Schichten und dem Lotmaterial. Dies hat zur Folge, dass die Schichten teilweise oder gar komplett bis tief ins Materialinnere zerstört werden können. Ein präzises Trennen zum Zielpunkt ist besser als ein zu grobes Herunterschleifen. Dies ist der Punkt, an dem sich die Präparation in zwei Kategorien unterteilt. Die erste ist die Vorbereitung mittels der traditionellen Techniken. Die zweite ist die Präparation von gekapselten Siliziumchips (oder Dies), welche die Verwendung von speziellen Haltevorrichtungen und Schleifmittel erfordern. Diese zweite Kategorie ist ein Spezialgebiet der Metallographie und wurde in einem anderen Buch bereits veröffentlicht [8, S.113].

Tabelle 46 zeigt eine Standardpräparation für Silizium in elektronischen Bauteilen.

Tabelle 46: 5-Stufen-Methode für Silizium in elektronischen Bauteilen

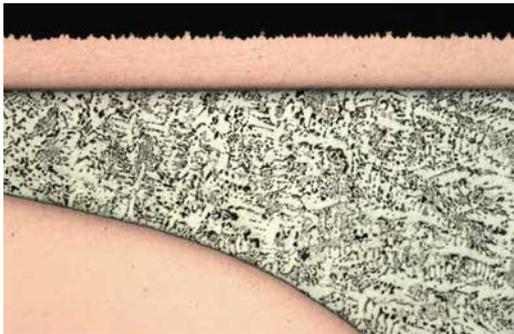
Trennen		Präzisionstrenner mit Diamanttrennscheibe, die für Mikroelektronische Bauteile empfohlen ist				
Einbetten		Kaltbetten, z.B. EpoThin				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
CarbiMet 2	#600 [P1200] SiC Wasser	3 [13]	100		bis plan	
VerduTex	6 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	100		3:00	
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	100		3:00	
VerduTex	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	100		3:00	
ChemoMet	0,06 µm MasterMet Kolloidales Siliziumdioxid	2 [9]	100		2:00	

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Measurement & Analysis Applications, Manual Interactive Thickness
Härteprüfung	N/A

Die Verwendung von groben SiC-Papieren kann den Siliziumaufbau ernsthaft beschädigen. Daher muss zur Anwendung der Methode vorsichtig an die Zielstelle herangearbeitet oder besser ein präzisen Schnitt dicht an der zu untersuchenden Stelle gelegt werden. Dabei sollte genau darauf geachtet werden, dass ausschließlich speziell entwickelte Diamanttrennscheiben für das Trennen von Elektronikmaterialien Anwendung finden.

Silizium lässt sich sehr gut chemisch-mechanisch mit Hilfe von kolloidalem Siliziumdioxid endpolieren. Die Verwendung von Aluminiumoxid bringt in der Regel ein schlechteres Ergebnis, jedoch gibt es Fälle, bei denen ein Aluminiumoxidprodukt wie die MasterPrep für das Endpolieren verwendet werden sollte. Wie zuvor erwähnt, bezieht sich das auf die Betrachtungsweise bzw. auf den Betrachtungsschwerpunkt. Ein Beispiel für die entsprechende



Microsection of the Pb Solder Connection, 200x

Verwendung der MasterPrep Tonerde wäre, wenn ein Siliziumplättchen mit Leiterbahnen aus vernickeltem Kupfer plattiert ist und ein Zinnlot von Interesse ist. Welches Material ist wichtig und welches kann vernachlässigt werden? In diesem Fall wird normalerweise nicht das Silizium, sondern eher die Plattierung und die Kontaktierung untersucht. Ein Problem wäre das Zuschmieren der Schichten, welches zur Folge hätte, dass diese nicht klar voneinander unterschieden und vermessen werden könnten (siehe Methode für Cu und Ni).

Für den Fall, dass Silizium mit metallischen Schichten untersucht werden soll, kann die Methode in Tabelle 34 angewandt werden. Es sollte also ganz genau darauf geachtet werden, welches Endpoliermedium verwendet wird. Wie wir nun wissen, lässt sich Aluminium sehr gut chemisch-mechanisch polieren, aber bei Vorhandensein von Titan oder Titan-Wolfram werden sehr schnell unterschiedliche Abtragsraten der Metalle bemerkbar. Durch den Einsatz von kolloidalem Siliziumdioxid bei hitzebeständigen Metallen und dem Aluminium haben Sie sehr schnell eine Reliefbildung und können die Aluminiumbahnen aufgrund der hohen Abtragsgeschwindigkeit nur noch leicht im Hintergrund wahrnehmen, während das Titan im Vordergrund steht. Um dem entgegenzuwirken, kann eine 1 µm Diamantpolierstufe als Endpolierstufe eingesetzt werden.

Tabelle 47: 5-Stufen Methode für elektronische Komponenten

Oberfläche	Abrasive / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	3 [13]	150		Hit the edge of the target
TexMet P	9 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		5:00
VerduTex	3 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		3:00
VerduTex	1 µm MetaDi Supreme Diamantsuspension*	5 [22]	150		3:00
ChemoMet	0,05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	3 [13]	150		1:30

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Measurement & Analysis Applications, Coating Layer Thickness
Härteprüfung	N/A

Bei der Untersuchung eines Bleilotes in elektronischen Bauteilen kann eine Unterteilung in zwei Gruppen vollzogen werden. Die erste Gruppe sind eutektische oder eutektischnahe Bleilote, welche dazu tendieren duktil zu sein, so dass sie sehr gut mit der Methode in Tabelle 35 präpariert werden können. Pasten enthalten eine Wachsbasis, welche das Eindringen von Diamanten bei duktilen Materialien reduziert. Dabei sollte darauf geachtet werden, dass nicht zuviel Schmiermittel verwendet wird. In den meisten Fällen sind einige Tropfen Metadi Fluid ausreichend und beeinträchtigen das Endergebnis nicht.



Pb-Free Solder in Plated Through Hole, 200x.

Die zweite Gruppe betrifft Bleilote im Hochtemperaturbereich (90% bis 97% Blei). Diese sind schwierig zu präparieren und erfordern ein genaues Arbeiten. Dies ist besonders dann der Fall, wenn noch andere Materialkomponenten vorhanden sind. Die mechanischen Eigenschaften der harten Keramik erfordern eine aggressive Schleif- und Poliertechnik, welche Schleifpartikel in das Lotmaterial eindrückt. Siliziumkarbidschleifmittel sind eine schlechte Wahl zum Schleifen dieser Materialien. Beim Schleifen des harten Bauteils brechen die scharfen SiC-Partikel des Schleifpapiers und hinterlassen längliche, tiefe Risse im SiC-Grundmaterial. Ebenfalls können sich gelöste SiC-Körner in das Lotmaterial eindrücken. Zudem wird das keramische Paket nicht wirksam abgetragen und produziert deshalb sehr hohe Kantenabrundungen am Übergangsbereich zum Lotmaterial. Das Arbeiten mit Diamantkörnung ist hierbei unerlässlich, da die eingedrückten Diamanten aufgrund ihrer Form wieder leichter zu entfernen sind und zusätzlich einen planen Schliff erzeugen.

Durch den Einsatz der ApexHercules S und der Diamantpaste können ausgezeichnete Oberflächen bei hohen Abtragsraten erzielt werden.

Beim Polieren von Hochtemperaturloten (mit Keramik) werden oft unerwünschte abgerundete Kanten produziert. Dieses Problem kann nicht vollkommen eliminiert werden. Das Prinzip des Materialabtrages kann dabei nur gering beeinflusst

werden, da es normal ist, dass weichere Materialien schneller abgetragen werden als harte, spröde Materialien. Durch Verwendung von harten Poliertüchern kann dem entgegengewirkt werden, jedoch besteht dann das Problem, dass sich weitaus mehr Diamantpartikel in das Lotmaterial eindrücken. Eine wirkungsvolle Präparationstechnik ist ein Wechselschleifen (Schleifen-Polieren-Schleifen-Polieren). Bei dieser Technik folgt nach dem Schleifen die gewohnte Polierstufe auf mittelfloorigen Poliertüchern und anschließend wieder eine Schleifstufe mit etwas feineren Schleifkörnern. Dieser Prozess wird angewandt, um die Kanten zu bewahren und eingedrückte Schleifpartikel wieder zu entfernen (durch Polieren). Erst durch den Einsatz der Endpolitur kann ein gutes Ergebnis erzielt werden. Die Methode in Tabelle 47 zeigt den Einsatz einer solchen Präparationstechnik.

TIPPS ZUR PRÄPARATION VON MATERIALIEN DER ELEKTRONIK

Zu Beginn sollte überlegt werden, welcher Bereich von Interesse ist. Erst dann kann auch das dafür geeignete Endpoliermittel gezielt ausgewählt werden. Beispielsweise die chemisch-mechanische Politur mit kolloidalem Siliziumdioxid wie MasterMet und MasterMet 2 produzieren ideale Ergebnisse bei Silizium, Glas, Oxiden, Aluminium und Kupfer. Dies funktioniert jedoch nicht bei Nickel und Gold, sondern verschmiert nur die Oberfläche. Bei den chemisch beständigen Materialien sollte MasterPrep verwendet werden, um eine plane, kratzerfreie Oberfläche erzeugen zu können.



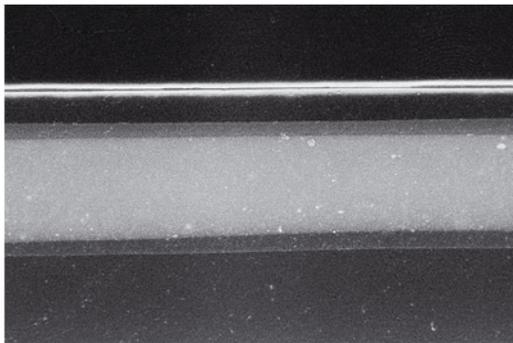
Polymere

POLYMERE

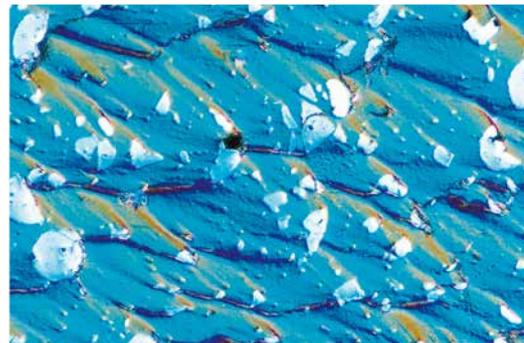
Plastik und Polymere sind normalerweise ziemlich weich. Viele verschiedene Trennverfahren können dabei verwendet werden. Eine scharfe Rasierklinge, ein scharfes Skalpell oder sogar eine Schere kann verwendet werden. Mikrotomschnitte finden ebenfalls Anwendung beim Trennen dieser Materialien. Da es sich beim Mikrotomschnitt um einen Dünnschnitt handelt, werden die Proben zuvor mittels flüssigem Stickstoff vereist. Es könnte Sägen benutzt werden. Auch im Kunststoff können durch das Trennen Schäden im Material hervorgerufen werden. Das beste Oberflächengüte wird mittels Präzisionstrennmaschinen erzielt. Buehler

bietet Ihnen zudem eine speziell für das Trennen von Polymerwerkstoffen entwickelte Diamant-trennscheibe (30HC).

Die Oberflächenqualität kann vom Schleifen und Polieren beeinträchtigt werden. Deshalb sollten die Proben zu Beginn kalt eingebettet werden, da das Warmeinbettverfahren die Probeneigenschaften ändern oder zerstören kann. Um einen guten Kontrast zwischen den Proben und dem Einbettmaterial zu erhalten, sollten keine transparenten Einbettmaterialien verwendet werden. Durch den Einsatz von EpoColor (oder Buehler Farbpigment) mit seiner tief roten Farbe kann ein ausgezeichneter Farbkontrast zwischen der Probe und dem



Aufnahme einer Multilayerbeschichtung, eingebettet in Epoxidharz (Dunkelfeld, 100x)



Aufnahme einer hochdichten Polyethylenprobe mit Füllmaterial (weisse Partikel) (ungeätzt, Nomarski DIC, 100x)

Tabelle 48: 6-Stufen Methode für Polymere

Trennen		Präzisionstrenner mit Diamanttrennscheibe 30HC, empfohlen für Kunststoffe				
Einbetten		Kalteinbetten, z.B. EpoThin				
Oberfläche	Abrasiv / Größe	Druck in N je Probe	Geschwindigkeit [U/min]	Relative Rotation	Zeit [min:sek]	
CarbiMet 2	#320 [P400] SiC Wasser	4 [18]	300		bis plan	
CarbiMet 2	#400 [P600] SiC Wasser	4 [18]	300		1:00	
CarbiMet 2	#600 [P1200] SiC Wasser	4 [18]	300		1:00	
CarbiMet 2	#1200 [P2500] SiC Wasser	4 [18]	300		1:00	
TexMet C	3 µm MetaDi II Diamantpaste*	5 [22]	150		4:00	
MasterTex	0,05 µm MasterPrep Al ₂ O ₃ -Suspension	3 [13]	150		3:00	

= Arbeitsscheibe
 = Probenhalter
 *MetaDi Fluid Lubrikant nach Bedarf zufügen.

Imaging & Analysis	Manual Interactive Thickness
Härteprüfung	N/A



Einbettmaterial im Dunkelfeld oder polarisiertem Licht erzeugt werden. Da Polymere sehr leicht sind und eine geringe Dichte besitzen, können sie während der Einbettung aufschwimmen. Um dies zu verhindern, können Fotoecken oder doppelseitiges Klebeband am Boden der Einbettform aufgeklebt und die Probe darauf mittels leichtem Druck fixiert werden.

Die Präparation von Plastik und Polymeren für eine Qualitätskontrolle folgt denselben Grundprinzipien der Probenvorbereitung. In den meisten Fällen ist ein Schleifen mit feinen SiC-Körnungen ausreichend. Ist jedoch die Planheit von großer Bedeutung, so kann nach der ersten Schleifstufe auf ein hartes Poliertuch gewechselt werden. Als Polierkörnung sollte dann eine 9 µm Diamantpaste verwendet werden. Anschließend kann man nach der Methode in Tabelle 48 mit 3 µm weitermachen.

Als Schmiermittel kann Wasser verwendet werden. Nur wenige Polymerwerkstoffe reagieren darauf empfindlich. In einem solchen Fall kann dann Metadifluid eingesetzt werden. Das Eindringen von Schleifpartikeln bei sehr weichen Materialien kann ebenfalls ein Problem sein (zu beheben mit Diamantpaste). ASTM E 2015 (Standard Guide for Preparation of Plastics and Polymeric Specimens for Microstructural Examination) beschreibt einige Präparationsmethoden für unterschiedliche Polymerwerkstoffe. Tabelle 48 zeigt eine Methode für die Vorbereitung der meisten Kunststoffe und Polymerwerkstoffe auf. Je nach der Schnittqualität des Materials und der Rauheit der Oberfläche, kann mit einem P600 oder mit einem P1200 SiC-Schleifpapier begonnen werden.

Wenn die Planheit entscheidend ist, kann alternativ ein TexMet Tuch mit MasterPrep in der Endstufe Anwendung finden (40 N Druck je Probe, 120-150 U/min, Gegenlauf für 3 Minuten).

TIPPS ZUR PRÄPARATION VON POLYMEREN

Polymere verfügen oftmals über die gleiche Farbe wie das Einbettmaterial (mikroskopisch). Das macht eine Unterscheidung schwierig. Der Einsatz von Farbpigmenten kann helfen, das Problem zu lösen.

Polymere und Kunststoffe können evtl. mit Wasser reagieren. In diesem Fall sollte zu Suspensionen auf Ölbasis gewechselt werden.

Ätzen

ÄTZEN

Das metallographische Ätzen umfasst alle Prozesse, um besondere strukturelle Merkmale eines Materials zum Vorschein zu bringen, die im polierten Zustand nicht erkennbar sind. Die Überprüfung nicht geätzter Proben kann strukturelle Merkmale wie Porosität, Risse und Einschlüsse hervorbringen. Viele dieser Merkmale werden mittels Bildanalyse im ungeätzten Zustand erfasst und ausgewertet. Eine Ätzung kann unerwünschte Nebenerscheinungen hervorrufen und eine Bildanalyse erschweren oder unmöglich machen. Ein klassisches Beispiel ist die Reinheitsgraduntersuchung in Stahl oder die Graphituntersuchung. Nichtmetallische Einschlüsse sind in allen Metallen vorhanden, nicht nur in Stählen. Viele intermetallische Phasen und Nitride können im polierten Zustand erfolgreich untersucht werden.

Bei Nichteisenlegierungen, die ein hexagonales Raumgitter aufweisen (Beryllium, Hafnium, Magnesium, Titan, Uran und Zirkon), kann die Korngröße im polierten Zustand mit Hilfe eines optischen Kontrastverfahrens (polarisiertes Licht) sichtbar gemacht werden.

Die Abbildung unten zeigt die Mikrostruktur einer kaltgezogenen Zirkonium Probe in polarisiertem Licht. Dieses Verfahren produziert eine Kornfärbung anstatt einer kategorisch geätzten Probe, wo nur die Korngrenzen dunkel sind.

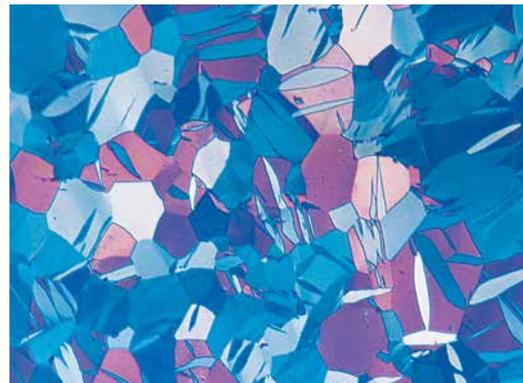
Ätzverfahren

Die mikroskopische Untersuchung wird normalerweise auf eine Maximalvergrößerung von 1000x beschränkt, bei der die Grenzen der Auflösung erreicht werden, es sei denn, Ölimmersionsobjektive finden Anwendung. Durch die Verwendung von Bildanalysesystemen kann die Optik verbessert werden, obwohl die Auflösung immer noch bei max. 0,2 - 0,3 μm liegt. Eine mikroskopische Untersuchung einer richtig präparierten Probe offenbart eindeutig strukturelle Merkmale wie Korngröße, Ausscheidungen sowie die Form und Größe von Phasen und Einschlüssen. Durch die Untersuchung der Mikrostruktur kann festgestellt werden, welche mechanische oder thermische Behandlung das Metall durchlaufen hat. Viele dieser Untersuchungen sind genormt (ASTM und andere Standards) und in vielen Bildanalysesystemen zur Auswertung integriert.

Das Ätzen wird durch Eintauchen, Wischen oder elektrolytisch mit einer geeigneten chemischen Lösung durchgeführt, die im Grunde genommen selektive Korrosion produziert. Wischätzen wird bevorzugt für jene Metalle und Legierungen verwendet, die eine Oxidschicht auf der Oberfläche aufbauen und ein Ätzen schwieriger machen. Dar-

unter fallen Werkstoffe wie rostfreier Stahl, Aluminium, Nickel, Niob, Titan und deren Legierungen. Um ein Zerkratzen der Probe zu vermeiden, sollte kosmetische Watte benutzt werden. Die Ätzzeiten variieren je nach verwendetem Ätzmittel und der Korrosionsbeständigkeit der Werkstoffe. Im Allgemeinen sollte die Ätzstärke bei Mikrountersuchungen schwächer sein, während für Makrountersuchungen eine stärkere Ätzung benötigt wird. Einige Ätzmittel können selektiv ätzen und nur einzelne Phasen darstellen. Die verwendeten Ätzmittel stammen aus den Büchern, die im Literaturnachweis 1-3, 9, und ASTM E 407 zu finden sind.

Ätzmittel, welche die Korngrenzen sichtbar machen, sind für eine erfolgreiche Bestimmung der Korngröße sehr wichtig. Korngrenzenätzmittel sind in den Büchern [1-3, 9] zu finden. Problemlösungen bei der Entwicklung von Korngrenzen, insbesondere bei der Ätzung auf primären Austenitkorngrenzen, sind in den Büchern [2, 10 und 11] zu finden.



Mechanische Zwillinge in einer reinen kaltgezogenen Zirkonium Probe, betrachtet mit polarisiertem Licht (200x)

Selektives Ätzen

Die Gefügedeutung wird erleichtert, wenn das Ätzmittel einen guten Kontrast der Phasen schafft. Tausende von Ätzmitteln wurden in den letzten Jahren entwickelt, jedoch gibt es nur wenige, die in der Praxis Anwendung finden. Obwohl die Auswahl des Ätzmittels und seine richtige Anwendung ein wichtiger Punkt ist, gibt es nur wenige Veröffentlichungen, in denen dieses Problem behandelt wird [12-14]. Selektives Ätzen bedeutet das Anätzen oder Färben einer bestimmten Phase und ist in den Büchern [1-3, 9, 13 und 14] aufgeführt. Stansbury [15] hat das potentiostatische Ätzen beschrieben und listet eine Vielzahl von unterschiedlichen selektiven Ätzmethoden in seinem Buch auf. Durch die Potentialeinstellung ist eine definierte Ätzung einzelner Phasen möglich. Viele Farbätzmittel können aufgrund der anodischen oder kathodischen Wirkungsweise im Gefüge ein selektives Ätzen bewirken. Farbätzmittel sind in vielen Veröffentlichungen [1-3, 16-21] aufgelistet und näher erläutert.

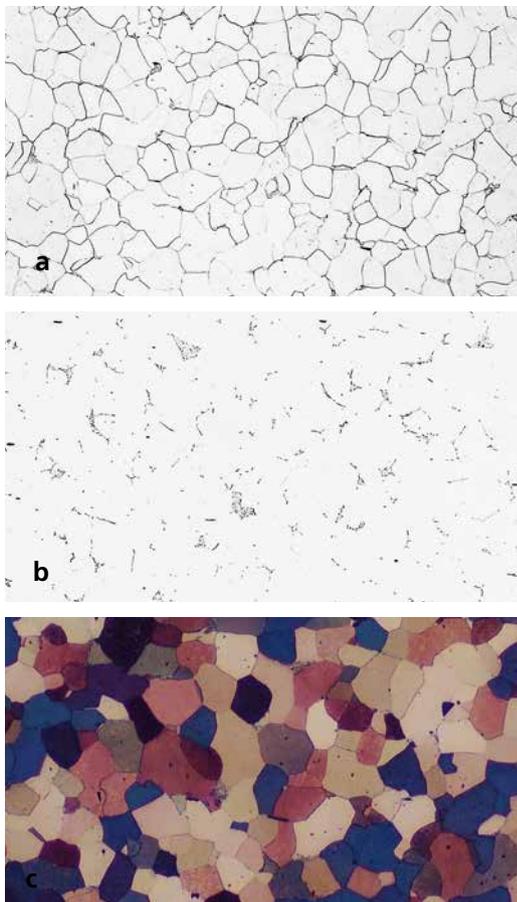
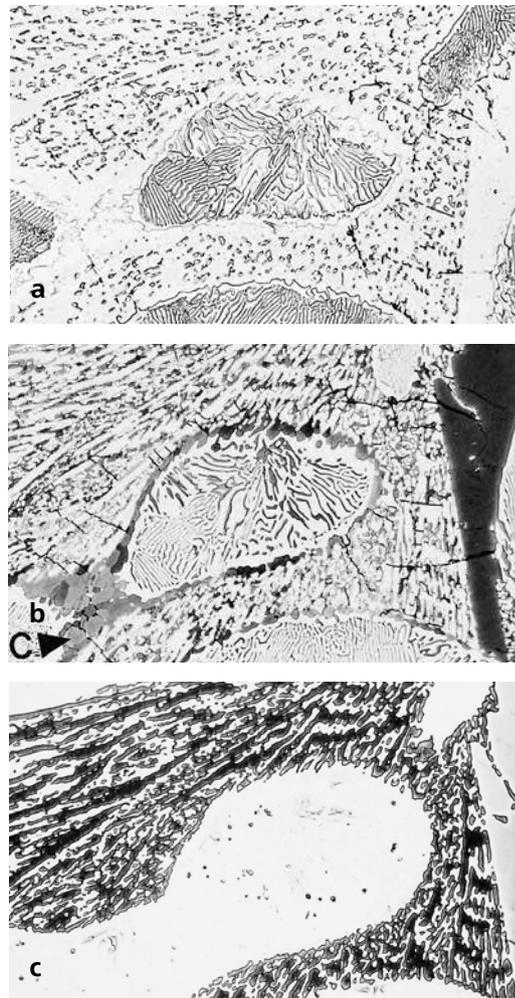


Abbildung 31. Gefügeaufnahme eines niedrig legierten Kohlenstoffstahls, geätzt mit (a, oben) 2% Nital, (b, Mitte) 4% Pikral und (c, unten) Beraha Farbätzung (100 ml Wasser, 10 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ und 3 g $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) (100x)

Ein klassisches Beispiel für das unterschiedliche Wirken von Ätzmitteln wird in der folgenden Bildserie gezeigt, bei der ein niedrig legierter Kohlenstoffstahl mit Nital, Pikral und einer Farbätzung angeätzt wird. Bei einer 2%-igen Nitalsäure zeigen sich die Ferritkorngrenzen und der Zementit. Einige Korngrenzen fehlen oder sind nur schwach ausgebildet. Durch die Verwendung von 4%-iger Pikralsäure wird der Zementit gut ausgeprägt, wobei die Ferritkorngrenzen nicht geätzt werden. Je nach Applikation, kann so ein selektives Ätzen durchgeführt werden. Durch die Verwendung einer Farbätzung nach Beraha (oder Klemm I) wird der komplette Schliff gleichmäßig und farbig angeätzt und kann so recht einfach zur Korngrößenbestimmung verwendet werden.



Tenär eutektische Mikrostruktur ($\alpha\text{-Fe}_2\text{C-Fe}_3\text{P}$) in Grauguß (a), geätzt mit Pikral und Nital zur Darstellung der Phasen. Proben zum Sichtbarmachen des Zementit, mit kochendem Natriumpikrat geätzt (b). Probe geätzt mit kochender Murakami Lösung (c) zum Färben der Phosphide (200x)

Ätzen

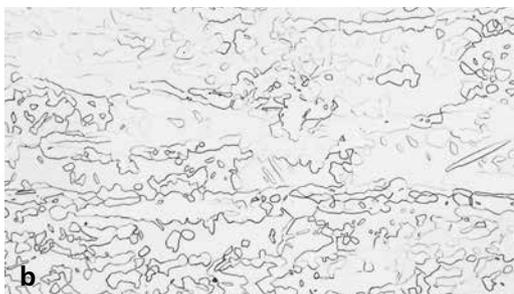
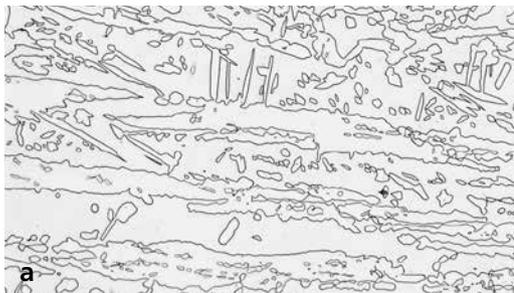
Die Abbildungen auf der Seite links zeigen ein komplexeres Beispiel für das selektive Ätzen. Die Aufnahme zeigt einen Grauguss mit Ferrit, Zementit und tenären Phosphiteutektikum. Durch Ätzen mit Nital und Pikral wird das Eutektikum, welches von Perlit umgeben ist, entwickelt (Abbildung a). Abbildung b zeigt das Ätzverhalten mit kochender Natriumpikratlösung. Dadurch werden der vorhandene Zementit und der Perlit gefärbt. Durch Verwendung der Ätzlösung nach Murakami (Abbildung c), wird das Eisenphosphit dunkel und der Zementit hell angeätzt. Der Ferrit kann durch Verwendung von Klemm I farbig dargestellt werden.

Selektives Ätzen wird auch bei der Identifizierung von Ferrit, Delta-Ferrit und der Sigma-Phase in Dualphasenstahl eingesetzt. Die Abbildungen dieser Seite zeigen Ätzbeispiele bei warmgewalztem und anschließend geglähten Dualphasenstahl. Abbildung (a) zeigt einen geätzten Dualphasenstahl nach der Verwendung von 15% HCl (30 min). Alle Phasengrenzungen werden dabei klar dargestellt, aber es gibt keinen Unterschied zwischen Ferrit und Austenit. Eine Zwillingsbildung ist ebenfalls nicht vorhanden.

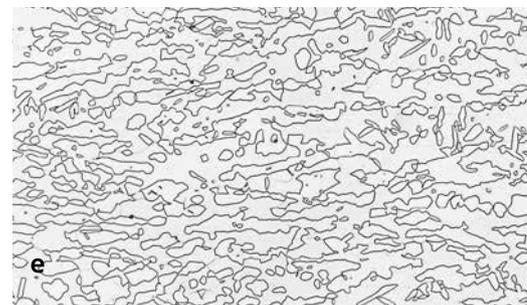
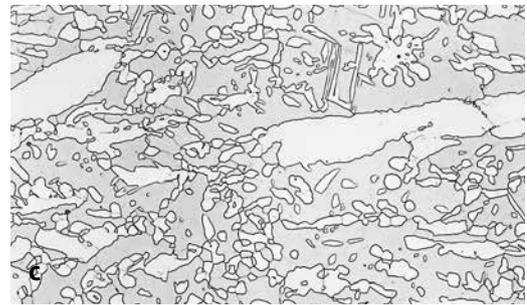
Glyceresia, ein beliebtes Ätzmittel für rostfreie Stähle, war für dieses Beispiel nicht geeignet, da es die Proben nur sehr leicht anätzt (Abbildung b).

Viele elektrolytische Ätzmittel sind für rostfreie Edelmehle verwendet worden, aber nur einige haben selektive Ätzmerkmale. Von den in den

Abbildungen (c) bis (f) gezeigten Ätzversuchen bildet nur die 60% wässrige Salpetersäure einen Kontrast zwischen den Phasen und selbst das nur schwach. Alle Lösungen sind jedoch in der Lage, die Phasengrenzen deutlich zu machen.



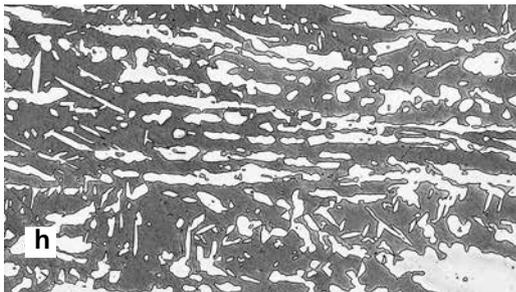
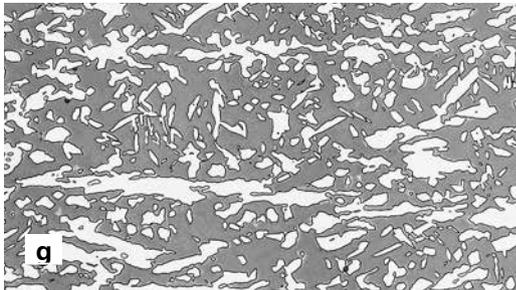
Mikrostruktur eines Duplexstahls, entwickelt mit (a, oben) alkoholischer 15% HCl, tauchgeätzt (30 min) und (b, unten) wischgeätzt mit Glyceregia Ätzmittel (2 min) (200x)



Elektrolytisch geätzte Mikrostruktur in Duplexstahl mit (c) wässriger 60% HNO₃ (1 V, 20 s), (d) wässriger 10% Oxalsäure (6 V, 75 s), (e) wässriger 10% CrO₃ (6 V, 30 s) und (f) mit wässriger 2% H₂SO₄ (5 V, 30 s) (200x)

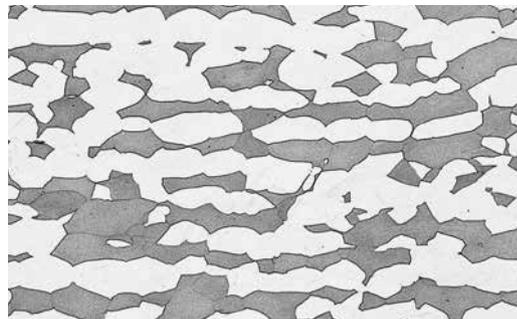
Ätzen

Die für Abbildung g und h verwendeten Ätzmittel werden oftmals für die Phasenidentifikation in Duplexstählen verwendet, da diese die Phasen farblich anätzen. Eine 20% wässrige Natriumhydroxidlösung (Abbildung g) reicht normalerweise zum Ätzen aus. Durch die Verwendung kann der Ferrit einfach identifiziert werden (angefärbt). Die Ätzmittel nach Groesbeck und Murakami wurden ebenfalls verwendet. Abbildung (i) zeigt das Ätzergebnis nach Verwendung des Beraha Ätzmittels, bei dem der Ferrit schön farblich rot eingefärbt wird.

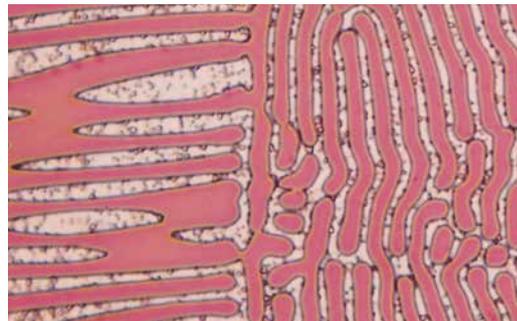


Selektives Anätzen in Duplexstahl mit
(g) wässrige 20% NaOH (4 V, 10 s)
(h) wässriger 10% KOH, (3 V, 4 s)
(i) Tauchätzen nach Beraha (100 ml Wasser, 10 ml HCl und 1 g $K_2S_2O_8$)
200x

Selektive Ätztechniken sind nicht nur auf eisenbasierte Legierungen beschränkt, obwohl diese sich gründlicher entwickelt haben als in den anderen Legierungssystemen. Selektives Ätzen ist auch bei der Unterscheidung der Betaphase in Alpha-Beta Kupferlegierungen ein beliebtes Thema. Die Abbildung unten zeigt die Färbung der Betaphase in Naval-Messing (UNS 46400) mit Hilfe der Klemm I Lösung. Selektives Ätzen hat ebenfalls eine lange Historie bei der Kennzeichnung von intermetallischen Phasen in Aluminiumlegierungen. Diese Methode wurde viele Jahre lang vor der Entwicklung der energiedispersiven Spektroskopie (EDS) verwendet und findet nach wie vor bei der Phasenidentifikation Anwendung. Die Abbildung darunter zeigt eine Ätzung der Theta-Phase $CuAl_2$ in einer Al-33% Cu eutektischen Legierung.



Gefärbte Beta-Phase in Naval-Messing (Cu-39.7% Zn-0.8% Sn) durch Tauchätzen nach Klemm I (200x)



Theta-Phase ($CuAl_2$) gefärbt im α -Al/ $CuAl_2$ Eutektikum einer Al-33% Cu Gussprobe. Probe tauchgeätzt nach Lienard und Pacque (200 mL Wasser, 1 g Ammonium molybdate, 6 g Ammoniumchloride) bei 1000x

Ätzen

Als letztes Beispiel zeigen die folgenden Abbildung die Struktur eines einfachen WC-Co Schneidwerkzeugs. Im polierten Zustand (Abbildung a) ist der Kobaltbinder und die graue Wolframkarbidstruktur sichtbar. Ebenfalls sind kleine Graphitpartikel zu erkennen. Abbildung (b) zeigt eine Reliefpolitur und die Phasen sind gut zu erkennen, jedoch ist dieses Ergebnis nicht für die Bildanalyse zu gebrauchen. Wie Abbildung (c) zeigt, kann durch die Verwendung von gesättigter Salzsäure-Eisen-

chlorid Lösung Abhilfe geschaffen werden. Die gesättigte Lösung bietet eine gute Unterscheidung der Phasen durch Angriff der Kobaltphase. Durch Verwendung der Murakami-Lösung werden die Binderphase und die Karbidkorngrenzen angeätzt (Abbildung d).

Elektrolytisches und anodisches Ätzen

Das elektrolytische Ätzverfahren ist identisch mit dem Elektropolieren, jedoch sind die Spannungen hierbei kleiner. Die Probe wird hierbei als Anode (Opferanode) geschaltet und relativ unlösliche Materialien wie Platin, Graphit oder Edelstahl dienen als Kathode. Beide Elektroden befinden sich zusammen mit einer Ätzlösung (Elektrolyt) in einem Gefäß. Durch die unterschiedlichen Potenziale wird die anodisch geschaltete Probe angeätzt. Das elektrolytische Ätzen kann für die meisten Materialien eingesetzt werden. NE-Einschlüsse werden oftmals herausgeätzt.

Eine Abwandlung des elektrolytischen Ätzens ist das Anodisieren von Materialien. Hierbei kann ein direktes Anätzen oder ein Aufbau von Deckschichten erzielt werden. Das ist dann der Fall, wenn die aus der Schliifffläche austretenden Metallionen mit Ionen des Elektrolyten zu unlöslichen Bestandteilen reagieren und sich auf den Körnern niederlassen. Die dabei entstehende Schichtdicke ist abhängig von der Kornorientierung sowie der Zusammensetzung des Materials. Ein durch Anodisierung entwickeltes Gefüge ist oftmals unter dem Mikroskop nicht sichtbar. Erst durch Verwendung eines Polarisationsfilters kann die Deckschicht kontrastreich dargestellt werden. Die Verwendung eines Polfilters wird daher insbesondere bei Materialien mit hexagonalen Raumgittern empfohlen. Typische Materialien für das Anodisieren (hexagonal) sind Aluminium, Tantal, Titan, Wolfram, Uran, Vanadium und Zirkon [2]. Die Abbildung oben zeigt die Kornstruktur einer 5754 Aluminiumlegierung, die mit dem Ätzmittel nach Barker anodisiert und unter Verwendung des Polfilters dargestellt wurde.

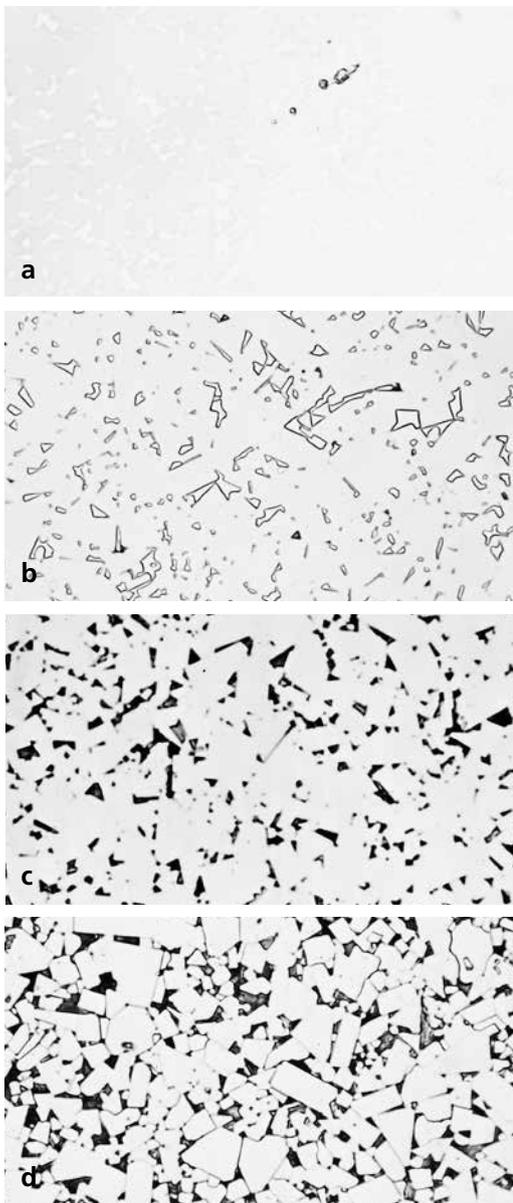


Abbildung 36. Darstellungen der Mikrostruktur eines WC-Co Schneidwerkzeuges zeigen den Graphit (a) im polierten Zustand und (b) den Kobaltbinder durch Reliefpolieren. (c) wurde geätzt nach Chaporova (HCl gesättigt mit FeCl₃) um die Kobaltphase zu färben. (d) Zeigt die Umrandung der WC-Körner durch Anätzung mit Murakami (1000x)



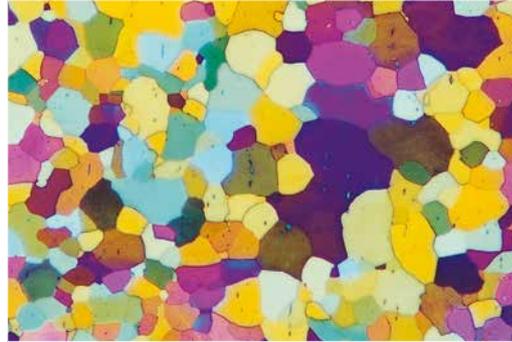
Kornstruktur einer 5754 Aluminiumlegierung durch Anodisierung nach Barker (30 V, 2 min) betrachtet unter polarisiertem Licht (100x)

Thermisches Ätzen

Das thermische Ätzen findet in der Praxis der Metalle selten Anwendung. Keramiken werden jedoch häufig thermisch geätzt. Die Probe wird bei diesem Verfahren getönt [2] und bietet einen ausgezeichneten Farbkontrast zwischen Bestandteilen und Körnern. Er beruht auf der Einstellung des Gleichgewichtszustandes der Oberflächen- und Grenzflächenenergien, die durch Diffusionsvorgänge möglich werden. Dabei wird die Probe bei einer definierten Temperatur im luftdichten Ofen so lange gehalten, bis sich eine Oberflächen- oder besser Kornflächenfärbung einstellt. Die dabei auftretenden Schichtdicken betragen etwa 30-500 nm. Natürlich kann die thermische Gefügeentwicklung die Mikrostruktur nicht ändern. Die richtige Temperatur muss vorher beim Versuch bestimmt werden. Das Verfahren ist reproduzierbar und zuverlässig. Die Abbildung rechts zeigt die Kornstruktur einer Reintitanprobe.

Interferenzschichten-Kontrastierung

Die Interferenzschichten-Methode [2] wurde von Pepperhoff im Jahr 1960 entwickelt und beinhaltet den Ablauf vom reaktiven Sputtern, bei dem ebenfalls eine dünne Metalloxidschicht auf der Mikrostruktur der Probe aufgebaut wird. Sehr geringe Kontrastunterschiede zwischen dem natürlichen Reflexionsvermögen der Bestandteile und der Grundmasse können bei dieser Methode um ein Vielfaches verbessert werden. Geeignete Materialien für die Interferenzschichten-Methode sind im Anhang [22, 23] zusammengefasst. Die Technik ist universell anwendbar, erfordert aber eine Gasreaktionskammer, die mit Sauerstoffatomen von 10^{-2} mbar eine Gasentladung erzeugen kann.



Kornstruktur einer geglühten Reintitanprobe, thermisch geätzt, polarisiertes Licht (100x)

TIPPS ZUM ÄTZEN

Viele Ätzmittel werden für Wisch- oder Tauchätzen verwendet. Wischätzen wird für solche Proben bevorzugt, die ein Schutzoxid auf der Oberfläche besitzen (Al, Ni, Cr, rostfreier Stahl, Ti und Zr). Bei Verwendung einer Farbätzung sollte jedoch keine Wischätzung eingesetzt werden, da die Schicht zerstört werden kann. Die Ätzlösung nach Keller wird zur Entwicklung der Korngröße verwendet und funktioniert nur durch Tauchätzung. Bei einer Wischätzung kann das Gefüge nicht entwickelt werden. Viele Ätzmittel und die darin enthaltenen Chemikalien stellen potentielle Gesundheitsrisiken für den Benutzer dar. ASTM E 2014, das Standardwerk für metallographische Laborsicherheit, beschreibt viele der auftretenden Probleme und wie man sie vermeiden kann.

Anmerkung zu den Ätzmitteln auf den folgenden Seiten:

Es sollte immer destilliertes Wasser verwendet werden. Die angegebenen Ätzmittel beziehen sich auf die chemisch reine Konzentration. Ätzmittel können sehr gefährlich sein und bei der Verwendung von neuen Ätzmitteln sollte ein Chemiker hinzugezogen werden. ASTM E 2014, ein Standardwerk für metallographische Laborsicherheit, ist eine nützliche Referenz für den Umgang und Handhabung von Chemikalien.

Ätzen

Ätzmittel für Metalle und Nichteisenmetalle

LEICHTMETALLE - Aluminium und seine Legierungen

Zusammensetzung	Bemerkungen
1. 95 ml Wasser 2.5 ml HNO ₃ 1.5 ml HCl 1.0 ml HF	Kellers Ätzmittel, häufig verwendet zum Ätzen von Aluminium und dessen Legierungen, insbesondere Si-haltige Legierungen. Tauchätzen 10-20 s, Abspülen in warmem Wasser. Zur Kontraststeigerung kann ein anschließendes Eintauchen in konz HNO ₃ erfolgen. Ätzmittel geeignet für Korngrenzenätzung.
2. 90-100 ml Wasser 0.1-10 ml HF	Universelles Ätzmittel. Greift FeAl ₃ Phase an. Wischätzen 5-60 s. Die 0.5% Konzentration ist sehr beliebt für das Korngrenzenätzen.
3. 84 ml Wasser 15.5 ml HNO ₃ 0.5 ml HF 3 g CrO ₃	Graff und Sargents Ätzmittel, für Korngrößen in 2XXX, 3XXX, 6XXX und 7XXX Gusslegierungen. Tauchätzen 20-60 s, bis sich eine leichte Färbung einstellt.
4. 1.8 % Fluoroborsäure in Wasser	Anodisieren nach Barker für Kongrenzen. 30-45 V, 20 s - 2 min. Für die meisten Legierungen mit einem Cu-Gehalt unter 2,5 %. Abspülen in warmem Wasser (nicht wischen). Betrachtung unter polarisiertem Licht.
5. 4 g KMnO ₄ 1 g NaOH 100 ml Wasser	Weck's tint etchant for Al and Al alloys, a very popular etchant for general purpose, especially good for reveal the grain of wrought alloys. Immerse sample for 15-20 seconds and gently wave the sample until the surface is colored.

Magnesium und seine Legierungen

Zusammensetzung	Bemerkungen
6. 25 ml Wasser 75 ml 3-5 Ethyleneglycol 1 ml HNO ₃	Glycol Ätzmittel, verwendbar für Magnesium und Legierungen. Wischätzen. Sekunden bis 2 Minuten.
7. 19 ml Wasser 60 ml Ethyleneglycol 20 ml Essigsäure 1 ml HNO ₃	Essig-Ätzmittel für Magnesium und Legierungen. Wischätzen 10-30 s. Entwickelt Korngrenzen in lösungsgeglühten und Gussmaterialien.
8. 100 ml Ethanol 10 ml Wasser 5 g Pikrinsäure	Für Magnesium und Legierungen. Frisch verwenden. Wischätzen 15-30 s. Produziert Korngrenzenkontrast..

NIEDRIG SCHMELZENDE METALLE- Sb, Bi, Cd, Pb, Sn und Zn

Zusammensetzung	Bemerkungen
9. 100 ml Wasser 30 ml HCl 2 g FeCl ₃	Für Sb, Bi und Legierungen. Tauchätzen Sekunden bis Minuten.
10. 100 ml Wasser 25 ml HCl to a 8 g FeCl ₃	Für Sb-Pb, Bi-Sn, Cd-Sn, Cd-Zn, und Bi-Cd Legierungen. Tauchätzen, Ätzzeit kann einige Minuten betragen.
11. 95-99 ml Ethanol 1-5 ml HNO ₃	Für Cd, Cd Legierungen, Sn, Zn Legierungen, Pb Legierungen, Bi-Sn Legierungen. Bi-Cd Legierungen. Pb Legierungen. Bei Bildung einer starken Niederschlagsschicht kann die Probe mit 10% alkoholischer HCl gereinigt werden. Sekunden bis Minuten.
12. 100 ml Wasser 10g Ammoniummolybdat 10 g Zitronensäure	Pollack's Ätzmittel für Pb Legierungen. Tauchätzen, 15 - 30 s Andere Zusammensetzungen sind: 100 ml: 9 g: 15g und 100 ml: 10 g: 25 g.
13. 100 ml Wasser 2 ml HCl 10 g FeCl ₃	Für Sn-basiertes Lager oder Weißmetall. Tauchätzen bis 5 Minuten.
14. 200 ml Wasser 40 g CrO ₃ 3 g Na ₂ SO ₄	Palmerton Ätzmittel für reines Zn und Legierungen. Tauchätzen bis 3 Minuten. Reinigung in 20% wässriger CrO ₃ Lösung.
15. 200 ml Wasser 10 g CrO ₃ 1 g Na ₂ SO ₄	Modifiziertes Palmerton Ätzmittel für Zn Gusslegierungen. Tauchätzen wenige Sekunden. Reinigung in 20% wässriger CrO ₃ Lösung.
16. 50 ml Stammlösung* 1 g K ₂ S ₂ O ₅	Klemm I Ätzmittel für Zn und lean alloys. Probe ins Ätzmittel eintauchen und sanft bewegen, bis sich der Farbniederschlag bildet, normalerweise nach 30 sek.

* Stammlösung: Kaltgesättigte wässrige Na₂S₂O₅ Lösung

Ätzmittel für Metalle und Nichteisenmetalle

REFRAKTÄRMETALLE - Ti, Zr, Hf, Cr, Mo, Re, Nb, Ta, W und V

Zusammensetzung	Bemerkungen
17. 100 ml Wasser 1-3 ml HF 2-6 ml HNO ₃	Kroll Ätzmittel für Titanlegierungen. Wischätzen 3 - 10 s. Korngrenzenätzung
18. 200 ml Wasser 1 ml HF	Für Ti, Zr und Legierungen. Wisch- oder Tauchätzen. Higher concentrations can be used but are prone to staining problems.
19. 30 ml Milchsäure 15 ml HNO ₃ 30 ml HF	Titanlegierungen. Wischätzen 30 s. Gut bei Alpha-Beta Gefügen. Frisch verwenden, nicht aufbewahren! Gut geeignet für Alpha-Beta Legierungen.
20. 30 ml HCl 15 ml HNO ₃ 30 ml HF	Für Zr, Hf, und Legierungen; Wischätzen 3-10 s, oder Tauchätzen bis 120 s.
21. 45 ml H ₂ O (H ₂ O ₂ oder Glycerin) 45 ml HNO ₃ 8-10 ml HF	Cains chemische Politur und Ätzmittel für Hf, Zr und Legierungen. Kann weiter mit 3-5 Teilen Wasser verdünnt werden. Chemische Politur und Ätzung ca. 20 s and alloys. Unter polarisiertem Licht betrachten.
22. 60 ml HCl 20 ml HNO ₃	Regia Wasser. Für Cr und Legierungen. Tauch- oder Wischätzen bis 60 s. Arbeiten unter der Abzugshaube zwingend notwendig. Lösung nicht aufbewahren.
23. 30 ml HCl 45 ml Glycerin 15 ml HNO ₃	Modifizierte "Glyceria". Für Cr und Legierungen. Tauchätzen bis zu einigen Minuten. Frisch verwenden, nicht aufbewahren.
24. 100 ml Wasser 10 g KOH oder NaOH 10 g K ₃ Fe(CN) ₆	Murakamis Ätzmittel. Für Cr, Mo, Al, Re, Ta-Mo, W, V und Legierungen. Frisch verwenden. Tauchätzen bis zu 1 Minute.
25. 70 ml Wasser 20 ml H ₂ O ₂ (30%) 10 ml H ₂ SO ₄	Für Mo-Legierungen. Tauchätzen 2min Mit Wasser abwaschen und trocknen. Tauchätzung produziert Farben, Wischätzung Entwickelt die Korngrenzen.
26. 10-20 ml Glycerin 10 ml HNO ₃ 10 ml HF	Für Mo- und Mo-Ti-Legierungen. Tauchätzen bis 5 min. Frisch verwenden, nicht aufbewahren.
27. 100 ml Wasser 5 g K ₃ Fe(CN) ₆ 2 g KOH	Für Mo-Re-Legierungen. Ätzergebnis bei 20 °C Tauchätzung am besten.
28. 50 ml acetic acid 20 ml HNO ₃ 5 ml HF	Für Nb, Ta und Legierungen. Wischätzen 10 - 30 s
29. 50 ml Wasser 14 ml H ₂ SO ₄ 5 ml HNO ₃	DuPont Nb Ätzmittel. Für Nb-Hf- und Nb-Legierungen.
30. 50 ml Wasser 50 ml HNO ₃ 1 ml HF	Für Nb-Zr- und Nb-Zr-Re-Legierungen. Wischätzen.
31. 30 ml Milchsäure 10 ml HNO ₃ 5 ml HF	Für Re- und W-Re-Legierungen. Wischätzen.
32. 10 ml HF 10 ml HNO ₃ 10-30 ml Glycerin	Für V und Leg; Korngrenzenätzung bei Ta Legierungen. Wischätzen. Gleiche Mischungsanteile bei Ta und Ta-Legierungen. Frisch verwenden, nicht aufbewahren.
33. 100 ml Wasser 50 ml Ethanol 2 g NH ₄ HF ₂	Modified Weck's tint etchant. Good etchant for Ti and Ti alloys to reveal the grain structure. Use by immersion of sample until the sample surface is colored, usually around 15-25 seconds. The color thin film formation is more uniform if gently shake the sample during the etching process. The etch artifacts produced can be eliminated using only 25ml ethanol.

Ätzen

Ätzmittel für Metalle und Nichteisenmetalle

EISEN UND STÄHLE

Zusammensetzung	Bemerkungen
34. 90-99 ml Methanol oder Ethanol 10-1 ml HNO ₃	Nital. Häufig verwendetes Ätzmittel für Reineisen, Kohlenstoffstähle, niedrig-legierte Stähle und Gusseisen. Alle Zustandsformen. Tauch- oder Wischätzen bis 1 min
35. 100 ml Ethanol 4 g Pikrinsäure	Pikral. Empfohlen für Gefüge mit Ferrit und Karbiden. Entwickelt keine Ferritkorngrenzen. Der Zusatz von 0.5-1% Zephiranchlorid verbessert das Ätzverhalten und bietet gleichmäßigeren Ätzangriff.
36. 100 ml Ethanol 5 ml HCl 1 g Pikrinsäure	Vilellaätzmittel. Gut für Ferrit-Karbid Gefüge. Erzielt Korngrenzenkontrast bei Primäraustenit. Gute Ergebnisse bei Martensit, der zwischen 300 - 500 °C angelassen wurde. Gelegentliche Entwicklung von Primäraustenit Korngrenzen in hochlegierten Stählen. Generell geeignet für Werkzeugstähle, martensitische Edelstähle.
37. Gesättigte wässrige Pikrinsäure mit Detergenz (Entspannungsmittel)	Bechet und Beaujard. Als Ätzmittel wird eine gesättigte wässrige Lösung von Pikrinsäure unter Zugabe eines Entspannungsmittels (0,5 g CuCl ₂ auf 100 ml) benutzt. Die Verweildauer des Schlifflfes im Ätzmittel kann bis zu einer Stunde betragen. Bei einer Ätzmitteltemperatur von 60 °C kann die Ätzdauer auf einige Minuten verkürzt und die Ätzwirkung verbessert werden. Primäraustenit und Korngrenzen in martensitischem Stahl
38. 150 ml Wasser 50 ml HCl 25 ml HNO ₃ 1 g CuCl ₂	Modifizierte Fry-Lösung. Für 18% Ni martensitahärtende Stähle und martensitische Edelstähle
39. 100 ml Wasser 25 g NaOH 2 g Pikrinsäure	Natriumpikrat. Bestes Ätzmittel für aufgekohlte Stähle. Schwärzt Zementit. Probe 1-15 min kochen oder elektrolytisch bei 6 V, 0.5 A/cm ² und 30-120 s ätzen. Korngrenzenätzung und teilweise Entwicklung von Primäraustenitkorngrenzen.
40. 3 parts HCl 2 parts Glycerin 1 part HNO ₃	Glyceregia. Für austenitische Stähle. Korngrenzen und Kontrastierung der Sigma-Phase und Karbide. Wischätzen und frisch verwenden. Frisch verwenden, nicht aufbewahren
41. 100ml ethanol 100ml HCl 5g CuCl ₂	Kallings Nr. 2 (wasserfreie Kalling) Für Edelstähle, insbesondere Duplexstähle. Ferrit wird stark, Karbide werden nicht und Austenit wird leicht angeätzt. Bei 20 °C durch Wisch- oder Tauchätzung anzuwenden. Kann aufbewahrt werden.
42. 15ml HCl 10ml Essigsäure 5ml HNO ₃ 2 Tropfen Glycerin	Acetic glyceregia. Frisch ansetzen und nicht aufbewahren. Verwendbar für Edelstähle.
43. 100 ml Wasser 10 g K ₂ Fe(CN) ₆ 10 g KOH oder NaOH	Murakami Ätzmittel. Erzielt bessere Ergebnisse bei ferritischen als bei austenitischen Edelstählen. Verwendbar bei 20 °C, 7-60 s. Erzielt Karbidanätzung. Sigmaphase wird zwischen 1-3 min geätzt. Bei Verwendung von 80°C heißer Lösung ändert sich das Ergebnis. Ätzzeit 2-60 min Karbide dunkel, Sigma blau, Ferrit gelb bis gelb-braun, Austenit ungeätzt.
44. 100 ml Wasser 10 g Oxalsäure	Elektrolytische Ätzlösung. 6 V Spannung. Karbide werden nach 15-30 s Korngrenzen nach 45-60 s angeätzt. Sigma kontrastiert nach 6 s 1-3 V Spannung wird ebenfalls verwendet. Karbide werden aufgelöst, Sigma-Phase wird stark, Austenit leicht und Ferrit wird gar nicht angegriffen.
45. 100 ml Wasser 20 g NaOH	Ätzlösung färbt Ferrit in Martensit. Anwenbar bei Dualphasenstählen (Edelstahl). 3-5 V, 23 °C, 5 s, Edelstahlkathode.
46. 40 ml Wasser 60 ml HNO ₃	Elektrolytisches Ätzmittel, um Austenitkörner ohne Zwillinge in austenitischen Stählen anzuätzen. Eingestellte Voltzahl ist entscheidend. Pt-Kathode wird empfohlen. Verwendbar bei 1.4 V, 2 min (Ref. 2, Seite 235, 238 und 239).
47. 50 ml Stammlösung* 1 g K ₂ S ₂ O ₅	Klemm's I Reagent. Immerse at room temperature until surface is colored. It is good to color ferrite in steel, reveals P segregation and overheating, etching time is 40-100 seconds. For coloring ferrite and martensite in cast iron low-alloy steels, usually up to 3 minutes.
48. 50 ml Stammlösung* 5g K ₂ S ₂ O ₅	Klemm's II Reagent. For steel sample, immerse for 30-90 seconds at 20°C, reveals P segregation. For austenitic Mn Steels, gamma yellow to brown or light to dark blue, alpha-martensite dark brown. Good for austenitic manganese steels.
49. 100 ml Ehtanol 2 ml HCl 0.5 ml H ₂ SeO ₄	Beraha's Selenic Acid Etch 1. For cast iron, steels, and tool steels. For better result, Nital pre-etch is recommended. Use by immersion of sample until the sample surface is colored, usually up to 6 minutes. Cementite colored red-violet, ferrite colored yellow or brown, phosphide colored blue-green.
50. 100 ml Ethanol 5-10 ml HCl 1-3 ml H ₂ SeO ₄	Beraha's Selenic Acid Etch 2. In general, immerse sample at 20°C for 1-10 minutes. A yellow or light-brown surface color is formed to detect carbides and nitrides or an orange to red surface is formed to detect delta ferrite. Can use 20-30ml HCl for higher alloy grades, immersion time decrease with higher HCl.

* Stock solution: aqueous cold-saturated Na₂S₂O₅ solution

Ätzmittel für Metalle und Nichteisenmetalle

KUPFER UND SEINE LEGIERUNGEN

Zusammensetzung	Bemerkungen
51. 25 ml NH ₄ OH 25 ml Wasser (optional) 25-50 ml H ₂ O ₂ (3%)	Universelles Korngrenzenätzmittel für Kupfer und Legierungen. Frisch verwenden, Peroxid als letztes hinzufügen. Abzugshaube verwenden. Wischätzen 5 - 45 s
52. 100 ml Wasser 10 g Ammoniumpersulfat	Universelles Korngrenzenätzmittel für Kupfer und Legierungen. Wisch- oder Tauchätzen 30 - 60 s. Entwickelt Korngrenzen, abhängig von der kristallographischen Orientation der Körner.
53. 100 ml Wasser 3 g Ammoniumpersulfat 1 ml NH ₄ OH	Ätzmittel für Kupfer und Legierungen, besonders Cu-Be-Legierungen.
54. 70 ml Wasser 5 g Fe(NO ₃) ₃ 25 ml HCl	Exzellentes Ätzmittel zur Korngrenzenätzung. Tauchätzen 10-30 s.
55. 300 ml Ethanol 2 ml HCl 0.5 - 1 ml Selensäure	Beraha's Selenic Acid Etchant for brass and Cu-Be alloys. Pre-etch the sample is useful for clear grain-boundary. Immerse sample until surface is violet-blue to blue. Use plastic tongs and storage in dark bottle. If the reaction is too fast and the color changes too quick, use 0.5mL selenic acid.
56. 50 ml Stammlösung* 1 g K ₂ S ₂ O ₅	Klemm's I reagent. It is a good etchant for beta brass, alpha-beta brass, and bronzes. Immerse for 2 minutes or more and gently wave the sample until the surface is colored. For alpha brass, the reaction is very slow, usually up to 60 minutes.
57. 50 ml Stammlösung* 1g K ₂ S ₂ O ₅	Klemm's III reagent. Excellent etchant for copper alloys and best for the cartridge brass. Although the color range was limited, results were very good in bright field. Polarized light and sensitive tint improves color response. Immerse sample 3-5 minutes for bronze alloys.
58. 5 ml Stammlösung* 45 ml Water 20 g K ₂ S ₂ O ₅	Klemm's III reagent. Excellent etchant for copper alloys and best for the cartridge brass. Although the color range was limited, results were very good in bright field. Polarized light and sensitive tint improves color response. Immerse sample 3-5 minutes for bronze alloys.

* Stock solution: aqueous cold-saturated Na₂S₂O₃ solution

NICKEL UND SEINE LEGIERUNGEN

Zusammensetzung	Bemerkungen
59. 5 g FeCl ₃ 2 ml HCl 99 ml Ethanol	Carapellas Ätzmittel für Ni und Ni-Cu (Monel) Legierungen. Wisch- oder Tauchätzung.
60. 40-80 ml Ethanol 40 ml HCl 2 g CuCl ₂	Kallings Nr. 2 (wasserfreie Kalling) für Ni-Cu- und Superlegierungen. Wisch- oder Tauchätzen bis zu einigen Minuten.
61. 50 ml Wasser 50 ml HCl 10 g CuSO ₄	Marbles Ätzmittel für Ni, Ni-Cu, und Ni-Fe sowie Superlegierungen. Wisch- oder Tauchätzung 5-60 sec. Entwickelt Korngrenzen in Superlegierungen.
62. 15 ml HCl 10 ml Glycerin 5 ml HNO ₃	Glyceregia, für Superlegierungen und Ni-Cr-Legierungen. Wischätzen für 5-60 s. Frisch verwenden, nicht aufbewahren und Abzug verwenden.
63. 60 ml Glycerin 50 ml HCl 10 ml HNO ₃	Modifizierte Glyceregia für Superlegierungen. Sichtbarmachung von Ausscheidungen, nicht aufbewahren. HNO ₃ als letztes hinzufügen. Oberfläche verfärbt sich dunkelgelb. Wisch- oder Tauchätzen 10-60 s

Ätzen

Ätzmittel für Metalle und Nichteisenmetalle

KOBALT UND SEINE LEGIERUNGEN

Zusammensetzung	Bemerkungen
64. 60 ml HCl 15 ml Wasser 15 ml Essigsäure 15 ml HNO ₃	Für Co und Legierungen. 1 Std. vor Verwendung ansetzen. Tauchätzen 10-30 sec. Nicht aufbewahren, Haltbarkeit 2-3 h.
65. 200 ml Ethanol 7.5 ml HF 2.5 ml HNO ₃	Generelles Ätzmittel für Co und Legierungen. Tauchätzen 2 - 4 min.
66. 50 ml Wasser 50 ml HCl 10 g CuSO ₄	Marbles Ätzmittel für Co Hochtemperaturwerkstoffe. Wisch- oder Tauchätzung bis 1 min.
67. 80 ml Milchsäure 10 ml H ₂ O ₂ (30%) 10 ml HNO ₃	Für Co-Legierungen, Wischätzung

PRECIOUS METALS: AU, AG, IR, OS, PD, PT, RH AND RU

Zusammensetzung	Bemerkungen
68. 60 ml HCl 40 ml HNO ₃	Für Gold, Silber, Platin und andere Edelmetalle. Stark oxidierend! Abzug verwenden. Tauchätzung bis 60 s. Es kann auch im Verhältnis von 50:50 hergestellt werden.
69. 60 ml HCl 20 ml HNO ₃	Aqua Regia-Ätzlösung für reines Gold, Pt und Legierungen sowie einige Rh-Legierungen. Probe kochend ätzen. Bis 30 min.
70. 1-5 g CrO ₃ 100 ml HCl	Für Au, Ag, Pd und deren Legierungen. Tauch- oder Wischätzen bis 60 s
71. 30 ml Wasser 25 ml HCl 5 ml HNO ₃	Für reines Pt. Tauchätzung in heißer Ätzlösung (60-80 °C) bis 5 min
72. Konz. HCl	Für Rh und Legierungen. 5 V, 1-2 min, Graphitkathode, Pt-Drähte.
73. Lösung A: 100 ml Wasser 40 g NaCl Lösung B: Konz. HCl	Für Ru. 4 Teile Lösung a mit 4 Teilen Lösung B mischen, 5-20 V, 1-2 Minuten, Graphitkathode, Pt-Drähte..
74. 50 ml NH ₄ OH 20 ml H ₂ O ₂ (3%)	Für reines Ag, Ag Lote, und Ag-Pd Legierungen. Frisch ansetzen. Wischätzen bis 60 sec. Abwischen nach dem Ätzen. 50:50 Mix für Sterlingsilber, bei Reinsilber 30% Wasserstoffperoxid verwenden. Nach dem Ätzen sofort entsorgen!
75. Lösung A: 10 g NaCN 100 ml Wasser Lösung B: H ₂ O ₂ (30%)	Für Goldlegierungen bis 18 Karat. Gleiche Anteile Lösung A und B direkt auf die Probe tropfen. Wischätzen und Lösungen so lange nachgeben, bis sich die gewünschte Ätzstärke einstellt. Braune Flecken können mit Lösung A beseitigt werden.

HARTMETALLE

Zusammensetzung	Bemerkungen
76. 100 ml Wasser 10 g KOH oder NaOH 10 g K ₃ Fe(CN) ₆ Normally used at 20°C	Murakami für WC-Co und Hartmetalle. Wischätzen, Sekunde bis Minute. Bildung der Etaphase zwischen 2 - 10 s (farbig). Längere Ätzzeiten zerstören die Etaphase, aber entwickeln die Matrix sowie Korngrenzen. Verwendung bei 23 °C.
77. 97 ml Wasser 3 ml H ₂ O ₂ (30%)	Für WC, MO ₂ C, TiC oder Ni in Hartmetall. Kochend ätzen bis 60 sec. Kürzere Zeiten bei großen Karbiden und hohem Co Gehalt.
78. 15 ml Wasser 30 ml HCl 15 ml HNO ₃ 15 ml Essigsäure	Für WC, TiC, TaC, und Co in gesinterter Matrix. Verwendbar bei 23 °C, Ätzzeit 5-30 s
79. 100 ml Wasser 3 g FeCl ₃	Zum Kontrastieren der Co oder Ni Binderphase. Frisch ansetzen. Wischätzen bis 10 s

KERAMIK UND NITRIDE

Zusammensetzung	Bemerkungen
80. Phosphorsäure	Für Aluminiumoxid (Al ₂ O ₃) und Siliziumnitrid (Si ₃ N ₄). Tauchätzen bei 250 °C. Bei Al ₂ O ₃ einige Minuten und bei Si ₃ N ₄ bis zu 15 Minuten.
81. 100 ml Wasser 15 ml HNO ₃	Für Magnesiumoxid (MgO). Ätzzeit beträgt einige Minuten bei 25-60 °C
82. 100 ml Wasser 5 g NH ₄ FHF 4 ml HCl	Für Titanoxid (TiO ₂). Tauchätzen einige Minuten.
83. 50 ml Wasser 50 ml H ₂ SO ₄	Für Zirkonoxid (ZrO ₂). Tauchätzen in kochender Lösung für 5 Minuten.
84. HCl	Für Kalziumoxid (CaO) oder (MgO). Tauchätzen bis 6 Minuten.
85. HF	Für Si ₃ N ₄ , BeO, BaO, MgO, ZrO ₂ und Zr ₂ O ₃ . Tauchätzen bis 6 Minuten.

KUNSTSTOFFE

Zusammensetzung	Bemerkungen
86. 100 ml Wasser 60 g CrO ₃	Für Polypropylen (PP). Tauchätzen einige Stunden bei 70°C.
87. HNO ₃	Für Polyethylen (PE). Tauchätzen einige Minuten.
88. Xylol	Entwickelt Sphärolite in Polyethylen (PE) für einige Tage. Tauchätzen bei 70 °C.
89. 70 ml Wasser 30 ml HCl	Für Polyoxymethylen (POM). Tauchätzen bis 20 s
90. Xylene	Für Polyamid (PA) und Polyethylene (PE). Bei 70 °C für 60 s Für Nylon und Perlon 6. Bei 65-70 °C für 2-3 Minuten.

ELEKTROLYTISCHES ÄTZEN

Zusammensetzung	Bemerkungen
91. 700 ml Ethylalkohol 120 ml Wasser 80 ml Perchlorsäure 100 ml Butylglycol	Electrolyte for polishing and etching of Al and Al alloys. Polishing time is 30-60 seconds. at 30V DC, etching time is 20 seconds at 5-10V DC.
92. 625 ml Ethanol 375 ml Phosphorsäure	Electrolyte for polishing of Mg and Mg alloys. Polishing time is up to several mins. at 30-40V DC.
93. 700 ml ethyl alcohol 120 ml Wasser 80 ml Perchlorsäure 100 ml Butylglycol	Electrolyte for polishing and etching of carbon and HS steels in different conditions. Polishing time is 60-90 seconds at 30-40V DC, etching time is 20 seconds at 5-10V DC.
94. 500 ml Wasser 250 ml Ethanol 250 ml Phosphorsäure	Electrolyte for polishing and etching of Copper and alloys. Polishing time is 60 seconds at 20-30V DC and etching time is 20 seconds at 5-10V DC. Adding the phosphoric slowly at the end and wait till it's cooled down.



Lichtmikroskopie

LICHTMIKROSKOPIE

Metallurgische Mikroskope unterscheiden sich von biologischen Mikroskopen in erster Linie in der Art, wie die Probe beleuchtet wird. Im Gegensatz zu biologischen Mikroskopen verwenden metallurgische Mikroskope das Auflichtverfahren (reflektiertes Licht). Die Abbildung unten zeigt ein vereinfachtes Strahlendiagramm eines Auflicht-Mikroskops. Die präparierte Probe wird auf den Probentisch mit der zur optischen Achse senkrechten Oberfläche des Mikroskops gestellt und durch die Objektive mit Licht aus einer Quelle beleuchtet. Dieses Licht wird von der Kondensatorlinse in einem Strahl konzentriert. Der Lichtstrahl wird vom Spiegel (Reflektor) zur optischen Achse vom Mikroskop fast parallel geleitet. Das Licht wird durch das Objektiv direkt auf die Probenoberfläche, die mittels Objektträger und Plastellin ausgerichtet ist, weitergeleitet. Es wird dann von der Oberfläche der Probe durch das Objektiv zurück und über den Spiegel zum Okular oder der Kamera weiterreflektiert.

Nachdem die Probe sauber präpariert worden ist, ist sie für eine Prüfung oder Untersuchung bereit. In vielen Fällen ist es wichtig, die Proben im ungeätzten Zustand zu betrachten. Bestimmte mikrostrukturelle Bestandteile, wie nichtmetallische Einschlüsse, Graphit, Nitride, Risse oder Porosität, werden am besten im polierten Zustand beurteilt. Das Ätzen offenbart andere mikrostrukturelle Merkmale, die solche Details verschleiern können.

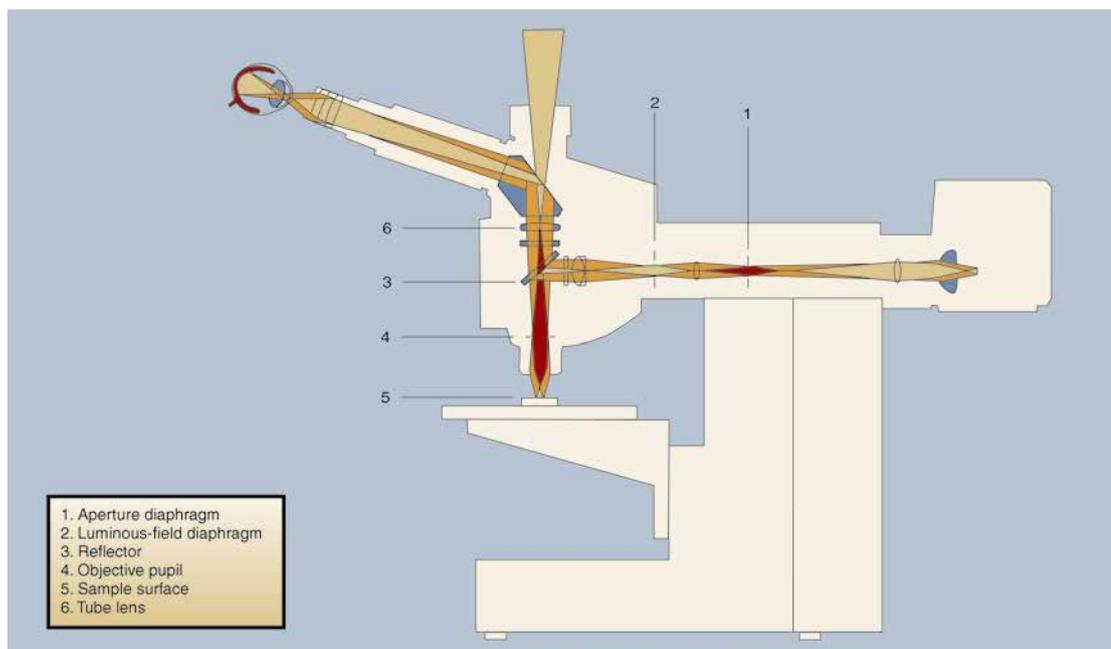
Im polierten Zustand erhält man einige zusätzliche Informationen, die für den Betrachter von größtem Nutzen sind.

Für die meisten Metalle muss eine Ätzung angewandt werden, um die Mikrostruktur vollständig darzustellen. Für die Kontrastierung gibt es viele Möglichkeiten. Die gängigste Methode ist das Ätzen mit Säuren oder Laugen. Für die meisten Metalle und Legierungen gibt es eine Anzahl von allgemein verwendbaren Ätzlösungen, die zuerst verwendet werden sollten, um die Korngrenzen darzustellen. In vielen Fällen können aber auch einzelne Phasen vermessen werden, und bei der Verwendung von Bildanalyse-Systemen ist es wichtig, ein selektives Ätzmittel einzusetzen,

insbesondere dann, wenn ähnliche Grautöne zwischen den unterschiedlichen Phasen existieren und somit eine Bildanalyse erschweren.

Das Lichtmikroskop

Beim Lichtmikroskop wird ein Objekt durch optische Abbildung mit Linsen vergrößert. Das vom Objekt kommende Licht wird durch eine Kombination von mindestens zwei Linsensystemen, dem Objektiv und dem Okular, optisch abgebildet. Dabei bildet zunächst das Objektiv das Objekt als reales Zwischenbild ab, welches durch das Okular analog zur Lupe vergrößert betrachtet wird. Die Objektive sind in der Regel auswechselbar, so dass die Vergrößerung der jeweiligen Aufgabenstellung angepasst werden kann. Der Objektivrevolver er-



Schematische Darstellung eines Auflichtmikroskops



möglicht den schnellen Objektivwechsel durch Drehen des jeweils gewünschten Objektivs in den Strahlengang. Man unterscheidet die Durchlichtmikroskopie, bei der das Objekt transparent oder sehr dünn ist und von der dem Objektiv abgewandten Seite beleuchtet wird, und die Auflichtmikroskopie. Bei dieser wird durch Beleuchtung von der dem Objektiv zugewandten Seite die Oberfläche des Objekts untersucht. Bei der Durchlichtmikroskopie unterscheidet man außer der normalen Hellfeldmikroskopie, Dunkelfeldmikroskopie und Phasenkontrastmikroskopie. Die Wellenlänge von Licht beschränkt nach den Gesetzen der Optik die Auflösung des Lichtmikroskops auf etwa 0,3 Mikrometer. Zur Erhöhung der Auflösung kann entweder UV-Licht verwendet werden, oder zwischen Probe und Objektiv wird Öl anstatt Luft verwendet (Ölimmersionsmikroskop).

Im Jahr 1979 begannen Mikroskophersteller, sehr hochwertige und relativ preisgünstige Kompaktgeräte herzustellen. Dadurch wurde es erstmals möglich, den gesamten Bedarf des Metallographen zu decken. Weiterhin haben die Hersteller neue Glasverbindungen und Linsenformeln mittels computerunterstütztem Design entwickelt, um Bildkontrast und -scharfe zu verbessern. Die Xenonlichtquelle wurde weitgehend durch die Wolframhalogenlichtquelle ersetzt und ist heute die bevorzugte Lichtquelle im Bereich der Materialographie.

Bestandteile des Mikroskops

Beleuchtung

Als Lichtquellen für Hellfelduntersuchungen bei geringen Ansprüchen reicht eine mit Netzspannung betriebene Leuchte aus. Ist eine derartige Beleuchtung sauber konstruiert, so liefert sie bis zum Immersionsobjektiv 100x ein genügend helles Licht. Für die Phasenkontrast-Mikroskopie kommt eine solche Lichtquelle jedoch nur bedingt in Frage und für differentiellen Interferenzkontrast ist sie definitiv ungeeignet. Eine Halogen-Beleuchtung mit 6V/20 Watt wird sehr oft bei Geräten aus der Mittelklasse eingesetzt. Die Helligkeit reicht für die Betrachtung im Hellfeld immer aus, auch für die Phasenkontrast-Mikroskopie bis zum Immersionsobjektiv liefert sie eine genügend hohe Lichtintensität. Mittlerweile stellen die meisten Hersteller (Zeiss / Leica / Olympus / Nikon) selbst ihre einfacheren Mikroskope bereits mit einer 20-Watt-Halogenlampe aus. Halogenlampen mit 100 Watt sind ideal für den differentiellen Interferenzkontrast geeignet.

Kondensator

Der Kondensator ist ein Linsensystem mit einer integrierten Irisblende, der Aperturblende. Er dient der

optimalen Aufbereitung des von der Glühlampe erzeugten Lichts. Bei Mikroskopen ist er oftmals nicht höhenverstellbar. Auch ist bei derartigen Mikroskopen ein Austausch des Kondensators oder die Einstellung des Köhlerschen Beleuchtungsverfahrens nicht vorgesehen. Bei Labor- und Forschungsmikroskopen wird der Kondensator dagegen in einem höhenverstellbaren und zentrierbaren Kondensorträger befestigt. Bei diesen Stativen ist der Kondensator dann auch austauschbar und kann beispielsweise durch einen speziellen Kondensator für Phasenkontrast oder differentiellen Interferenzkontrast ersetzt werden.

Gesichtsfeldblende

Die Gesichtsfeldblende eines Okulars liegt in der Brennebene des Objektivs und begrenzt damit das sichtbare Gesichtsfeld. Bei einfachen Okularbauformen ist die Feldblende als Ring in der Okularsteckhülse und (vom Objektiv aus gesehen) vor den Linsen des Okulars sichtbar. Wenn die Feldblende eines Okulars entfernt wird, kann sich das sichtbare Gesichtsfeld vergrößern, der Rand des Gesichtsfeldes wird dann aber nicht mehr scharf begrenzt sein. Aus dem Durchmesser d der Feldblende und der Brennweite f des Okulars kann das wahre Gesichtsfeld, also der Ausschnitt der Probe der Objektiv-/Okularkombination einfach berechnet werden:

$$\text{Gesichtsfeld in } ^\circ = 2 * \arctan[d/(2*f)]$$

Aperturblende

Die Aperturblende (auch Öffnungsblende) bestimmt die Auflösung, Helligkeit und Schärfentiefe der optischen Abbildung. Bei Verkleinerung der Aperturblende werden Helligkeit und Auflösung geringer, die Schärfentiefe wird größer und der Bildausschnitt bleibt erhalten. Aperturblenden befinden sich immer abseits von Bildebene, Objektenebene und Zwischenbildebene. Die Bilder der Aperturblende heißen Eintrittspupille (objektseitig) und Austrittspupille (bildseitig).

Filter

Viele mikroskopische Präparate sind im ungefärbten Zustand nahezu durchsichtig (transparent) und deshalb im klassischen Hellfeld-Mikroskop kaum zu erkennen. Die Kontrastverfahren Phasenkontrast und differentieller Interferenzkontrast sind rein optische Verfahren, die derartigen Präparaten im mikroskopischen Bild zu einem wesentlich verbesserten Kontrast verhelfen. Um diese Kontrastverfahren einsetzen zu können, sind spezielle Objektive und Kondensoren notwendig. Zudem sind diese Kontrastverfahren, bedingt durch den modifizierten Strahlengang, sehr lichtschluckend. Eine intensive Lichtquelle nach dem Köhlerschen Beleuchtungsverfahren ist deshalb erforderlich.



Lichtmikroskopie

Objektiv

Die Bildqualität der Objektive wird mit viel Aufwand optimiert. Hierbei steht die Korrektur der Fehler, die bei der Abbildung eines Objekts durch Glaslinsen immer auftreten, an erster Stelle. Objektive, bei denen alle wichtigen Abbildungsfehler behoben sind, sind jedoch sehr teuer. Außerdem ist die Bedeutung der Abbildungsfehler nicht für jeden Einsatzzweck gleich signifikant. Sollen beispielsweise Gefügaufnahmen angefertigt werden, so ist die gleichmäßige Schärfe des mikroskopischen Bildes bis an die Ränder wichtig (sogenannte Plan-Objektive mit Bildfeldebuchtung). Für die normale visuelle Mikroskopie kann man auf diese Forderung jedoch eher verzichten. Der Metallograph arbeitet ständig mit dem Feintrieb, somit kann er unscharfe Bereiche bei Bedarf fokussieren. Um diesen unterschiedlichen Bedürfnissen gerecht zu werden, haben die Hersteller meist mehrere Objektivserien mit unterschiedlicher Korrektur der Abbildungsfehler im Angebot.

Achromate

Achromate sind die am wenigsten aufwendigen Objektive. Daher sind die achromatischen Objektive besonders günstig und entsprechend weit verbreitet. Achromate weisen eine sogenannte Bildfeldwölbung auf. Dies bedeutet, dass das Zentrum und die Ränder des mikroskopischen Bildes nicht immer gleichzeitig scharf eingestellt werden können. Zudem weisen die Objektstrukturen mehr oder weniger deutlich erkennbare rötliche und bläuliche Farbsäume auf. Dennoch sind diese Objektive besonders gut für den Routineeinsatz in im Betrieb und im Labor geeignet. Die beschriebenen Abbildungsfehler fallen nämlich bei der normalen visuellen Mikroskopie nicht oder nur kaum auf.

Planachromate

Die Planachromate haben den gleichen Korrekturgrad wie die Achromate, jedoch mit Ausnahme der Bildfeldwölbung, die bei diesen Objektiven behoben ist. Deshalb eignen sie sich besser für die fotografische Dokumentation. Zusätzlich verwendet man diese Objektive gerne zusammen mit Weitwinkel- bzw. Weitfeldokularen. Die Kombination aus Planachromaten und Weitfeldokularen ergibt ein großes Gesichtsfeld, bei dem das Präparat von der Bildmitte bis an die Ränder scharf abgebildet wird.

Apochromate

Bei den Apochromaten bewirkt die Korrektur die Ausschaltung der Farbsäume, welche die achromatisch korrigierten Objektive aufweisen. Zusätzlich ist meist das Auflösungsvermögen (die numerische Apertur) verbessert. Die Apochromate liefern somit ein besonders kontrastreiches Bild, welches auch kleinste Objektdetails erkennen lässt. Mittler-

weile sind die Apochromate jedoch weitgehend durch die Planapochromate ersetzt worden.

Planapochromate

Diese Objektive erzeugen ein kontrastreiches, ebenes Bild ohne Farbsäume, das kaum noch Abbildungsfehler enthält. Entsprechend hoch ist der Preis derartiger Spitzenobjektive, der leicht mehrere tausend Euro erreichen kann.

Okular

Bei den gängigen Mikroskopen wird die endgültige Vergrößerung in zwei Stufen erstellt. Das vom Objektiv erzeugte Zwischenbild durch das Okular nachvergrößert. Prinzipiell ist das Okular nichts anderes als eine Lupe, mit welcher der Benutzer das Zwischenbild beobachtet. Die gebräuchlichste Okularvergrößerung ist die 10-fache Vergrößerung des Zwischenbildes. Bei der Beobachtung muß der Benutzer die Augenpupille mit der sogenannten Austrittspupille des Okulars zur Deckung bringen. Dies ist besonders für Brillenträger wichtig, denn nicht alle Okulare sind für die Beobachtung durch eine Brille geeignet. Ist nämlich die Austrittspupille des Okulars zu niedrig, dann stört die Brille, und die Augenpupille kann nicht mit der Austrittspupille zur Deckung gebracht werden. In diesem Fall überblickt der Beobachter nur einen Teil des möglichen Gesichtsfeldes. Das vom Mikroskopobjektiv entworfene Zwischenbild entsteht in der sogenannten Sehfeldblende des Okulars. Deren Durchmesser (in mm) ist die Sehfeldzahl eines Okulars. Die Sehfeldzahl bestimmt die Größe des Gesichtsfeldes für den Beobachter. Je höher also ihr Wert ist, desto mehr überblickt der Beobachter vom Präparat.

Mikroskoptisch

Der Mikroskoptisch besteht normalerweise aus einer festen Fläche mit Klemmvorrichtungen für Präparate bzw. Objektträger. Dieser Tisch kann in der einfachsten Form fest sein, beweglich in XY als Kreuztisch, in runder Ausführung als Drehtisch für Untersuchungen mit Polarisation. Für Durchlichtbeleuchtung verfügen die Tische über ein zentrales Loch.

Auflösung

Um die Mikrostruktur eines Materials zu sehen, sollte das Mikroskop genügend Auflösungsstärke und Phasenkontrast bieten. Wenn die Auflösung gut, aber der Kontrast unzureichend ist, können die Details im Material nicht betrachtet werden. Mit Hilfe der numerischen Apertur lässt sich die Auflösungsgrenze errechnen. Darunter versteht man den kleinsten Abstand, den zwei Strukturelemente wie Linien oder Punkte haben dürfen, um nicht schon als Einheit zu gelten. Sie sollten daher als zwei getrennte Strukturelemen-



te im Bild zu erkennen sein. Der kleinste Abstand wird mit 'd' bezeichnet und ist eine Funktion der Wellenlänge λ , des einfallenden Lichtes und der numerischen Apertur 'NA' vom Objektiv, bei dem k 0.5 oder 0.61 ist.

$$d = \frac{k\lambda}{NA}$$

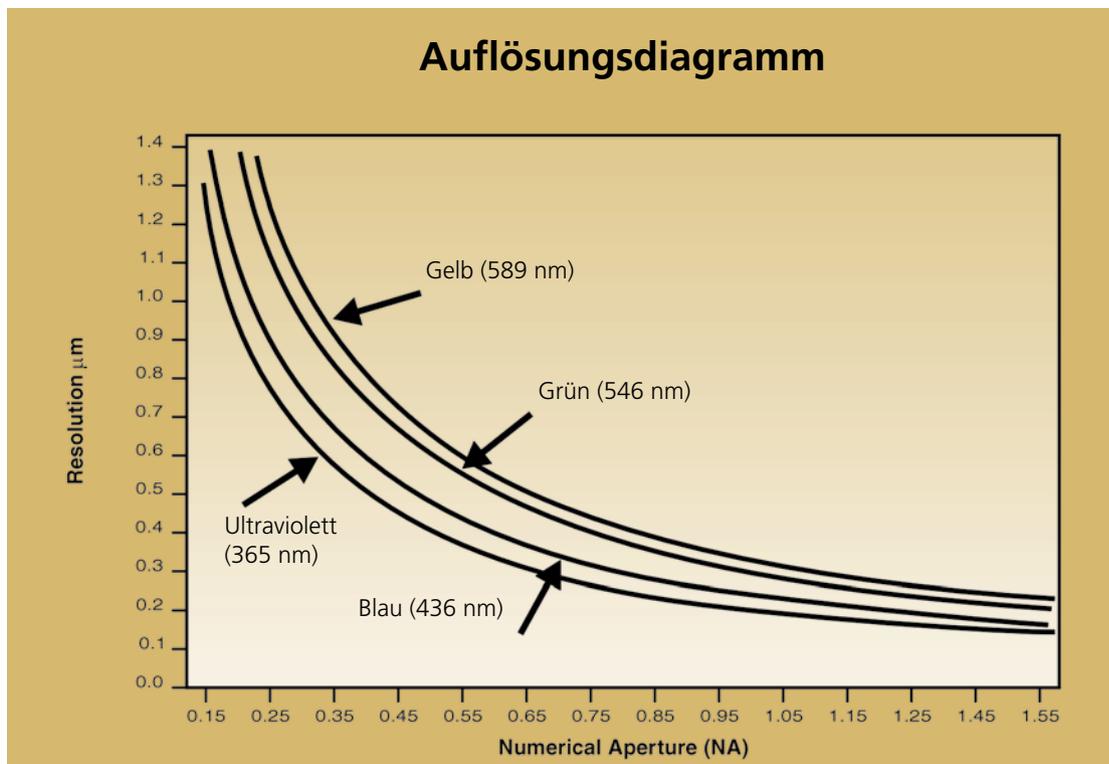
Abbildung 40 erläutert den Zusammenhang für $k = 0,61$ anhand von vier Lichtwellenlängen. Es existieren auch noch andere Formeln, die zur Berechnung dienen. Diese Gleichung schließt andere Faktoren, welche die Auflösung beeinflussen können, (Winkelkorrektur der Objektive, Sehschärfe des Anwenders) nicht ein. Die Formel basiert auf der Theorie der Bildentstehung im Mikroskop durch E. Abbé (1840-1905). Er bewies, dass eine absolute, von der Objektivapertur und der Lichtwellenlänge abhängige Leistungsgrenze der mikroskopischen Abbildung existiert.

Abbes Gleichung besagt, daß der minimale, mit optischer Mikroskopie noch auflösbare Abstand zweier Objekte, d, proportional zur Wellenlänge und invers proportional zur numerischen Apertur NA ist. Folglich müssen für eine höchstauflösende Abbildung möglichst hohe räumliche Frequenzen des Lichts verwendet werden. Für sichtbares Licht

ist die räumliche Auflösung optischer Mikroskope auf ca. 500 nm beschränkt.

Mit Hilfe der oben genannten Gleichung ist die Grenze der Auflösung für ein Objektiv mit einem NA von 1,3 etwa 0,2 μm . Um zu sehen, ob die Linien oder Strukturelemente auch 0,2 μm auseinander liegen, wird die Sehkraft des menschlichen Auges genommen. Abbe verwendete einen Wert von 0,3 μm bei einem Abstand von 250 μm . Dies ergibt 1500 X. Für Licht mit einer mittleren Wellenlänge von 0,55 μm ist die erforderliche Vergrößerung 1100 mal der NA des Objektivs. Dies ist der Ursprung der 1000 · NA Regel für die maximalnützliche Vergrößerung. Jede Vergrößerung über 1000 · NA ist wird als nutzlos bezeichnet.

Es sollte aber auf keinen Fall an der 1000 NA Regel festgehalten werden, da beachtet werden muss, unter welchen Umständen diese entwickelt worden ist. Zweifellos weit entfernt von der Anwendung der Materialographie. Basierend auf der Analyse nach Abbé, erreicht ein geschultes Auge ein Optimum an Sehstärke von 20/20. Der optimale Kontrast liegt bei einer mittleren Wellenlänge von 550nm. Die Obergrenze nützlicher Vergrößerung für das durchschnittliche Mikroskop liegt bei 2200 NA, nicht 1000 · NA.



Einfluss von numerischer Apertur und Lichtwellenlänge auf die Auflösung vom Lichtmikroskop



Lichtmikroskopie

Schärfentiefe

Schärfentiefe nennt man den Bereich des abgebildeten Raumes, der vor und hinter der scharf eingestellten Objektebene liegt, aber trotzdem noch scharf (genug) abgebildet wird. Die Schärfentiefe ist in der Mikroskopie und bei der Makrofotografie ausschließlich abhängig vom Abbildungsmaßstab und der Apertur. Je größer der Abbildungsmaßstab bei gleicher Apertur oder je höher die Apertur bei gleichem Abbildungsmaßstab, umso geringer die Schärfentiefe. Bei höheren Vergrößerungen beträgt sie nur wenige Tausendstel Millimeter. Die Schärfentiefe macht sich schnell bei unebenen Proben bemerkbar. Das ist ebenfalls einer der Gründe warum Proben nur leicht angeätzt werden. Die Schärfentiefe d_f , kann hergeleitet werden:

$$d_f = \frac{\lambda (n^2 - NA^2)^{3/2}}{NA^2}$$

n ist der Lichtbrechungsindex zwischen Probe und Objektiv ($n \sim 1.0$ bei Luft), λ ist die Lichtwellenlänge, und NA ist die numerische Apertur. Bei steigender NA nimmt die Tiefenschärfe ab.

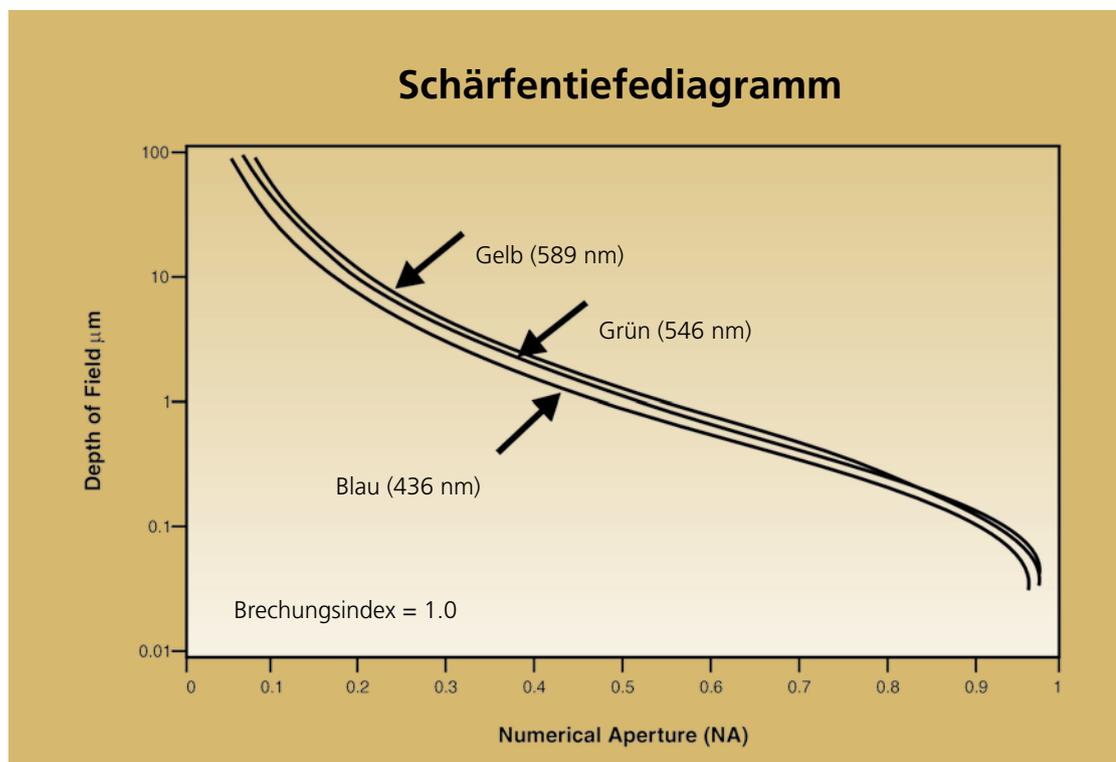
Aufnahmeverfahren

Die meisten mikroskopischen Untersuchungen an Metallen werden mit Hilfe des Hellfeldes durch-

geführt. Zusätzlich zu dieser Art der Beleuchtung existieren noch Spezialverfahren (schiefe Beleuchtung, Dunkelfeld, Phasenkontrast, Polarisation, differentieller Interferenzkontrast. Diese Aufnahmeverfahren bieten die Möglichkeit, auch kontrastarme Phasen optisch zu ätzen, um einen ausreichenden Kontrast zu erhalten. Beinahe alle Mikroskope verwenden Auf- oder Durchlicht, weil durch den Köhlerschen Strahlengang eine bestmögliche Intensivierung erreicht werden kann. Das Auflichtmikroskop verfügt über zwei anpassbare Blenden: Die Apertur- und die Feldblende, die sich zwischen dem Lampengehäuse und dem Ziel befinden.

Die Feldblende eines Okulars liegt in der Brennebene des Objektivs und begrenzt damit das sichtbare Gesichtsfeld. Bei einfachen Okularbauformen ist die Feldblende als Ring in der Okularsteckhülse und (vom Objektiv aus gesehen) vor den Linsen des Okulars sichtbar.

Wenn die Feldblende eines Okulars entfernt wird, kann sich das scheinbare Gesichtsfeld vergrößern, der Rand des Gesichtsfeldes wird dann aber nicht mehr scharf begrenzt sein. Aus dem Durchmesser d der Feldblende und der Brennweite f des Objektivs kann das wahre Gesichtsfeld, also der Ausschnitt der Probe der Objektiv-/Okularkombination einfach berechnet werden:



Einfluss von numerischer Apertur und Lichtwellenlänge auf die Tiefenschärfe vom Lichtmikroskop



Gesichtsfeld in $^\circ = 2 * \arctan(d/(2*f))$

Das scheinbare Gesichtsfeld des Okulars kann nicht einfach berechnet werden, da vor allem moderne Weitwinkelokularkonstruktionen zum Rand hin eine starke Verzeichnung aufweisen. Bei derartigen Bauformen befindet sich die Feldblende des Okulars oftmals im Inneren, zwischen den Linsen. Die Aperturblende (auch Öffnungsblende) bestimmt die Auflösung, Helligkeit und Schärfentiefe der optischen Abbildung. Bei Verkleinerung der Aperturblende werden Helligkeit und Auflösung geringer, die Schärfentiefe wird größer und der Bildausschnitt bleibt erhalten. Aperturblenden befinden sich immer abseits von Bildebene, Objektebene und Zwischenbildebene.

Hellfeld

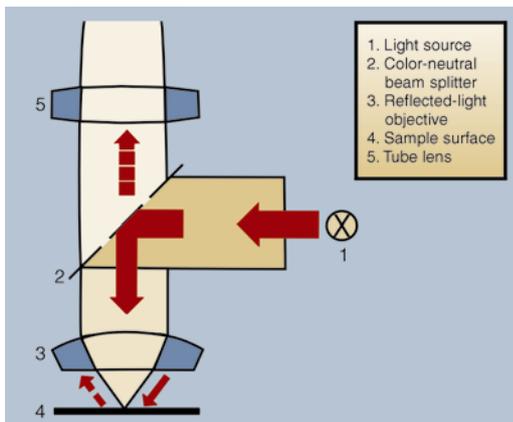
Bei der Hellfeldbeleuchtung steht die Probe zur optischen Achse vom Mikroskop und weißes Licht wird verwendet. Ein Strahlendiagramm für Hellfeldbeleuchtung wird in der Abbildung unten erläutert. Das Licht trifft hierbei fast senkrecht auf die Probenoberfläche, die ausgeleuchtet und zugleich zurückprojiziert wird, auf. Das Licht wird durch die Okulare weiter hinauf zu den Augen reflektiert, wo es hell oder weiß erscheint. Bei geätzten Proben fällt auf, dass Korngrenzen, Phasengrenzen und andere Merkmale, die nicht senkrecht zur optischen Achse stehen, dunkel erscheinen. Das hängt damit zusammen, dass das Licht aufgrund der Winkel der Phasen zerstreut wird und nicht reflektiert werden kann. Hellfeld ist die gängigste Art in der Materialographie.

Die schiefe Beleuchtung. Die Reliefbildung einer metallographischen Probe kann mit Hilfe der indirekten oder schiefen Beleuchtung dargestellt

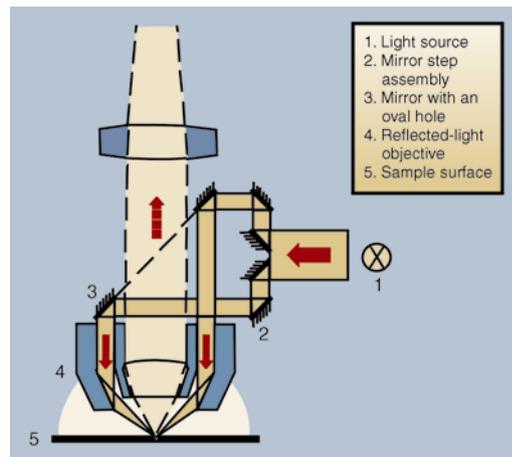
werden. Dies erfordert, das Kondensator-linsensystem auszugleichen oder, wie es normalerweise gemacht wird, die Probe etwas zu verschieben, so dass sie nicht mehr senkrecht das Licht reflektieren kann. Obwohl es möglich wäre, den von der schiefen Beleuchtung entstehenden Kontrast durch weitere Verschiebung ständig weiter zu steigern, gibt es hierfür eine Grenze. Wenn ein bestimmtes Maß erreicht ist, kann an Kontrast nichts mehr gewonnen werden und auch die Beleuchtung lässt nach.

Dunkelfeld

Die Dunkelfeldmikroskopie ist eine spezielle Variante der Lichtmikroskopie, mit der insbesondere durchsichtige und kontrastarme Objekte ohne Färbung untersucht werden können. Dies ist bei Durchlichtbeleuchtung nur unzureichend möglich. Bei der Dunkelfeldmikroskopie wird das von der Lichtquelle des Mikroskops kommende Licht am Objektiv vorbeigeleitet. Nur Licht, das durch die Präparate im Strahlengang gebeugt wird, gelangt in das Objektiv und erzeugt dort ein Bild mit hellen Strukturen auf dunklem Untergrund. Es ist also gegensätzlich zur Hellfeldmikroskopie. Diese Hervorhebung von abgewinkelten Oberflächen (Lunker, Risse oder geätzten Korngrenzen) ermöglicht oftmals eine bessere Identifizierung, da die Farben reeller Natur sind (Sulfide= grau, Oxide= schwarz, Rost= rot). Aufgrund des erzielten hohen Abbildungscontrasts und der Helligkeit, ist es oft möglich, mehr Details als im Hellfeld zu erkennen.



Schematische Darstellung des Lichtgangs beim Hellfeldmikroskop



Schematische Darstellung des Lichtgangs im Dunkelfeld



Lichtmikroskopie

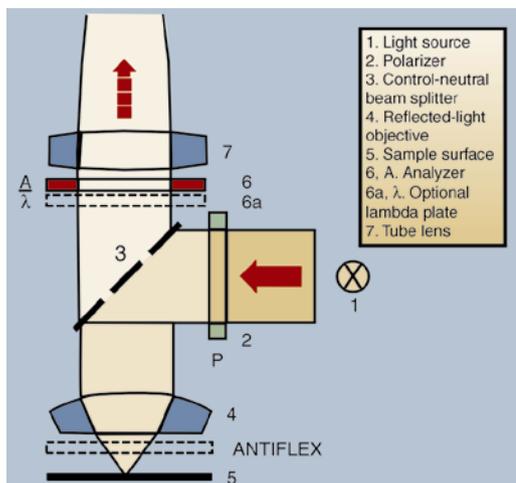
Polarisiertes Licht

Polarisiertes Licht wird erzeugt, indem zwei Filter (Polarisator und Analysator) in den Strahlengang des Mikroskops eingeführt wird. Der Polarisator sorgt dafür, dass die Lichtwellen, bevor sie auf das Präparat treffen, nur noch in einer Ebene, der Polarisationssebene schwingen. Diese Lichtwellen werden an der Oberfläche der Probe reflektiert und durch den Analysator zum Okular geleitet. Wenn der Analysator um 90° gegenüber dem Polarisator gedreht ist, wird die Kornstruktur anisotroper Materialien sichtbar. Beim Betrachten isotroper Materialien mit kubisch raumzentriertem Kristallgitter, bleibt die Struktur dagegen dunkel (unsichtbar). Polarisiertes Licht wird in der Metallographie eingesetzt, um die Korn- und Zwillingsstruktur anisotroper Metalle und Legierungen sichtbar zu machen oder anisotrope Phasen und Einschlüsse zu identifizieren.

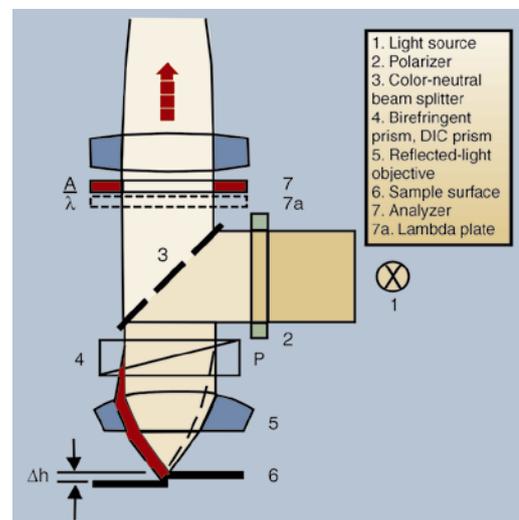
Differential-Interferenz-Kontrast (DIC)

Bei der Beleuchtung mit DIC wird zusätzlich zu den Polfiltern ein Wollaston- oder Normarski-Prisma in den Strahlengang eingebaut. Dieses Prisma befindet sich zwischen Lichtquelle und Objektiv und zerlegt den einfallenden Lichtstrahl in zwei parallele Strahlengänge mit minimalem Versatz. Die beiden Strahlen werden vom Präparat reflektiert und gelangen, durch das Prisma wieder zu einem Strahlengang vereint, zum Okular. Das resultierende Bild enthüllt geringste topographische Unterschiede der Probenoberfläche, ohne dabei unscharf zu wirken. Häufig wird die Darstellung des Kontrasts durch ein $\lambda/4$ -Plättchen farblich verstärkt.

Diese Methode, eine Erweiterung des Polarisationskontrastes, eignet sich zusätzlich für die Darstellung kleinster Höhenunterschiede von Oberflächen. Der verfahrenstypische Relief-Kontrast ergibt sich nicht aus der Geometrie allein, sondern aus dem Gangunterschiedsprofil des Objektes (beispielsweise an seinen Grenzen), das dem Produkt aus der Dicke und der Brechzahldifferenz gegenüber seiner unmittelbaren Umgebung proportional ist.



Schematische Darstellung des Strahlengangs im polarisiertem Licht unter Zusatz eines optionalen Lambda-Plättchen (sensitive tint plate).



Schematische Darstellung des Strahlengangs mit differentiellem Interferenzkontrast (DIC).

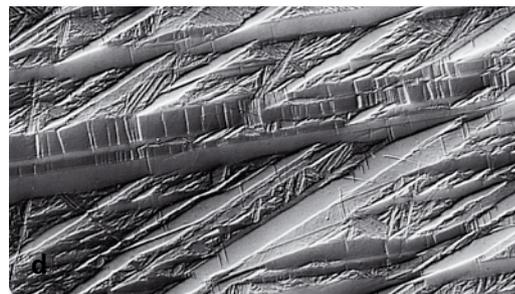


Die Abbildungen auf dieser Seite zeigen Beispiele der unterschiedlichen Beleuchtungstypen unter Verwendung einer eutektoiden Aluminiumbronze-Legierung (abgeschreckt aus dem Betafeld). Die Probe wurde präpariert und im ungeätzten Zustand betrachtet. Ein geringfügiges Relief wurde durch die Schlusspolitur eingebracht. Abbildung a zeigt die Oberfläche im Hellfeld. Durch Hinzufügen des Polarisationsfilters (b) wird die Struktur aufgrund des Raumgitters und des Reliefs sichtbar. Im Dunkelfeld, Abbildung c, und beim differentiellen Interferenzkontrast, Abbildung d, sind durch das Relief viel mehr Details zu sehen als im Hellfeld. Die Phasenunterschiede werden generell im Dunkelfeld besser zu erkennen sein, jedoch besitzt die Hellfeldmikroskopie unter Verwendung von Polarisation bessere Abbildungseigenschaften aufgrund des Raumgitters der Probe. Natürlich kann nicht jedes Material mit Hilfe aller vier Beleuchtungsmodi ausgewertet werden, aber es gibt viele Fälle, in denen von zwei oder mehr Modi wirksam Gebrauch gemacht werden kann, um weitere Informationen zu erhalten.

TIPPS ZUR LICHTMIKROSKOPIE

Jedes Objektiv besitzt einen Farbcodierungsring, der bei allen Herstellern gleich ist. Die Codierung ist wie folgt:

rot – 5x
gelb – 10x
grün – 20x
blau – 50x
weiss – 100x



Martensitische Mikrostruktur einer wärmebehandelten Aluminiumbronze-Legierung (Cu-11.8% Al) im ungeätzten Zustand (200x)

- a) Hellfeldbeleuchtung
- b) polarisiertem Licht
- c) Dunkelfeld
- d) differentieller Interferenzkontrast



Bildarchivierung und -analyse

BILDARCHIVIERUNG UND -ANALYSE

Der Fortschritt in der Computer- und Videotechnologie hat die Weiterentwicklung im Bereich der elektronischen Bildverarbeitung stark beeinflusst. Die aufgenommenen Bilder können verschiedenen Softwareprogrammen wie Textverarbeitung oder Desktop-Publishingprogrammen zugeführt werden und somit ist eine schnelle Berichterstellung mit allen relevanten Daten möglich. Zusätzlich können diese Daten mit den Bildern in einer Datenbank gespeichert und durch übersichtliche Suchfunktionen die Bild- und Textdaten jederzeit wiedergefunden werden.

Bilder und Bildbeschreibungen sind ein wesentlicher Bestandteil in der Materialkunde sowie in der Qualitätssicherung. Im Bereich der Schadensuntersuchung ist es erforderlich, dass die Bilddokumentation von den makroskopischen bis zu den mikroskopischen Bildern durchgehend festgehalten wird. Diese durchgehende Bilddokumentation kann in einem Untersuchungsbericht zusammengefasst und mit anderen Daten, wie z.B. mechanischen Messdaten, verknüpft werden. Durch zusätzliche Funktionen des Bildverarbeitungssystems, wie manuelles Vermessen von Strecken, Winkel und Flächen, kann man diese quantitativen Daten dem Bericht hinzufügen. In der vollautomatischen Bildanalyse ist es möglich, über Graustufen- oder Farbstufenschwellwerte bestimmte morphologische Eigenschaften wie Größe, Form und Art von Strukturen zu bestimmen. Die automatische quantitative Auswertung von Bildern basiert auf einer grundlegenden Abfolge von unterschiedlichen Schritten (s. Tabelle). In Abhängigkeit der Aufgabenstellung können einige oder alle diese Schritte angewendet werden. Aufgrund dieser Zielsetzung in der Bildarchivierung und Bildanalyse bietet Buehler das modulare OmniMet Bildverarbeitungssystem an. Das OmniMet Capture Bildarchivierungs- und Berichtssystem ermöglicht die Archivierung von Bilddaten, das manuelle Vermessen und das Erstellen von einfachen Bild- und Textberichten.

Das OmniMet Archivsystem bietet zusätzlich zum OmniMet Capture die Möglichkeit des Bildvergleichs und der Multifokus-Bildaufnahme sowie eine leistungsfähige Datenbank. Die OmniMet Express- und Enterprise-Systeme beinhalten neben der Funktionalität des OmniMet Archivsystems die automatische und interaktive Vermessung von Strukturen an mikroskopischen Bildern. Das OmniMet Express-System hat unterschiedliche Applikationsmodule, während OmniMet Enterprise dem Anwender ermöglicht, eigene Applikationsmodule zu erstellen und somit die unterschiedlichsten Aufgabenstellungen zu lösen.

Bilddatenerfassung

Um Bilder mittels einer Videokamera (analog oder digital) im PC zu speichern zu können, müssen bestimmte Voraussetzungen erfüllt sein. Das Signal von analogen Kameras wird einem Framegrabber (Bildfängerkarte) zugeführt und dort digitalisiert. Digitale Kameras können über USB-, Firewire- oder GigE-Anschluss direkt mit dem Computer verbunden werden. Die so erzeugten makroskopischen oder mikroskopischen Bilder können in Echtzeit optimiert werden.



OmniMet digitales Bildverarbeitungssystem

Table 49: Grundsätzliche Arbeitsschritte in der Bildanalyse

Arbeitsschritt	Beschreibung
Bildeinzug	Bildeinzug, Bild laden oder Bild importieren
Bildverbesserung	Notwendigen Kontrast herstellen und Objektkonturen für die Erkennung der Merkmale zur Auswertung verstärken
Segmentieren	Auswahl der zu messenden Struktur durch Schwellenwertbestimmung segmentieren
Binärbilddbearbeitung	Bildbereinigung, Klassifizierung der Strukturen
Messung	Feldmessung und Objektmessung der Struktur
Datenauswertung	Ermittlung der statistischen Werte, Darstellung der Messwerte
Archivierung	Ablage der Bilder mit den dazugehörigen Messwerten in der Datenbank
Datenausgabe	Drucken oder elektronische Verteilung der Bilder und Resultate



Heute finden fast ausschließlich digitale Kameras Verwendung. In den späten neunziger Jahren sind digitale Kameras für die Bildarchivierung und Bildanalyse in zunehmendem Maße populär geworden. Dies ergibt sich insbesondere durch zwei Faktoren: 1) Digitale Kameras liefern eine wesentlich höhere Pixelanzahl bei den aufgenommenen Bildern und dadurch eine höhere Auflösung und 2) die Kosten für digitale Kameras sind wesentlich günstiger als die Kosten für analoge Kameras in Verbindung mit einem zwingend erforderlichen Framegrabber. Ein mit einer hochauflösenden digitalen Kamera aufgenommenes Bild erfordert häufig eine zweistufige Vorgehensweise, indem zuerst ein Bild mit geringerer Auflösung zur Fokussierung dargestellt wird und das Bild danach mit hoher Auflösung aufgenommen und gespeichert werden kann. Durch die Darstellung des Fokusbildes in einer niedrigeren Pixeldichte und durch den erneuten hochauflösenden Bildeinzug der Kamera kann es zu Fehlern kommen. Um mit dem Livebild einer analogen Kamera vergleichbar zu sein, sollte die Bildwiederholungsrate 25 Bilder pro Sekunde nicht unterschreiten.

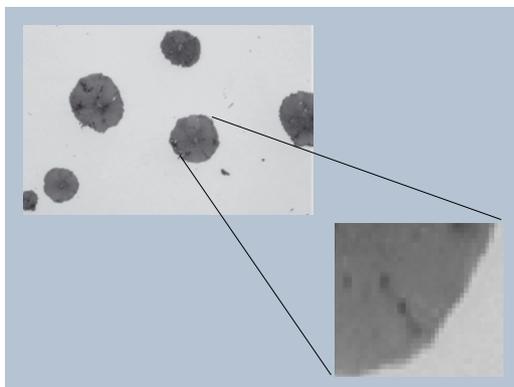
Die Bilddatenfiles basieren auf zwei Primärformaten, Bit-map und Vektor. Im Normalfall werden in der materialkundlichen Bildverarbeitung Bit-map basierende Bilder verarbeitet. Die als digitales Muster gespeicherten Bilder sind im Wesentlichen Rasterfelder, bestehend aus Pixelreihen und Pixelspalten. Wenn das Bild digital vergrößert wird, um Details zu erkennen, werden die einzelnen Pixel sichtbar. Pixel - oder Bildelemente - sind der kleinste Bestandteil eines Bildes. Ein auf einem Monitor dargestelltes Bild besteht aus Tausenden einzelner Pixel. In der Abbildung unten ist ein Gusseisenbild dargestellt. In dem digital vergrößerten Teilbereich kann man die einzelnen Pixel erkennen.

Jedes einzelne Pixel in einer Bitübersicht wird in einem oder in mehreren Informationsbits gespeichert. Wenn ein Bild einfarbig (schwarz/weiß) ist,

dann ist ein Bit zur Informationsdarstellung pro Pixel ausreichend. Normalerweise liegen im Bereich der Materialkunde aber Farb- oder Grauwertbilder vor. Um diese Bilder darstellen zu können, werden zusätzliche Bits benötigt, um die Farbwerte bzw. die Grauwerte darstellen zu können. In Tabelle 50 ist dargestellt, wie viele Bits pro Pixel notwendig sind, um Graubilder oder Farbbilder darstellen zu können.

Bei Grauwertbildern arbeitet man mit 256 Graustufen, die jeden möglichen Grauton darstellen, wobei Schwarz den Wert 0 und Weiß den Wert 255 hat. Beispielsweise würden die Informationen, die für das Bild in Abbildung 53 gespeichert wurden, eine Kombination der X- und Y-Positionen und einer Zahl von 0 bis 255 sein. Für Farbbilder gibt es zwei allgemeine Modelle, die benutzt werden, um Farben numerisch darzustellen, nämlich als RGB- oder HLS-Bild. Jede dieser Darstellungsarten erfordert die Speicherung von drei weiteren Werten, zusätzlich zur X- und Y-Position jedes einzelnen Pixels, um das Bild wiederzugeben. Im Allgemeinen ist festzustellen, dass Farbbilder bei gleicher Pixeldichte eine wesentlich größere Speicherkapazität als Grauwertbilder benötigen.

Das RGB-Modell basiert auf drei Primärfarben, Rot, Grün und Blau, die in verschiedenen Anteilen kombiniert werden können, um unterschiedliche Farben darzustellen. Diese Zusammenstellung nennt man additiv, weil, wenn die drei Farben zu gleichen Teilen miteinander kombiniert werden, das Ergebnisbild weiß ist. Fehlen hingegen die RGB Informationen ganz, ist das Ergebnisbild schwarz. Die drei Primärfarben RGB werden jede als Wert zwischen 0-255 dargestellt. Die durch die Kombination der 3 Primärfarben entstehenden Farbtöne resultieren aus den unterschiedlichen Anteilszugaben einer jeden Primärfarbe. Beispielsweise hat reines Rot einen Rotwert von 255, einen Grünwert von 0 und einen Blauwert von 0. Gelb hat einen Rotwert von 255, einen Grünwert von 255 und einen Blauwert von 0. Dieses System wird als Kubus mit drei unabhängigen Richtungen dargestellt: Rot, Grün und Blau, die den vorhandenen Raum überspannen. Die Raumdiagonale des Würfels stellt die Intensität der Lichtstärke dar.



Ausschnittvergrößerung der Graphitkugel mit sichtbaren Pixeln

Tabelle 50: Digitalisierung, Speichertiefe in Bit

Bits

1	2^1 = Darstellung von 2 Tönen, Schwarz und Weiß
8	2^8 = Darstellung von 256 Graustufen
24	2^{24} = Darstellung von ~16,7 Millionen Farben
32	2^{32} = Darstellung von ~429,5 Millionen Farben



Bildarchivierung und -analyse

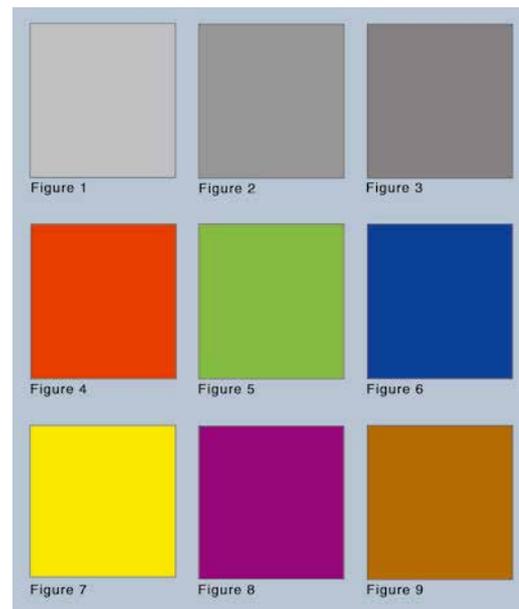
Das HLS Modell beruht auf dem Konzept der Farbe, der Helligkeit und der Farbsättigung. Farbe bedeutet die Darstellung des Farbtons. Durch eine Ätzung könnten z.B. die unterschiedlichen Stufen der Farbtöne Braun oder Blau dargestellt werden. Die Farbsättigung erfolgt komplementär zur Farbe. Sie bestimmt, wie leuchtend oder rein - im Gegensatz zu wässrig oder trübe - eine bestimmte Farbe ist. Die Leuchtkraft hängt von der Lichtintensität ab und wird als vergleichbar mit den Grauwerten gesehen, bei denen Null schwarz und 255 weiß bedeutet. Der HLS Farbraum kann als doppelter Kegel angesehen werden, in dem die Raummittellinie des Kegels die Grauwertentwicklung von Schwarz zu Weiß darstellt, der Abstand von der zentralen Mittellinie die Sättigung und die Richtung oder der Winkel die Farbe ist.

In der Abbildung rechts ist jeweils ein Pixel in neun unterschiedlichen Farbwerten dargestellt. Diese 9 Werte sind in der Tabelle 47 für die Grauwert-skala, das RGB-Modell und das HLS-Modell wiedergegeben. Bei den Pixeln, die keine Grauwerte enthalten (4- 9), entfällt die Angabe des Grauwertes.

Die Bildauflösung ist im Wesentlichen von der Bildquelle, dem Mikroskop, Makroskop oder anderen zusammenhängenden Merkmalen abhängig. In der digitalen Mikroskopie ist die Auflösung der Bilder abhängig von der Mikroskopauflösung und der Pixelanzahl der Kamera. Die Deutlichkeit und die Auflösung eines digitalisierten Bildes hängt sehr stark von der Gesamtpixelanzahl ab, die benutzt wird, um das Bild darzustellen. Typische Pixelreihen in X- und Y- Richtung reichen von 640 x 480 bis zu 3840 x 3072. Multipliziert man diese Pixelreihen, so ergibt sich die Gesamtzahl aller Pixel, die zur Bilddarstellung benutzt wird. Eine hohe Pixelanzahl führt normalerweise zu schärferen Bildern, daher könnte man daraus schliessen, dass es immer erstrebenswert ist, Bilder mit der größt möglichen Pixelanzahl aufzunehmen. Das ist aber nicht

immer notwendig und zutreffend. Je größer die Pixelanzahl der aufgenommenen Bilder ist, desto größer wird auch der benötigte Speicherplatz. Daher sind diese Bilder nicht für die Veröffentlichung auf Webseiten oder das Versenden als E-mail geeignet. In Folge dieser Überlegung ist es wichtig, die Kamera nach den Bedürfnissen der anstehenden Aufgabenstellung auszuwählen.

Um Messungen durchführen zu können, müssen das Bild oder die Bildquelle zuerst kalibriert werden. Die Kalibrierung wird durchgeführt, indem man einen bekannten Abstand mit der Pixelanzahl ins Verhältnis setzt. Beim Lichtmikroskop werden die einzelnen Vergrößerungsstufen (Objektive) mit Hilfe eines Objektmikrometers kalibriert. Wenn keine quadratischen Pixel vorliegen, ist es notwendig, die Kalibrierung in X- und Y-Richtung durchzuführen.



Pixeldarstellung mit unterschiedlichen Grau- und Farbwerten

Tabelle 51: Pixelspeichertiefe bei Farbdarstellung

Pixel	Grauwerte	Farbton [Hue]	HLS Modell Helligkeit [Luminance]	Sättigung [Saturation]	Rot	RGB Modell- Grün	Blau
1	192	0	192	0	192	192	192
2	150	0	150	0	150	150	150
3	128	0	128	0	128	128	128
4		0	127	255	255	0	0
5		85	127	255	0	255	0
6		170	127	255	0	0	255
7		60	98	100	255	255	0
8		310	36	79	148	31	129
9		25	100	176	169	113	31



Außerdem ist es möglich, Bilder zu kalibrieren, die aus einer anderen Quelle importiert wurden. Voraussetzung für das Kalibrieren einzelner Bilder ist das Vorhandensein eines Maßbalkens im Bild.

Bildverbesserung

Hinter dem Begriff Bildverbesserung verbirgt sich eine Anzahl von Grauwertfiltern, die teilweise benötigt werden, um das Bild für eine automatische Auswertung vorzubereiten. Durch Einsatz dieser Filter kann in den Bildern eine Veränderung der Graustufen, Hervorhebung von Kanten oder Nachschärfen des Bildes durchgeführt werden. Die Graubildbearbeitung ermöglicht, die Werte der einzelnen Pixel über den gesamten Bildinhalt zu ändern. Hierfür gibt es zwei Möglichkeiten: Die Einstellung von Kontrast, Helligkeit und Gamma oder den Vergleich der benachbarten Pixel. Der Vergleich benachbarter Pixel kann als Grundoperation betrachtet werden. Die eingesetzten Nachbarschaftsfilter sind normalerweise Quadrate der Pixelanzahl 3x3, 5x5, 7x7 usw. Eine typische Anwendung ist es, den lokalen Kontrast an Phasengrenzen zu verbessern. Dies bedeutet, dass bei der Anwendung eines Kantenfilters die Phasenübergangsgrenze schmaler wird. Durch diese Operation ist eine genauere Schwellwertsetzung möglich.

Manuelle Bildvermessung

Bei der manuellen Bildvermessung bestimmt der Anwender, welche Messungen im Bild vorgenommen werden. In den OmniMet Systemen besteht die Möglichkeit der Linienmessung, der parallelen Linienmessung, der Radien- oder Durchmesserbestimmung, der freien Linienmessung und der Winkelbestimmung. Der Anwender bestimmt also, welche Maße in dem auszuwertenden Bild von Interesse sind. Die ermittelten Messwerte können gespeichert werden und in Datenverarbeitungsprogrammen weiter ausgewertet werden. Diese Auswertungsmethode ist natürlich sehr zeitaufwendig und somit nur für eine begrenzte Anzahl von Bildern anzuwenden. Im Bild rechts ist das Beispiel einer parallelen Linienmessung dargestellt. Diese Messmethode ist eine der am häufigsten angewendeten Messungen zur Bestimmung von mittleren Schichtdicken.

Zusätzlich zu der manuellen Vermessung besteht die Möglichkeit, Textfelder mit Bemerkungen bzw. Beschreibungen in die einzelnen Bilder einzufügen. Anmerkungen zu den Bildern oder Bildinhalten können somit (wie ein Aufkleber) einfach eingefügt werden. Besonders wichtig ist das Einfügen des Maßstabbalkens, der in der unteren Ecke des

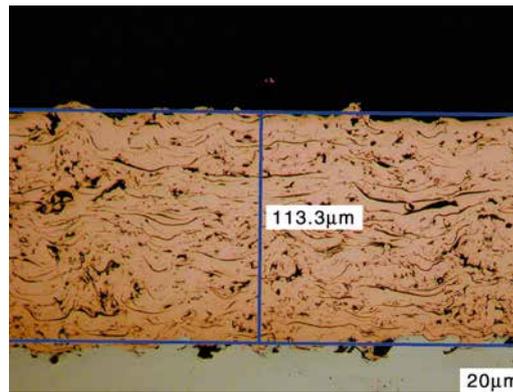
Bildes eingefügt werden kann. Der eingeblendete Maßbalken ermöglicht bei Veränderung der Bildgröße jederzeit eine Kontrolle der Messergebnisse.

Automatische Bildvermessung

Wenn detaillierte Messreihen durchgeführt werden sollen oder eine hohe Genauigkeit der quantitativen Auswertung gefordert ist, ist es wichtig, diesen Prozess zu automatisieren. Betrachtet man zum Beispiel die manuelle Schichtdickenmessung, ist es in diesem Beispiel möglich, den prozentualen Porenanteil innerhalb der Schicht zu vermessen und gleichzeitig die Schichtdickenverteilung zu bestimmen. Im Folgenden ist dieser Ablauf der Messung dargestellt und beschrieben.

Schwellwert

Die Schwellwertsetzung dient zur Auswahl eines bestimmten Grau- oder Farbwertbereichs. Die ausgewählten Grau- oder Farbwertbereiche werden durch unterschiedliche Falschfarben (Bitplanes)



Parallele Linienmessung zur Bestimmung der mittleren Schichtdicke

dargestellt. Die Bitplanes sind eine binäre Schicht, die über den ausgewählten Schwellwertbereich gelegt wird. Die Vermessung der geometrischen Größen wird dann an den gewählten Bitplanes vorgenommen.

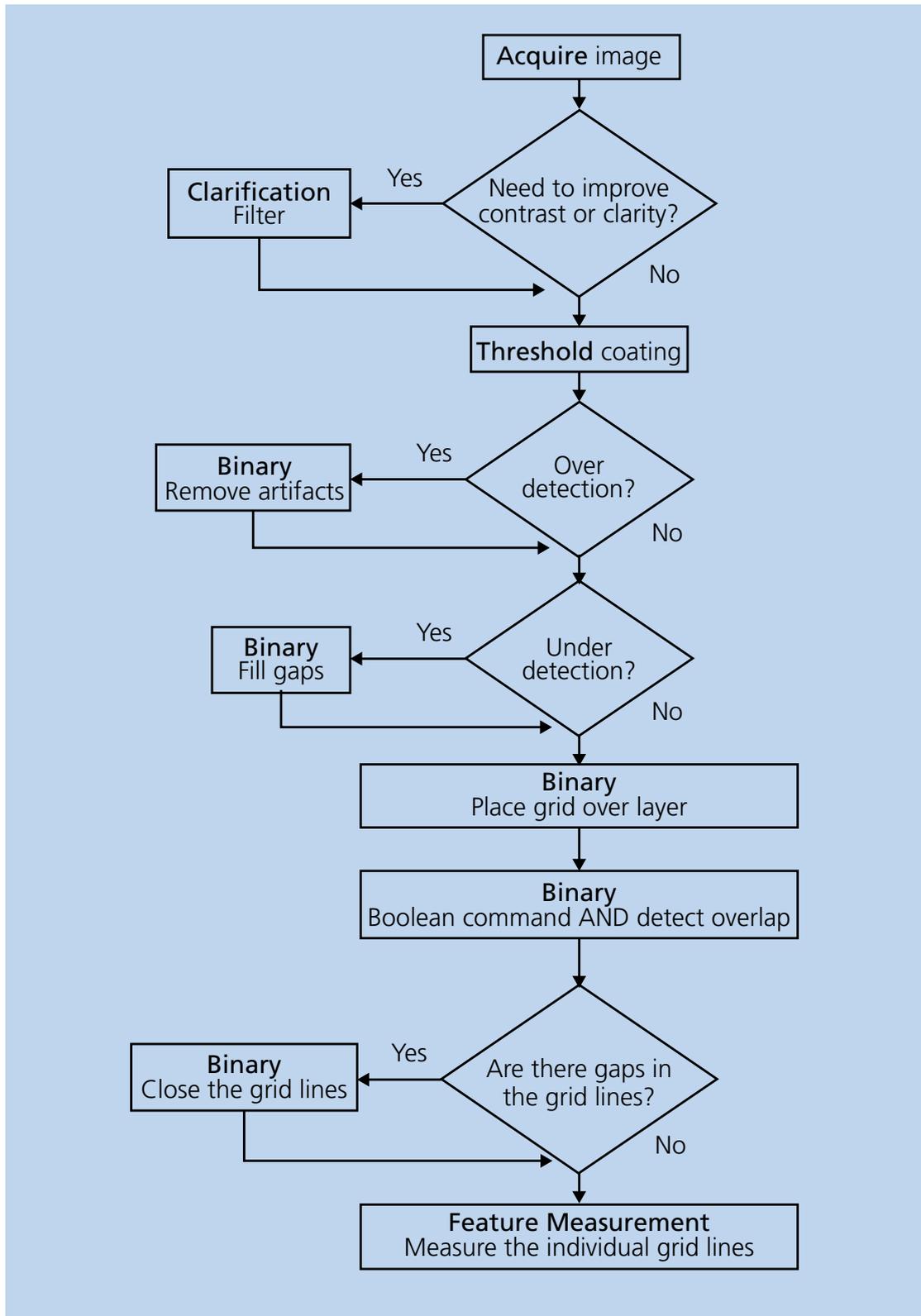
Der erste Schritt der Schwellwertsetzung ist die Darstellung des Grau- bzw. Farbwerthistogramms. Das bedeutet, dass jedem Pixel im Bild der entsprechende Grau- oder Farbwert zugeordnet wird und danach die Grau- oder Farbwerte als Histogramm dargestellt werden. Beim Arbeiten im Grauwertbereich wird die Grauskala mit 8 Bit Tiefe aufgelöst. Das bedeutet, dass das Bild in 256 Graustufen dargestellt wird. SCHWARZ entspricht dem Wert 0 und WEISS dem Wert 255.



Werkzeugleiste mit interaktiven Messmöglichkeiten



Bildarchivierung und -analyse



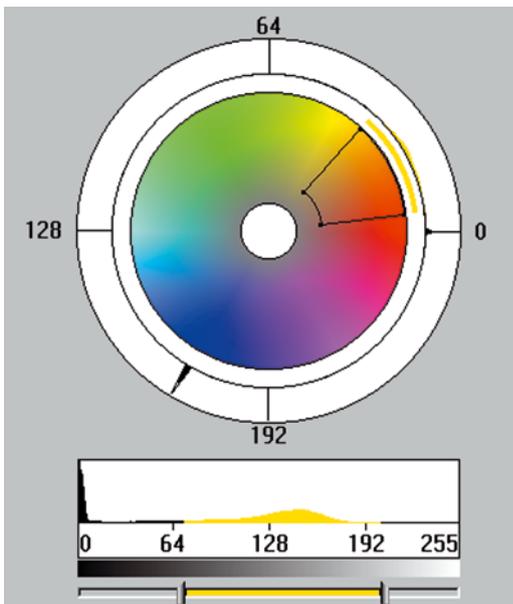
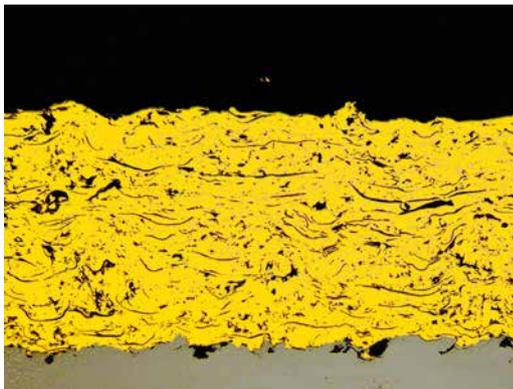
Arbeitsschritte der Routine zur automatischen Schichtdickenbestimmung



Beim Arbeiten mit einem Farbbild entsprechen die gleichen 256 Werte der Helligkeit. In Abbildung unten wurde die gelbe Bitplane ausgewählt und der auszuwertenden Schicht zugewiesen. Die Darstellung entspricht der Farbschwellwertsetzung im HLS-Raum, wie oben beschrieben.



Thermische Spritzschicht, erfasst mit 1200 x 1600 Pixeln

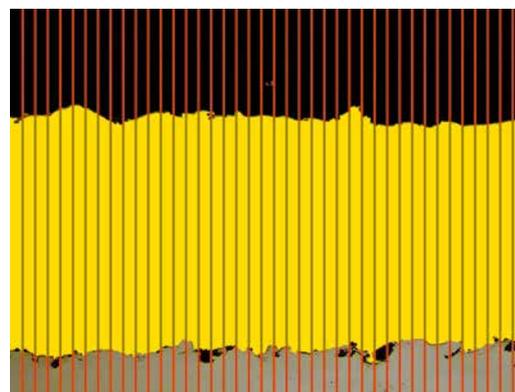


HLS Schwellwertbild der Schicht mit gelb überlagerter Bitplane

Binärbildbearbeitung

Nachdem die Schwellwerte ausgewählt wurden, können die unterschiedlichen Phasen bzw. Bestandteile des Gefüges durch unterschiedliche Bitplanefarben dargestellt werden. Es ist möglich, mehrere Phasen oder Bestandteile in einem Arbeitsschritt automatisch zu vermessen. Die binäre Bildbearbeitung ermöglicht die separate Bearbeitung der ausgewählten Bitplanes. Die Bearbeitung der einzelnen Bitplanes ermöglicht es, die Phasen oder Bestandteile nach deren Morphologie oder Größe zu unterscheiden. Zusätzlich besteht die Möglichkeit, über Ausschlussverfahren Phasen oder Bestandteile in die Messung einzubeziehen oder auszuschließen. Die Binärbildbearbeitung erlaubt also dem Anwender auszuwählen, welche Phasen oder Bestandteile von Interesse sind.

Im Beispiel der Schicht ist es also möglich, den prozentualen Flächenanteil der Poren (schwarz) in der Schicht zu bestimmen und gleichzeitig eine Größenverteilung der Porenflächen und mittleren Porengröße zu ermitteln. Vor der Vermessung der Schichtdickenverteilung ist es aber notwendig, die Bezugsfläche im Gebiet der Schicht zu definieren. Die Kombination unterschiedlicher binärer Befehle wie Füllen und Schließen werden verwendet, um unsichtbare Poren auszuschließen. Um die Schichtdickenverteilung zu ermitteln, wird der ausgewählte Bereich mit einem Gitternetz überlagert. Durch Boolesche Operationen ist es nun möglich, eine logische Verknüpfung der unterschiedlichen Bitplanes (gelb und rot) vorzunehmen. Boolesche Verknüpfungen sind also logische Funktionen zwischen zwei unterschiedlichen Bitplanes. Im Allgemeinen handelt es sich um die Verknüpfungsarten ODER und UND.

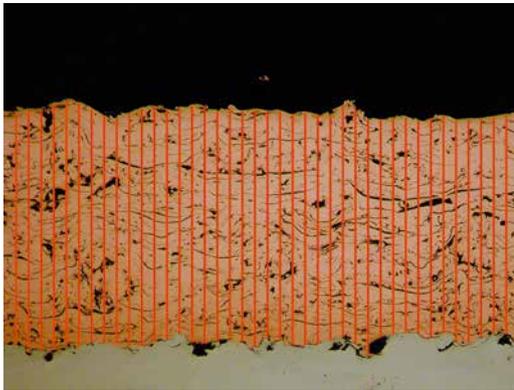


Bildarstellung nach Binärbildoperationen, Füllen, Schließen, und Überlagerung des Gitternetzes.



Bildarchivierung und -analyse

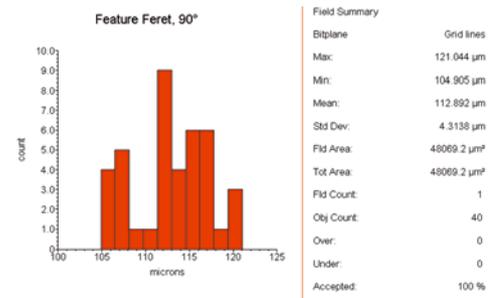
Bei einer UND-Verknüpfung in der Schicht betrachtet man nun die roten Linien, die sich mit der gelben Bitplanefläche decken. Die Abbildung unten zeigt das Ergebnis der Booleschen UND-Verknüpfung. Bei der ODER-Verknüpfung ist es möglich, zwei unterschiedliche Phasen miteinander zu verbinden. Hat man zum Beispiel Oxide und Sulfide anfangs einzeln ermittelt und jeweils in einer anderen Bitplane dargestellt, so kann man über ODER-Verknüpfung den Gesamtanteil der Einschlüsse ermitteln.



Darstellung der Messlinien nach Boolescher UND Verknüpfung

Eine der leistungsfähigsten Binärbildfunktionen ist die Möglichkeit, die einzelnen geometrischen Parameter in Gruppen zu unterteilen. Diese Unterteilung kann über die Form oder die Größe vorgenommen werden. Es kann eine einzelne Größenangabe (>5 mm) oder eine mehrfache Größenangabe sein (>2 und <5). Wenn eine maximal zulässige Porengröße spezifiziert ist, können alle Poren, die diese Spezifikation übertreten, gekennzeichnet werden. Die Messparameter können sich auf unterschiedliche Größen beziehen. Als Messparameter können alle zur Verfügung stehenden geometrischen Größen wie Durchmesser, Längenverhältnis, Flächen usw. angewandt werden. Zusätzlich spielen Formfaktoren eine wesentliche Rolle, z.B. bei der Klassifizierung von Poren. Poren, die durch Ausgasen im Material entstehen, sind kreisförmig, Poren, die durch Schrumpfung entstehen, haben oft wesentlich kompliziertere Formen. Mit Formfaktoren ist man in der Lage, Teilchen oder Poren auf das Verhältnis, z.B. Fläche/Umfang, zu überprüfen. In diesem Beispiel der Schicht wurden die Poren von den länglichen Oxiden getrennt.

Gitterlinien, die die Schicht überlagern, werden anschließend für die Längenmessung ausgewertet. Die Einzellängen der Linien werden als Histogramm dargestellt, das statistische Daten wie Minimum-, Maximum-, Mittelwert- und Standardabweichung in der Schicht aufzeigt.



Histogrammdarstellung der gemessenen Linien aus nebenstehender Abbildung.

Die quantitativen Messungen kann man in zwei Kategorien aufteilen: in feldspezifische oder objektspezifische Messungen. Die Längenmessung der Gitterlinien ist eine objektspezifische Messung. In diesem Fall wird jede einzelne Länge gemessen und im Histogramm mit der dazugehörigen Statistik dargestellt. Im Falle der Korngrößenverteilung oder der Teilchengrößenverteilung werden die Körner oder Teilchen, die den Bildrand schneiden, gelöscht. Damit werden nur Körner oder Teilchen gemessen, die innerhalb des Bildes liegen.

Feldmessungen werden am gesamten Bild durchgeführt und ermitteln die Summe aller Vorkommnisse im Bild oder in dem gewählten Bildausschnitt. Statistische Informationen bei Feldmessungen können nur dann erhoben werden, wenn mehrere Einzelfelder analysiert werden. Die Feldmessung wird eingesetzt, um Phasenanteile in Mikrogefügen zu bestimmen. Im Allgemeinen wird bei der Feldmessung der prozentuale Phasenanteil bestimmt. Die Ermittlung der Flächenanteile basiert auf dem Verhältnis der Pixel einer Bitplane zur Gesamtpixelanzahl des Bildes. Im Falle der Schicht ergibt sich die Notwendigkeit, die Porosität im Verhältnis zur Schicht und nicht im Verhältnis zum gesamten Bild zu betrachten. Diese Berechnung erfolgt, indem man die Anzahl der Pixel in dem zu untersuchenden Bitplane, d.h. die Poren in der Schicht, durch die Gesamtpixelanzahl der Schicht dividiert.



Allgemeine Applikationen

Buehler ist bereits seit über 20 Jahren im Bereich der quantitativen Bildanalyse tätig. Durch die langjährigen Erfahrungen in der quantitativen Materialkunde haben sich einige Applikationen als besonders wichtig erwiesen, die nachfolgend aufgelistet werden.

Korngröße

Mit Hilfe der Bildanalyse ist es möglich, eine schnelle und genaue Bestimmung der mittleren Kornzahl und Kornzahlverteilung nach ASTM E 112 zu bestimmen. Selbst wenn nach der Ätzung die Korngrenzen nicht deutlich ausgebildet sind, ist es möglich, eine automatische Korngrenzenrekonstruktion durchzuführen. Durch manuellen Eingriff in die automatische Messung besteht weiterhin z.B. die Möglichkeit, Zwillingskorngrenzen auszuschalten. Besteht eine Vorgabe, welche maximale oder minimale Korngröße zugelassen ist, können alle Körner, die nicht dieser Vorgabe entsprechen, mit einer anderen Bitplanefarbe gekennzeichnet werden.

Porosität

Porosität ist in vielen technischen Materialien nicht erwünscht, da die physikalischen Eigenschaften des Materials durch Poren verändert werden. Die Bildanalyse ist in der Lage, eine quantitative Porenanalyse durchzuführen, welche die Anzahl der Poren pro Gesichtsfeld, die maximale und mittlere Größe, die Porenform und die Größenverteilung der Poren in Form eines Histogramms beinhalten kann.

Linienmessung

In einer Vielzahl von Messaufgaben reicht eine manuelle Linienmessung aus. Werden jedoch ein hohes Maß an Genauigkeit und statistische Werte gefordert, ist die automatische Bildanalyse eine große Zeitersparnis. Eine Beschichtung oder eine Schicht wird aufgrund der Pixelwerte ermittelt und nach der Binarisierung der Schicht werden über die Schicht Gitterlinien gelegt. Durch Boolesche Verknüpfung werden die Pixel zwischen der Schicht und den Gitterlinien ausgewertet. Das Resultat ist die automatische Bestimmung der Linienlängen, welche die Schichtdicke darstellen.

Form- und Größenmessung

Die Form des Graphits in Gusseisen ist entscheidend für die Qualität und Verformbarkeit des Materials. Gusseisen wurde so entwickelt, dass der Graphit in Form von Kügelchen auftritt. Dadurch wurden die mechanischen Eigenschaften des Materials deutlich verbessert. Jedoch können Schwankungen der chemischen Zusammensetzung der Schmelze oder andere Faktoren die Graphitkugeln dazu bringen, eine unregelmäßige Form anzunehmen. Diese Formveränderung kann zu einer

Verminderung der mechanischen Eigenschaften führen. Mithilfe der quantitativen Bildanalyse besteht die Möglichkeit, die Graphitformen zu kontrollieren und die nodularity (Kügelchenbildung) des Graphits festzustellen.

Die gleichen Auswertungstechniken können natürlich auf alle Arten von Partikeln angewandt werden.

Prozentuale Phasenanteilsbestimmung

Die Flächenprozentanteile verschiedener Phasen in Mikrostrukturen beeinflussen die Materialeigenschaften. Die Zugfestigkeit von Gusseisen z.B. hängt direkt mit dem prozentualen Anteil des Perlits zusammen. Es besteht die Möglichkeit, in einem Bild unterschiedliche Phasen quantitativ zu bestimmen. Es ist zum Beispiel eine wesentliche Aufgabe der quantitativen Bildanalyse im Bereich der Reinheitsgradbestimmung in Stahl, die prozentualen Anteile von Sulfiden und Oxiden zu bestimmen.

TIPPS ZUR BILDARCHIVIERUNG UND BILDANALYSE

Wählen Sie ein Kamerasystem mit der Pixeldichte aus, die für die Aufgaben ausreichend ist. Speichern Sie wenn möglich die Bilder mit Maßbalken ab. Wenn Sie Bilder für eine spätere Auswertung abspeichern, achten Sie darauf, dass die Bilder als Originalbilder abgespeichert werden.



Härteprüfung

EIN KURZER ÜBERBLICK ÜBER DIE GESCHICHTE DER HÄRTEPRÜFUNG

Die Härteprüfung, wie sie bei vielen Materialien und insbesondere bei Metallen angewandt wird, ist eine nützliche mechanische Prüfung, die in diversen Formen seit über 250 Jahren durchgeführt wird. Obwohl die Härte nicht als physikalische Eigenschaft definiert ist, darf deren Bedeutung nicht unterschätzt werden. Die sich aus einer Härteprüfung ergebenden Informationen können andere Materialprüftechniken wie die Zug- oder Druckprüfung ergänzen und werden häufig in Kombination mit diesen verwendet, um kritische Materialinformationen zu erhalten.

Über Jahre hinweg wurden diverse Verfahren zur Bestimmung der Härte von Materialien entwickelt und angewandt. Von früheren Formen der Ritzprüfung bis zu modernen Methoden, die automatisierte Bildauswertungsverfahren nutzen, hat sich die Härteprüfung zu einem effektiven und präzisen Materialprüfverfahren entwickelt.

Eine der frühesten Formen der Härteprüfung ist die Balkenritzprüfung, die bis in das Jahr 1722 zurückreicht. Diese Prüfung nutzte einen Balken, der von einem Ende zum anderen Ende in seiner Härte zunahm. Der Punkt, an dem das zu prüfende Material in der Lage war, einen Kratzer am Balken zu hinterlassen, wurde als Härte des Prüflings definiert. Im Jahr 1822 wurden Härteprüftechniken eingeführt, bei der die Oberflächen der Prüfmaterialien mit einem Diamanten geritzt und anschließend die Breite der Linie vermessen wurden. Dieser Ansatz führte schließlich zur Entwicklung der Mohs-Skala, einer Härtereferenz, die im geologischen Bereich nach wie vor genutzt wird.

Die Mohs-Skala [34] besteht aus 10 Mineralien, die von sehr hart (10 = Diamant) bis weich (1 = Talk) eingestuft werden. Nun kann jedes Mineral alle Mineralien ritzen, die in der Mohs-Skala niedriger eingestuft sind. Die Mohs-Skala ist nicht linear. Der Härteunterschied zwischen 9 und 10 ist erheblich größer als der Härteunterschied zwischen 1 und 2. Um die Mohs-Skala in unseren Kontext zu bringen: gehärteter Werkzeugstahl wäre der auf der Skala bei circa 7 oder 8 einzuordnen.

In den folgenden 75 Jahre wurden weitere präzisere Verfahren der Ritzprüfung eingeführt. Die dabei verwendeten Apparate beinhalteten ein integriertes Mikroskop, einen Tisch und einen Belastungsmechanismus für den Diamantkörper, mit dem zunehmende Lasten bis 3 Gramm aufgebracht werden könnten. Das zu prüfende Material wurde unter unterschiedlicher Lasteinwirkung geritzt und anschließend mit einem Standardritzsatz bekannter Werte verglichen.

Zu einem späteren Zeitpunkt wurde dann die Ein-

Definition

Nach Adolf Martens wird die Härte als Widerstand bezeichnet, den ein Material dem Eindringen eines anderen (wenig verformbaren) Körpers entgegensetzt.

Der Formänderungswiderstand (Härte) definiert sich als Quotient einer Prüfkraft und der Eindrucksfläche und ist die Grundlage für den Begriff der technischen Härte:

$$H = F/A \quad (F=\text{Prüfkraft}, A=\text{Eindrucksfläche})$$

druckhärte eingeführt. Eine frühe ca. 1859 entwickelte Form basierte auf der Last, die für die Erzeugung eines 3,5 Millimeter großen Eindrucks im Material erforderlich war. Die erste weitgehend anerkannte und standardisierte Eindrucksprüfung wurde von J. A. Brinell im Jahr 1900 [35] entwickelt. Die Härteprüfung nach Brinell, die heutzutage nach wie vor weitgehend angewandt wird, beinhaltete das Eindringen der Metalloberfläche mit einer 1 bis 10 mm großen Stahlkugel (heutige



Historischer Wilson Rockwell Tester der J-Serie, circa 1960.

Kugeln sind aus Wolframkarbid) und Lasten von bis zu 3000 Kilogramm. Der resultierende Abdruck bzw. der Durchmesser des Eindrucks wird gemessen und daraus ein mathematisch berechneter Härtewert abgeleitet.

Die gehärtete Stahlkugel der Prüfung nach Brinell beschränkte die Prüfung auf Materialien mit einer Härte von unter ~450 HBS (~48 HRC). Die härtere Wolframkarbidkugel vergrößerte diesen Bereich auf ~ 650 HBW.

Ein anderes Verfahren wurde von dem Wiener Professor Paul Ludwik [36] im Jahr 1908 im Grundgedanke entwickelt. Wirtschaftlich bedeutsam wurde das Verfahren aber erst 1914, als die Brüder Stanley und Hugh Rockwell eine Prüfvorrichtung mit einem konischen Diamanteindringkörper entwickelten haben, das die Eindringtiefe nutzte und ein Patent für den Entwurf eines Rockwell-Prüfgeräts beantragt haben. Ein Vorteil dieses neuen Prüfgerätes bestand in der Schnelligkeit des Verfahrens zur Bestimmung der Auswirkungen der



Wärmebehandlung an Stahllagerringen.

Weitere Patentanmeldungen die das Prüfverfahren verbesserten wurden zwischen 1919 und 1924 vorgenommen und genehmigt. Stanley Rockwell begann parallel dazu mit der kommerziellen Produktion von Rockwell-Prüfgeräten in Zusammenarbeit mit dem Gerätehersteller Charles H. Wilson in Hartford, Connecticut, USA. Das Unternehmen entwickelte sich zu Wilson Mechanical Instrument Co. und wurde als führender Hersteller von Rockwell-Prüfgeräten bekannt. Nach einigen Eigentümerwechseln Ende des 20. Jahrhunderts wurde Wilson zu einem wichtigen Bestandteil von Illinois Tool Works nachdem das Unternehmen im Jahr 1993 von Instron und im Jahr 2011 von Buehler übernommen wurde. Die Übernahme von Wolpert Hardness und Reicherter Hardness führte zur Planung und Produktion von ausgezeichneten Härteprüfsystemen.

Die Prüfung nach Rockwell bleibt eine der effektivsten und weitest verbreiteten Härteprüfverfahren. Jedoch sind die unterschiedlichen Skalen (15 Standard-Rockwell und 15 Superrockwellskalen) ein großer Nachteil der Prüfung nach Rockwell, besonders wenn die Bewertung des kompletten Materialhärtebereichs erforderlich ist.

Die Härteprüfung nach Vickers [37], die ursprünglich als Alternative zum Brinell-Verfahren konzipiert wurde, wurde ca. 1922 von Smith und Sandland in dem Unternehmen Vickers Ltd., einem britischen Technikkonglomerat, entwickelt. Bei der Entwicklung des neuen Eindringkörpers haben sich die Entwickler für eine Geometrie entschieden, die Härtewerte produziert, die mit den Brinellwerten in dem Bereich nahezu identisch sind, wo beide Prüfungen angewandt werden können. Hierbei handelte es sich um eine gut durchdachte Entscheidung, da die Vickers-Prüfung so äußerst einfach übernommen werden konnte. Das ideale d/D -Verhältnis (d = Abdruckdurchmesser, D = Kugeldurchmesser) für einen kugelförmigen Eindringkörper beträgt 0,375. Wenn Tangenten zur Kugel an den Abdruckkanten für $d/D = 0,375$ gezogen werden, treffen sich diese unterhalb der Mitte des Abdrucks in einem Winkel von 136° , d.h. dem für den Vickers-Eindruckkörper gewählten Winkel. Dies resultierte in einer konsistenteren und vielseitigeren Härteprüfung, mit der beliebige Materialien (außer Diamanten) bewertet werden konnten, und hatte den äußerst wichtigen Vorteil, dass die Härte aller Materialien in einer kontinuierlichen Skala zusammengefasst werden konnten.

Die ersten Vickers-Prüfgeräte wurde für Prüflasten von 1 bis 120 kgf entwickelt, was eher große Eindrücke hervorbrachte. Das britische National Physical Laboratory erkannte den Bedarf an niedrigeren Prüflasten und berichtete im Jahre 1932 zu die-

sem Thema. Lips und Sack entwickelten im Jahr 1936 das erste Vickers-Prüfgerät für kleine Lasten.

Im Jahr 1939 wurde eine Alternative zur Vickers-Prüfung von Fredrick Knoop am US-amerikanischen National Bureau of Standards eingeführt. Die Härteprüfung nach Knoop [38] nutze eine flachere, verlängerte Form der Diamantenpyramide und wurde für den Einsatz bei niedrigeren Prüflasten als bei der Vickers-Härteprüfung entwickelt, wodurch eine präzisere Prüfung von sprödem oder dünnem Material möglich wird. Sowohl die Prüfung nach Vickers als auch die Prüfung nach Knoop gelten heutzutage nach wie vor als populäre Härteanalyseverfahren.

Die Härteprüfgerätetechnik entwickelte sich in der zweiten Hälfte des 20. Jahrhunderts nicht wesentlich weiter, die meisten Systeme nutzten das Totgewichtverfahren zur Aufbringung der Prüflasten. Während die Totgewichttechnik ziemlich einfach, zuverlässig und weitestgehend anerkannt war, sind mit dem Verfahren dennoch auch Mehrdeutigkeiten verbunden. Eine arbeitsintensive Produktion in Kombination mit dem Komplexitäten eines hochmechanischen Systems mit Hebeln, Zapfen und Führungen resultierte in einer erforderlichen Weiterentwicklung. Es wurde offensichtlich, dass andere neu entwickelte Formen der Kraftregulierung von Messgeräten gleichermaßen für die Härteprüfung eingesetzt werden konnten.

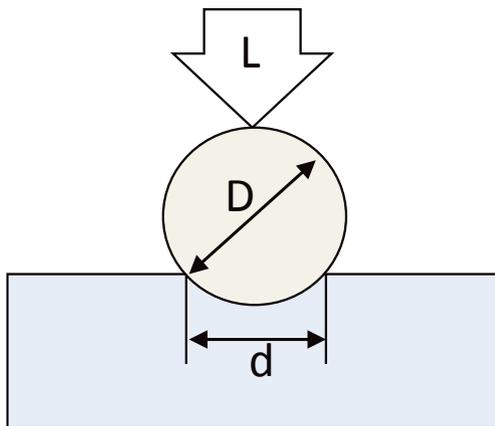
Mit dem zunehmenden Bedarf an Produktivität, Präzision, Anwenderfunktionen und Wiederholbarkeit wurde die Lastzellentechnologie mit geschlossenem Regelkreis zu einem Faktor der Härteprüfung. Während der 50er Jahre des 20. Jahrhunderts bereitete Instron den Weg für die Nutzung von geschlossenen Regelkreissystemen in Zugprüfgeräten. Geschlossene Regelkreissysteme unterscheiden sich dahingehend von offenen (Totgewicht-)Systemen, da sie über ein Mittel zur elektronischen Messung der während jeder Prüfung ausgeübten Kraft verfügen und die Informationen zurück in das Regelsystem leiten. Durch den Zusammenschluss von Instron und Wilson konnte die Regelung mit geschlossenem Kreislauf effektiv auf die Härteprüfgeräte angewandt werden und Systeme mit einer nie dagewesenen Wiederholbarkeit entwickelt werden. Ende des 20. Jahrhunderts wurde diese Technologie erstmalig in Rockwell-Prüfgeräte und später in Knoop/Vickers- sowie Brinell-Systeme integriert. Diese Technologie ist heutzutage ein populäres und weitgehend genutztes Format. Einhergehend mit den Fortschritten in der Computersteuerung sind nun vollautomatische Systeme erhältlich, die eine höhere Geschwindigkeit und Präzision wie niemals zuvor erreichen können.



EINE ZUSAMMENFASSUNG DER HÄRTEPRÜFVERFAHREN

Prüfung nach Brinell (ASTM E10 und ISO 6506)

Die Prüfung nach Brinell wird mit einer Wolframkarbidkugel (Durchmesser 1; 2,5; 5 oder 10 mm) unter einer konstanten Prüfkraft, üblicherweise zwischen 187,5 und 3000 kgf und einer bestimmten Eindringzeit (10 bis 30 Sekunden) durchgeführt. Die Haltezeit ist erforderlich, um sicherzustellen, dass keine Einflüsse mehr durch plastisches Fließen des Metalls auftreten. Für bestimmten Anwendungen kommen auch geringere Prüfkraften zum Einsatz. Nach Wegnahme der Prüfkraft wird der resultierende runde Eindruck im rechten Winkel über dem Eindruck mithilfe eines einfachen Mikroskops oder eines automatischen Messgeräts gemessen. Der Durchschnittswert zweier Diagonalenmessungen wird zur Berechnung der Härte herangezogen. Eine minimale Materialdicke von mindestens 8x der Prüftiefe wird empfohlen (ISO 6506).



Schematische Darstellung der Brinell-Prüfung.

Die tatsächliche Härte nach Brinell (HB) wird unter Berücksichtigung der Eindrucktiefe und der Prüfkraft berechnet:

$$HB = \frac{2L}{\frac{\pi D}{2} (D - \sqrt{D^2 - d^2})}$$

Dabei ist F = Last, D = Durchmesser des Kugeldrucks und d = Durchmesser des Abdrucks. Die Brinellhärte wird in der Regel aus einer Tabelle ermittelt, die den Härtewert in Abhängigkeit von Eindruckdurchmesser, Prüfkraft und Kugeldurchmesser auflistet. Außerdem sind automatische Brinell-Messgeräten zur Ermittlung der Härte erhältlich.

Die Prüfung nach Brinell wird für gewöhnlich bei der Prüfung von Aluminium- und Kupferlegierungen (mit niedrigen Kräften) oder Stählen und Gusseisen (mit höheren Kräften) angewandt. Brinell-Prüfgeräte werden häufig speziell für die Prüfung großer Teile, wie Motorsussteile und Rohrleitungen mit großen Durchmessern, hergestellt.

Aufgrund der großen Anzahl an verfügbaren Kugelgrößen und Lasten besteht die Möglichkeit, einen sehr großen Härtebereich mithilfe der Prüfung nach Brinell zu prüfen. Da die Eindringkugel selbst verformt werden kann, ist der Einsatz bei sehr harten Werkstoffen begrenzt.

Zu beachten ist, dass es eine Beziehung zwischen der Last und dem Kugeldurchmesser (L/D^2) gibt, wobei Prüfungen mit einer Kombination aus Last und Eindruckgröße angesichts der gleichen HB-Werte dasselbe Verhältnis aufweisen. Prüfungen mit unterschiedlichen Verhältnissen können nicht miteinander verglichen werden. Fehler bei der Messung nach Brinell sind normalerweise schlechten Oberflächenbedingungen oder Bedienereffern bei der optischen Messung zuzuschreiben, aufgrund der großen Eindruckgröße sind diese Fehler jedoch begrenzt.

Prüfung nach Rockwell (ASTM E18 Metalle, ISO 6508 Metalle und ASTM D785 Kunststoffe)

Aufgrund der Einfachheit des Verfahrens und des geringen Zeitaufwands bei der Prüfung ist Rockwell das weltweit am häufigsten angewandte Härteprüfverfahren. Als Eindringkörper werden entweder ein Diamantkegel oder Hartmetallkugeln mit unterschiedlichen Durchmessern verwendet. Die früher gebräuchlichen Stahlkugeln kommen heute nur noch in Ausnahmefällen zum Einsatz. Bei der Prüfung dringt der Eindringkörper zunächst mit einer Vorkraft F_0 in die Probe bis zu einer Tiefe ein, die als Bezugsebene für die weitere Messung dient. Hier wird die Tiefenmesseinrichtung auf Null gestellt. Anschließend wird die Prüfkraft F_1 aufgebracht und nach einer in der Norm definierten Einwirkdauer gehalten. Dabei wird die maximale Eindringtiefe erreicht. Danach wird die Prüfkraft F_1 wieder zurückgenommen, so dass nur noch die Prüfvorkraft F_0 wirkt. Gleichzeitig bewegt sich der Eindringkörper um den elastischen Anteil bei der Verformung zurück und verharrt bei der verbleibenden Eindringtiefe h, mit deren Hilfe die Rockwellhärte HR definiert ist:

$$HR = N - h/S$$

HR = Rockwellhärte

N = Konstante

h = bleibende Eindringtiefe

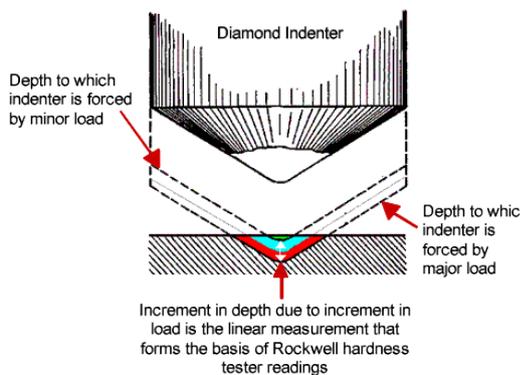
S = Skalenteilung

Die Rockwellhärte ist willkürlich definiert und als reiner Werkstoffkennwert zu sehen. Um einen



Table 52: Die gebräuchlichsten Rockwellskalen beim Rockwell- und Superrockwellverfahren

Skala	Prüfvorkraft (kg)	Prüfzusatzkraft (kg)	Eindringkörper
HRA	10	60	Diamant
HRB	10	100	1/16in Kugel
HRC	10	150	Diamant
HR15N	3	15	Diamant
HR30N	3	30	Diamant
HR45N	3	45	Diamant



Schematische Darstellung des Rockwell-Prozesses mit einem Diamantkegel-Eindringkörper.

möglichst breiten Anwendungsbereich des Verfahrens zu schaffen, wurden mehrere Rockwellskalen entwickelt. Keine dieser Skalen deckt den gesamten Härtebereich ab, was gleichzeitig der größte Nachteil des Verfahrens darstellt. Die HRA Skala deckt dabei noch den weitesten Härtebereich ab, wird aber kaum angewendet.

Prüfablauf einer Rockwellprüfung:

- Aufbringen der Prüfvorkraft. Die „Null“-Position wird registriert.
- Graduelle Ausübung der Last bis zum Erreichen der großen Last. Die maximale Penetrationsposition wird registriert.
- Entfernung der Last, bis die Prüfvorkraft wieder erreicht ist

Für das gesamte Verfahren sind nur wenige Sekunden (bis zu 15 Sekunden für Kunststoffe) erforderlich. Der Hauptvorteil der Prüfung nach Rockwell darin besteht, dass Ergebnisse schnell und direkt erzielt werden, ohne dass eine zweite, dimensionale Messung erforderlich ist.

Es gibt zwei Arten der Prüfung nach Rockwell:

1. Rockwell: Die Prüfvorkraft beträgt 10 kgf und die Prüfzusatzkraft 60, 100 oder 150 kgf.
2. Oberfläche Rockwell: Die Prüfvorkraft beträgt 3 kgf und die Prüfzusatzkraft 15, 30 oder 45 kgf.

Die Wahl des Eindringkörpers hängt im Wesent-

lichen von den Eigenschaften des zu prüfenden Materials ab. Rockwell-Härtewerte werden als eine Kombination der Härtezahl und eines Skalensymbols ausgedrückt, womit der Eindringkörper und die Prüfkraft hinterlegt werden. Die Härtezahl wird durch das Symbol HR und der Skalenbezeichnung ausgedrückt.

Am häufigsten wird ein Diamanteindringkörper mit einem Kegel von 120 Grad zum Prüfen von gehärteten Stählen und Hartmetallen eingesetzt. Weichere Materialien werden häufig mit Wolframkarbidkugeln mit Durchmessern von 1/16 Zoll bis 1/2 Zoll geprüft. Insgesamt ergeben sich aus der Kombination von Eindringkörper und Prüfkraft 30 unterschiedliche Skalen. Der Härtewert wird als Härtezahl gefolgt von den Buchstaben HR und der jeweiligen Skala angegeben. Die Angabe 63 HRC steht für eine Härte von 63 auf der Rockwell-Skala C. Höhere oder niedrigere Werte stehen für höhere oder geringere Materialhärten. Rockwell-Prüfkraften können entweder mit Lastzellensystemen mit geschlossenem Regelkreis oder traditionellen Totgewichtssystemen ausgeübt werden.

Faktoren mit Einfluss auf Genauigkeit, Präzision und Ausrichtung bei der Prüfung nach Rockwell

Eine der Hauptfaktoren mit Einfluss auf die Präzision und Zuverlässigkeit der Prüfung nach Rockwell ist das Prüfgerät selbst. Schwankungen der Prüfergebnisse sind die Summe der durch die Ausrüstung verursachten Schwankungen und die durch den Bediener und Umweltbedingungen verursachten Schwankungen. Prüfungen der Messgeräte-Wiederholbarkeit und -Reproduzierbarkeit (GR&R) können den Grad aufzeigen, bis zu dem durch die Maschine verursachte Schwankungen die verfügbare Verfahrenstoleranz aufnehmen kann. Hohe Schwankungen (oder kleine Verfahrenstoleranzen) führen zu einer höheren GR&R. Anhand einer GR&R-Prüfung mit unterschiedlicher Ausrüstung für dasselbe Verfahren kann der Anwender die inhärenten Schwankungen der Maschinenwerte direkt vergleichen (je niedriger der GR&R-Werte ist, desto besser ist die Leistung der Ausrüstung). Untersuchungen haben ergeben [39], dass Lastsys-



Härteprüfung

teme mit geschlossenem Regelkreis sowie sonstige Designfaktoren und die Produktionsqualität die Leistung der Ausrüstung in hohem Maße verbessern können.

Die Prüfung nach Rockwell wird als einfaches und schnelles Prüfverfahren eingestuft. Dennoch muss gewährleistet werden, dass der Zustand der Maschine, der Prüfling und der Prüfaufbau zur Sicherstellung konsistenter und genauer Ergebnisse korrekt sind. Es gibt zahlreiche Faktoren, die das Rockwell-Ergebnis negativ beeinträchtigen können. In den meisten Fällen können diese durch eine ordnungsgemäße Kalibrierung und Wartung vermieden werden. Außerdem muss sichergestellt sein, dass das korrekte Verfahren angewandt wird.

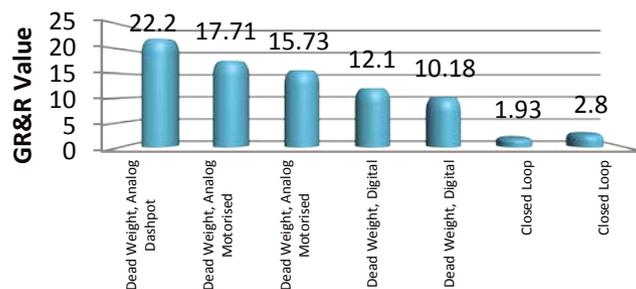
Eine der häufigsten Fehlerquellen ist eine Beschädigung des Eindringkörpers. Diamanteindringkörper sind äußerst hart, jedoch auch ziemlich spröde. Demzufolge besteht die Möglichkeit, dass diese durch eine starke Schlägeinwirkung beschädigt werden. Durch eine derartige Beschädigung (oder einen übermäßigen Verschleiß der Spitze) wird der Widerstand beim Eindringvorgang verändert, was zu einem höheren Härtemessergebnis führen kann. Genauso kann ein deformierter kugelförmiger Eindringkörper der Grund für zu hohe Messwerte sein.

Eine weitere häufige Fehlerquelle ist die Ablenkung der Lastbahn. Dies kann zahlreiche Ursachen haben, wobei alle in der Regel zu niedrigen Rockwell-Härtewerten führen. Ist der Amboss beschädigt oder weist dieser einen Eindruck auf, dann absorbiert auf der Oberfläche erhöhtes Material einen Teil der Ablenkung unter Lasteinwirkung. Sind Verschmutzungen oder Fett im Kontaktbereich zwischen dem Amboss und der Stellschraube bzw. dem Stellschraubenmechanismus selbst vorhanden, verursacht dies eine übermäßige Ablenkung und ändert das Härtemessergebnis.

Der Prüfling selbst ist für die Erzielung von guten Ergebnissen besonders wichtig. Obwohl die Prüfung nach Rockwell im Verhältnis zu optischen Prüfverfahren unempfindlich gegenüber einer Oberflächenvorbereitung ist, werden genauere

und reproduzierbarere Ergebnisse erzielt je besser die Oberflächenbeschaffenheit ist. Die Unterseite des Prüflings muss den Amboss sicher und ohne Einwirkungen durch Ablagerungen oder sonstigen losen Material kontaktieren. Prüflinge sollten vor der Prüfung stets gereinigt werden. Außerdem muss der Prüfling während der Prüfung in einer stabilen Art und Weise gehalten werden, da Bewegungen des Prüflings das Ergebnis erheblich beeinträchtigen können. Eine Bewegung von 2 µm entspricht 1 Rockwell-Punkt. Eine übermäßige Schwingung der lokalen Umgebung oder ein ungeeigneter Tisch können vergleichbare Probleme verursachen.

Der überwiegende Teil der oben beschriebenen Probleme kann vermieden werden, wenn der Bediener angemessen geschult, die Probe ordentlich befestigt und die Umgebung für die Prüfung geeignet ist. Außerdem sollten regelmäßig Reinigungs- und Wartungsarbeiten durchgeführt werden.



GR&R Ergebnisse verschiedener Rockwell-Härteprüfer.

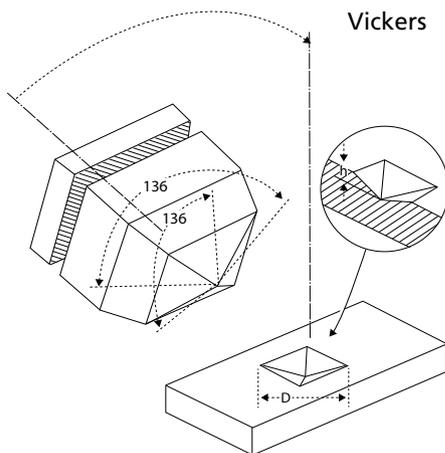


Das Verfahren nach Vickers (EN ISO 6507)

1925 entwickelten R. Smith und G. Sandland in Großbritannien das Vickers-Verfahren, das die Mikrohärtprüfung ermöglichte.

Der Eindringkörper für das Vickersverfahren ist eine gerade Pyramide aus Diamant mit quadratischer Grundfläche und einem Flächenwinkel von 136° . Die Geometrie wurde so gewählt, um vergleichbare Werte zum Brinelltest zu erhalten. Für Vickers-Härtewerte mit $F > 49 \text{ N}$ und Brinell-Härtewerte bis zum Belastungsgrad 30 gilt nach DIN 50150 bis HV 470 : $HB=0,95 \times HV$. Das ideale d/D Verhältnis (d = Eindruckdiagonale, D = Kugeldurchmesser) für einen kugelförmigen Eindringkörper liegt bei 0,375. Bei diesem Verhältnis schließen die Tangenten an dem Berührungskreis einen Winkel von 136° ein und man erhält so ähnliche Eindruckgeometrien.

Der Einsatz des Diamanten für das Vickersverfah-



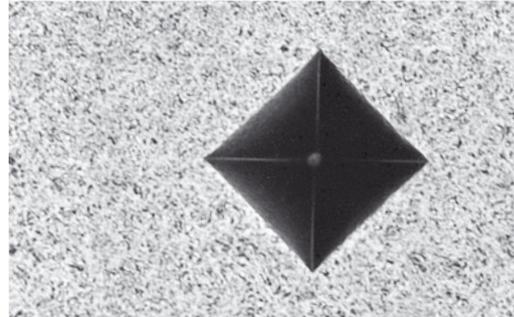
Schematische Darstellung des Vickers-Eindringkörpers und Form eines Eindrucks

ren hat den Vorteil, dass er für fast alle Werkstoffe (ausgenommen Diamant) einsetzbar ist und in einer kontinuierlichen Härteskala geführt werden kann.

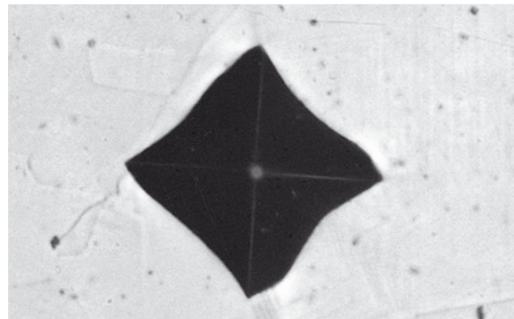
Die Prüfkraft soll innerhalb von 10 s stoßfrei aufgebracht und zwischen 10 und 15 Sekunden gehalten werden. Die Geometrie des Indenters und die Genauigkeit der angewendeten Kraft (Last) sowie der optischen Messeinrichtung (nach EN ISO 6507) müssen hierbei eingehalten werden, um korrekte Ergebnisse zu erhalten. Nach Entfernung der Last werden an dem bleibenden Eindruck beide Diagonalen (d_1 und d_2) vermessen und gemittelt. Die Vickershärte ermittelt sich aus der Formel

$$HV = (0,1891 \times F) / d^2$$

wobei F in N angegeben wird und d in mm , was zu der Einheit N/mm^2 führen würde, die Werte aber in der Praxis ohne Einheit angegeben werden.



Beispiel eines gut geformten Vickersindrucks (400 x)



Beispiel eines verformten Vickersindrucks (400 x)

Frühere Vickersgeräte wurden mit einem Lastbereich von 1kg bis 120kg entwickelt. Da kleinere Prüflasten benötigt wurden, berichtete das National Physical Laboratory (UK) 1932 erstmalig über den Gebrauch von kleineren Prüflasten. 1936 wurde das erste Gerät mit geringeren Lasten von Lips und Sack entwickelt.

Da die Form der Vickersindrücke geometrisch in allen Lastbereichen gleich ist, bleibt der HV Wert, mit statistischer Genauigkeit, über einen großen Lastbereich konstant, solange der geprüfte Werkstoff homogen ist. Studien über die Mikroinduktionsprüfung haben allerdings gezeigt, dass die Werte bei sehr geringen Laststufen ($< HV 0,2$) nicht konstant sind. Dieses Problem resultiert aus der geringen Größe des Eindrucks und der geringen Eindringtiefe, so dass partielle Werkstoffeigenschaften den Wert stark beeinflussen und das Vermessen der Diagonalen zu starken Fehlern führt.

Das Symbol für die Vickershärte ist HV und wird unter Angabe der Prüfkraft (bei Abweichung der Eindringzeit auch unter Angabe der Eindringzeit) ausgedrückt; bei einer Last von 300 g und einer Härte von 375 HV also als 375 HV 0,3.

Beim Vickersverfahren fließt der elastische Anteil durch die komplette Rücknahme der Last nicht mit in die Messung ein. Im Allgemeinen sind die Eindrücke quadratisch (Abbildung 48) und die Diagonalen haben fast gleiche Längen. Wie beim



Härteprüfung

Brinelltest werden die Vickerswerte über die Fläche des Eindrucks an der Probenoberfläche und nicht über die Oberfläche des Eindrucks ermittelt. Falls die Form des Eindrucks durch elastische Rückverformung deformiert ist (üblich bei anisotropischen Werkstoffen), kann es zu starken Abweichungen zwischen den Diagonalenlängen kommen und die Diagonalen sollten in diesem Fall gemittelt werden (Abweichungen > 5% sind laut ISO ungültig). Möglich wäre hier eine Auswertung der Oberfläche des Eindrucks über Bildanalyse. Da es jedoch kaum Studien hierzu gibt, wird derzeit nach wie vor die Messung der Diagonalen vorgenommen, selbst wenn der Eindruck verformt ist.

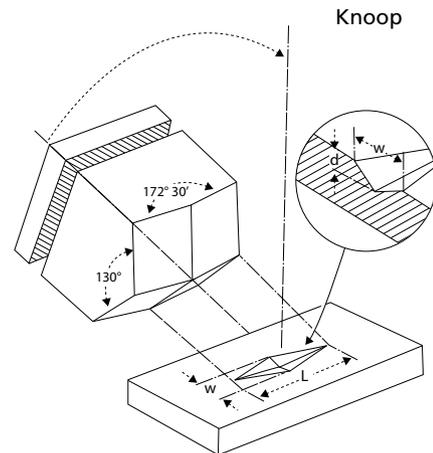
Im Zusammenhang mit materialographischen Untersuchungen ist die Mikrohärtprüfung besonders interessant. Sie wird eingesetzt, um feinste Änderungen der Härte, die absichtlich oder unbeabsichtigt dem Werkstoff zugeführt wurden, festzustellen. Härtereien setzen diese Technik ein, um ihre Wärmebehandlung an dem eingesetzten Material zu überprüfen, die Einhärtungstiefe zu ermitteln oder Randentkohlung festzustellen. Metallographen verwenden die Methode für die Auswertung an Teilen, die zu klein sind, um mit herkömmlichen Verfahren ermittelt zu werden. Sie bestimmen so die Homogenität eines Werkstoffs, die Härte an einzelnen Kristallen oder Phasen.

Obwohl der Begriff Mikrohärtigkeit im Allgemeinen von seinen Anwendern verstanden wird, vermittelt er den Eindruck, dass die Härte extrem niedrig sei, was nicht der Fall ist. Lediglich die aufgebrachte Last und die Eindruckgröße sind gegenüber den anderen Prüfverfahren sehr gering. Der ermittelte Härtewert bleibt jedoch gleich. Ausschüsse aus den Normungsgremien empfehlen daher die Verwendung des Begriffes Mikroindruckhärte oder Mikrohärtprüfung.

Das Verfahren nach Knoop

Eine Alternative zum Vickersverfahren bildet das Verfahren nach Knoop. Frederick Knoop und seine Kollegen vom ehemaligen National Bureau of Standards entwickelten ein Verfahren, bei dem ein Indenter mit rhombischer Grundfläche eingesetzt wurde. Die längere Diagonale ist 7-mal länger als die kürzere (genau 7,114). Durch diese Form des Indenters wird die elastische Rückverformung auf ein Minimum reduziert. Einige behaupten sogar, dass gar keine elastische Rückverformung stattfindet, aber dies kann nicht sein, da oft eine Abweichung vom idealen Verhältnis von 7,144 zwischen der längeren und der kürzeren Diagonale festgestellt wird. Der Knoop-Test gleicht im Prinzip dem

Vickersverfahren und wird mit dem selben Gerät durchgeführt. Für die Berechnung wird aber nur die längere Diagonale herangezogen. Dies spart natürlich etwas Zeit.



Schematische Darstellung des Knoop-Eindringkörpers und Form seines Eindrucks

Die Formel für die Knoop-Härte lautet

$$HK = (14,229 \times 0,102 \times F) / d^2$$

wobei F in N und d in mm angegeben werden. Die Härte wird wie bei Vickers angegeben, also z.B. 375 HK0,3, was bedeutet, dass mit einer Last von 300g eine Härte von 375 ermittelt wurde.

Das Knoopverfahren eignet sich besonders für das Prüfen von dünnen Schichten. Der Eindruck ist sehr flach, seine Tiefe beträgt 1/30 der langen Diagonale, so dass auch Folien sehr gut geprüft werden können. Da dadurch außerdem die Bruchgefahr vermindert wird, eignet sich das Verfahren gut für spröde Werkstoffe. Abgesehen davon erlaubt die lang gezogene Form des Eindrucks, relativ viele Eindrücke nebeneinander zu legen, ohne dass der erforderliche Mindestabstand von 2,5 x d unterschritten wird.

Nachteilig ist allerdings, dass die dreidimensionale Form des Eindrucks sich mit der Last verändert und somit der Wert je nach Prüflast stark variiert. Bei größeren Lasten ist dieser Einfluss nicht mehr so stark ausgeprägt. Umrechnungen zu anderen Skalen können nur bei einer Standardlast, im Allgemeinen 500 g, durchgeführt werden. Alle Umrechnungen basieren auf empirischen Daten. Sie sind nicht präzise, sondern geschätzt.



Fehlerquellen und Präzision

Viele Faktoren haben Einfluss auf das Resultat einer Härteprüfung (26). Schon in der Anfangsphase der Prüfungen mit geringen Prüfkräften wurde der Einfluss der Probenpräparation auf das Ergebnis erkannt. Fast alle Veröffentlichungen weisen darauf hin, dass eine ungeeignete Präparation der Probenfläche zu höheren Härtewerten führen kann, da es zu einer Kaltverfestigung der Probenoberfläche gekommen ist. Obwohl dies richtig ist, gibt es auch Fälle, bei denen Hitzeentwicklung durch eine ungeeignete Präparation zu einem Abfall der Härte geführt hat. Beide Probleme können also auf eine fehlerhafte Präparation zurückzuführen sein. Viele Jahre lang hielt man es für notwendig, die Probenoberfläche elektrolytisch zu polieren, um Verformungseinflüsse durch die konventionelle Präparation auszuschließen. Studien, z.B. von Len Samuels (3), haben aber gezeigt dass bei Durchführung einer modernen mechanischen Probenpräparation die elektrolytische Politur nicht länger notwendig ist.

Ebenso gibt es einige betriebsbedingte Faktoren, die kontrolliert werden müssen, um optimale Prüfergebnisse zu erhalten. So sollte in regelmäßigen Abständen der Eindringkörper auf Beschädigungen kontrolliert werden. ISO Normen empfehlen eine Überprüfung alle 2 Jahre. Einzuhaltende Spezifikationen findet man in den entsprechenden Normen.

Eine Hauptfehlerquelle bei der Prüfung ist das falsche Ausrichten der Probe in Bezug auf den Eindringkörper. Der Indenter selbst muss lotrecht ($\pm 1^\circ$) zum Probentisch ausgerichtet sein. Ebenso muss die Probenoberfläche senkrecht zum Indenter stehen. Spezielle Probenhalterungen wurden entwickelt, um Proben senkrecht, bzw. parallel zum Tisch, einzuspannen. Wird eine Probe einfach

auf den Tisch gelegt, so muss ebenfalls die Rückseite der Probe parallel zur polierten Oberfläche liegen. Weicht die Oberfläche mehr als 1° von der Parallelität ab, werden die Eindrücke asymmetrisch und es besteht die Gefahr des Kippens und Nachgebens, während der Eindruck gesetzt wird. Asymmetrische Eindrücke können im Allgemeinen beim Messen leicht erkannt werden.

In den meisten Fällen werden mit modernen Härteprüfgeräten kaum noch Fehler beim Eindruck gemacht, trotzdem können sie auftreten (26). ISO Normen empfehlen hierzu eine regelmäßige Überprüfung der Geräte mittels einer zertifizierten Härtevergleichsplatte. Hierzu verwendet man eine Vergleichsplatte, die für das Verfahren (Vickers oder Knoop) und die einzusetzende Last zertifiziert wurde. Das heißt, wenn mit dem Gerät bei 500 g in einem Härtebereich von 600 HV gearbeitet wird, sollte die Vergleichsplatte in diesem Bereich zertifiziert worden sein, also 600 HV 0,5.

Durch die Methode, den HV und HK über die Diagonalenlängen zu ermitteln, wird die Messung natürlich mit kleiner werdenden Diagonalenlängen immer kritischer. Diese Einflüsse entstehen zum einen über Messungenauigkeiten wie auch über Materialeinflüsse (wie schon angedeutet).

Die größte Fehlerquelle liegt in der Vermessung des Eindrucks und somit auch in der Messeinrichtung. Der Eindruck sollte sich immer im Zentrum des Messfeldes befinden. Hier ist die über das Objektiv erzielte Bildqualität am besten. Die Beleuchtungseinrichtung muss für genügend Kontrast und Auflösung sorgen. Die Genauigkeit der Messeinrichtung sollte durch ein Objektmikrometer überprüft werden.

Die Qualität der Probenpräparation wird mit Abnehmen der Last immer wichtiger und muss auf

Tabelle 53: Einflüsse und Auswirkungen auf die Messgenauigkeit bei Mikrohärtemessungen

Geräteeinflüsse	Messeinflüsse	Materialeinflüsse
Genauigkeit der aufgebracht Kraft	Kalibrierung der Messeinheit	Heterogenität der Proben
Eindringgeschwindigkeit	Numerische Apertur der Objektivs (unzureichende Auflösung)	Kristalline Textur der Probe
Verkippen der Probe oder des Eindringkörpers	Unzureichende Vergrößerung	Unzureichende Probenpräparation
Eindringzeit	Schlechte oder unzureichende Bildqualität	Geringes Reflexionsvermögen oder Transparenz
Abweichungen bei der Geometrie des Eindringkörpers	Ungleichmäßige Ausleuchtung	Fleißverhalten während des Eindringvorgangs
Beschädigung des Eindringkörpers	Krümmung in der Optik	Einbruch beim Eindringvorgang
Unzureichender Abstand zwischen den Eindrücken oder vom Rand	Sehschärfe des Anwenders	Öl, Fett oder Schmutz auf der Probe oder dem Eindringkörper
Eindruckswinkel	Fokussierung des Eindrucks	



Härteprüfung

einem akzeptablen Level gehalten werden. So muss die Probendicke mindestens das 2,5-fache der Diagonalenlänge betragen. Da der Knoopeindruck seichter verläuft, können mit diesem Verfahren auch dünnere Proben geprüft werden. Der Abstand zwischen den Eindrücken ist ebenso wichtig, da die Eindrücke eine plastische Verformung und somit einen Einflussbereich um den Eindruck erzeugen. Ist der Abstand zu gering, kommt der neue Eindruck in diesen Einflussbereich. ISO Normen schreiben hier einen Abstand (vom Zentrum des Eindrucks zur Diagonalspitze des nächsten Eindrucks) vom 2,5 fachen der Diagonale vor.

Bei Knoop das 2,5-fache der kurzen Diagonale. Das gleiche gilt für den Abstand zum Probenrand.

Viele Studien bewerten die Auflösung der Messeinrichtung als Hauptfaktor für die Begrenzung der Messpräzision. Sie sagen, dass diese die Eindruckdiagonalen in einem bestimmten Maß zu klein erscheinen lässt, was zu einer Erhöhung der Werte führt. Auflösungsbegrenzungen per se können dieses Problem nicht erklären. Bei Knoop ist das Hauptproblem der fehlende Kontrast an den Eindruckspitzen, der zu einer Verkürzung der Diagonalenlänge führt. Dieses Problem und die wechselnde Eindruckform erhöhen die Werte bei abnehmender Last. Bei Vickers zeigt die Erfahrung, dass bei zu kleinen Eindrücken die Diagonalen meist als zu groß gemessen werden.

Die Härteprüfnormen werden in unregelmäßigen Abständen überarbeitet. Anwender genormter Härteprüfverfahren sollten ein aktuelles Exemplar der einschlägigen Normen besitzen.



Automatisation

Die optische Härtemessung ist sehr zeitaufwändig und mit subjektiven Messeinflüssen behaftet. So kann es nicht verwundern, dass kontinuierlich nach Möglichkeiten gesucht wird, die Prüfung zu vereinfachen. Dies gilt im besonderen Maße für Labore, die eine große Anzahl an Messungen durchführen müssen. Eine Möglichkeit, den subjektiven Messeinfluss des Prüfers zu eliminieren, besteht im Einsatz von Bildanalysealgorithmen bei der Erkennung und Vermessen der Eindrücke. Weiterhin wurde es möglich, mit motorischen Kreuztischen das Setzen der Eindrücke zu automatisieren. Der Bediener kann sich nun in der Zeit, während die Eindrücke gesetzt werden, anderen Aufgaben widmen. Die nebenstehende Abbildung zeigt das automatisierte Buehler Mikrohärteprüfsystem OmniMet MHT. Dieses System kann als vollautomatisches, halbautomatisches oder manuelles System konfiguriert werden, je nachdem, welcher Grad an Automatisation erzielt werden soll.

Das System kann programmiert werden, um eine beliebige Anzahl von Eindrücken in festgelegten Mustern mit bestimmten Abständen, wie z.B. einer Linie, zu setzen. Nach Bestimmung des Ausgangspunkts werden die Eindrücke automatisch in die gewählte Position gesetzt. Danach werden die Eindrücke automatisch fokussiert und über Bildanalyse vermessen. Die Dokumentation der Messreihe geschieht über einen frei definierbaren Berichtsgenerator, als Access, Word oder Excel Dokument.

Vickerseindrücke weisen eine ausgezeichnete Form und einen guten Kontrast auf und sind so über Bildanalyse einfach zu messen. Aufwallungen um den Eindruck können dies beeinflussen. Auch eine zu starke Vergrößerung kann Einfluss auf den gewünschten Kontrast haben und die Messung beeinflussen. Ebenso ist es schwierig, sehr kleine Eindrücke automatisch zu erfassen. In diesen Fällen stehen entweder unterschiedliche Algorithmen für die automatische Auswertung zur Verfügung oder die Eindrücke können interaktiv über Anlegen der Messbalken mit der Maus vermessen werden.

Die Mikrohärteprüfung ist ein sehr nützliches Werkzeug für die Materialwissenschaft, aber sie muss mit viel Sorgfalt und dem nötigen Wissen um die Probleme, die auftreten können, durchgeführt werden. Es sollte immer versucht werden, möglichst die größte, anwendbare Last zu verwenden. Um die Messungengenauigkeit nicht zu vergrößern, sollten, wie auch in der EN ISO 6507-1 empfohlen, die Eindruckdiagonalen größer als 20 µm gehalten werden. Es ist unbedingt zu empfehlen, die zu den Verfahren gültigen ISO Normen (für Vickers DIN EN ISO 6507 1-4 und für Knoop DIN EN ISO 4545 1-3) zu lesen und deren aktueller Stand in Abständen zu erfragen. Die Ausführungen in den Normen



Wilson® VH3100 Automatic Vickers/Knoop Hardness Tester.

über die einzuhaltende Präzision sowie über die Ermittlung der Messunsicherheit enthalten wichtige Informationen für die Praxis.

TIPPS ZUR HÄRTEPRÜFUNG

Der Tisch, auf dem das Prüfgerät steht, sollte stabil sein um etwaige Schwingungen und daraus resultierende Schwankungen in der Härte zu vermeiden. In kritischen Fällen sind schwingungsdämpfende Systeme hilfreich. Die Härteprüfer sollten täglich mittels kalibrierten Vergleichsplatten überprüft werden. Zum Prüfen von dünnen Schichten kann das Knoopverfahren verwendet werden. Dabei sollte die lange Achse des Eindrucks auf den längeren Teil der Schicht ausgerichtet werden.

Sicherheit im Labor

SICHERHEIT IM LABOR

Das metallographische Labor ist eine relativ sichere Arbeitsumgebung; jedoch gibt es Gefahrenquellen im Zusammenhang mit der Arbeit. Dazu gehört der Umgang mit Hitze, Säuren, Basen, Oxidantien und Lösungsmitteln. Auch Probenvorbereitungsgeräte wie Bohrmaschinen, Scheren und Sägen bergen Gefahren. Im Allgemeinen können diese Gefahren reduziert werden, wenn der Metallograph sich vor dem Arbeiten mit unbekanntem Chemikalien mit einigen Dokumenten vertraut macht. Hierzu gibt es Veröffentlichungen der Berufsgenossenschaft (Richtlinien für Laboratorien), die ASTM E 2014, sowie die Sicherheitsdatenblätter der jeweiligen Chemikalien oder Stoffe. Ebenfalls sollte ein Plan für die Rahmenbedingungen aufgestellt werden. Tabelle 48 listet die Hauptanforderungen für ein umfassendes Sicherheitsprogramm auf.

Die sichere Arbeit beginnt mit Ordnung im Labor. Ein ordentliches Labor fördert sichere Arbeitsumstände, während ein schludriger, unordentlicher Arbeitsbereich zur Katastrophe führen kann. Dazu gehört auch, die Hände mit Schutzsalbe einzureiben und nach dem Arbeiten mit Chemikalien zu waschen. Zu große Sorglosigkeit kann Unfälle verursachen. Die Glasgefäße z.B. sollten beschriftet sein und nach dem Arbeiten wieder gereinigt werden, da selbst kleinste Mengen verbleibender Säuren für den nachfolgenden Benutzer ein Unfallrisiko bergen. Ein weiteres Problem sind Verätzungen, die dadurch entstehen, dass Säurespritzer oder -verschüttetes nicht ordnungsgemäß entfernt wird. Die meisten Reagenzien, chemische oder elektrolytische Poliermittel sowie Lösungsmittel



Sorglosigkeit kann zu gefährlichen chemischen Reaktionen und zu einem Desaster beim Reinigen führen.

sollten nur unter einer speziellen Abzugshaube verwendet werden. Viele der in der Metallographie verwendeten Chemikalien können ernsthaften Schaden beim Kontakt verursachen. Man sollte generell davon ausgehen, dass alle Chemikalien toxisch und alle Dämpfe beim Inhalieren oder Kontakt schädigend sind. Ein Abzug verhindert, dass der Arbeitsbereich mit diesen Dämpfen kontaminiert wird. Jedoch sind Sie nicht geschützt, wenn sich Ihr Kopf innerhalb des Abzugsbereichs befindet. Grundsätzlich sollte immer die PSA (Persönliche Schutzausrüstung) getragen werden.

Alle Labore sollten für den Notfall mit einer Körperdusche sowie mit einer Augendusche ausgestattet sein. Diese sollten sich in der Nähe des Arbeitsbereiches befinden.

Feuerlöscher (Typ CO₂) und Decken sowie ein guter Erste-Hilfe-Kasten müssen ebenfalls vorhanden sein.

TCheckliste bei der Erstellung eines Sicherheitsplans im Materialographielabor

1. Notruf

- Ansprechpartner / Ersthelfer
- Notfallnummern
- Erste Hilfe
- Notfallausrüstung

2. Chemische Beschaffung und Lagerung

- MSDS Management
- Beschriftung und Lagerung

3. Laboranweisungen

- Umgang mit Chemikalien
- Ansetzen von Chemikalien
- Richtlinien
- Hygiene

4. Gesundheit und Gefahren für Angestellte

- Persönliche Schutzausrüstung
- Überwachung der Gefahrenquellen
- Medizinische Untersuchungen
- Zusätzlicher Schutz für Angestellte, die mit gefährlichen Substanzen (Karzinogene, Toxinen) arbeiten

5. Entsorgung von Gefahrstoffen

- Ätzmittel und Chemikalien
- Umlaufkühlrichtung
- Schmier- und Schleifmittel

6. Verfahrensanweisungen

- Trennen
- Einbetten
- Schleifen und Polieren
- Elektropolieren
- Ätzen

7. Laboreinrichtung

- Überprüfung und Warten der Einrichtungen
- Reinigung
- Abzugshaube
- Feuerlöscher und Brandschutz
- Aufnahme von verschütteten Säuren
- Körper- und Augendusche
- Luftleitungen und Filter
- Wasserleitungen
- Elektrische Einrichtungen

8. Angestellteneinweisung

- Sicherheit
- Anzeichen und Merkmale von Gefahren
- Arbeitsplatzbeschreibung

9. Festgesetzte und dokumentierte Inspektionen und Besprechungen

Sicherheit im Labor

Laborgeräte

Die im Labor verwendeten Geräte für die Proben-
vorbereitung sind allgemein ziemlich einfach und
sicher in der Handhabung. Die vom Lieferanten ge-
lieferten Bedienungsanleitungen sollten sorgfältig
durchgelesen werden. Für die im Labor eingesetz-
ten Geräte sollte eine Arbeitsanweisung erstellt
werden (DIN EN ISO 9001, Stand 1994-08, Ziffer
4.2.2 und Anmerkung 7). Diese Information sollte
jedem Mitarbeiter vorliegen und muß regelmäßig
überarbeitet werden.

Bei der Probenvorbereitung werden auch Band-
sagen und Nasstrennschneider zur Probennah-
me verwendet. Der ungeschützte Bereich um die
Bandsäge ist möglicherweise relativ gefährlich. Sie
sollten das zu bearbeitende Teil niemals mit den
Händen ans Sägeblatt führen. Zwischen der Probe
und Ihren Händen sollte immer eine Führungshilfe
oder ein Leitblock aus Holz sein. Nach dem Sägen
sollte immer zuerst das Gerät ausgestellt werden,
bevor Reste neben dem Sägeblatt entfernt werden.
Die Entnahme der Proben sollte mit Handschuhen
erfolgen, da sich eine beachtliche Hitze entwickeln
kann und die Proben scharfkantig sein können.
Nasstrennschneider sind um einiges sicherer, da
der Trennbereich geschlossen ist. Die Hauptgefahr
sind hier herumfliegende Teile einer zerbrochenen
Trennscheibe, aber durch den geschlossenen Deckel
bleiben die Teile in der Schneidkammer. Ein
Bruch der Trennscheibe tritt dann auf, wenn das
Bauteil nicht richtig fest gespannt ist oder der An-
wender zuviel Druck anwendet, was sich ebenfalls
schädlich auf die Probe auswirkt.

Der während des Schleifens produzierte Staub ist
immer gefährlich. Die Stäube von Beryllium, Mag-
nesium, Blei, Mangan und Silber sind äußerst to-
xisch. Daher ist es immer ratsam, die Proben nass
zu schleifen, um die Stäube zu binden und einer
thermischen Erhitzung entgegenzuwirken. Beson-
dere Vorsicht ist bei Bandschleifgeräten geboten,
da diese mit sehr groben Körnungen und hohen
Geschwindigkeiten arbeiten. Die Vermeidung von
Verletzungen der Hände und Finger ist daher das
oberste Gebot. Für alle wasserunempfindlichen
Materialien wird Wasser zum Kühlen und Binden
verwendet. Das Schleifen von toxischen oder ge-
fährlichen Materialien sollte zudem unter einer Ab-
zugsvorrichtung durchgeführt werden. Der Abrieb
kann durch spezielle Sedimentierbecken gefiltert
werden. Radioaktive Materialien erfordern beson-
dere Sicherheitsmaßnahmen bezüglich der Präpa-
ration und Entsorgung.

Häufig werden im Labor Bohrmaschinen benutzt.
Beim Bohren muss das Bauteil fest eingespannt
sein. Die Hände dürfen nicht dazu verwendet
werden, um das Bauteil festzuhalten. Eine weitere
große Gefahr ist das Verheddern von Haaren, Kra-

watten oder Ärmeln im Bohrer. Die Verletzungen
sind gravierend und daher ist das Tragen von eng
anliegender Kleidung, eines Haarnetzes und einer
Schutzbrille Pflicht. Das Verwenden von Wärme-
behandlungsöfen birgt ebenfalls viele Gefahren in
Hinsicht auf Verbrennungen. Bei der Verwendung
von Öfen sollten immer Schutzhandschuhe getra-
gen werden. Wenn ein Ofen in Betrieb ist, sollte
darauf deutlich mit einem entsprechenden Signal
hingewiesen werden.

Gelegentlich ist es notwendig, Lösungen zu er-
wärmen. Meistens wird dafür ein Bunsenbrenner
verwendet, aber es ist viel sicherer, eine Heizplat-
te oder ein Wasserbad zu benutzen, um den Ge-
brauch einer offenen Flamme zu vermeiden. Ein-
fache Ausführungen eines Wasserbades sind mit
Wasser gefüllte Töpfe oder Glasschalen, die erhitzt
werden. In diesen Fällen ist darauf zu achten, dass
die entzündlichen Dämpfe (z.B. Ether) nicht mit
der Heizquelle in Berührung kommen.

Persönliche Schutzausrüstung (PSA)

Persönliche Schutzausrüstungen (PSA) sollen Mit-
arbeiter vor Gefahren durch die Arbeit und gesund-
heitsschädliche Einwirkungen aus der Arbeitsum-
gebung schützen. Der Arbeitgeber ist verpflichtet,
geeignete PSA zur Verfügung zu stellen und für
deren ausreichende Reinigung und Instandhaltung
zu sorgen. Der Arbeitnehmer ist verpflichtet, die
zur Verfügung gestellte PSA zu tragen und zu pfle-
gen.

Bei der Auswahl und Erprobung geeigneter PSA
steht der betriebs- und personalärztliche Dienst
dem Arbeitnehmer und Arbeitgeber beratend zur
Seite. Zur PSA gehören u.a.: Augen- und Gesichts-
schutz, Gehörschutz, Atemschutz, Kopfschutz,
Handschutz, Fußschutz, Körperschutz und Haut-
schutz. Die entsprechende PSA wird in den meis-
ten Fällen im Sicherheitsdatenblatt (MSDS) der
Chemikalien und Produkte angegeben.

Sicherheit im Labor

Chemikalienlagerung und -handhabung

Viele in der Metallographie verwendeten Chemikalien sind toxisch, korrosiv, leicht entzündlich oder potentiell explosiv. Kaufen Sie nach Möglichkeit nur kleine Mengen, die wahrscheinlich innerhalb kurzer Zeit verwendet werden. Leicht entzündliche Lösungsmittel sollten in feuerfesten Stahlschränken gelagert werden. Säuren und Basen sollten getrennt und ebenfalls in feuerfesten Stahlschränken gelagert werden. Starke Oxidationsmittel dürfen nicht zusammen mit Säuren, Basen oder leicht entzündlichen Lösungsmitteln aufbewahrt werden. Chemikalien oder Lösungsmittel von höchster Reinheit werden empfohlen. Der Mehrpreis wird schnell kompensiert, da die Reinchemikalien nur in geringen Mengen verwendet werden und sicher und zuverlässig im Umgang sind. Chemikalien können sich während der Lagerung verschlechtern. Starke Lichtquellen können den Verfall beschleunigen. Es wird daher eine Lagerung im verschlossenen Stahlschrank empfohlen.

Ätzmittel

Die meisten Labore mischen die üblicherweise gebrauchten Lösungen in Mengen von 250 bis 1000 ml an und lagern diese dann als Vorratsreagenzien. Viele Lösungen können so gefahrlos benutzt werden. Es ist empfehlenswert, nur solche Reagenzien aufzubewahren, die regelmäßig verwendet werden. Chemikalienflaschen aus Glas mit Glasstöpselverschluss werden häufig als Vorratsflaschen verwendet. Wenn diese Flaschen regelmäßig geöffnet werden, bleibt der Verschluss leichtgängig. Wenn die Lösung jedoch selten verwendet wird, dann klemmt der Stöpsel oft. Um das Problem zu lösen, reicht es normalerweise aus, den Flaschenhals unter fließendes Wasser zu halten. Wenn das nicht hilft, kann der Stöpsel durch ein leichtes Klopfen mit einem Holzstück gelöst werden. Plastikflaschen finden ebenfalls Verwendung, jedoch sollte auch hier darauf geachtet werden, dass das Polymergefäß nicht angegriffen wird. Diese Flaschen sind sinnvoll zum Aufbewahren von Nitral und ähnlichen Lösungen. Es sollte aber darauf geachtet werden, dass der Flaschendruck nicht zu hoch wird. Abhilfe bieten spezielle Druckventile, eine manuelle Entlüftung oder ein kleines Loch im Deckel. Alle Flaschen sollten eindeutig gekennzeichnet werden. Polyäthylenflaschen werden für Ätzmittel empfohlen, die Flusssäure enthalten, da Flusssäure Glas angreift.

Die meisten Rezepte für Ätzmittel oder Elektrolyten listen die Zutaten durch Gewicht auf, wenn sie Festkörper sind und in Volumen, wenn sie Flüssigkeiten sind. In einigen Fällen werden alle Mengen in Gewichtseinheiten angegeben. Eine gewöhnliche Laborwaage liefert perfekte Genauigkeit. Bei

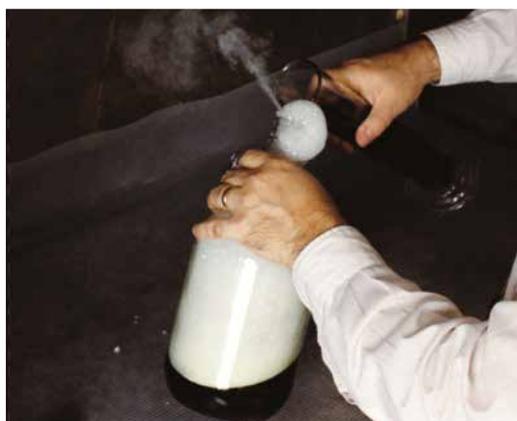
der Verwendung von Messbechern sollte ebenfalls genau gearbeitet werden. Alle benutzten Gegenstände sollten nach der Verwendung gereinigt werden, um Unfällen für den nächsten Benutzer vorzubeugen. Für Gewichtsmessungen sollte ein sauberes Stück Papier oder eine Unterschale verwendet werden. Für eine ausreichende Standfestigkeit muss gesorgt werden.

Bei vielen Lösungen ist die Mischungsreihenfolge wichtig, besonders wenn gefährliche Chemikalien benutzt werden. Wenn Wasser angegeben wird, sollte immer destilliertes Wasser verwendet werden, da Leitungswasser Mineralien enthält und die Ätzergebnisse schlechter ausfallen können. Es sollte immer kaltes Wasser verwendet werden, da heißes Wasser und somit ein heißes Ätzmittel sehr viel aggressiver ist und eine starke Reaktion auslösen kann. Beim Ansetzen von Lösungen sollte immer mit Wasser und Alkohol begonnen werden. Anschließend werden Salze oder Feststoffe gelöst. Ein Magnetrührer sollte in keinem guten Labor fehlen. Erst am Ende sollten die gefährlichen Chemikalien wie Säuren oder Laugen sorgfältig und langsam hinzugefügt werden, während die Lösung gerührt wird. Wenn Schwefelsäure (H_2SO_4) verwendet wird, sollte sie immer zuletzt hinzugefügt und die Mischung evtl. gekühlt werden, da es bei Schwefelsäure zu hohen Temperaturen während des Mischens kommen kann.

Sicherheit im Labor



Beim Mischen von Lösungen immer einen Magnetrührer verwenden und Lösung langsam hinzufügen. Wenn es sich um gefährlichere Lösungen als diese hier handelt, sollte unbedingt die persönliche Schutzausrüstung (PSA) getragen werden



Gezeigt wird, wie man es nicht machen sollte. Die Säure wurde in eine leere Flasche gefüllt und eine zweite Lösung wurde ohne rühren oder kühlen hinzugefügt. Die Lösung könnte jeden Moment heftig aufbrausen und dem Anwender ins Gesicht schießen. Die Hände sollten sich nicht in der Nähe des Ausgießers befinden und Ringe und Schmuck sollten abgelegt werden.

Gießen Sie nie eine Flüssigkeit in eine andere Flüssigkeit, ohne sie umzurühren. Wenn Schwefelsäure in Wasser gegossen wird, setzt sich diese am Boden ab und erwärmt sich sehr stark. Der Grund hierfür ist, dass sie mit Wasser unter Wärmefreisetzung chemische Verbindungen eingeht. Anstelle von freien Oxonium-Ionen entstehen mit Wasser zunächst Schwefelsäureverbindungen.

Die Literatur gibt viele Hinweise auf verschiedene Rezepturen für Ätzmittel, chemische Polituren und Elektrolyte, die potentiell gefährlich oder äußerst gefährlich sind. Wenige dieser Rezepte enthalten Kommentare bezüglich sicherer Handhabungsverfahren oder potentieller Gefahren. Glücklicherweise sind die Mengen im Bereich der Materialographie sehr klein und die meisten Unfälle gehen

glimpflich aus. Allerdings steigern Lösungsmittel die Gefahren und es sind schon zahlreiche Unfälle im Zusammenhang mit Lösungsmitteln geschehen. Tabelle 49 listet die Ätzmittel und Elektrolyte auf, die gefährlich sind und bei denen es schon zu Unfällen gekommen ist. Tabelle 50 listet eine Anzahl von üblicherweise benutzten Chemikalien und solchen, die nicht miteinander kompatibel sind, auf.

Lösungsmittel

Zahlreiche organische Lösungsmittel werden für die Reinigung verwendet oder sind Bestandteil in chemischen oder elektrolytischen Polierlösungen sowie Ätzlösungen und werden dazu gebraucht um die Ionisierung, Geschwindigkeit oder die Art des Ätzangriffes zu beeinflussen. Allgemein verwendete Lösungsmittel schließen Wasser, Aceton, Äthyläther, Äthylenglykol, Glycerin, Kerosin, Petroleumäther, Trichlorethylen, Butyle und Alkohole wie Amylalkohol, Äthanol, Methanol und Isopropylalkohol ein. Die meisten sind leicht entzündlich und ihre Dämpfe können explosive Mischungen mit Luft bilden. Die Lösungsmittel sollen, wenn sie nicht verwendet werden, fest verschlossen sein und kühl gelagert werden.

Aceton (CH_3COCH_3) ist farblos und riecht aromatisch. Es verfliegt und ist hoch entflammbar. Die Dämpfe reizen Augen und Schleimhäute und bewirken ein Austrocknen bzw. Aufreißen der Haut. In höheren Konzentrationen wirken sie narkotisierend. Das Aceton ist ein gutes Lösungsmittel z.B. für Öle, Fette, Harze, Cellulose und Ethin.

Butyl Cellosolve ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OC}_4\text{H}_9$) oder Äthylenglykol Monobutyl Äther ist eine farblose Flüssigkeit mit einem ranzigen Geruch, die bei der elektrolytischen Politur verwendet wird. Sie ist brennbar und kann explosive Peroxide bilden. Sie ist bei Kontakt mit der Haut toxisch, kann durch die Haut absorbiert werden und ernsten Schaden an den Augen, Irritation der Haut und dem Atemtrakt verursachen.

Carbitol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) oder Diethylenglycolmonoethylether, ist ein farbloses, viskoses Lösungsmittel, das mit Wasser mischbar ist und bei der elektrolytischen Politur verwendet wird. Es reizt die Haut, die Augen, die Schleimhäute und den oberen Atemtrakt und ist schädlich, wenn es inhaliert oder geschluckt wird.

Sicherheit im Labor

Tabelle 55: Gefährliche chemische und elektrolytische Lösungen und Ätzmittel

Lösung	Verwendung	Bekannte Probleme
5 Teile Milchsäure 5 Teile HNO ₃ 2 Teile Wasser 1 Teil HF	Ätzmittel für Zr	Milch- und Salpetersäure reagieren autokatalytisch. Bei Lagerung kann es zur Explosion kommen.
50 Teile Milchsäure 30 Teile HNO ₃ 2 Teile HF	Ätzmittel für Ta- und Nb-Legierungen	Milch- und Salpetersäure reagieren autokatalytisch. Bei Lagerung kann es zur Explosion kommen.
3 Teile Perchlorsäure 1 Teil Essigsäurehydrid	Elektropolierlösung für Al	Mischung ist instabil und kann beim Erhitzen sowie bei Präsenz von organischen Stoffen explodieren.
60-90 Teile Perchlorsäure 40-10 Teile Butyl Cellosolve	Elektropolierlösung	Lösung explodiert bei Raumtemperatur. Lösungen ≤30% HClO ₄ sind sicher bei T= <20 °C
100 g CrO ₃ 200 ml Wasser 700 ml Essigsäurehydrid	Elektropolierlösung	CrO ₃ wurde in Wasser gelöst, abgekühlt auf ca. 20 °C. Das Essigsäurehydrid wurde langsam unter Rühren hinzugefügt. Die Lösung wurde warm und ungefähr 20 s später schoss sie heraus.
1 Teil HNO ₃ 2 Teile Methanol	Elektropolierlösung für Münzmetall (Cu-40% Zn)	Mischung ist instabil und kann nicht gelagert werden.
20 ml HF 10 ml HNO ₃ 30 ml Glycerin	Ätzmittel für Nb, Ta, Ti, V, Zr	Das Ätzmittel ist instabil. Bei 20 °C reagiert es nach 18 Stunden. Bei 30-35 °C reagiert es heftig nach 8 Stunden. Bei 100°C reagiert es nach nur 1 Minute.
20-30 ml HCl 10 ml HNO ₃ 30 ml Glycerinl	Ätzmittel für Ni und Edelstahl	Zwei Fälle sind bekannt, bei denen sich NO ₂ und Säurenebel gebildet hat. Das Ätzmittel sollte nicht länger als 1 h stehen.
40 ml Essigsäure 40 ml Aceton 40 ml HNO ₃	Ätzmittel für Ni	Eine geschlossene Flasche explodierte 4 h nach dem Ansetzen. Forscher sagen, dass auch Lösungen ohne Essigsäure nicht gelagert werden können.
10 ml HNO ₃ 10 ml Essigsäure 20 ml Aceton	Ätzmittel	Die Lösung regierte spontan ca. 2 min nach dem Ansetzen mit einer Wärme- und Qualmentwicklung (Salpeteroxide). Die Säuren wurden in das Aceton gegeben. Das Glas wurde außen gekühlt
50 ml HNO ₃ 90 ml Isopropylalkohol	Ätzmittel	Mischungen explodieren heftig nach dem Ansetzen oder ca. 20 min danach.

Tabelle 56: Einige Chemikalien, die nicht miteinander verträglich sind

Chemikalie	Verwendung in der Metallographie	Nicht mit folgenden Stoffen mischen
Essigsäure	Chemisches Polieren Elektrolytisches Polieren	Chromsäure, Glycol, Hydroxysäure oder Verbindungen, Salpetersäure, Peroxide, Permanganate
Aceton	Entfetten, Reinigung, Ätzen	Konzentrierte Salpeter- und Schwefelsäure
Chromsäure	Elektropolieren	Essigsäure, Lösungsmittel, brennbare Flüssigkeiten, Glycerin
Wasserstoffperoxid	Ätzen, chemisches Polieren	Lösungsmittel, brennbare Flüssigkeiten, organische Materialien
Salpetersäure HNO ₃ (konz.)	Ätzen, chemisches Polieren	Essigsäure, Chromsäure, brennbare Flüssigkeiten, Isopropylalkohol
Perchlorsäure	Elektropolieren	Essigsäurehydrid, Alkohol, einige organische Stoffe, Öl, Fett
Schwefelsäure	Ätzen	Methylalkohol, Kalziumchlorat, Kalziumperchlorat, Kalziumpermanganat

Sicherheit im Labor

Äthylenglykol ($\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$) ist eine farblose, hygroskopische Flüssigkeit mit einem süßen Geschmack (aber äußerst giftig), die mit starken Oxidationsmitteln und Basen reagiert. Sie ist leicht entzündlich. Die Substanz reizt Augen, Haut und Atmungsorgane.

Glycerol (Glyzerin) ($\text{CH}_2\text{OHCHOHCH}_2\text{OH}$) ist eine farblose oder matt gelbe, geruchlose, hygroskopische, sirupartige Flüssigkeit mit einem süßen, warmen Geschmack. Es ist nicht sehr giftig, kann aber eine Iritis (Entzündung von der Iris) verursachen. Es ist brennbar, aber es besteht nur geringe Brandgefahr. Glycerol sollte nie mit wasserfreien Lösungen verwendet werden, die Salpetersäure und Schwefelsäure beinhalten, weil sich dann ein explosives Gemisch bilden kann (Nitroglyzerin). Glycerol sollte auch nicht mit Oxidationsmitteln wie Chromtrioxid und Kaliumpermanganat verwendet werden, da es dann explosiv wird. Glycerol wird oft dem Ätzmittel Glyceregia hinzugefügt, allerdings ist es nur kurz haltbar und sollte sofort nach der Verwendung entsorgt werden (nicht länger als 15 min stehen lassen).

Kerosin wird manchmal zum Schleifen von Proben oder mit Diamantenpaste als Schmiermittel verwendet. Es sollte nur die deodorierter Form verwendet werden. Es ist leicht entzündlich, aber die Dämpfe explodieren nicht. Es reizt die Haut und Schleimhäute und kann zu einer Dermatitis oder Infektionen führen.

Trichlorethylen ($\text{CHCl}_2\text{CCl}_2$) ist eine stabile, farblose Flüssigkeit mit einem chloroformartigen Geruch. Gute Laborbelüftung ist notwendig. Bei Raumtemperatur ist es nicht gefährlich und nicht explosiv, aber bei höheren Temperaturen kann es gefährlich werden. In Verbindung mit Alkali- und Erdalkalimetallen sowie mit starken Basen besteht Explosionsgefahr. Im Brandfalle Bildung sehr giftiger Gase (z.B. Phosgen) möglich. Äußerste Vorsicht bei der Handhabung, Substanz ist giftig beim Einatmen, Verschlucken und Hautkontakt. Nach Aufnahme größerer Mengen treten Störungen des zentralen Nervensystems, Störungen der Atem- und Herzaktivität sowie Leber- und Nierenschäden auf. Es treten rauschartige Betäubungszustände auf, die durch Alkoholgenuss verstärkt werden. Irreversibler Schaden möglich.

Amylalkohol ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{OH}$) oder 1-Pentanol ist eine farblose, übel riechende Flüssigkeit. Sie ist leicht entzündlich, und die Dämpfe können bei erhöhten Temperaturen explosive Mischungen bilden. Die Substanz reagiert heftig mit starken Oxidationsmitteln und greift alkalische Metalle an. Die Dämpfe reizen Augen, Atemtrakt und Haut. Die Substanz ist bei Einnahme, Inhalation oder Absorption durch die Haut toxisch.

Äthylalkohol ($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$) oder Ethanol ist ein weit hin in der Metallographie verwendetes farbloses, harmloses Lösungsmittel. Äthanol ist mit Wasser mischbar und absorbiert rasch bis zu 5% Wasser aus der Luft. Die denaturierte Version ist billiger, enthält 5% absolutes Methanol und ist für jedes Rezept, das Äthylalkohol erfordert, geeignet. Es ist leicht entflammbar und seine Dämpfe reizen Augen und Atemwege. Hohe Konzentrationen des Dampfes können Vergiftung hervorrufen. Da Äthanol völlig im Körper verbrannt wird, ist es kein kumulatives Gift wie Methanol.

Methylalkohol (CH_3OH) ist ein ausgezeichnetes, nicht hygroskopisches Lösungsmittel, aber es ist ein kumulatives Gift. Die Einnahme, Inhalation oder Absorption durch die Haut in toxischen Mengen kann das zentrale Nervensystem, Nieren, Leber, Herz und andere Organe schädigen. Bei schwerer Vergiftung ist sogar Erblindung möglich. Es ist besonders gefährlich, weil auch ein wiederholter geringer Kontakt eine akute Vergiftung als Folge einer Giftansammlung verursachen kann. Wenn möglich, sollte lieber Ethanol verwendet werden. Wenn Sie Methanol verwenden, arbeiten Sie immer unter einer Abzugshaube. Mischungen aus Methanol und Schwefelsäure können Dimethylsulfat bilden, das äußerst toxisch ist. Lösungen mit Methanol und Salpetersäure sind stabiler als Mischungen mit höheren Alkoholen.

Isopropylalkohol [$\text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{CH}_3$], auch bekannt als 2-Propanol, ist eine klare, farblose Flüssigkeit, deren Dämpfe sich nicht im Körper ansammeln, obwohl sie eine stark narkotische Wirkung haben. Es ist eine leicht entzündliche Flüssigkeit und es besteht Feuergefahr. Viele Metallographen verwenden ihn als Alternative zu Ethanol. Aufgrund der negativen Eigenschaften wird jedoch davon abgeraten. Bei seiner Verwendung hat es bereits tödliche Verletzungen und Explosionen gegeben.

Sicherheit im Labor

Säuren

Anorganische und organische Säuren sind gemeinsame Bestandteile in chemischen und elektrolytischen Lösungen sowie in Ätzmitteln. Die anorganischen oder mineralischen Säuren, die bekannte Säuren wie Salzsäure, Salpetersäure, Perchlorsäure, Phosphor- und Schwefelsäure einschließen, sind hoch korrosiv und giftig. Alle sollten an einem kühlen, gut belüfteten Ort, fern von Sonneneinstrahlung und Feuerquellen gelagert werden. Die meisten Säuren können durch Zersetzung von Metall ein explosives Wasserstoffgas bilden. Die organischen Säuren sind natürlich auftretende Substanzen in Milch, Früchten und Pflanzen und schließen folgende Säuren ein: Essig-, Milch-, Zitrus-, Oxal- und Weinsäure.

Salzsäure (HCl), wird häufig in der Metallographie verwendet und ist ein farbloses, dampfendes Gas mit einem scharfen, stechenden Geruch. Sie reizt Augen und Atemorgane, greift die Haut an und verursacht starke Verbrennungen.

Salpetersäure (HNO₃), wird mit am häufigsten verwendet. Sie ist eine farblose oder gelblich dampfende Flüssigkeit, hoch toxisch und gefährlich für die Augen. Wenn sie mit organischen oder anderen leicht oxidierenden Materialien verwendet wird, kann sie Feuer und möglicherweise Explosionen verursachen. Bei Verwendung mit anderen Materialien werden toxische Stickstoffoxide produziert. Die Oxide, die je nach den Kontaktmaterialien variieren, schließen Salpetersäure, Stickstoffdioxid, Lachgas und Hydroxylamine ein. Ein oft auftretendes Problem entsteht beim Ansetzen eines Ätzmittels, wenn das Mischgefäß noch Methanol- oder Äthanolreste vom vorherigen Gebrauch enthält. Dabei kann brauner, hoch schädlicher Qualm entstehen. Mischungen aus Salpetersäure mit Alkohol, der höher als Äthanol ist, sollten nie gelagert werden. Konzentrierte Mischungen mit Schwefelsäuren sind äußerst gefährlich, während starke Mischungen mit Glycerin oder Glykolen explosiv sein können. Das Regia- Ätzmittel, eine Mischung aus einem Teil Salpetersäure und zwei bis vier Teilen Salzsäure, bildet mehrere gefährliche Reaktionsstoffe wie z.B. Nitrosylchlorid, ein extrem toxisches Gas. Dieses Ätzmittel ist sehr beliebt, sollte aber unter einer Abzugsvorrichtung mit großer Sorgfalt gehandhabt werden.

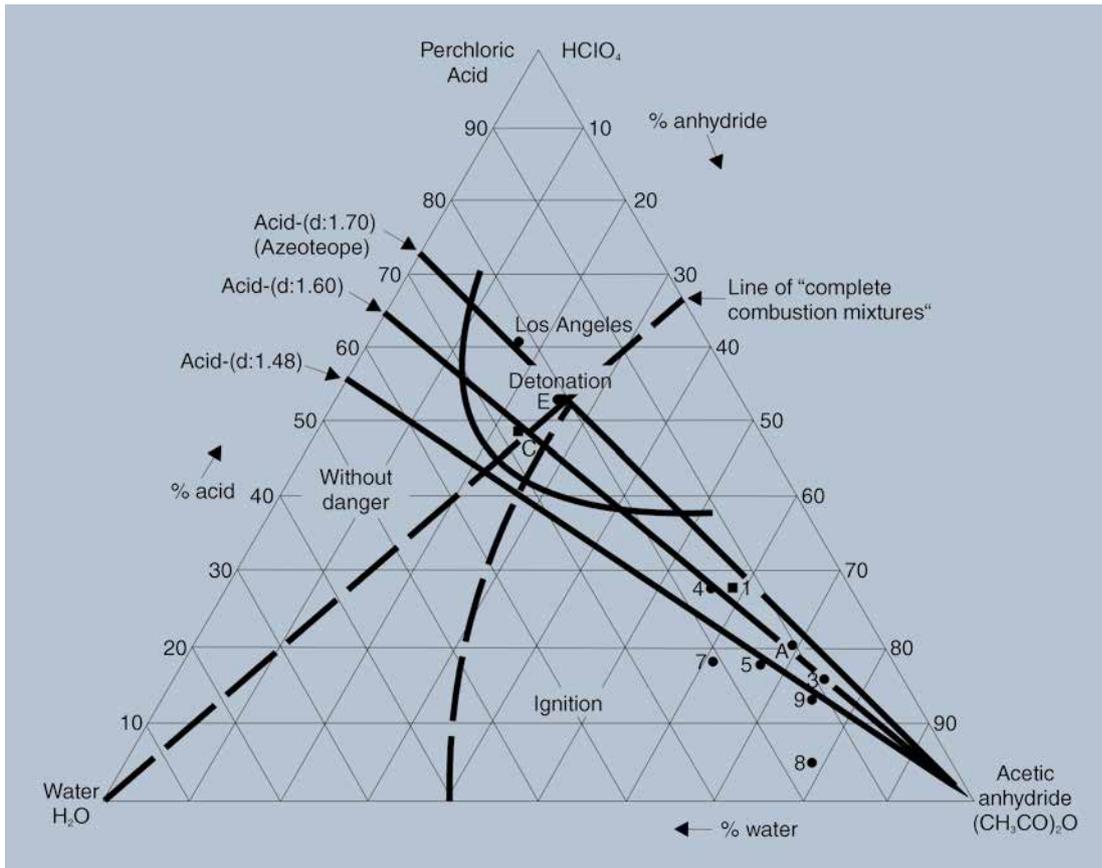
Äthanol mit Zusätzen von bis zu 3% Salpetersäure (Nital) kann gefahrlos gemischt und in kleinen Mengen gelagert werden. Höhere Konzentrationen führen zu Druckaufbau in fest verschlossenen Flaschen. Explosionen bei 5%-iger Salpetersäure mit Äthanol sind aufgetreten, weil die Flaschen nicht entlüftet wurden. Wenn höhere Konzentrationen erforderlich sind, sollten diese täglich gemischt und offen aufbewahrt und am Ende des

Tages entsorgt werden. Mischungen des Methanols mit bis zu 5% Salpetersäure sind sicher und können in kleinen Mengen gelagert werden, sollten aber auf keinen Fall erhitzt werden, da die Mischung dann zerfällt. Mischungen aus 33% Salpetersäure in Methanol zerfallen ganz plötzlich und heftig.

Fügen Sie nie Isopropylalkohol zu Salpetersäure hinzu. Anderson (27) berichtet, dass eine Literflasche 5%-iger Salpetersäure mit Isopropylalkohol gemischt und in einen Säureschrank gestellt wurde. Obwohl dies in der Vergangenheit schon oft ohne Probleme gemacht worden war, explodierte die Flasche und zerstörte den Schrank zwanzig Minuten später mitsamt den anderen gelagerten Flaschen, wobei einige Trümmerteile dreißig Meter weit geschleudert wurden. Anderson (27) berichtet auch, dass ein Metallograph einen frisch gemischten Liter 5%-iger Salpetersäure in Isopropylalkohol in eine andere Flasche umfüllte, als diese explodierte. Der Verunglückte starb innerhalb von drei Stunden, ohne jemandem sagen zu können, was geschehen war. Anderson empfiehlt, auf die Verwendung von Isopropylalkohol völlig zu verzichten.

Die meisten Metallographen beurteilen den Gebrauch von Nital als sehr sicher, was auch stimmt, jedoch kann es sogar mit so einer anscheinend sicheren Lösung Unfälle geben. Ein solcher Unfall passierte, als ein nicht geschulter Angestellter einen Vorrat von 5 %-iger Salpetersäure auffüllte. Er verwendete Äthanol und behauptete, dieses schon öfter gemacht zu haben. Der Mitarbeiter begann, die gewünschte Menge konzentrierter Salpetersäure in den Behälter zu schütten, der jedoch einen Rest von abgestandenem 5%-igen Nital enthielt. Zu seiner Überraschung begann der Inhalt in dem Behälter unter dichten, braunen Dämpfen zu kochen und herauszuspritzen. Die Säure traf den Mitarbeiter in Gesicht und Augen, sodass er starke Verätzungen erlitt. Die kleine Restmenge an alter Salpetersäure (deren Konzentration aufgrund der Verdampfung des Alkohols gestiegen war) hatte ausgereicht, um eine starke chemische Reaktion auszulösen. Ein Experiment hat gezeigt, dass so etwas auftreten kann, wenn auch nur kleine Reste von konzentriertem Alkohol im Mischbehälter sind.

Sicherheit im Labor



Das von Médard, Jacquet und Sartorius entwickelte Diagramm zeigt sichere nicht explosive Elektrolyte (A und 1 bis 9) und explosive Zusammensetzungen (C, E und Los Angeles) aus Essigsäure Anhydrid und Wasser (gelöst in Perchlorsäure).

Schwefelsäure (H_2SO_4) ist eine farblose, ölige Flüssigkeit, die hoch korrosiv und stark oxidierend ist sowie gefährliche Reaktionen auslösen kann. Sie reagiert heftig mit Basen und ist korrosiv bei den meisten Metallen, wobei leicht entzündliches, explosives Wasserstoffgas entsteht. Sie reagiert heftig mit Wasser und organischen Materialien, wobei Hitze entsteht. Bei Erhitzung werden toxische Schwefeloxide frei gesetzt. Schwefelsäure darf nur langsam und unter Rühren dem Wasser hinzugefügt werden. Wenn die Säure ohne Rühren hinzugefügt wird, setzt sie sich am Boden ab und schleudert den Inhalt aus dem Gefäß. Konzentrierte Schwefelsäure kann bei Kontakt mit der Haut schwerste, tiefe Verbrennungen und bei Augenkontakt einen permanenten Sehverlust verursachen. Das Gewebe wird durch Feuchtigkeitsentzug zerstört. Außerdem besteht die Gefahr, dass die Lungen bei langfristiger oder dauernder Inhalation kleiner Mengen zerstört werden. Hautverletzungen, Zahnerosion und Bindehautentzündung sind weitere langfristige Wirkungen.

Flusssäure (HF) ist eine klare, farblose, geruchsarme, rauchende Flüssigkeit mit einem stechenden Geruch. Sie ist für die Augen, die Haut und die oberen Atemwege sehr gefährlich. Die Substanz kann durch Inhalation, über die Haut oder durch Einnahme in den Körper gelangen. In der Luft kann schnell eine schädliche Konzentration des Gases erreicht werden und macht daher den Umgang sehr gefährlich. Inhalation oder Kontakt mit dieser Säure kann tödlich sein. Die Säure dringt meistens unbemerkt in die Haut ein und entzieht den Knochen Kalzium. Zudem kann die zerstörerische Wirkung auch erst viel später auftreten. Labore, die mit dieser Säure arbeiten, sollten auf jeden Fall Gegenmittel wie Kalziumtabletten und Kalziumgluconatgel vorrätig haben. Obwohl sie eine relativ schwache mineralische Säure ist, greift HF Glas- oder Siliziumzusammensetzungen an und sollte daher nur mit PE-Behältern verwendet werden. HF reagiert mit vielen Zusammensetzungen, einschließlich Metallen und entwickelt explosiven Wasserstoff!

Sicherheit im Labor

Ortho-Phosphorsäure (H_3PO_4), als farblose dicke Flüssigkeit oder im kristallinen Zustand, ist eine mittelstarke Säure. Sie ist korrosiv für Haut, Augen und Atemwege. Phosphorsäure zerlegt in Zusammenhang mit Alkohol viele Verbindungen wie Zyanide, Sulfide, Ketone und kann mit halogenen Lösungen Nervengas bilden. Sie reagiert heftig mit Basen und generiert Wasserstoffgas, wenn sie mit Metallen in Verbindung kommt.

Perchlorsäure ($HClO_4$) ist eine farblose, dampfende, hygroskopische Flüssigkeit. Sie ist äußerst instabil in konzentrierter, trockener Form und kann durch Schock oder Erschütterung explodieren. Handelsübliche Perchlorsäure liegt im Bereich von 65 bis 72%. Bei Kontakt mit der Säure in dieser Form verursacht sie eine Irritation und brennt, während die Dämpfe die Schleimhäute stark reizen. Die Säure ist hochexplosiv bei Kontakt mit oxidierbaren anorganischen und organischen Stoffen. Die Verwendung einer speziell für Perchlordämpfe entwickelten Abzugshaube ist zwingend erforderlich.

Perchlorsäure ist sehr gut als Elektropolierlösung (Elektrolyt) einsetzbar. Die Proben dürfen dabei nicht in Phenolharz eingebettet sein, da Explosionen entstehen können. Mischungen von Essigsäure und Perchlorsäure sind hoch explosiv. Jacquet hat Unfälle in Zusammenhang mit der Säure untersucht, und hat Sicherheitsrichtlinien (30) entwickelt. Der schlimmste Unfall fand am 20. Februar 1947 in einer Elektroplattierungsfabrik in Los Angeles statt. Bei diesem Unfall wurden 17 Menschen getötet und 150 verletzt (29). Medard, Jacquet und Sartorius haben ein ternäres Diagramm entwickelt, das die sicheren Bereiche von Zusammensetzungen aus Perchlorsäure, Essigsäure Anhydrid und Wasser zeigt (Abbildung 66). Anderson gibt jedoch an, dass es immer noch Unfälle mit Lösungen in der sicheren Region dieses Diagramms (27) gegeben hat. Elektrolytische Lösungen aus Perchlorsäure und Essigsäure Anhydrid werden nicht empfohlen. Viele Firmen verbieten das Arbeiten mit diesen Mischungen. Elektrolyte mit Perchlorsäure und Alkohol mit oder ohne organische Zusätze sowie Mischungen aus Perchlorsäure und Essigsäure sind sicher in der Verwendung. Dennoch sollte man beim Gebrauch dieser sicheren Mischungen nur kleine Mengen mischen, die Temperatur unter Kontrolle halten und Verdunstung vermeiden. Die Lösungen dürfen nicht gelagert werden.

Mischungen aus Essigsäure und 5-10% Perchlorsäure werden häufig zum Elektropolieren von Metall verwendet. Benutzen Sie diese Lösungen allerdings nicht bei Wismut, Arsen oder Zinn, da dort Explosionen auftreten können. Anderson schlägt vor, dass Arsen, Antimon und Zinn auch mit perchlorischen Elektrolyten (27) inkompatibel sein können. Lagern Sie diese Elektrolyten nicht.

Entsorgen Sie die Lösung, wenn sich diese durch aufgelöste Metalle verfärbt hat. Halten Sie diese Lösungen immer kühl.

Comas et al. haben die Lösungen mit Butylglykol und 10%- 95% und 70% Perchlorsäure (31) untersucht. Mischungen mit 60 bis 90% Säure waren bei Raumtemperatur explosiv. Säurenkonzentrationen von 30% oder weniger waren zwar entflammbar, wurden aber als sicher im Umgang beurteilt, solange die Temperatur unter 20°C bleibt.

Essigsäure (CH_3COOH) ist eine klare, farblose Flüssigkeit mit einem beißenden Geruch. Sie ist eine schwache Säure, die mit starken Oxiden, Basen und Metallen reagiert. Sie ist entzündlich und auch die Dämpfe der erwärmten Säure können sich entzünden. Kontakt mit der Haut führt zu ernstesten Verbrennungen. Das Einatmen der Dämpfe reizt die Schleimhäute. Anderson sagt, dass Essigsäure ein gutes Lösungsmittel für Salpetersäure ist und dass eine 50%-ige Lösung gefahrlos verwendet (27), aber nicht gelagert werden kann. Sax sagt jedoch, dass Mischungen aus Salpetersäure und Essigsäure gefährlich sind (32).

Essigsäure-Anhydrid [$(CH_3CO)_2O$] ist eine farblose Flüssigkeit mit einem sehr starken Essiggeruch. Sie kann auf der Haut und an den Augen Irritationen und schwere Verbrennungen verursachen. Essigsäures Anhydrid zerfällt beim Erhitzen und produziert dabei toxische Dämpfe. Es reagiert heftig mit kochendem Wasser, Dampf, starken Oxidationsmitteln (besonders Schwefelsäure), Alkohole, Aminen und starken Basen. Es greift Metalle, besonders in Verbindung mit Wasser oder Feuchtigkeit, an und ist sehr korrosiv. Es ist äußerst leicht entzündlich. Die von Jaquet entwickelten elektrolytischen Mischungen aus essigsäurem Anhydrid und Perchlorsäure (4 zu 1 bis 2 zu 1 Mischungen) sind außerordentlich gefährlich und sollten nie oder nur in Ausnahmefällen verwendet werden. Dawkins (33) berichtet von einem Unfall durch eine Mischung aus Chromtrioxid und essigsäurem Anhydrid, die für eine Elektropolitur benutzt wurde.

Sicherheit im Labor

Zitronensäure $[\text{C}_3\text{H}_4(\text{OH})(\text{COOH})_3 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ kommt als farblose, geruchlose Kristalle, die wasserlöslich sind vor. Es reizt die Augen und die Atemwege. Gelegentlich treten allergische Reaktionen auf.

Milchsäure ($\text{CH}_3\text{CHOHCOOH}$) ist eine gelbe oder farblose dicke Flüssigkeit. Sie kann Augenschäden verursachen.

Oxalsäure ($\text{COOHCOOH} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) besteht aus durchsichtigen, farblosen Kristallen. Sie ist giftig, wenn man sie verschluckt und beim Einatmen werden die Atemwege und die Verdauungsorgane gereizt. Hautkontakt ätzt die Haut, verfärbt die Fingernägel und macht sie brüchig. Die Säure ist nicht mit Salpetersäure kompatibel, da sie zusammen mit stark oxidierenden Lösungen heftig reagiert. In Verbindung mit Silber kann ein explosives Gemisch entstehen.

Pikrinsäure $[(\text{NO}_2)_3\text{C}_6\text{H}_2\text{OH}]$, oder 2,4,6-Trinitrophenol ist gelb und kristallin. Den Kristallen ist 10-35% Wasser zugesetzt. Im trockenen Zustand ist Pikrinsäure ein gefährlicher Sprengstoff. Sie ist toxisch, verätzt die Haut und ist mit allen oxidierbaren Substanzen inkompatibel. Pikrate, die Salze von Pikrinsäure, sind explosiv. Wenn Pikrate austrocknen, können sie spontan explodieren. Kaufen Sie sie in kleinen Mengen, halten Sie sie feucht und lagern Sie sie an einem sicheren, kühlen Ort. Wenn sie anfängt auszutrocknen, fügen Sie ein wenig destilliertes Wasser hinzu, um sie feucht zu halten. Die Maximallöslichkeiten von Pikrinsäure in Wasser und in Äthanol sind etwa 1,3 g bzw. 8 g pro 100 ml. Das Pikralätzmittel kann gefahrlos gelagert werden. Während der Verwendung darf die Lösung nicht austrocknen. Am Ende des Tages müssen alle Restmengen entsorgt werden, um mögliche Explosionen zu vermeiden.

Basen

Basen wie Ammoniumhydroxid (NH_4OH), Kaliumhydroxid (KOH) und Natriumhydroxid (NaOH) werden oft als Bestandteil in Säuren verwendet.

Ammoniumhydroxid ist eine farblose Flüssigkeit mit einem starken, unangenehmen Geruch. Die Lösungen sind äußerst korrosiv und reizen Haut, Augen und Schleimhäute. Sie reagiert exotherm mit Schwefelsäure und anderen starken mineralischen Säuren, wobei sie kochend heiße Lösungen bildet. Natrium- und Kaliumhydroxid sind starke Basen, wasserlöslich und als weißes Pulver zu beziehen.

Sie können rasch Kohlendioxid und Wasser aus der Luft absorbieren. Bei einer Aufbewahrung in Glasflaschen mit Glasstöpseln kann Luft eindringen und das Öffnen erschweren. Ein Auflösen von NaOH oder KOH in Wasser generiert beträchtliche Hitze. Lösen Sie es auch nicht in heißem Wasser auf. Gießen Sie nie Wasser auf Hydroxide, son-

dern geben Sie die Kügelchen immer langsam in das Wasser hinein. Alkalimetallhydroxide reagieren heftig mit Säure in feuchter Luft und sind korrosiv mit Metallen wie Zink, Aluminium, Zinn und Blei, die leicht entzündliches und explosives Wasserstoffgas formen. Sie reizen Haut, Augen und Schleimhäute. Langfristiger Kontakt kann zu Dermatitis führen. Kaliumhydroxid ist ein wenig korrosiver als Natriumhydroxid.

Weitere Chemikalien

Wasserstoffsuperoxid (H_2O_2) ist als Flüssigkeit in Konzentrationen von 3 oder 30% verfügbar. Die 3% Lösung ist ganz sicher zu verwenden, während die 30% Lösung ein sehr starkes Oxidationsmittel ist und die Haut stark schädigt. Wasserstoffsuperoxid selbst ist nicht brennbar, aber in Kontakt mit brennbaren Materialien kann eine starke Reaktion erfolgen. Wasserstoffsuperoxid ist sehr schädlich für die Augen. Aufgrund der Freigabe von Sauerstoff sind die Behälter regelmäßig zu kontrollieren, da schnell ein Überdruck entstehen kann.

Brom (Br_2), eine dampfende, rötlich-braune Flüssigkeit mit einem beißenden, stechenden Geruch, wird in der Metallographie dazu verwendet, Tiefenätzungen durchzuführen. Es ist sehr korrosiv, wobei es heftig mit leicht oxidierenden Substanzen einschließlich Metallen reagiert. Brom ist eine gefährliche Flüssigkeit, die nur von gut qualifiziertem Personal verwendet werden sollte. Seine Dämpfe können Augen, Haut und Schleimhäute extrem reizen. Ein Hautkontakt verursacht tiefe, langsam ausheilende Wunden. Kontakt mit organischen Substanzen kann Feuer verursachen.

Chromsäure (H_2CrO_4) (explosiv!) wird gebildet, wenn Chromtrioxid (CrO_3) in Wasser aufgelöst wird. CrO_3 wird bei elektrolytischen Polierlösungen verwendet. Verdünnte Lösungen werden oftmals zum Ätzpolieren eingesetzt. Es ist ein starkes Oxidationsmittel. Beim Ätzpolieren immer die PSA tragen und den Kontakt auf ein Minimum reduzieren. Eine langfristige Inhalation kann zu Asthma führen.

Kaliumpermanganat (KMnO_4), ein schwarzes Kristallpulver, ist ein bei Ätzmitteln verwendetes starkes Oxidationsmittel. Es besteht Feuer- und Explosionsgefahr, besonders wenn es in Kontakt mit organischen Materialien gelangt. Es ist hoch giftig. KMnO_4 und Schwefelsäure sollten nie miteinander gemischt werden, weil daraus eine gewaltige Explosion resultieren kann.

Sicherheit im Labor

Kaliumdichromate ($K_2Cr_2O_7$), ein hell orangefarbenes Kristallpulver, ist ein weiteres starkes Oxidationsmittel, das bei Ätzmitteln verwendet wird. Hautkontakt kann Geschwürbildung an den Händen, ersthafte Schäden an den Nasenschleimhäuten oder Asthma und Allergien mit langfristigen Problemen verursachen.

Zyanidzusammensetzungen werden nur gelegentlich verwendet. Zyankali (KCN) und Natriumzyanid (NaCN) sind äußerst gefährlich und hoch toxisch. Der Kontakt mit Augen- oder Haut sowie Verschlucken sind tödlich. NaCN und KCN Dämpfe sind hoch giftig. Sie sind besonders gefährlich, wenn freigesetztes Wasserstoffzyanid mit Säure reagiert. Kaliumferrizyanide $K_3[Fe(CN)_6]$, ein rubinrotes Kristallpulver und eine Zutat bei Murakami Ätzmitteln, ist giftig, aber stabil und ziemlich sicher zu verwenden.

Einige Nitrates, wie Eisennitrat [$Fe(NO_3)_3 \cdot 6 H_2O$], Bleinitrat [$Pb(NO_3)_2$] und Silbernitrat ($AgNO_3$), werden von Metallographen verwendet. Da sie stark oxidierend sind, besteht eine hohe Feuergefahr, besonders wenn sie in Verbindung mit organischen Materialien gebraucht werden. Sie können toxische Dämpfe, wie Oxide von Stickstoff und Blei, entwickeln und sind giftig und korrosiv für Augen, Haut und Atemwege.

Zusammenfassung

Im Allgemeinen ist das metallographische Labor eine sichere Umgebung. Jedoch können sich gefährliche Situationen ergeben, je nachdem, welche Materialien präpariert werden. Einige Gefahren, wie die Vorbereitung von radioaktiven oder reaktiven Metallen, sind ziemlich offensichtlich, während andere es nicht sind. In den vorangegangenen Ausführungen sind einige der potentiellen Gefahren, die auftreten können, zusammengefasst. Es gibt aber zweifellos noch weitere Gefahren, die hier nicht berücksichtigt wurden.

Die meisten Unfälle können durch einfache, vernünftige Regeln verhindert werden. Man sollte am besten davon ausgehen, dass alle Metallstäube und Chemikalien gefährlich sind. Das Einatmen von Staub und Dämpfen, das Schlucken oder körperlicher Kontakt sollten immer vermieden werden. Persönliche Schutzausrüstung (PSA) ist sehr nützlich, aber sie garantiert nicht den totalen Schutz vor Verletzungen.

Die metallographische Literatur enthält viele Verweise auf die Verwendung von gefährlichen Materialien, oft jedoch ohne Erwähnung der möglichen Gefahren. Das ist sehr bedenklich, weil Unachtsamkeit zu beträchtlichen Verletzungen führen kann. Manche lassen sich zum Experimentieren verleiten, wenn ein empfohlenes Verfahren

nicht funktioniert, wie es funktionieren sollte. Die Entwicklung von Elektrolyten, chemischen Polierlösungen oder Ätzmitteln sollte jenen überlassen bleiben, die sich vollständig mit den potentiellen Gefahren auskennen. Metallographische Labore sollten Fachbücher besitzen, in denen der Umgang mit Säuren und Ätzmitteln beschrieben wird. Auch die Sicherheitsdatenblätter sollten immer für jeden zugänglich sein. Bei Verwendung einer neuen, unbekannteren Lösung sind diese dann zuerst zu konsultieren.

TIPPS ZUR LABORSICHERHEIT

Kaufen Sie relativ kleine Mengen von Chemikalien, die nicht routinemäßig verwendet werden, besonders dann wenn diese eine kurze Lagerfähigkeit haben oder gefährlich sind. Nach dem Ausgießen von Säuren reinigen Sie den Verschluss sorgfältig, waschen Sie die Außenseite der Flasche unter fließendem Wasser ab und trocknen Sie diese, bevor sie wieder zurück in einen feuerfesten Schrank gestellt wird. Setzen Sie regelmäßige Reinigungsintervalle für Laborabsaugungen fest. Diese sollten bei großen Laboren wöchentlich durchgeführt werden. Ein sauberes Labor ist ein wesentlicher Punkt bei der Laborsicherheit.

Zusammenfassung

ZUSAMMENFASSUNG

Die Vorbereitung metallographischer Proben basiert auf Prinzipien, die leicht zu verstehen sind. Das Trennen produziert Schaden, der über das Schleifen und Polieren Schritt für Schritt reduziert werden muss, um die wahre Struktur prüfen zu können. Jeder Trennprozess produziert einen gewissen thermischen und/oder mechanischen Schaden. Folglich wählen Sie ein Verfahren, das den geringsten möglichen Schaden produziert und benutzen Sie die richtige Trennscheibe. Das Schleifen produziert ebenfalls einen Schaden, der aber mit zunehmender Feinerung der Schleifkörnung abnimmt. Die Materialien reagieren unterschiedlich auf die gleiche Schleifkörnung und grundsätzlich ist es so, dass, je weicher das Material ist, desto tiefer ist die Beschädigung. Im Allgemeinen kann aber nicht gesagt werden, wie viel Material abgetragen werden muss. Eine Reduzierung oder Verringerung der Schleifkörnung bewirkt ebenfalls einen Rückgang der Schleif- oder Poliergeschwindigkeit. Durch das Verständnis dieser Faktoren können gute und nachvollziehbare Arbeitsverfahren – wie in dieser Abhandlung beschrieben – eingesetzt werden. Eine Automatisierung der Probenvorbereitung bietet viel mehr als nur eine Arbeitszeiterparnis. Proben, die automatisch vorbereitet werden, haben eine viel konstantere Planheit, Kantenschärfe, Reliefkontrolle und sind frei von Artefakten wie Kratzern, Ausbrüchen, Verschmierungen und Kometen als solche, die manuell erstellt wurden.

Glossar

Trennschleifen – Der Prozess, bei dem eine Probe von einem Teil oder eine Komponente mit einer Trennscheibe oder einem Trennschleifer üblicherweise unter Wassereinwirkung entfernt wird. Wird auch als abrasives Trennen bezeichnet.

Acryl – Ein Druckbefestigungsverbundmittel, das eine klare Befestigung produziert. Ein gießfähiges Zwei-Komponenten-Befestigungssystem mit schnellen Aushärtungszeiten.

Agglomeration – Eine Masse oder Partikelanhäufung, insbesondere in einem Pulver oder in einer Suspension. Beim Polieren agiert agglomeriertes Material aggressiver als nicht agglomeriertes Material derselben Mikrometergröße.

Analyse – Der Prozess der Untersuchung, Interpretation, Dokumentierung und Messung eines Materials auf Struktur- oder Verarbeitungsdetails.

Amboss – Eine Prüfvorrichtung, die zur Sicherstellung genauer Ergebnisse beiträgt, indem sie das Prüfstück während der Ausübung der großen Last bei einer Härteprüfung aufnimmt.

Artefakt – Eine nicht natürlich vorkommende Substanz oder Struktur.

Formfaktor – Verhältnis der Breite zur Höhe in einer Kamera

Automatische Bildgebung – Erkennung der interessanten Merkmale basierend auf Graustufen- oder Farbumterschieden oder morphologischen Eigenschaften.

Automatische Vorbereitung - Der Einsatz eines Schleif-/Poliergeräts mit Basis und Antriebskopf zur Vorbereitung eines Prüflings oder einer Prüflingsgruppe zu Analyse Zwecken.

Klinge – Ein Metall- oder kunstharzgebundenes Schneidwerkzeug mit Abrasivstoff, insbesondere im Zusammenhang mit einer Präzisionssäge oder dem Präzisionstrennverfahren.

Hellfeld – Die Oberfläche des Prüflings steht senkrecht zur optischen Achse des Mikroskops und ein Weißlicht wird verwendet. Korngrenzen, Phasengrenzen und sonstige nicht senkrechte Merkmale erscheinen dunkel im Bild.

Kalibrierung – Bei einem Mikroskop oder der Bildgebung die Zuordnung einer bekannten Distanz zu einer Pixelgröße. Die Kalibrierung sollte auf alle Gegenstände in x- und y-Richtung angewandt werden.

Gießfähige Befestigung – Der Prozess der Befestigung von Proben, die empfindlich gegenüber hohen Drücken und/oder Temperaturen, hochporös oder hochkorrosiv sind. Für gewöhnlich eine Zwei-

Komponenten-Flüssigkeit oder ein Pulversystem.

Zentrale Kraft – Ein Ansatz für die Ausübung eines starken Drucks auf die gesamte Prüflinghalterung, wobei der Prüfling gleichmäßig gegen die Vorbereitungsoberfläche gedrückt wird.

Kappschnitt – Eine Schnittart, bei dem die Scheibe nach unten durch das Werkstück gezogen wird und frischer Abrasivstoff freigesetzt wird.

Klemmbefestigung – Die Festklemmung diverser Prüflinge in Sandwichform wird für gewöhnlich bei dünnen Blechen angewandt.

Klärung – Bildverbesserung, die weitestgehend durch den Einsatz grauer Skalenfilter erreicht wird.

Tuch – Eine Stoffoberfläche, auf die bei der Materialvorbereitung eine Poliersuspension oder -paste aufgetragen wird, z.B. mit druckempfindlichen Abrasivstoffen, magnetischen oder reibungsintensiven Materialien für die einfache Anwendung.

Kometenschweif – Matte, breite niedrige Linien, die von einem harten Partikel oder einem Loch in einem Prüfling entstammen und zwar in einer Form, die dem Schweif eines Kometen ähnelt.

Druckbefestigung – Der Prozess der Befestigung von Proben mithilfe von Hitze oder Druck zum Verpackeln des Prüflings.

Kondensor – Eine justierbare Linse frei von sphärischer Abweichung und Koma vor der Lichtquelle zur Fokussierung von Licht auf den gewünschten Punkt im optischen Pfad.

Deagglomiert – Prozess, bei dem lose zusammenklebende Partikelklumpen auseinander gebrochen werden, insbesondere in einem Pulver oder Suspension mit Abrasivstoff. Bei der Verwendung in Politur agiert agglomeriertes Material aggressiver als nicht agglomeriertes Material derselben Mikrometergröße.

Dunkelfeld – Bietet einen Kontrast, der dem Gegenteil des mit der Hellfeldbeleuchtung erzielten Kontrasts entspricht. Die Hervorhebung von Winkelflächen sorgt für eine positivere Identifikation von Details wie Vertiefungen, Rissen oder geätzten Korngrenzen.

Deformierung – Mikrostruktur, die durch Schneiden oder Schleifen/Polieren verändert wurde.

Feldtiefe – Die Entfernung entlang der optischen Achse, über die Bilddetails mit akzeptabler Klarheit beobachtet werden.

Diallylphthalat – Eine wärmehärtende Kunststoffverbindung für die Druckbefestigung, die eine gute Schnitthaltigkeit aufweist.

Differenzieller Interferenzkontrast – Gekreuztes polarisiertes Licht, das zusammen mit einem zwischen dem Objektiv und dem vertikalen Illuminator positioniertes Doppelquartzprisma verwendet wird.

Scheibe – In Bezug auf die Probenvorbereitung eine Schleifoberfläche wie Siliziumkarbid oder Diamantschleifscheiben, die auf einer Trägerplatte verwendet wird.

Haltezeit – Die Zeit, in der eine Last während einer Härteprüfung auf ein Werkstück ausgeübt wird.

Kantenabrundung – Wenn die Kante oder Kanten eines Prüflings mit einer höheren Geschwindigkeit als die Mitte abgeschliffen wird bzw. werden, was zu einer Abflachung an der Kante führt, sodass die Kante mit der Mitte nicht in den Fokus gebracht werden kann.

Elektrolytisches Eloxieren – Der elektrolytische Prozess des Entstehens einer Oxidschicht auf der Oberfläche des Prüflings. Unterscheidet sich dahingehend vom elektrolytischen Polieren und Ätzen, da der Prüfling als Anode im elektrischen Kreis agiert.

Elektrolytisches Ätzen – Wird durch die Ergänzung eines elektrischen Kreises durch einen Elektrolyten erreicht. Trifft auch auf elektrolytisches Polieren zu.

Einbetten – Harte abrasive Partikel, die in der Oberfläche eines weicheren Prüflings fixiert werden.

Epoxid – Zwei-Komponenten-Flüssigkeitssystem, das physisch an Prüflingen haftet. Für gewöhnlich mit geringer Viskosität und geringer Volumenkontraktion.

Ätzen – Prozess für die Ermittlung der strukturellen Eigenschaften von Metall, die im polierten Zustand nicht offensichtlich sind.

Sichtstück – Vergrößert das vom Objektiv produzierte primäre Bild. Auch als Okular bekannt.

Filter – Wird zum Ändern des Lichts für eine einfache Beobachtung, verbesserte Fotomikroskopie oder zum Ändern des

Kontrasts verwendet.

Schleifen – Der Prozess zum Entfernen von durch das Trennverfahren verursachte Deformationen von einem Prüfling. Teil des dritten Schritts der Materialvorbereitung.

Schleifen & Polieren – Das dritte Hauptsegment der Materialvorbereitung und Analyse, bei der die tatsächliche Mikrostruktur oder Eigenschaften des Materials ermittelt werden.

Schleifmittel – Abrasivsysteme für Schleifarbeiten.

Für gewöhnlich handelt es sich hier um Siliziumkarbidpapier oder -scheiben, Diamantschleifscheiben oder sonstige Medien wie auf Scheiben, Streifen, Bändern oder Stoffen anhaftendes Aluminiumoxid oder Zirkona. Hierzu zählen u.a. auch robuste Schleifscheiben mit zugesetzten Abrasivstoffen.

Härteprüfung – Das fünfte Hauptsegment der Materialvorbereitung und Analyse zur Bestimmung des Widerstands eines Materials gegenüber einem permanenten Eindruck. Eine empirische Prüfung und keine Materialeigenschaft, die durch die konkrete Prüfverfahren und die verwendeten Parameter bestimmt wird.

Bildanalyse – Das vierte Hauptsegment der Materialvorbereitung und Analyse zur Bestimmung der Merkmale der relevanten Materialien basierend auf Graustufen- oder Farbunterschieden sowie morphologischen Eigenschaften wie Größe und Form.

Bilderfassung – Die Erfassung eines Bildes mittels Kamera und Bilddigitalisierer oder einer Digitalkamera.

Eintauchung – Da diese im Zusammenhang mit der Materialvorbereitung und Analyse steht, das vollständige Versenken eines Prüflings im Ätzmittel.

Eindruck – Die durch eine Härteprüfung zurückbleibende Deformierung.

Eindruckkörper – Das Werkzeug, das den Prüfling während der Härteprüfung kontaktiert. Eindruckkörpergrößen und -formen variieren je nach verwendeter Skala und Prüfmethode.

Individuelle Kraft – Ein Ansatz für das Ausüben von starkem Druck auf einen einzelnen Prüfling gegen die Vorbereitungsfläche. Wird auch als einzelne Kraft bezeichnet.

Interaktive Messungen – Messungen bei der Bildanalyse, bei denen der Bediener den Start- und Endpunkt der Messung wählen muss.

Prüfung nach Knoop – Eine Härteprüfung, bei der ein rhomboedrischer Diamant-Eindruckkörper mit einem Verhältnis lange Diagonale zu kurzer Diagonale von 7,114 verwendet wird, wobei die elastische Erholung auf einem Minimum gehalten wird. In dieser Prüfung wird nur der lange Durchmesser gemessen.

Schmireln – Ein abrasiver Vorgang, bei dem Partikel frei auf der Schleif- oder Polieroberfläche rollen. Bezugnehmend auf die Standard-Materialvorbereitung besteht diese Maßnahme solange bis das Abrasivmittel in die Scheibe eingebettet wird.

Lineare Messung – Einfache Punkt-zu-Punkt-Messung für die Durchführung der gelegentlichen

Glossar

Messung.

Minimaler Kontaktschneidebereich – Eine Technik, die die Kontaktfläche zwischen einer Trennscheibe und einer Probe konstant und niedrig hält, wodurch ein geringer Scheibenverschleiss, weniger Deformierung und das Trennen von größeren Teilen ermöglicht wird. Wird auch als minimaler Kontaktbereich bezeichnet.

Makroindruck – Eine Prüfung mit einer Kraft von 1 bis 100 kg.

Manuelle Vorbereitung – In der Materialvorbereitung der Prozess der Vorbereitung eines Prüfkörpers ohne einen automatischen Antriebskopf. Wird auch als Polieren mit der Hand oder Vorbereiten mit der Hand bezeichnet.

Materialanalyse – Die Untersuchung, Interpretation, Dokumentation und Messung eines Prüfkörpers für die Erhebung detaillierter Informationen zu den Materialeigenschaften wie Härtetiefe, Beschichtungsdicke, Korngröße, Härte, prozentuale Phasenporosität.

Materialvorbereitung – Ein mehrstufiger Schritt einschließlich Trennung, Befestigung, Schleifen/Polieren, Bildanalyse und Härteprüfung zur Bestimmung der tatsächlichen Mikrostruktur oder Eigenschaften eines Materials. Wird auch als metallografische Vorbereitung oder Metallografie bezeichnet.

Metallograf – Eine Person, die sich mit der Metall- oder Materialuntersuchung befasst.

Metallografische Vorbereitung – Siehe Materialvorbereitung.

Metallografie – Die Untersuchung von Metallen und Legierungen. Wird auch als Materialwissenschaft bezeichnet, die die Untersuchung von Metallen und Legierungen, Keramik, Polymeren, Verbundstoffen, Biomaterialien, Elektronik usw. beinhaltet.

Verfahren – Für gewöhnlich die Parameter des Schleif-/Poliervorgangs einschließlich der Schleifoberfläche, abrasiver Suspensionen oder Pasten, Poliertücher, Trägerplattengeschwindigkeit, Richtung des Antriebskopf, Kraft, Zeit usw.

Mikroindruck – Eine Prüfung mit einer Kraft von 10 bis 1000 g.

Mikrostruktur – Die unter einem Mikroskop betrachtete Materialstruktur.

Befestigung – Das zweite Hauptsegment der Materialvorbereitung und Analyse während dieser die Probe in einem Druck- oder gießbaren Befestigungsverbundstoff oder -system eingekapselt wird.

Ungenoppt – Ein gewebtes oder chemotextiles Poliertuch ohne Noppen.

Genoppt – Ein für gewöhnlich geflocktes Poliertuch mit Noppen verschiedener Längen.

Faservlies – Ein Poliertuch aus chemotextilem Material.

Numerische Apertur – Das Vermögen der Linse, Licht zu fokussieren.

Objektiv – Die Objektivlinse formt das Hauptbild der Mikrostruktur.

Orbitales Schneiden – kombiniert die besten

Merkmale der Kapp-, Oszillier- sowie Quer- und Inkrementschneidvorrichtungen bei gleichzeitiger Minimierung der Schneidezeit.

Paste – Eine Art Polierverbundmittel aus fein gemahlener oder pulverförmigen Diamantpartikeln, für gewöhnlich auf Wasserbasis.

Phenolharz – Eine wärmehärtende Kunststoffverbindung für die Druckbefestigung, die eine gute Schnitthaltigkeit und mittlere Volumenkontraktion aufweist.

Planares Schleifen – Der erste Schleifschritt, der eine gemeinsame Ebene für alle Prüflinge in der Halterung erzeugt. Trifft vorwiegend auf zentrale Krafthalterungen zu.

Arbeitsscheibe – Die Arbeitsfläche, auf die Schleifscheiben und Poliertücher angewandt werden. Wird gelegentlich auch als Scheibe bezeichnet.

Präzisionstrennen – Das Verfahren, beim dem eine Probe von einem Teil oder eine Komponente mit einer Klinge und einer Säge entfernt wird. Wird auch als Präzisionsschneiden bezeichnet.

Vorbereitungsverfahren – Der mehrstufige Prozess, der während des Schleifens/Polierens durchgeführt wird.

Polarisiertes Licht – Licht, das durch Positionieren eines Polarisationsfilters vor der Kondensorlinse des Mikroskops und durch Positionieren eines Analysators vor dem Sichtstück erzeugt wird. Bei Verwendung mit einem anisotropen Metall, wobei der Analysator in einem Winkel von 90 Grad auf den Polarisationsfilter ausgerichtet ist, wird die Kornstruktur sichtbar.

Polieren – Der Prozess zum Entfernen von durch das Schleifen eines Prüflings verursachte Deformierungsschichten. Teil des dritten Schritts der Materialvorbereitung.

Polierabrasivmittel – Die feinen Abrasivmittel, für gewöhnlich Diamant, Aluminiumoxid oder Kolloid-Kiesel-erde, die in Suspensionen für den Polierteil

der Materialvorbereitung verwendet werden.

Porosität – Das Verhältnis des Volumens der Poren oder Lufteinschlüsse eines Materials zum Gesamtvolumen der Masse.

Druckempfindliches Haftmittel – Druckempfindliches Haftmittel wird als Träger der Klebschicht auf Trennscheiben und Poliertüchern verwendet.

Abzug – Entfernen der Partikel der zweiten Phase während der Vorbereitung. Der Abzug kann erweitert werden, falls die Oberfläche zwischen dem Partikel und der Matrix schwach oder falls der Partikel besonders spröde ist.

Impulsschneiden – Eine Kappschnittart, bei der die Scheibe pulsiert wird, während sie nach unten durch das Werkstück gezogen wird, wodurch frischer Abrasivstoff freigesetzt wird.

Relief – Ein übermäßiger Höhenunterschied zwischen Partikeln der zweiten Phase und der Matrix aufgrund von unterschiedlichen Schleif-/Poliergeschwindigkeiten.

Auflösung – Die Fähigkeit des Bildgebungssystems, Details eines Gegenstands durch eine hohe Auflösung räumlicher Merkmale. Trifft sowohl auf das Mikroskop und die Pixelmatrix der Kamera zu.

Probe – Ein für die Prüfung verwendetes Material oder der Abschnitt eines Materials. Wird für gewöhnlich als eine Probe vor und während der Prüfung und als Prüfling ab dem Befestigungsschritt bezeichnet.

Sägeschnitt – Schneidvorgang, bei dem die Probe in die Scheibe geführt wird. Der Scheibeneingriffsbogen wird über eine Tiefenzunahme präzise gesteuert und der Schnitt erfolgt entlang dem Vorlauf.

Kratzer – Ein linearer Schnitt entlang der Oberfläche eines Prüflings aufgrund des Kontakts mit einem korrekt ausgerichteten abrasiven Partikel. Eine Rille, die durch den Abrasionsprozess verursacht wurde.

Trennen – Das Verfahren, beim dem eine Probe von einem Teil oder eine Komponente mit einer Trennscheibe oder einem Trennschleifer entfernt wird. Wird auch als abrasives Schneiden/Trennen oder Präzisionstrennen bezeichnet.

Einzelne Kraft – Ein Ansatz für die Anwendung von starkem Druck auf einen einzelnen Prüfling gegen die Vorbereitungsfläche. Wird auch als individuelle Kraft bezeichnet.

SmartCool – Eine integrierte Rückkopplungsschleife in einem automatischen Druckbefestigungssystem, die den Kühlschritt beendet und den Be-

festigungsprozess abschließt, sobald eine sichere Handhabungstemperatur erreicht ist.

SmartCut – Eine integrierte Rückkopplungsschleife in einer automatischen Schneidvorrichtung und in Sägen, die ein Überhitzen von Prüflingen und eine Beschädigung der Ausrüstung verhindert, die Schnittqualität durch Überwachen der Last am Motor verbessert und die Zuführgeschwindigkeit in die Sicherheitsbereiche justiert.

Schliere – Matrixfluss über Lufteinschlüssen, Rissen oder Partikeln der zweiten Phase, der eine Erkennung dieser Merkmale und die Messung deren Ausmaßes erschwert oder unmöglich macht.

Prüfling – Eine befestigte Probe. Wird für gewöhnlich als ein Prüfling des Befestigungsschrittes bezeichnet.

Prüflingvorbereitung – Ein mehrstufiger Schritt einschließlich Trennen, Befestigung, Schleifen/Polieren, Bildanalyse und Härteprüfung zur Bestimmung der tatsächlichen Mikrostruktur oder Eigenschaften eines Materials. Wird auch als metallografische Vorbereitung oder Metallografie bezeichnet.

Fleck – Ein Rückstand auf der Oberfläche des Prüflings, der sich um Partikeln der zweiten Phase aufgrund von Interaktionen zwischen dem Prüfling und dem Abrasivmittel und/oder Schmiermitteln bilden kann oder der sich auf der Matrix aufgrund mangelnder Reinigung oder Trocknung oder aufgrund von Interaktionen zwischen dem Prüfling und Lösungsmittel nach der Vorbereitung oder dem Ätzen bilden kann.

Tupfen – Da diese im Zusammenhang mit der Materialvorbereitung und Analyse stehen, handelt es sich um das Auftragen eines Ätzmittels auf einen Prüfling mit einem in Ätzlösung getränkten Baumwolltupfer.

Schwellwertverfahren – Das Verfahren für die Darstellung von Grau- oder Farbpixelwertebereichen mit unterschiedlichen Bitplane-Farbüberlappungen.

Quer- und Inkrementschnitt – Schneidvorgang, bei dem die Probe in die Scheibe geführt wird. Der Scheibeneingriffsbogen wird über eine Tiefenzunahme präzise gesteuert und der Schnitt erfolgt entlang dem Vorlauf und Rücklauf.

Vibrationspolieren – Ein Polierprozess, bei dem die Poliermaschine eine hohe Frequenz erzeugt. Vibrationsbewegungen mit variabler Amplitude produzieren eine spannungsfreie Politur.

Scheibe – Eine zum Schneiden verwendete Scheibe. Kann auch in Bezug zu einer Trägerplatte verwendet werden.

Webstoff – Ein Stoff aus verflochtenen Garnen oder Fasern.

Literaturverzeichnis

LITERATURVERZEICHNIS

1. Metallography and Microstructures, Vol. 9, Metals Handbook, 9th ed., American Society for Metals, Metals Park, OH, 1985.
2. G. F. Vander Voort, Metallography: Principles and Practice, ASM International, Materials Park, OH, 1999.
3. L. E. Samuels, Metallographic Polishing by Mechanical Methods, 3rd Ed., American Society for Metals, Metals Park, OH, 1982.
4. J. A. Nelson, "Heating of Metallographic Specimens Mounted in 'Cold Setting' Resins", Practical Metallography, Vol. 7, 1970, pp. 188-191.
5. G. F. Vander Voort, "Trends in Specimen Preparation," Advanced Materials & Processes, Vol. 157, February 2000, pp. 45-49.
6. G. F. Vander Voort, "Metallography for Edge Retention in Oberfläche Treated Sintered Carbides and Steels," Industrial Heating, Vol. 67, March 2000, pp. 85-90.
7. S. L. Hoyt, Men of Metals, ASM, Metals Park, OH, 1979, pp. 99-100.
8. J. Benedict, R. Anderson and S. J. Klepeis, "Recent Developments in the Use of the Tripod Polisher for TEM Specimen Preparation," Specimen Preparation for Transmission Electron Microscopy of Materials – III, Materials Research Society, Pittsburgh, PA, 1992, Vol. 254, pp. 121-140.
9. G. Petzow and V. Carle, Metallographic Etching, 2nd ed., ASM International, Materials Park, OH, 1999.
10. G. F. Vander Voort, "Grain Size Measurement," Practical Applications of Quantitative Metallography, STP 839, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1984, pp. 85-131.
11. G. F. Vander Voort, "Wetting Agents in Metallography," Materials Characterization, Vol. 35, No. 2, September 1995, pp. 135-137.
12. A. Skidmore and L. Dillinger, "Etching Techniques for Quantimet Evaluation," Microstructures, Vol. 2, Aug./Sept. 1971, pp. 23-24.
13. G. F. Vander Voort, "Etching Techniques for Image Analysis," Microstructural Science, Vol. 9, Elsevier North-Holland, NY, 1981, pp. 135-154.
14. G. F. Vander Voort, "Phase Identification by Selective Etching," Applied Metallography, Van Nostrand Reinhold Co., NY, 1986, pp. 1-19.
15. E. E. Stansbury, "Potentiostatic Etching," Applied Metallography, Van Nostrand Reinhold Co., NY, 1986, pp. 21-39.
16. E. Beraha and B. Shpigler, Color Metallography, American Society for Metals, Metals Park, OH, 1977.
17. G. F. Vander Voort, "Tint Etching," Metal Progress, Vol. 127, March 1985, pp. 31-33, 36-38, 41.
18. E. Weck and E. Leistner, Metallographic Instructions for Colour Etching by Immersion, Part I: Klemm Colour Etching, Vol. 77, Deutscher Verlag für Schweisstechnik GmbH, Düsseldorf, 1982.
19. E. Weck and E. Leistner, Metallographic Instructions for Colour Etching by Immersion, Part II: Beraha Colour Etchants and Their Different Variants, Vol. 77/II, Deutscher Verlag für Schweisstechnik GmbH, Düsseldorf, 1983.
20. E. Weck and E. Leistner, Metallographic Instructions for Colour Etching by Immersion, Part III: Nonferrous Metals, Cemented Carbides and Ferrous Metals, Nickel Base and Cobalt Base Alloys, Vol. 77/III, Deutscher Verlag für Schweisstechnik GmbH, Düsseldorf, 1986.
21. P. Skocovsky, Colour Contrast in Metallographic Microscopy, Slovmetal, Zilina, 1993.
22. H. E. Bühler and H. P. Hougardy, Atlas of Interference Layer Metallography, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel, Germany, 1980.
23. H. E. Bühler and I. Aydin, "Applications of the Interference Layer Method," Applied Metallography, Van Nostrand Reinhold Co., NY, 1986, pp. 41-51.
24. G. F. Vander Voort, "Results of an ASTM E-4 Round-Robin on the Precision and Bias of Measurements of Microindentation Hardness Impressions," Factors that Affect the Precision of Mechanical Tests, ASTM STP 1025, ASTM, Philadelphia, 1989, pp. 3-39.
25. G. F. Vander Voort, "Operator Errors in the Measurement of Microindentation Hardness," Accreditation Practices for Inspections, Tests, and Laboratories, ASTM STP 1057, ASTM, Philadelphia, 1989, pp. 47-77.
26. G. F. Vander Voort and Gabriel M. Lucas, "Microindentation Hardness Testing," Advanced Materials & Processes, Vol. 154, No. 3, September 1998, pp. 21-25.
27. R. L. Anderson, "Safety in Metallographic Laboratory," Westinghouse Research Laboratory Science Paper, No. 65 – 1P30 – METLL – P2, March 29, 1965.
28. G. F. Vander Voort, Metallography: Principles and Practice, ASM International, Materials Park, OH., 1999, pp. 148-159.

Literaturverzeichnis

29. R. C. Nester and G. F. Vander Voort, "Safety in the Metallographic Laboratory," Standardization News, Vol. 20, May 1992, pp. 34-39.

30. P. A. Jacquet, "The Safe Use of Perchloric-Acetic Electropolishing Baths," Met. Finish, Vol. 47, 1949, pp. 62-69.

31. S. M. Comas, R. Gonzalez Palacin and D. Vassallo, "Hazards Associated with Perchloric Acid-Butylcellosolve Polishing Solutions," Metallography, Vol. 7, 1974, pp. 47-57.

32. N. I. Sax, Dangerous Properties of Industrial Materials, 5th ed., Van Nostrand Reinhold Co., Inc., N.Y., 1979.

33. A.E. Dawkins, "Chromic Acid-Acetic Anhydride 'Explosion,'" J. Iron and Steel Institute, Vol. 182, 1956, p. 388.

34. Konrad Herrmann und 4 Mitautoren, „Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen“, expert verlag, Renningen, 2007.

Prudent Practices for Handling Hazardous Chemicals in Laboratories, National Academy Press, Washington, D.C., 1981.

Prudent Practices for Disposal of Chemicals from Laboratories, National Academy Press, Washington, D.C., 1983.

N. Proctor and J. Hughes, Chemical Hazards in the Workplace, J. B. Lippincott Co., Philadelphia, 1978.

F. A. Patty (ed.), Industrial Hygiene and Toxicology, Volume II – Toxicology, 3rd ed., Wiley-Interscience, N.Y., 1980.

L. Bretherick, Handbook of Reactive Chemical Hazards, 2nd ed., Butterworths, London, 1979.

R. J. Lewis, Sr. (ed.), Hawley's Condensed Chemical Dictionary, 12th ed., Van Nostrand Reinhold, New York, 1993.

Webseiten mit hilfreichen Informationen zur Laborsicherheit

www.buehler-met.de

www99.mh-hannover.de/vorstand/arbeitsicherheit/html/laborsicherheit.html

www.zuv.uni-heidelberg.de/sw/laborsicherheit/ls.htm

www.bgchemie.de

Ausgewählte Bücher zur Laborsicherheit

ASTM E-2014, "Standard Guide on Metallographic Laboratory Safety".

Günter Petzow, Ätzen, Gebrüder Bornträger, Stuttgart 1994, ISBN: 3-443-23014-8

E. Gershey, A. Wilkerson and E. Party, Laboratory Safety in Practice, Van Nostrand Reinhold, N.Y., 1991.

A. A. Fuscaldo et al. (eds), Laboratory Safety: Theory & Practice, Academic Press, San Diego, CA. 1980.

S. B. Pal (ed.), Handbook of Laboratory Health & Safety Measures, Kluwer Academic, Norwell, MA., 1985.

Norman V. Steere (ed.), Handbook of Laboratory Safety, 2nd ed., CRC Press, Boca Raton, FL., 1971.

A. Keith Furr (ed.), Handbook of Laboratory Safety, 3rd ed., CRC Press, Boca Raton, FL., 1989.

L. J. Diberardinis et al., Guidelines for Laboratory Design: Health & Safety Considerations, J. Wiley & Sons, N.Y., 1987.

S. R. Rayburn, The Foundations of Laboratory Safety, Brock-Springer Series in Contemporary Bioscience, Springer-Verlag, N.Y., 1989.

C. A. Kelsey and A. F. Gardner (eds.), Radiation Safety for Laboratory Technicians, Warren H. Green, Inc., St. Louis, MO., 1983.

N. I. Sax, Dangerous Properties of Industrial Materials, 5th ed., Van Nostrand Reinhold Co., N.Y., 1979.

Anhang

ANHANG

Klassifizierung der Metalle anhand der Eigenschaften und des Periodensystems der Elemente

Gruppe	Element	Symbol	Ordnungszahl-	Massen-	Dichte	Schmelz-	Kristall-
			zahl	zahl	g/cm ³ @20°C	punkt, °C	gitter
Alkali- metalle, IIA	Beryllium	Be	4	9.015	1.848	1280	hexagonal
	Magnesium	Mg	12	24.312	1.74	650	hexagonal
Gruppe IB	Kupfer	Cu	29	63.545	8.94	1083	kfz
	Silber	Ag	47	107.87	10.49	961.9	kfz
	Gold	Au	79	197	19.32	1064.4	kfz
Gruppe IIB	Zink	Zn	30	65.38	7.1	419.57	hexagonal
	Cadmium	Cd	48	112.4	8.65	320.9	hexagonal
Gruppe III	Aluminium	Al	13	26.98	2.7	660	kfz
Gruppe IVA	Zinn	Sn	50	118.69	7.29	232	Tetragonal
	Blei	Pb	82	207.19	11.35	327.5	kfz
Gruppe IVB	Titan	Ti	22	47.9	4.507	1670	hexagonal
	Zirkon	Zr	40	91.22	6.44	1853	hexagonal
	Hafnium	Hf	72	178.49	13.21	2225	hexagonal
Gruppe V	Antimon	Sb	51	121.75	6.79	630.5	rhombohedrisch
	Bismuth	Bi	83	208.98	9.78	271.3	rhombohedrisch
Gruppe VB	Vanadium	V	23	50.94	6.1	1895	krz
	Niob/ Niobiom	Nb/ Cb	41	92.91	8.66	2468	krz
	Tantal	Ta	73	180.95	16.63	2996	krz
Gruppe VIB	Chrom	Cr	24	52	7.14	1867	krz
	Molybden	Mo	42	95.94	9.01	2615	krz
	Wolfram	W	74	183.85	19.3	3410	krz
Gruppe VIIB	Mangan	Mn	25	54.94	7.3	1244	Komplex kubisch
	Rhenium	Re	75	186.22	21.04	3175	hexagonal
Gruppe VIII	Eisen	Fe	26	55.85	7.874	1536	kfz
	Kobalt	Co	27	58.93	8.832	1495	hexagonal
	Nickel	Ni	28	58.71	8.8	1452	kfz
Platin- metalle, Gruppe VIII	Ruthenium	Ru	44	101.1	12.1	2310	hexagonal
	Rhodium	Rh	45	102.91	12.44	1963	kfz
Gruppe VIII	Palladium	Pd	46	106.4	12.16	1551	kfz
	Osmium	Os	76	190.2	22.48	3015-3075	hexagonal
	Iridium	Ir	77	192.2	22.42	2410	kfz
	Platin	Pt	78	195.09	21.37	1772	kfz

Umwandlungstemperaturen für allotropische Metalle

Element	Umwandlung	Temperatur
Beryllium (Be)	$\alpha \leftrightarrow \beta$	1256 °C [2293° F]
Kobalt (Co)	$\epsilon \leftrightarrow \alpha$	427 °C [801° F]
Hafnium (Hf)	$\alpha \leftrightarrow \beta$	1742 °C [3168° F]
Eisen (Fe)	Curie	770 °C [1418° F]
	$\alpha \leftrightarrow \gamma$	912 °C [1674° F]
	$\gamma \leftrightarrow \delta$	1394 °C [2541° F]
Mangan (Mn)	$\alpha \leftrightarrow \beta$	707 °C [1305° F]
	$\beta \leftrightarrow \gamma$	1088 °C [1990° F]
	$\gamma \leftrightarrow \delta$	1139 °C [2082° F]
Nickel (Ni)	Curie	358 °C [676° F]
Zinn (Sn)	$\alpha \leftrightarrow \beta$	13 °C [55.4° F]
Titan (Ti)	$\alpha \leftrightarrow \beta$	883 °C [1621° F]
Zirkon (Zr)	$\alpha \leftrightarrow \beta$	872 °C [1602° F]

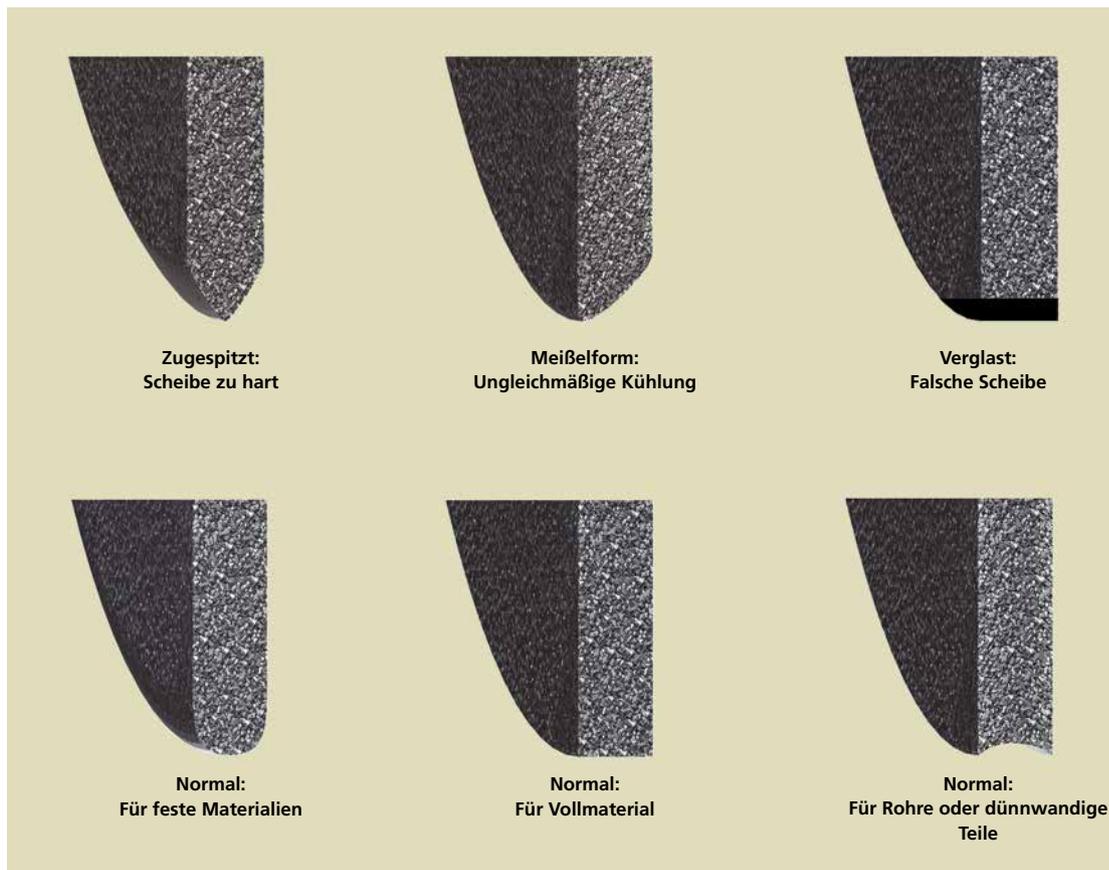
Anmerkung:

Die Curietemperatur ist die Temperatur, bei der ein magnetisches Material seinen Magnetismus beim Erhitzen verliert und bei Abkühlung wieder gewinnt.

Nastrennschleifen: Problem, mögliche Ursachen und deren Lösung

Problem	Mögliche Ursache	Lösungsvorschlag
Verbrennung (bläuliche Verfärbung)	Überhitzte Probe	Wasserkühlung verbessern Vorschub reduzieren Trennscheibe mit weicherer Bindung wählen
Hoher Scheibenverschleiß	Scheibenbindung gibt zu schnell nach	Scheibe mit härterer Bindung wählen Vorschub reduzieren
Zerbrechen der Scheibe	Ungleichmäßige Kühlung	Wasserkühlung gleichmäßig an beiden Seiten der Scheibe aufbringen
	Proben nicht festgespannt	Probe fester einspannen
	Abrupter Probenkontakt	Trennvorgang vorsichtig beginnen
Widerstand beim Trennen (Kein Trennforschritt zu sehen)	Scheibe war bereits vorgeschädigt	Trennscheiben sorgfältig behandeln
	Scheibenbindung gibt zu langsam nach	Scheibe mit weicherer Bindung wählen Pulsierend Trennen Trenner mit Orbitaltechnik verwenden
Trennscheibe bleibt stehen	Ungenügende Trennerkapazität	Größeren Trenner verwenden Anpressdruck oder Vorschub verringern Trenner mit Orbitaltechnik verwenden
	Verlauf der Trennscheibe aufgrund von Spannungen im Werkstück	Bauteil aufgrund von Spannungen nur einseitig spannen

Nastrennschleifen: Problemlösung

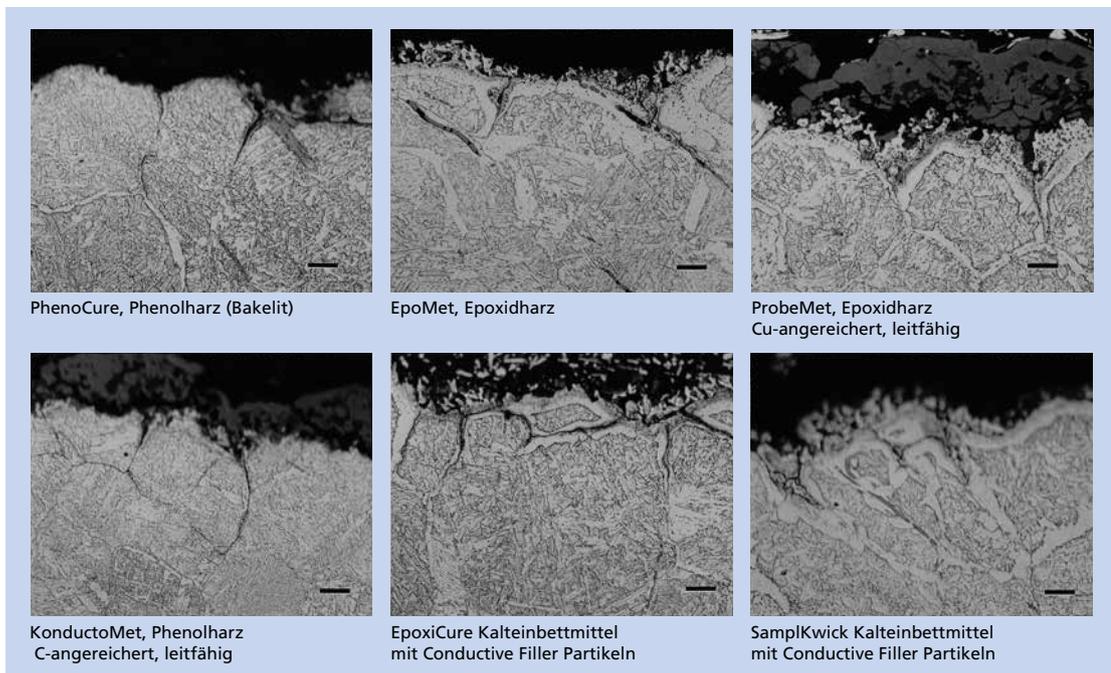


Anhang

Warmeinbetten: Problem, mögliche Ursachen und deren Lösung

Defect	Probable Cause	Suggested Remedy
Duroplaste (Epoxidharze, Diallylphthalat und Phenolharze)		
 Radiale Spalten oder Risse	Probenquerschnitt zu groß Probe hat scharfe Kanten	Größere Pressform verwenden Probe verkleinern Wenn möglich, Kanten der Probe abrunden
 Schrumpfspalt	Oberfläche nicht sauber Probe nach der Polymerisation zu schnell gekühlt Falsches Einbettmaterial verwendet	Proben reinigen und entfetten Nach der Polymerisation langsam unter Druck abkühlen lassen EpoMet G oder F verwenden
 Umlaufende Risse	Einbettmittel ist feucht	Einbettmittel trocken lagern Behälter erst vor Verwendung öffnen Einbettmittel bei 38-49°C (100-120°F) trocknen
 Gewölbte oder weiche Probenrückseite	Unzureichende Aushärtezeit (Polimerisation)	Aushärtezeit und Druck verlängern
 Probe ist körnig und nicht geschmolzen	Zeit bei Temperatur zu kurz Polymerisationstemperatur zu niedrig Druck zu gering	Polymerisationszeit, -druck und -temperatur erhöhen
Thermoplaste (Acrylharze)		
 Wattebausch	Polymerisation nicht beendet Einbettzeit zu kurz	Weniger Einbettmittel verwenden Längere Heiz- und Kühlzeiten anwenden Lineare Abkühlung anwenden
 Risse	Auftreten von inneren Spannungen beim Entnehmen der Probe	Probe länger abkühlen Lineare Abkühlung anwenden

Vergleich der Kantenschärfe an sechs unterschiedlichen Einbettmaterialien



Die Aufnahmen zeigen die Oberfläche eines gehärteten 100Cr6, eingebettet mit unterschiedlichen Einbettmaterialien und den daraus resultierenden Kantenschärfen. Die Proben wurden alle zusammen im gleichen Probenhalter präpariert und mit 3% Nital geätzt. Die besten Resultate ergaben sich bei EpoMet, ProbeMet und EpoxiCure mit Zusatz von Conductive Filler, der die Probe leitfähig macht. Die Maßstabsbalken sind 20 µm lang.

Auswahlkriterien für Kalteinbettmittel

Acrylic	Description
SamplKwick	<ul style="list-style-type: none"> • Translucent, general purpose acrylic system • 5-8 minute cure time at room temperature • ~179°F [79°C] Peak Temperature • ~85 Shore D Hardness
VariKwick	<ul style="list-style-type: none"> • Blue, fast curing system • Moderate shrinkage and viscosity • ~5 minute cure time at room temperature • ~85°C Peak Temperature
VariKleer	<ul style="list-style-type: none"> • Clear, general purpose acrylic system - Requires pressure vessel for clear mounts • 5-15 minute cure time at room temperature • ~212°F [100°C] Peak Temperature • ~84 Shore D Hardness
VariDur	<ul style="list-style-type: none"> • Grey, low viscosity acrylic system • 10 minute cure time at room temperature • ~170°F [77°C] Peak Temperature • ~85 Shore D Hardness
VariDur 10	<ul style="list-style-type: none"> • Semi transparent, low odor system • Low shrinkage, high viscosity • 8 minute cure time • 100°C Peak Temperature
VariDur 200	<ul style="list-style-type: none"> • Dark blue, low odor system • Low shrinkage, high viscosity • 8 minute cure time • 100°C Peak Temperature
VariDur 3000	<ul style="list-style-type: none"> • Blue, mineral filled acrylic system • Hardest castable mounting system • 15 minute cure time at room temperature • ~252°F [122°C] Peak Temperature • ~90 Shore D Hardness
Epoxy	Description
EpoxCure	<ul style="list-style-type: none"> • Clear, general purpose epoxy system • 6hr cure time at room temperature • <130°F [55°C] Peak Temperature • ~82 Shore D Hardness
EpoHeat	<ul style="list-style-type: none"> • Transparent yellow epoxy system • Long pot-life allows product to be mixed in large batches • 90min cure time in oven at 131°F [55°C] • <338°F [170°C] Peak Temperature • ~85 Shore D Hardness
EpoThin	<ul style="list-style-type: none"> • Clear, very low viscosity epoxy system • 9hr cure time at room temperature • <130°F [55°C] Peak Temperature • ~78 Shore D Hardness
EpoKwick	<ul style="list-style-type: none"> • Clear, fast curing epoxy system • 90min cure time at room temperature • <293°F [145°C] Peak Temperature • ~82 Shore D Hardness
EpoColor	<ul style="list-style-type: none"> • Red epoxy system to highlight pores and cracks • 90min cure time at room temperature • <293°F [145°C] Peak Temperature • ~82 Shore D Hardness

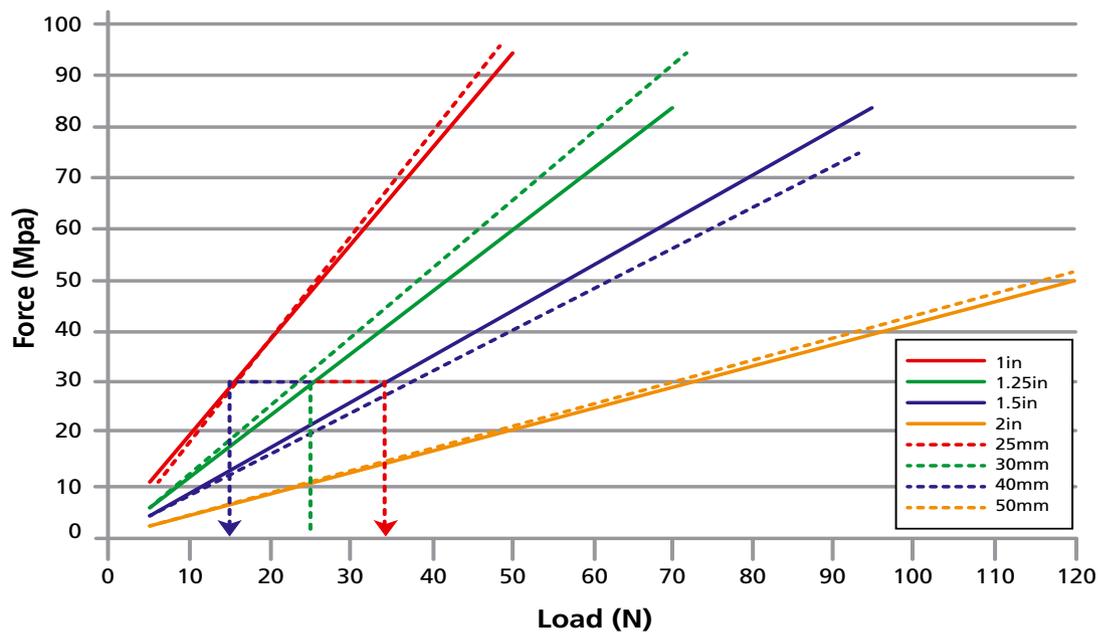
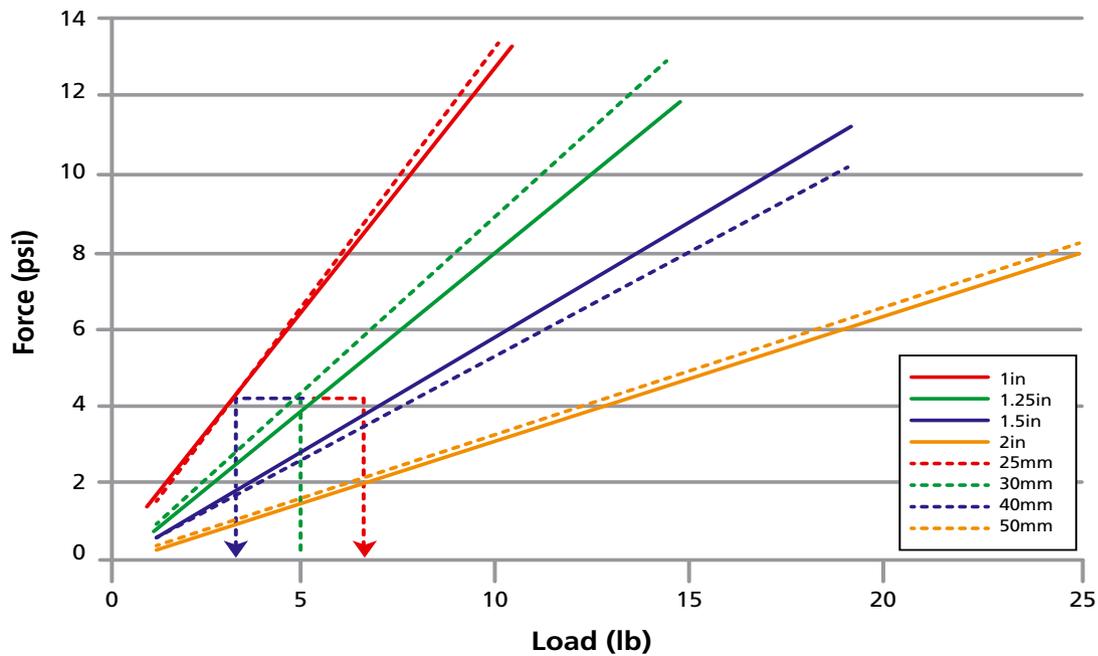
Anhang

Kalteinbetten, Problemlösung

Problem	Mögliche Ursache	Lösung
Keine Aushärtung	Abgelaufener Harz oder Härter; Falsches Mischungsverhältnis	Abwiegen von Harz und Härter; wenn nach der beschriebenen Zeit keine Aushärtung erfolgt, kann die Probe bei 50 °C (120 °F) im Ofen temperiert werden; vor Verwendung Haltbarkeit überprüfen
Langsame Aushärtung	Ungleichmäßig gemischt; zu wenig Härter verwendet; Umgebungstemperatur zu kalt	Gründlich mischen; Abwiegen von Harz und Härter; Mischung an temperiertem Ort aushärten lassen*
Schnelle Aushärtung	Zu viel Härter; Umgebungstemperatur zu hoch; Einbettform zu groß (sollte <50gr. sein)	Abwiegen von Harz und Härter; kleinere Menge ansetzen; Luftzirkulation verbessern; kühleren Ort auswählen
Gastunnel und Blasen	Zu viel Härter; Einbettform zu groß; schlecht leitfähige Form verwendet	Abwiegen von Harz und Härter; Luftzirkulation verbessern; kleinere Menge ansetzen; keine Silikonkautschukformen verwenden
Probe lässt sich nicht herauslösen	Kein Trennmittel verwendet; Probe zur falschen Seite herausgedrückt	Innenflächen mit Release Agent einschmieren bei konischen Formen Probe zur anderen Seite herausdrücken
Probe wird bei Lösungsmittel (Ethanol) angelöst	Schlechte Lösungsmittelbeständigkeit; Probe nicht komplett ausgehärtet	Anderes Einbettmittel verwenden; Probe bei 50°C temperieren
Zu starke Schrumpfung	Polymerisation zu schnell; zu viel Härter verwendet; falsches Einbettmittel	Epoxid statt Acryl verwenden; langsam aushärtende Einbettmittel verwenden; FlatEdge Filler dem Epoxidharz hinzufügen; Abwiegen von Harz und Härter

* Die Aushärtung der Epoxidharze kann im Ofen beschleunigt oder abgeschlossen werden (50°C max.2h)

Warmeinbetten: Abhängigkeit des Druckes vom Probendurchmesser



Die zwei Diagramme zeigen den Zusammenhang zwischen dem Probendruck und dem zu erwartenden Gesamtdruck in Abhängigkeit des Probendurchmessers sowohl in britischen als auch in metrischen Einheiten. Ein Beispiel soll die Verwendung der Diagramme verdeutlichen. Nehmen wir an, dass wir 1,25-Zoll Proben verwenden, daraus resultiert ein Probendruck von 5lb./je Probe. Nun verwenden wir nach der gleichen Methode jedoch nur 1-Zoll Proben. Wie viel Druck sollten wir verwenden? Ziehen Sie eine Senkrechte bei 5 lb. (dargestellt in Grün), bis sie die Linie für einen 1,25-Zoll Durchmesser schneidet. Dann ziehen Sie eine waagerechte Linie (dargestellt in Blau) vom Schnittpunkt zur Linie für 1-Zoll Probendurchmesser. Anschließend eine senkrechte Linie (dargestellt in Blau) zur Lastachse hinunter. Dieser Punkt ist etwa 3 lb. So würden wir 3 lb. pro Probe für 1-Zoll Proben verwenden. Auf ähnliche Art können wir vorgehen, um die Kraft für 1,5-Zoll Proben zu ermitteln. Daraus würde sich ein Druck von etwa 7lb. ergeben (rote Linien).

Anhang

Auswahlhilfe für Schlusspoliturmedien

Bezeichnung	Eigenschaften	Anwendung
MicroPolish Aluminiumoxid-Pulver	1, 0.3 und 0.05 µm Aluminiumoxidpulver	Günstiges Poliermittel für die meisten Mineralien und Metalle
MicroPolish II agglomeratfreies Aluminiumoxidpulver und Suspensionen	1 und 0.3 µm agglomeratfreies Aluminiumoxidpulver 1 und 0.3 µm deagglomerierte Aluminiumoxid Suspensionen	Hoch qualitatives Aluminiumoxid für die Politur von Mineralien und Metall; erzeugt eine bessere Oberfläche als herkömmliche Tonerde der gleichen Größe
MasterPrep Deagglomerierte Aluminiumoxid Suspension	0.05 µm Sol-gel Aluminiumoxid	Besonderes Aluminiumoxid; produziert bessere Ergebnisse als kalzinierte Tonerde; exzellente Ergebnisse bei Mineralien, PCBs, Metallen und Edelmetallen sowie Polymeren
MasterMet kolloidale Siliziumdioxid-Suspension	0.06 µm amorphe kolloidale Siliziumdioxid-Suspension mit pH-Wert von ~10 für chemo-mechanisches Polieren	Chemo-mechanische Polierwirkung; exzellente Ergebnisse bei Metallen, Mineralien, Polymeren, PCBs, elektronischen Bauteilen und speziell bei weichen Materialien wie Cu oder Al
MasterMet 2 nicht kristallisierende kolloidale Siliziumdioxid-Suspension	0.02 µm nicht kristallisierende amorphe Siliziumdioxid-Suspension mit einem pH-Wert von ~10.5 geeignet für chemo-mechanisches Polieren	Nicht kristallisierend, ansonsten gleiche Verwendung wie MasterMet, jedoch ohne Gefahr von auskristallisiertem SiO ₂ auf dem Poliertuch oder der Probe
MasterPolish Aluminium und Siliziumdioxid Mischoxidsuspension	Mischoxid aus reinem Aluminiumoxid (0.05 µm) und kolloidalem Siliziumdioxid mit einem basischen pH-Wert (kann mit dest. Wasser verdünnt werden)	Enthält nur einen geringen Wasseranteil und kann für weiche und wasserempfindliche Materialien wie Mg verwendet werden; ebenfalls gut für Fe-, Ni- oder Co-Legierungen und Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe (MMC)
MasterPolish 2 SiO ₂ + Eisenoxid Suspension	Mischoxidsuspension mit 0.06 µm und einem pH-Wert von ~10 für chemo-mechanisches Polieren	Entwickelt für die Politur von Materialien wie Keramik, Nitride, Carbide und Verbundwerkstoffe

Electrolytic Polishing & Etching Troubleshooting Chart

Problem	Probable Cause	Correction
Center of the specimen is deeply etched	No polishing film at the center of specimen	Increase voltage Decrease agitation Use more viscous electrolyte
Pitting or etching at the edges of specimen	Too viscous or thick film	Increase voltage Decrease agitation Use more viscous electrolyte
Studge on the surface	Insoluble anode product	Try a new electrolyte Increase temperature Increase voltage
Rough or matte surface	Insufficient or no polishing film	Increase voltage Use more viscous electrolyte
Waviness or streaks on the polished surface	Insufficient time Incorrect agitation Inadequate pre-preparation Too much time	Increase or decrease agitation Better pre-preparation Increase voltage Decrease time
Stains on the polished surface	Attach after polishing Current is off	Try less corrosive electrolyte
Unpolished spots (Bulls-eyes)	Gas bubbles	Increase agitation Decrease voltage Tilt the specimen
Phases in the relief	Insufficient polishing time	Increase voltage Better pre-preparation Decrease time
Pitting	Too long polishing Too high voltage	Better pre-preparation Decrease voltage Decrease time Try a different electrolyte

Präparation: Problemlösung

Problem	Mögliche Ursache	Lösungsvorschlag
Kometenschweif	Schlecht gebundene, harte Phase in weicher Matrix; Poren, Löcher oder Lunker, welche die Schweißbildung unterstützen.	Harte, florfreie Tücher verwenden; Druck reduzieren; Zeit reduzieren; Imprägnieren der Poren mit Epoxid oder Wachs; Gegenlauf verwenden, bei manueller Präparation Probe drehen.
Kantenabrundung	Spaltbildung ist hier das Hauptproblem. Wenn diese auftritt, harte, florfreie Tücher und kurze Polierzeiten anwenden.	Spaltbildung beim Einbetten vermeiden. EpoMet beim Warmeinbetten verwenden. Beim Kalteinbetten Epoxidharz und gegebenenfalls FlatEdgeFiller hinzufügen, um eine Spaltbildung zu reduzieren; Verwendung von harten Tüchern und Apex-System.
Eingedrückte Schleifrückstände	Harte Schleifkörnung tendiert dazu, sich ins Metall einzudrücken; feinere Körnung eher als gröbere Körnung.	SiC-Papier mit Wachs bestreichen (Kerzenwachs ist am besten geeignet, harte Seife ist ebenfalls geeignet); Bienenwachs ist nicht effektiv; Druck, Zeit und U/min reduzieren; feinere SiC- und Diamantkörnungen (<6 µm) meiden; Diamantpaste verwenden; eingedrückte Partikel mit Aluminiumoxid (3 µm oder 5 µm) entfernen.
Ausbrüche	Zu langes Schleifen auf aufgebrauchtem SiC-Papier; zu lange Polierzeiten auf florigen Tüchern; zu hoher Druck; unzureichende Schmiermittelmenge begünstigt Ausbrüche einer zweiten Phase.	Nicht länger als 60 s auf SiC-Papier schleifen; florfreie Tücher verwenden; Druck reduzieren; mehr Schmiermittel hinzufügen.
Relief	Bei Verwendung von weichen Tüchern und geringem Druck entstehen unterschiedliche Höhen zwischen der Matrix und den Phasen.	Florfreie (harte)Tücher verwenden, Druck erhöhen; Zeit kürzen; bei entstehendem Relief in der letzten Stufe den Vorgang mit anderer Laufrichtung wiederholen (meist von > < zu > > wechseln).
Kratzer	Kontamination durch gröbere Schleifkörnungen; Ausbrüche von harten Phasen oder sprödem Material; zu geringe Zeiten beim Schleifen oder Polieren.	Saubere Bedingungen schaffen; Hände, Proben und Ausrüstung nach jeder Stufe reinigen; bei rissigem oder porösen Material Ultraschall verwenden; Zeiten verlängern; Apex verwenden; bei Kontamination Scheiben mit Wasser reinigen; Präparationshinweisen aus dem Buch folgen.
Verschmierung	Verschmierung von weichem Material infolge von zu wenig Lubrikant, zu hohem Druck oder U/min	Mehr Schmiermittel verwenden, Druck und U/min reduzieren; Poliertuch mit mittlerem Flor in der Schlusspolierstufe verwenden; Chemomechanisches Polieren mit MasterMet II durchführen; Probe Ätzpolieren; Vibrationspolierer verwenden.
Flecken	Flecken zwischen Phasen treten meistens durch eine ungenügende Reinigung oder wegen der Wasserqualität auf. Auch Reinigungsmittel können Flecken hinterlassen.	Die meisten Reinigungsflecken entstehen durch unsauberes Leitungswasser, stattdessen destilliertes Wasser verwenden; auch eine unzureichende Trocknung kann Flecken hinterlassen; bei Verwendung von Oxidpoliersuspensionen sollte während der letzten 20-30 s das Wasser geöffnet werden, um die Proben und das Tuch zu reinigen. Anschliessend sollten die Proben mit Watte und Seife unter fließendem Wasser gereinigt werden. Danach wird die Probe mit Ethanol abgesprüht und mit einem Fön (ausreichende Leistung/ kalt) getrocknet. In den meisten Fällen ist die Probe nun sauber, allerdings kann bei Bedarf mit trockener Watte über die Probe gegangen werden. Ein Anhauchen und Abwischen der Probe mit Watte hat sich als nützlich erwiesen. Vorsicht bei sehr weichen Materialien. Hier kann der Einsatz von Watte Kratzer verursachen.

ASTM Normen für die Metallographie

ASTM NORMEN METALLOGRAPHIE

- A 247: Untersuchung der Gefügestruktur von Graphit in Gußeisen
- A 892: Richtlinie für die Definition und Benennung kohlenstoffreicher Lagerstähle
- B 390: Bestimmung der Kornrohndichte und -verteilung von Wolfram-Hartmetall
- B 588: Schichtdickenmessung an durchsichtigen und undurchsichtigen Überzügen mittels Doppelstrahlmikroskopie
- B 657: Guide for Metallographic Identification of Microstructure in Cemented Carbides
- B 681: Measurement of Thickness of Anodic Coatings on Aluminum and of Other Transparent Coatings
- B 748: Schichtdickenmessung an metallischen Überzügen mittels Untersuchung von Querschliffen mit dem Elektronenmikroskop
- B 795: Verfahren zur Prüfung niedriglegierter, pulvergeschmiedeter Stahlteile auf Verunreinigung durch nichtlegiertes Eisen
- B 796: Nonmetallic Inclusion Level of Powder Forged Steel Parts
- B 847: Measurement of Metal and Oxide Coating Thickness by Microscopical Examination of a Cross section
- C 664: Schichtdickenmessung an Diffusionsschichten
- E 3: Preparation of Metallographic Specimens
- E 7: Standard Terminology Relating to Metallography
- E 45 Determining the Inclusion Content of Steel
- E 82: Bestimmung der Orientierung eines Metallkristalls
- E 112: Bestimmung der mittleren Korngröße
- E 340: Macroetching Metals and Alloys
- E 381: Macroetch Testing Steel Bars, Billets, Blooms, and Forgings
- E 384: Microindentation Hardness of Materials
- E 407: Prüfung metallischer Werkstoffe; Mikroätzung von Metallen und Legierungen
- E 562: Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count
- E 766: Eichung der Vergrößerung von REM (Rasterelektronenmikroskopen) unter Verwendung der Eichprobe NBS-SRM-484
- E 768: Richtlinien für die Vorbereitung und Beurteilung von Proben für die automatische Mengenbestimmung der Einschlüsse in Stahl
- E 807: Metallographic Laboratory Evaluation
- E 883: Reflected-Light Photomicrography
- E 930: Bestimmung des größten sichtbaren Korn in einem metallographischen Schliff
- E 975: X-Ray Determination of Retained Austenite in Steel with Near Random Crystallographic Orientation
- E 986: Scanning Electron Microscope Beam Size Characterization
- E 1077: Estimating the Depth of Decarburization of Steel Specimens
- E 1122: Obtaining JK Inclusion Ratings Using Automatic Image Analysis
- E 1180: Preparing Sulfur Prints for Macrostructural Examination
- E 1181: Characterizing Duplex Grain Sizes
- E 1245: Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis
- E 1268: Assessing the Degree of Banding or Orientation of Microstructures
- E 1351: Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas
- E 1382: Prüfmethode für die Bestimmung der mittleren Korngröße mithilfe der halbautomatischen und der automatischen Bildanalyse
- E 1508: Quantitative Analyse durch energiedispersive Spektroskopie
- E 1558: Elektrolytisches Polieren von metallographischen Prüflingen
- E 1920: Metallographic Preparation of Thermal Spray Coatings
- E 1951: Calibrating Reticles and Light Microscope Magnifications
- E 2014: Metallographic Laboratory Safety
- E 2015: Preparation of Plastics and Polymeric Specimens for Microstructural Examination
- F 1854: Stereological Evaluation of Porous Coatings on Medical Implants

ASTM und ISO Normen

ASTM NORMEN ZUR HÄRTEPRÜFUNG

- B 578: Messung der Mikrohärtigkeit galvanischer Überzüge
- B 721: Microhardness and Case Depth of Powder Metallurgy Parts
- C 730: Prüfung der Eindruckhärtigkeit nach Knoop
- C 849: Bestimmung der Eindringhärtigkeit von Porzellan und Steingut nach Knoop
- C 1326: Knoop Indentation Hardness of Advanced Ceramics
- C 1327: Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics
- E 10: Brinell Hardness of Metallic Materials
- E 18: Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic Materials
- E 92: Prüfung metallischer Werkstoffe; Härteprüfung nach Vickers
- E 140: Standard Hardness Conversion Tables for Metals
- E 448: Richtlinien für die Prüfung der Skleroskophärte metallischer Werkstoffe
- E 1842: Macro-Rockwell Hardness Testing of Metallic Materials

ISO NORMEN ZUR METALLOGRAPHIE

- ISO 643: Stähle - Mikrographische Bestimmung der scheinbaren Korngröße
- DIN EN ISO 945: Gußeisen; Bestimmung der Mikrostruktur von Graphit
- ISO 1083: Gusseisen mit Kugelgraphit - Klassifikation
- DIN EN ISO 1463: Metall- und Oxidschichten - Schichtdickenmessung - Mikroskopisches Verfahren
- DIN EN ISO 2624: Kupfer und Kupferlegierungen - Bestimmung der mittleren Korngröße (ISO 2624:1990); Deutsche Fassung EN ISO 2624:1995
- DIN EN ISO 2639: Stahl - Bestimmung und Prüfung der Einsatzhärtungstiefe (ISO 2639:2002); Deutsche Fassung EN ISO 2639:2002
- ISO 3754: Stahl; Bestimmung der effektiven Härtetiefe nach Flamm- oder Induktionshärtung
- ISO 3763: Warmverformte Stähle; makroskopische Methoden zur Beurteilung des Anteils nichtmetallischer Einschlüsse
- DIN EN ISO 3887: Stahl - Bestimmung der Entkohlungstiefe (ISO 3887:2003); Deutsche Fassung EN ISO 3887:2003
- ISO 4499: Hartmetalle; Metallographische

Bestimmung der Mikrostruktur

- ISO 4524-1: Metallische Überzüge; Prüfmethode für elektrolytische Überzüge aus Gold und Goldlegierungen; Teil 1: Bestimmung der Überzugsdicke
- ISO 4964: Steel – Hardness Conversions
- ISO 4967: Stahl - Ermittlung des Gehalts an nicht-metallischen Einschlüssen - Mikroskopisches Verfahren mit Bildreihen
- ISO 4968: Stahl - makrographische Untersuchung mit Schwefelabdruck (Baumann-Methode)
- ISO 4970: Stahl - Bestimmung der gesamten oder effektiven Dicke dünner oberflächengehärteter Schichten
- ISO 5949: Werkzeugstähle und Wälzlagerstähle - mikrographische Methode zur Bewertung der Verteilung von Carbiden mit Vergleichsreihen von Mikroaufnahmen
- ISO 9042: Stähle - Manuelle Punktzählmethode zur statistischen Abschätzung des Volumenanteils eines Gefügebestandteils mit Hilfe eines Punktgitters
- DIN EN ISO 9220: Metallische Überzüge - Messung der Schichtdicke - Verfahren mit Rasterelektronenmikroskop (ISO 9220:1988); Deutsche Fassung EN ISO 9220:1994
- ISO 14250: Stahl - Metallographische Bestimmung von Duplex-Korngröße und -verteilung

ISO und andere nationale Normen

ISO NORMEN ZUR HÄRTEPRÜFUNG

ISO 1355: Metallic Materials – Hardness Test – Calibration of Standardized Blocks to be Used for Rockwell Superficial Hardness Testing Machines (Scales 15N, 30N, 45N, 15T, 30T and 45T)

DIN EN ISO 4516: Metallische und andere anorganische Überzüge - Mikrohärteprüfungen nach Vickers und Knoop (ISO 4516:2002); Deutsche Fassung EN ISO 4516:2002

DIN EN ISO 4545-1: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Knoop - Teil 1: Prüfverfahren (ISO 4545-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 4545-1:2005

ISO 4546: Metallic Materials – Hardness Test – Verification of Knoop Hardness Testing Machines

ISO 4547: Metallic Materials – Hardness Test – Calibration of Standardized Blocks to be Used for Knoop Hardness Testing Machines

ISO 6441-1: Paints and Varnishes – Determination of Microindentation Hardness – Part 1: Knoop Hardness by Measurement of Indentation Length

ISO 6441-1: Paints and Varnishes – Determination of Microindentation Hardness – Part 2: Knoop Hardness by Measurement of Indentation Depth Under Load

DIN EN ISO 6507-1: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüfverfahren (ISO 6507-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6507-1:2005

DIN EN ISO 6507-2: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 2: Prüfung und Kalibrierung der Prüfmaschinen (ISO 6507-2:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6507-2:2005

DIN EN ISO 6508-1: Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Rockwell - Teil 1: Prüfverfahren (Skalen A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T) (ISO 6508-1:2005); Deutsche Fassung EN ISO 6508-1:2005

ISO 9385: Glas und Glaskeramik; Härteprüfung nach Knoop; Identisch mit ISO 9385:1990

ISO 10250: Metallic Materials – Hardness Testing – Tables of Knoop Hardness Values for Use in Tests Made on Flat Oberflächen

DIN EN ISO 14271: Vickers-Härteprüfung von Widerstandspunkt-, Buckel- und Rollenahtschweißungen (Kleinlast- und Mikrohärtbereich) (ISO 14271:2000); Deutsche Fassung EN ISO 14271:2001

ANDERE NATIONALE STANDARDS

Frankreich

NF A04-10: Determination of the Ferritic and Austenitic Grain Size of Steels

Deutschland

DIN 50150: Umrechnung von Härtewerten

DIN 50192: Ermittlung der Entkohlungstiefe

DIN 50600: Prüfung metallischer Werkstoffe - Metallographische Gefügebilder, Abbildungsmaßstäbe und Formate

DIN 50601: Ermittlung der Ferrit- oder Austenitkorngröße von Stahl und Eisenwerkstoffen

DIN 50602: Mikroskopische Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallische Einschlüsse

DIN EN 104: Ermittlung der Entkohlungstiefe von unlegierten und niedrig legierten Baustählen

DIN EN 642: Stirnabschreckversuch (Jominy-Versuch)

SEP1510: Microscopic Test of Steels for Grain Size by Comparison with Standard Charts

SEP1570: Microscopical Examination of Special Steels for Non-Metallic Inclusions Using Standard Micrograph Charts

SEP1572: Microscopic Testing of Free-Cutting Steels for Non-Metallic Sulphide Inclusions by Means of a Series of Pictures

Italien

UNI 3137: Extraction and Preparation of Samples

UNI 3138: Macrographic Analysis

UNI 3245: Microscopic Examination of Ferrous Materials - Determination of Austenitic or Ferritic Grain Size of Plain Carbon and Low-Alloy Steels

UNI 4227: Determination of Metallographic Structures

UNI 4389: Nonferrous Metals and Their Alloys: Determination of the Dimension of Their Crystal Grains

Andere nationale Normen

Japan

JIS B 7724: Brinell Hardness – Verification of Testing Machine

JIS B 7725: Vickers Hardness – Verification of Testing Machines

JIS B 7730: Rockwell Hardness Test – Calibration of Standardized Blocks

JIS B 7734: Knoop Hardness Test – Verification of Testing Machines

JIS B 7735: Vickers Hardness Test – Calibration of the Reference Blocks

JIS B 7736: Brinell Hardness Test – Calibration of Standardized Blocks

JIS G 0551: Methods of Austenite Grain Size Test for Steel

JIS G 0552: Method of Ferrite Grain Size Test for Steel

JIS G 0553: Macrostructure Detecting Method for Steel, Edition 1

JIS H 0501: Methods for Estimating Average Grain Size of Wrought Copper and Copper Alloys

JIS R 1610: Testing Method for Vickers Hardness of High Performance Ceramics

JIS R 1623: Test Method for Vickers Hardness of Fine Ceramics at Elevated Temperatures

JIS Z 2243: Brinell Hardness Test – Test Method

JIS Z 2244: Vickers Hardness Test – Test Method

JIS Z 2245: Rockwell Hardness Test – Test Method

JIS Z 2251: Knoop Hardness Test – Test Method

JIS Z 2252: Test Methods for Vickers Hardness at Elevated Temperatures

Polen

PN-57/H-04501: Macroscopic Examination of Steel. The Deep Etching Test.

PN-61/H-04502: Reagents for Macrostructure Tests of Iron Alloys

PN-61/H-04503: Reagents for Microstructure Tests of Iron Alloys

PN-63/H-04504: Microstructure Testing of Steel Products. Iron Carbide. Ghost Structure. Widmanstätten's Structure.

PN-66/H-04505: Microstructure of Steel Products. Templates and Evaluation.

PN-75/H-04512: Nonferrous Metals. Reagents for Revealing Microstructure.

PN-75/H-04661: Gray, Spheroidal Graphite and Malleable Cast Iron. Metallographic Examination. Evaluation of Microstructure

PN-76/H-04660: Cast Steel and Iron. Microscopic Examination. Sampling and Preparation of Test Pieces.

PN-84/H-04507/01: Metals. Metallographic Testing of Grain Size. Microscopic Methods for Determination of Grain Size.

PN-84/H-04507/02: Metals. Metallographic Testing of Grain Size. Methods of Revealing the Prior-Austenitic Grains in Non-Austenitic Steels.

PN-84/H-04507/03: Metals. Metallographic Testing of Grain Size. Macroscopic Method of Revealing the Prior-Austenitic Grain Size by the Fracture Method.

PN-84/H-04507/04: Metals. Metallographic Testing of Grain Size. A Method of Testing for Overheating of Steel.

PN-87/H-04514: Steel, Cast Steel, Cast Iron. Macrostructure Examination. Baumann's Test.

Russland

GOST 801: Standard for Ball and Roller Bearing Steel

GOST 1778: Metallographic Methods of Determination of Nonmetallic Inclusions

GOST 5639: Grain Size Determination

Andere nationale Normen

Schweden

SIS 11 11 01: Estimating the Average Grain Size of Metals

SIS 11 11 02: Estimating the Austenitic Grain Size of Ferritic and Martensitic Steels

SIS 11 11 11: Methods for Assessing the Slag Inclusion Content in Steel: Microscopic Methods

SIS 11 11 14: Determination of Slag Inclusions – Microscopic Methods – Manual Representation

SIS 11 11 16: Steel – Method for Estimation of the Content of Non-Metallic Inclusions – Microscopic Methods – Jernkontoret's Inclusion Chart II for the Assessment of Non-Metallic Inclusions

SIS 11 03 40: Hardness Test – Vickers Test HV 0, 2 to HV 100 – Direct Verification of Testing Machines

SIS 11 03 41: Hardness Test – Vickers Test HV 0,2 to HV 100 – Indirect Verification of Testing Machines Using Standardized Blocks

SIS 11 03 42: Hardness Test – Vickers Test HV 0,2 to HV 100 – Direct Verification of Standardizing Machine for Calibration of Standardized Blocks

SIS 11 03 43: Hardness Test – Vickers Test HV 0,2 to HV 100 – Calibration of Standardized Blocks

SIS 11 25 16: Metallic Materials – Hardness Test – Vickers Test HV 5 to HV 100

SIS 11 25 17: Metallic Materials – Hardness Test – Vickers Test HV 0,2 to Less Than HV 5

SIS 11 70 20: Determination of the Depth of Decarburization in Steel

England

BS 860: Tables for Comparison of Hardness Scales.

BS 4490: Methods for Micrographic Determination of the Grain Size of Steel

BS 5710: Macroscopic Assessment of the Non-Metallic Inclusion Content of Wrought Steels

BS 6285: Macroscopic Assessment of Steel by Sulphur Print

BS 6286: Measurement of Total or Effective Thickness of Thin Oberfläche-Hardened Layers in Steel

BS 6479: Determination and Verification of Effective Depth of Carburized and Hardened Cases in Steel

BS 6481: Determination of Effective Depth of Hardening of Steel after Flame or Induction Hardening

BS 6533: Macroscopic Examination of Steel by Etching with Strong Mineral Acids

BS 6617: Determination of Decarburisation in Steel

Buehler Warenzeichen

REGISTRIERTE MARKENNAMEN VON BUEHLER:

AbrasiMet
AbrasiMatic
Apex
AutoMet
Buehler
CarbiMet
ChemoMet
Delta
DuoMet
EcoMet
ElectroMet
EpoHeat
EpoKwick
EpoMet
EpoThin
EpoxiCure
FibrMet
HandiMet
IsoCut
IsoMet
KonductoMet
MasterMet
MasterPolish
MasterPrep
MasterTex
MetaDi
MetaServ
MetSplice
MicroCloth
MicroCut
MicroPolish
MiniMet
OmniMet
PC Met
PetroBond
PetroThin
PetroVue
PhenoCure
ProbeMet
Rockwell
SamplKup
SamplKwick
SimpliMet
SumMet

TexMet
Tukon
UltraMet
VariDur
VibroMet
Wilson
Wilson-Rockwell

UNREGISTRIERTE MARKENNAMEN VON BUEHLER:

AcuThin
AddiClean
Cool
EnvironMet
EpoColor
MetAbrase
MetSplice
RecllClean
SmartCool
SmartCut
TransOptic
TriDent
UltraPad
UltraPlan
UltraPol
UltraPrep
VariKleer
VariKwick
Vector
WhiteFelt
ZirMet

Stichwortverzeichnis

A

Acrylharz 10
Aluminiumoxid 5, 8, 16, 23, 24, 29, 46, 57, 58, 64, 69, 70, 85, 136, 137
ApexDGD 15, 16, 17, 18, 30, 31, 46, 49, 50, 52, 58
ASTM Normen 138, 139
Ätzen 4, 21, 36, 52, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 86, 112, 116, 129
Ätzmittel 4, 13, 14, 19, 20, 21, 34, 44, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 86, 112, 114, 115, 116, 117, 118
Ätzpolieren 121, 137
Ausbrüche 4, 5, 59, 60, 64, 137

B

Basen 112, 114, 117, 119, 120, 121
Beryllium 37, 74, 113, 130
Bildanalyse 74, 78, 86, 94, 95, 101, 108, 111, 138
Bildarchivierung und -analyse 94, 95, 96, 97, 98, 99, 100, 101
Bornitrid 6, 8
Brinell 104

C

Conductive Filler 132

D

Diamant 16, 17, 23, 30, 39, 66, 107
Dunkelfeld 55, 72, 73, 87, 90, 91, 93
Duroplast 15

E

Edelmetalle 53, 54
Einbetten 4, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 112, 137
Einbettpresse 10, 11
Einzelandruck 21
Eisen 32, 43, 50, 130, 138
Eisenmetalle 22, 45, 46, 47
Elektronische Materialien 32, 69, 70, 71
Epoxidharz 10, 14, 15, 55, 59, 64, 72, 132, 134, 137

F

Fehlerquellen 109
FlatEdgeFiller 14, 137
Flecken 84, 137

G

Gegenlauf 13, 29, 30, 42, 73, 137
Gleichlauf 29

H

Hafnium 41, 42, 74, 130
Härteprüfung 102
Hartmetalle 22, 57, 58, 139
Hellfeld 87, 91, 93

I

ISO Normen 109, 110, 111, 139, 140

K

Kalteinbetten 13, 134, 137

Kantenabrundung 12, 13, 14, 137
Kantenschutz 11, 12, 13, 14
Karbide 22, 45, 57, 82
Keramik 16, 19, 22, 32, 59, 60, 61, 62, 63, 65, 67, 71, 136
Knoop 108, 109, 110, 111, 139, 140, 141
Kobalt 49, 50, 51, 52, 57, 130
Kometenschweif 19, 20, 137
Kratzer 3, 4, 19, 23, 34, 49, 54, 137
Kupfer 9, 49, 50, 51, 52, 67, 69, 70, 71, 83, 130, 139

L

Leiterplatten 8, 32, 67, 68
Lichtmikroskopie 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93
Literaturverzeichnis 128, 129
Lösungsmittel 112, 114, 115, 116, 117, 120

M

MACC-Trennen 8
Magnesium 36, 37, 74, 80, 113, 130
Magnesiumoxid 23, 85
Methodenentwicklung 4
Mikrohärteprüfung 108
Mikroskop 78, 86, 87, 88, 89, 91, 96

N

Nasstrennschleifen 5, 131
Nickel 15, 49, 50, 51, 52, 57, 67, 71, 74, 128, 130
Niedrig schmelzende Metalle 38, 39
Normen 3, 109, 110, 111, 138, 139, 140, 141, 142

P

Periodensystem 32, 33
Phenolharz 10, 14, 120, 132
Planschleifen 3, 16, 30, 31, 46, 47, 49, 64
Polieren 4, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 30, 40, 41, 42, 52, 54, 71, 72, 112, 116, 123, 136, 137, 138
Poliertücher 14, 15, 20, 21, 22, 28, 29
Polymer 32
Polymere 32, 72, 73
Präzisionstrennen 8
Probendruck 32–151
Probennahme 3, 113
Probenpräparation 4

R

Refraktärmetalle 40, 41, 43, 44
Relief 19, 20, 92, 93, 137
Rhodium 53, 130
Rockwell 104, 105

S

Säuren 11, 86, 112, 114, 116, 118, 121, 122
Schleifen 4, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 36, 38, 40, 41, 42, 43, 49, 53, 54, 60, 71, 72, 73, 112, 113, 117, 123, 137
Schrumpfspalt 12, 13, 132
Schwellwert 97
SiC-Papier 15, 16, 17, 18, 24, 29, 30, 47, 52, 60,

Stichwortverzeichnis

69, 137
Sicherheit im Labor 112, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 119, 120, 121, 122
Silizium 60, 69, 70, 71, 136
Siliziumdioxid 23, 24, 34, 37, 40, 49, 70, 71, 136
Stahl 9, 10, 19, 31, 38, 45, 46, 56, 74, 79, 82, 101, 138, 139, 140

T

Thermische Spritzschichten 55, 56
Thermoplaste 10
Titan 5, 9, 18, 30, 40, 69, 70, 74, 78, 130
Trennen 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 16, 30, 37, 40, 43, 49, 53, 64, 69, 70, 72, 112, 123, 131

U

UltraPrep 15, 16, 30, 56, 57, 58

V

Verbundwerkstoffe 22, 64, 65, 66, 136
Verschmierung 137
Vibrationspolitur 4, 34, 35, 39, 40, 41, 44, 46, 47, 49, 50, 54
Vickers 107, 108, 109, 110, 111, 139, 140, 141, 142

W

Warmeinbetten 10, 40, 41, 66, 132, 137

Z

Zentralandruck 15, 21
Zirkonium 74

Weiterbildung und Seminare

More thorough testing of increasingly complex materials, to include microstructural analysis, is being driven by industry and consumer requirements for improved product quality and reliability. Existing methods for specimen preparation can be insufficient to produce excellent results in higher throughput environments. The desire for speed, consistency and quality have created demand for improved preparation and analysis techniques. Besides offering solutions for this purpose, the training courses offered by Buehler enable individuals to obtain or improve the necessary preparation skills.

Buehler® established the Institute for Microstructural Analysis in 1989, offering both general introductory courses and specialized courses focused on the needs of specific industries or applications. All courses include supervised, hands-on activities in the laboratory with classroom instruction to help students understand the principles. Courses are offered at the Buehler headquarters in Lake Bluff, IL, US, Buehler ITW Test & Measurement GmbH in Düsseldorf, DE, the University of Warwick and other affiliated institutions.

SUMMET™ FUNDAMENTALS OF METALLOGRAPHIC TECHNIQUES (3 DAYS)

A three day course designed for both metallographers without formal training or experienced metallographers who want to learn the latest preparation techniques. The fundamentals of sectioning, mounting, grinding and polishing are covered both in theory and practice in this course based on SumMet™ methods developed at Buehler. Students will also be exposed to optical microscopy, etching, hardness testing, and microstructural interpretation. Students are strongly encouraged to bring their own specimens

PRACTICAL APPLICATIONS OF AUTOMATED IMAGE ANALYSIS (2 DAYS)

Over the course of two days students will learn basic imaging operations, thresholding, binary image modifications and measurements. The class utilizes the OmniMet™ system and will also emphasize routine building for automation of image processing and evaluation. Students should be knowledgeable about specimen preparation and evaluation of microstructures.

PWB PREPARATION (3 DAYS)

This course covers the manual and semi-automated preparation of printed wiring boards. During the course, students will learn about sectioning, mounting, and grinding and polishing of wiring boards. Semi-automated preparation will be performed using a PC-Met or PWB-Met depending on the student's target size. Preparation and evaluation will be performed in accordance with the latest MIL, IPC, and J standards. Students are encouraged to bring samples along with them.

PETROGRAPHIC PREPARATION (3 DAYS)

This three day course is designed for both novice petrographers and experienced petrographers looking for a refresher course. The course will

cover traditional manual preparation in addition to modern semi-automated preparation methods. Both bulk and thin sections samples will be prepared by students. Students are encouraged to bring their own samples for preparation during lab sessions. Optical microscopy techniques covered will include transmitted polarized light as well as reflected light.

METALLOGRAPHY OF FERROUS METAL HEAT TREATMENT (3 DAYS)

A two day course covering the preparation techniques and microstructural analysis of heat treated materials. This course is designed for technicians new to heat treatment. The first half of the class will allow students to get hands on preparation and microstructural analysis experience. The other half will tie heat treatment practices together with the hardness and microstructures observed in the lab.

BUEHLER® FAILURE ANALYSIS OF ELECTRONICS, CALCE (4 DAYS)

A course designed for those who wish to conduct failure analysis on electronic products. This joint course between Buehler and CALCE will cover methods of identifying failure mechanisms. CALCE will explain systematic methods for conducting a failure investigation. A variety of both destructive and non-destructive techniques for component analysis are demonstrated. Buehler will cover a variety of methods to prepare electronic components for evaluation. Case studies will be used to demonstrate the use of proper methodologies and analysis in conducting a failure investigation.

ON LOCATION TRAINING AVAILABLE UPON REQUEST.

Visit www.buehler.com for more information on class dates and availability.

Notizen

A series of horizontal lines for taking notes. A large, light gray watermark graphic is centered on the page. The watermark consists of a stylized letter 'A' on the left and a stylized letter 'R' on the right, both with rounded bottoms and a white diagonal stripe.

Buehler Niederlassungen



NORTH & SOUTH AMERICA OFFICES

BUEHLER Worldwide Headquarters

P: 847 295 6500
800 BUEHLER (800 283 4537)
www.buehler.com
info@buehler.com

Buehler International

P: 1 847 810 4241
F: 1 847 295 7979
buehler.intl@buehler.com

BUEHLER Canada - Ontario

P: 905 430 4684
F: 905 430 4647
www.buehler.ca
info@buehler.ca



ASIA-PACIFIC OFFICES

BUEHLER Asia-Pacific - Hong Kong

P: (852) 2307 0909
F: (852) 2307 0233
www.buehler-asia.com
info@buehler.com.hk

BUEHLER China - Shanghai

ITW Test & Measurement (Shanghai) Co., Ltd.
P: (86) 21 6410 8359
F: (86) 21 6410 6671
china@buehler.com.hk

**Sales offices in Beijing, Chengdu, Guangzhou, Nanjing, Shanghai, Shenyang, Tianjin, Wuhan, Xi'an*



EUROPE OFFICES

BUEHLER Germany - Düsseldorf

ITW Test & Measurement GmbH
P: (49) (211) 974100
F: (49) (211) 974 1079
www.buehler-met.de
info.eu@buehler.com

BUEHLER France - Dardilly

P: 800 897 971
F: 800 880 527
www.buehler.fr
info.fr@buehler.com

BUEHLER Germany - Esslingen

ITW Test & Measurement GmbH
P: (49) (0) 711 4904690-0
F: (49) (0) 711 4604690-13
www.wilson-hardness.com
info.eu@buehler.com

BUEHLER United Kingdom - Coventry

P: 800 707 6273
F: 800 707 6274
www.buehler.co.uk
info.uk@buehler.com

Visit www.buehler.com for more information on Regional Distributors.

More so now than ever, material scientists and metallographers need to find effective solutions for preparing and testing increasingly complex materials. Existing methods, or methods used for years may be suitable, but may not be the most efficient or effective, especially when labs are driven to produce both excellent results and high throughput.

The Buehler SumMet is a compilation of our many decades of experience, providing our knowledge, best practices and techniques for materials preparation. Step by step, both theory and execution are provided for sectioning, mounting, grinding-polishing, imaging & analysis and hardness testing giving you the best methods and know how to get the job done.



SumMet Fundamentals of Metallographic Technique Courses and other hands-on training courses and seminars are held many times a year at our labs or partner labs. Current schedules and sign up information are available at www.buehler.com.



Access the tools and tips of SumMet at the Buehler eclub 24/7; the complete text, troubleshooting information, comparison charts and methods are available to review or download. Additional resources include access to: Sum-Notes, TechNotes, hardness conversion and calculation tables and posters.



Need customized support? Simply connect with one of our labs to arrange personalized training, product demonstrations or application support. Our lab staff will likely have the answers you need.



Have questions about a product or consumable? Check our product literature page for more information.



Need preventative maintenance or service? Our worldwide service team can provide the parts, repair or troubleshooting support you need.

