

Metallographie (*Metallo*)

1 Versuchsziel

- Kennenlernen verschiedener metallographischer Präparationstechniken
- Anwendung unterschiedlicher Mikroskopiertechniken zur Gefügeuntersuchung an verschiedenen Werkstoffen
- Zusammenhang des Gefüges mit den Werkstoffeigenschaften und Technologieparametern
- qualitative und quantitative Gefügebeschreibung und Gefügebewertung

2 Versuchsgrundlagen

2.1 Aufgaben und Ziele der Gefügeuntersuchung metallischer Werkstoffe

Aufgabe der Metallographie ist die qualitative und quantitative Beschreibung des Gefüges metallischer Werkstoffe.

Die Gefügebeschreibung trifft Aussagen zur Art und Menge der durch Grenzflächen (Korngrenzen bzw. Phasengrenzen) voneinander getrennten Gefügebestandteile, zu deren geometrischen Parametern Größe, Form, Verteilung und Orientierung sowie zur Realstruktur der Gefügebestandteile. Als Untersuchungsmethode werden im wesentlichen direkt abbildende mikroskopische Verfahren benutzt.

Die Metallographie ist eingebunden in eine komplexe Struktur- und Gefügeanalyse mittels Verfahren der Röntgen-, Elektronen- und Neutronenbeugung sowie physikalischen Methoden zur Ermittlung strukturabhängiger elektrischer, magnetischer, mechanischer und thermischer Eigenschaften. Das Ziel der Metallographie im interdisziplinären Verbund mit anderen Fachgebieten besteht in der Aufklärung der Zusammenhänge zwischen Struktur, Gefüge, Technologie und Eigenschaften der metallischen Werkstoffe und in der Vorhersage der Eigenschaften und des Werkstoffverhaltens unter vorgegebenen Beanspruchungsverhältnissen. Daneben bildet die Metallographie einen wesentlichen Bestandteil der Qualitätskontrolle. Diese Aufgaben und Ziele lassen sich auch auf andere Gebiete der Materialographie (Plastographie, Keramographie) übertragen.

2.2 Metallographische Präparationstechniken

Ein einwandfreier, zur makro- und mikroskopischen Betrachtung geeigneter Schriff muß eine repräsentative, randscharfe ebene Fläche des zu untersuchenden Werkstoffes haben, die sein Gefüge eindeutig erkennen läßt und die keine bei der Herstellung verursachten Veränderungen wie Verformung, Ausbrüche, Kratzer und Verschmierungen aufweist. Entsprechend dem spezifischen Anwendungsfall sind aus der Vielzahl der verschiedenen Präparationstechniken geeignete auszuwählen. Besonders zu nennen sind dabei:

Trennen, dient der Probenentnahme. Es ist dabei darauf zu achten, daß die entnommene Probe repräsentativ für das gesamte Gefüge des zu untersuchenden Materials ist. Am häufigsten kommt das Naßtrennschleifen zum Einsatz.

Einfassen, dient der besseren Handhabbarkeit der Proben, der Vermeidung von Kantenabrundungen und im Schutz weicher oder poröser Proben. Man unterscheidet:

- Einspannen der Probe im Schliifhalter
- Einbetten der Proben in Kunststoffe oder Epoxidharze (Warm- oder Kalteinbetten).

Mechanische Schliifpräparation, mit der mechanischen Präparation soll durch spangebendes Abtragen die gestörten Materialbereiche (sog. Beilby-Schicht) entfernt und gleichzeitig die Probenoberfläche geebnet und geglättet werden. Die mechanische Bearbeitung erfolgt i.a. in der Reihenfolge

- Grobschleifen (Korndurchmesser zwischen 300 und 40 μm)
- Feinschleifen (Korndurchmesser zwischen 40 und 5 μm)
- Polieren (Korndurchmesser zwischen 10 und < 0, 1 μm).

Als Schleifmittel kommen vorwiegend Siliciumcarbid, Korund, Zirconiumdioxid und Diamant zur Anwendung. Die Abrasivstoffe sind an eine Unterlage aus Papier oder Gewebe gebunden. Für einen Schliif werden in der Regel vier Schleifkörnungen gewählt, wobei der Korndurchmesser jeweils um die Hälfte reduziert wird und die Probe um 90° gedreht wird. Zum Schutz der Probe vor unzulässigem Wärmeeinfluß hat sich das Naßschleifen durchgesetzt. Die konkreten Schleifparameter sind dem jeweiligen Werkstoff anzupassen.

Polieren, schließt sich dem Schleifen an. Das Ziel des Polierens besteht darin, die nach dem Schleifen verbleibende geschädigte Oberflächenschicht zu beseitigen und die Probe weiter einzuebnen. Zum Polieren kommen fast ausschließlich Tonerde oder Diamant in Form von Suspensionen, Sprays usw. zum Einsatz. Als Unterlage werden verschiedene Tücher benutzt. Als Polierflüssigkeiten werden zu Beginn Wasser und später ölige Flüssigkeiten verwendet. Poliermittel, Unterlage, Schmiermittel, Poliergeschwindigkeit, Polierdruck usw. sind dem jeweiligen Werkstoff anzupassen. Häufig wird das mechanische Polieren durch chemische bzw. elektrolytische Polierverfahren ergänzt, welche zu verformungsfreien Oberflächen führen.

Kontrastieren, nach dem Polieren sind die Unterschiede im Reflexionsvermögen der einzelnen Gefügebestandteile in der Regel so gering, daß sich ein Kontrastieren erforderlich macht. Das Kontrastieren kann durch geeignete Präparation der Proben als auch durch Nutzung geeigneter optischer Möglichkeiten (Polarisation, Phasenkontrast usw.) erfolgen. Zu den Präparationsmethoden gehören:

- Ätzen (Kontrastieren in Lösungen)
- Thermisches Ätzen
- Ionenätzen
- Aufbringen interferenzfähiger Schichten
- Reliefpolieren.

Das Ätzen ist die älteste und noch heute am häufigsten eingesetzte Kontrastiermethode. Von besonderer Bedeutung sind die Korngrenzen- und Kornflächenätzung (Bild 1). Weiter zu nennen sind die Farbätzung, die Versetzungsätzung usw.

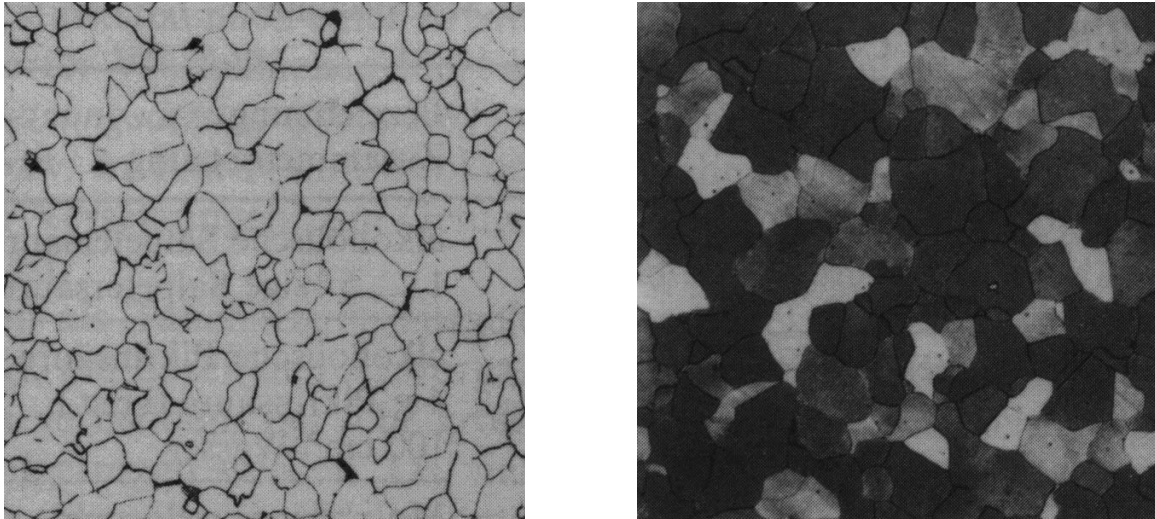


Bild 1: a) Korngrenzenätzung (reines Eisen) b) Kornflächenätzung (reines Eisen)

Die metallographische Probenpräparation erfordert zur Verhinderung von Präparationsfehlern sehr viel Erfahrung. Typische Präparationsfehler sind u.a. Luftblasen bei der Einbettung, Schleif- und Polierkratzer, Kantenabrundungen, Reliefstrukturen nach dem Ätzen usw. Diese Fehler können durch geeignete Maßnahmen verhindert werden.

2.3 Mikroskopiertechniken in der Metallographie

In der Metallographie werden in der Regel Auflichtmikroskope benutzt. Moderne Auflichtmikroskope vereinen alle erforderlichen optischen Elemente (Lichtquelle, Objektiv, Okular, Spiegel, Prismen, Blenden- und Filtersysteme usw.) und gestatten über Einschübe den schnellen Wechsel zu den verschiedenen optischen Kontrastierverfahren.

Die Hellfeldbeleuchtung (Bild 2) ist die Standardvariante der Auflichtmikroskopie. Bei ihr wird das regulär reflektierte Licht und das innerhalb des Öffnungsbereichs des Objektivs gebeugte bzw. diffus reflektierte Licht zur Abbildung genutzt. Dabei wird das Objekt nahezu senkrecht beleuchtet (Planglas- bzw. Prismenilluminatoren). Die Bildkontraste resultieren im wesentlichen aus unterschiedlichem Absorptionsverhalten und diffusen Reflexionen (Amplitudenkontrast). In der Regel muß man durch entsprechende Kontrastierverfahren (Ätzen usw.) günstige Bedingungen für den Amplitudenkontrast schaffen.

Bei der Dunkelfeldbeleuchtung (Bild 2) führt man den beleuchtenden Strahlengang so, daß die regulär reflektierten Strahlen nicht mehr in das Objektiv gelangen können. Zum mikroskopischen Bild tragen in diesem Fall nur am Objekt gebeugte Strahlen bzw. an entsprechend zur optischen Achse geneigten Oberflächen reflektierte Strahlen (diffuse Reflexion) bei. Dadurch erweisen sich die Kontraste der Dunkelfeldabbildung i.a. komplementär zu denen der Hellfeldabbildung. Damit ist dieses Verfahren insbesondere zur Abbildung von mechanischen Oberflächenstörungen geeignet.

Phasenkontrastverfahren: Bei vielen Objekten weist die von verschiedenen Objektbereichen herführende Strahlung nur einen verschwindend kleinen Amplitudenunterschied, dagegen aber eine merkliche Phasendifferenz (Phasenobjekt) auf. Beim Phasenkontrastverfahren wird die-

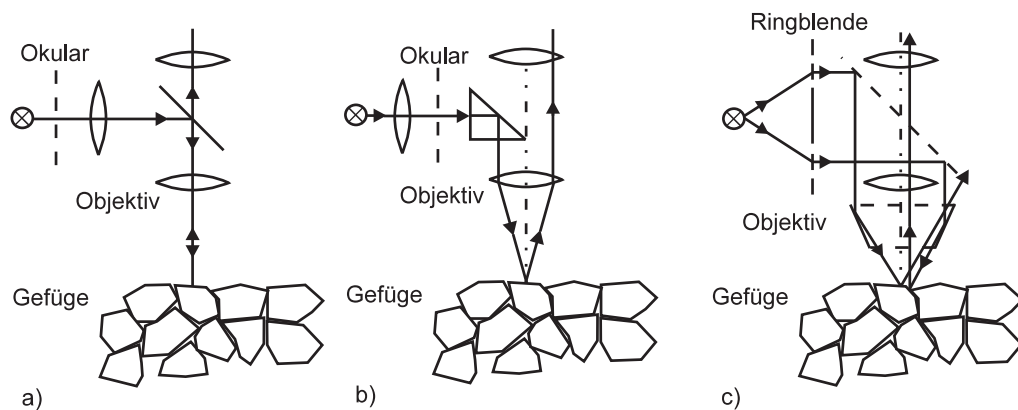


Bild 2: Hellfeld- und Dunkelfeldbeleuchtung; a) Hellfeld mit Planglas; b) Hellfeld mit Prisma; c) Dunkelfeld

ser Phasenunterschied in einen Amplitudenunterschied und damit einen Amplitudenkontrast umgewandelt. Dazu wird die Phase des ungebeugten Lichtes gegenüber der des gebeugten Lichtes durch ein in der hinteren Brennebene des Objektivs angeordnetes Phasenplättchen um 90° verschoben.

2.4 Quantitative Gefügebeschreibung

2.4.1 Allgemeine geometrische Parameter von Gefügebestandteilen

Die quantitative Beschreibung eines Gefüges erfolgt durch eine Vielzahl von sog. Gefügeparametern. Die quantitative Gefügeanalyse umfasst u.a.:

- die **Bildanalyse**, d.h. die Analyse von Abbildungen ebener Anschliffe von Gefügen,
- die **Stereologie**, d.h. die Ermittlung der geometrischen Parameter des räumlichen Gefüges aus Meßwerten, die am ebenen Anschliff gewonnen wurden.

Bei der quantitativen Gefügeanalyse wird vorausgesetzt, daß die Gefügebestandteile eindeutig identifiziert sind. Die Methoden der Gefügeanalyse erfordern i.a. ein isometrisches Gefüge. Bei nichtisometrischen Gefüge wird die Gefügebeschreibung wesentlich komplizierter.

Die quantitative Beschreibung des Gefüges eines Werkstoffes erfolgt in der Regel durch allgemeine geometrische Parameter von Gefügebestandteilen. Dazu gehören u.a.:

Volumenanteil V_V : Anteil eines Gefügebestandteil am Gesamtvolumen

Spezifische Grenzfläche S_V : mittlere Größe der Grenzfläche in einer Einheit des Probenvolumens

Teilchenzahl N_V : Anzahl der Teilchen pro Volumeneinheit.

Aus den geometrischen Grundparametern lassen sich viele andere Parameter zur Gefügebeschreibung ableiten. Ein typisches Beispiel ist die **Korngröße**, von welcher viele Werkstoffeigenschaften abhängen (Härte, Festigkeit, elektrische Leitfähigkeit usw.).

2.4.2 Stereologische Methoden

Die geometrischen Parameter des räumlichen Gefüges können in der Regel nicht direkt bestimmt werden, sondern es werden Messungen an ebenen Schnitten (z.B. Anschliffe) durchgeführt. Die in der Ebene bestimmten Parameter müssen räumlich, d.h. stereologisch interpretiert werden.

Neben den Messungen in ebenen Meßfeldern werden die Messungen auch häufig auf Meßlinien oder in Punktrastern durchgeführt. Der Dimension des Meßfeldes entsprechend gliedern sich die stereologischen Methoden in Punktanalyse, Linearanalyse und Flächenanalyse.

Punktanalyse: Grundparameter - eine Größe:

Punktanteil P_P : Anzahl der Punkte eines Punktrasters im Gefügebestandteil bezogen auf die Gesamtpunktzahl des Rasters (Bild 3).

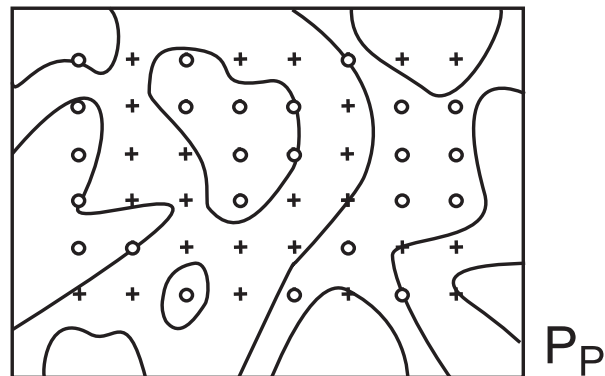


Bild 3: Punktanalyse

Linearanalyse: Grundparameter - zwei Größen:

Linearanteil L_L : Quotient aus der Gesamtlänge der Schnittsehnen durch einen Gefügebestandteil und der Länge der Meßlinie (Bild 2)

Punkteanzahl je Längeneinheit P_L : Quotient aus der Anzahl der Schnittpunkte von Grenzflächen mit der Meßlinie und der Länge der Meßlinie (Bild 4).

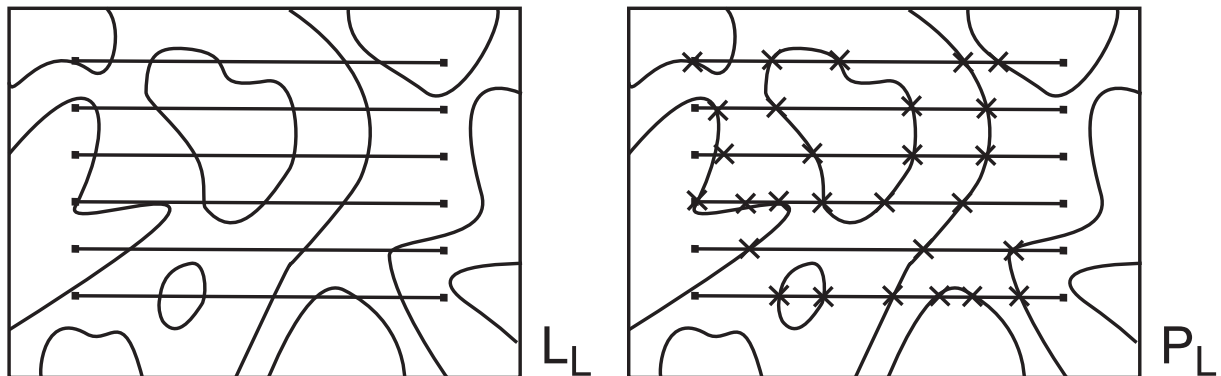


Bild 4: Linearanalyse, Bestimmung von L_L und P_L

Flächenanalyse: Grundparameter - drei Größen:

Flächenanteil A_A : Quotient der Gesamtfläche eines Gefügebestandteiles im Meßfeld und der Fläche des Meßfeldes

spezifische Linienlänge L_A : Quotient der Gesamtlänge der durch die Schlieffebene geschnittenen Grenzflächen und der Fläche des Meßfeldes

Teilchenzahl pro Flächeneinheit N_A : Quotient aus der Anzahl der Teilchen im Meßfeld und der Fläche des Meßfeldes.

Für die Bestimmung der geometrischen Grundparameter des Gefüges aus den gemessenen Größen gelten u.a. folgende Beziehungen:

$$V_V = A_A = L_L = P_P \quad (1)$$

$$S_V = (4/\pi) * L_A = 2P_L \quad (2)$$

Während Gleichung 1 allgemeine Gültigkeit besitzt, gilt Gleichung 2 nur für den Fall isometrischer Gefüge. Mit den vorgestellten Grundparametern stehen viele andere Parameter des Gefüges in enger Beziehung. Der wichtigste Parameter zur Beschreibung einphasiger polyedrischer Gefüge ist die **mittlere Korngröße** - abkürzend wird dafür auch der Begriff Korngröße verwendet, wobei verschiedene Definitionen in der Metallographie üblich sind. So unterscheidet man die mittlere lineare Korngröße aus der Linienanalyse und die mittlere Kornfläche aus verschiedenen Verfahren der Flächenanalyse, aus welcher sich wiederum Korngrößen berechnen lassen.

Linienchnittverfahren (Linienverfahren): Beim Schnitt einer Meßstrecke mit den Grenzlinien eines polyedrischen Gefüges entstehen Schnittsegmente. Die Korngröße ist in diesem Fall definiert als Mittelwert der Schnittsegmente. Dieser Mittelwert ist der Kehrwert von P_L . Zur praktischen Durchführung wird über das Gefügebild eine Linienschar mit der Gesamtlänge L_o gelegt und die Zahl der Schnittpunkte der Meßlinien mit den Korngrenzen bzw. die Zahl der geschnittenen Körner (Körner, in denen Linienendpunkte liegen, werden nur halb gezählt) ermittelt.

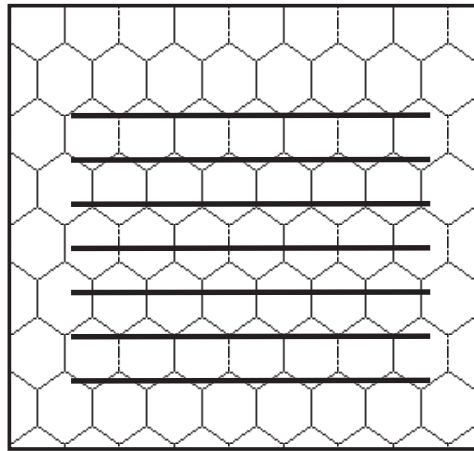


Bild 5: Linienchnittverfahren

Es gilt dann die Gleichung (3).

$$L_s = 1/P_L = 2/S_V = L_o/N = (l * p)/N \quad (3)$$

L_s ... mittlere lineare Korngröße bzw. mittlere Schnittsegmentlänge

L_o ... Gesamtlänge der Meßstrecke

l ... Länge einer Meßlinie

p ... Zahl der Meßlinien

N ... Zahl der geschnittenen Korngrenzen

Kreisauszählverfahren (Kreisverfahren): Beim Kreisverfahren wird die mittlere Kornfläche a durch Zählen der in einer bekannten Kreisfläche A_o liegenden Körnerzahl N (mindestens 50) bestimmt. Es wird die Anzahl N_1 der im Kreis liegenden Körner und die Anzahl N_2 der auf dem Umfang liegenden Körner ermittelt und die Gesamtzahl N nach Gleichung (4) bestimmt.

$$N = N_1 + N_2/2 \quad (4)$$

Für die mittlere Kornfläche gilt dann die Beziehung (Gleichung 5).

$$a = 1/N_A = A_o/N \quad (5)$$

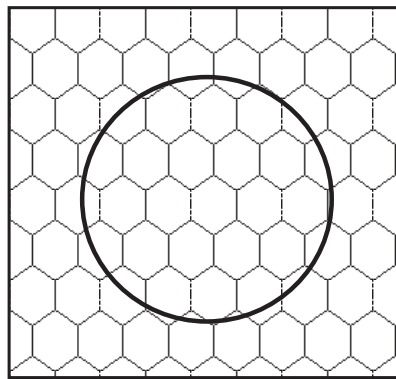


Bild 6: Kreisauszählverfahren

Flächenverfahren: Beim Flächenverfahren wird ein hinreichend großer Gefügebereich etwa rechteckiger Form längs von Korngrenzen abgegrenzt und die Größe A_o ermittelt. Aus der Zahl der eingeschlossenen Körner N berechnet sich die mittlere Kornfläche wiederum nach Gleichung (5)

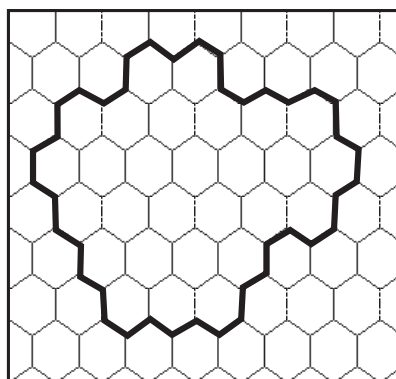


Bild 7: Flächenverfahren

Aus der mittleren Kornfläche a wiederum lässt sich eine Korngröße berechnen. Es gilt:

$$d = \sqrt{a} \quad (6)$$

Die vorgestellte Korngrößenbestimmung mit der Flächenanalyse bildet auch die Grundlage für die normierte Bestimmung der Korngröße (ASTM-Norm).

3 Vorbereitungsaufgaben

1. Skizzieren Sie den realen Aufbau des oberflächennahen Bereiches eines mechanisch geschliffenen und polierten Anschliffes!
2. Beschreiben Sie die Funktionsweise eines Polarisationsmikroskops.
3. Wovon hängt die kleinste Größe der abbildbaren Strukturen mit einem Mikroskop ab?
4. Informieren Sie sich über die geometrischen Grundparameter V_V , S_V , M_V und N_V eines Gefüges und die Aussagen dieser Parameter!
5. Informieren Sie sich über den Gefügebau eines C45-Stahles! Wie kann man mit Methoden der Flächenanalyse den Kohlenstoffgehalt dieses Stahles bestimmen?
6. Was verstehen Sie unter dem Streckungsverhältnis eines Gefüges?
7. Erläutern Sie das Prinzip der Korngrenzen- und Kornflächenätzung sowie der Versetzungsätzung!

4 Praktikumsaufgaben

1. Präparieren Sie die vorliegenden Proben (Schleifen, Polieren)!
2. Wenden Sie verschiedene Ätztechniken zum Nachweis von Gefügebestandteilen bzw. Kornstrukturen an!
3. Fertigen Sie eine qualitative Gefügebeschreibung der angefertigten Schliche an!
4. Bestimmen Sie mit Verfahren der quantitativen Gefügeanalyse die mittlere Korngröße, die mittlere Kornquerschnittsfläche, das Streckungsverhältnis und ggf. die Fe/C-Legierungskonzentration in den gegebenen Proben!
5. Führen Sie Gefügeuntersuchungen an verschiedenen Musterproben der Probensammlung durch. Notieren Sie Ihre Beobachtungen!

**Eine detaillierte Aufgabenstellung liegt am Versuchsplatz im
Meitnerbau, G.-Kirchhoff-Str. 5, Raum 3.2.311 aus!**

Literaturliste

- [1] SCHUMANN, H. (Hrsg.) ; OETTEL, H. (Hrsg.): *Metallografie*. 15. Auflage. Weinheim : Wiley-VCH, 2011. – 933 S. – ISBN 3-527-30679-X
- [2] SCHAT, W. ; POMPE, W. ; WORCH, H.: *Werkstoffwissenschaft*. 10. Auflage. Weinheim : Wiley-VCH Verlag, 2011. – 578 S. – ISBN 978-3527323234
- [3] EXNER, H. E. ; HOUGARDY, H. P.: *Einführung in die quantitative Gefügeanalyse*. Oberursel : DGM-Informationsgesellschaft Verlag, 1986. – ISBN 978-3883551081
- [4] MACHERAUCH, E. ; ZOCH, H.-W.: *Praktikum in Werkstoffkunde*. 11. Auflage. Wiesbaden : Vieweg+Teubner Verlag, 2011. – 602 S. – ISBN 978-3-8348-0343-6
- [5] HAHN, F.: *Werkstofftechnik - Praktikum: Werkstoffe prüfen und verstehen*. Hanser Fachbuchverlag, 2015
- [6] HUNGER, H. J.: *Werkstoffanalytische Verfahren: eine Auswahl*. Oberursel : Wiley-Vch, 2003. – 556 S. – ISBN 978-3342004301