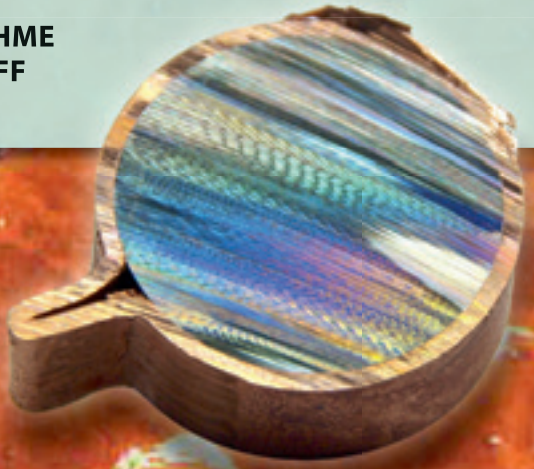
Heinz-Hubert Cloeren

MATERIALOGRAPHISCHE PRÄPARATIONSTECHNIKEN

- LEITFADEN FÜR DEN PRAKTIKER UND EINSTEIGER
- TIPPS & TRICKS
- VERMEIDUNG VON ARTEFAKTEN
- VON DER PROBENENTNAHME BIS ZUM FERTIGEN SCHLIFF



Materialographie
Bauteilmaterialographie
Dünnschlifftechnik
Archäo-Materialographie

Heinz-Hubert Cloeren

MATERIALOGRAPHISCHE PRÄPARATIONSTECHNIKEN

Heinz-Hubert Cloeren

- Geboren 1961 in Düsseldorf
- 1978 – 1981 Ausbildung zum Werkstoffprüfer
- Seit 1993 staatl. geprüfter Werkstofftechniker, seitdem auch spezialisiert auf die materialographische Probenpräparation fester Werkstoffe
- Seit 2004 Inhaber und Geschäftsführer der Cloeren Technology GmbH mit dem Schwerpunkt Produktentwicklung, Geräte für die materialographische Probenpräparation, Verbrauchsmaterialien, werkstofftechnische Schulungen, Lohnmaterialographie und Schadensanalyse.
- Dozent beim Fortbildungsseminar der DGM „Mobile Bauteilmaterialographie“
- Autor verschiedener Publikationen

Heinz-Hubert Cloeren

MATERIALOGRAPHISCHE PRÄPARATIONSTECHNIKEN

- LEITFADEN FÜR DEN PRAKTIKER UND EINSTEIGER
- TIPPS & TRICKS
- VERMEIDUNG VON ARTEFAKTEN
- VON DER PROBENENTNAHME BIS ZUM FERTIGEN SCHLIFF

Materialographie
Bauteilmaterialographie
Dünnschlifftechnik
Archäo-Materialographie

© 2014 Heinz-Hubert Cloeren

Das Werk ist einschließlich aller seiner Teile urheberrechtlich geschützt. Jede Verwertung außerhalb der engen Grenzen des Urheberrechtsgesetzes ist ohne Zustimmung des Verlages unzulässig und strafbar. Dies gilt insbesondere für Vervielfältigung, Übersetzungen, Mikroverfilmungen und Einspeicherung und Verarbeitung in elektronischen Systemen.

Herausgeber: CTV Heinz-Hubert Cloeren
Püttstraße 23
D-41372 Niederkrüchten

Satz & Druck: druckbar Lüdecke e.K., Schwalmtal

1. Auflage 2014

ISBN: 978-3-9816824-0-3

Printed in Germany

INHALT

Danksagung 5

Einleitung 12

Was bedeutet Materialographie?. 13

1 Einführung in die materialographische Probenpräparation 15

1.1 Allgemeines über das Nasstrennschleifen 15

1.1.1 Probenentnahme (Trennen) 16

1.1.1.1 Trennscheibenauswahl 16

1.1.1.2 Einsatzbereich der Trennscheiben 16

1.1.1.3 Nasstrennschleifmaschinen 18

1.2 Probenfixierung durch Kalt- und Warmeinbetten. 20

1.2.1 Anforderungen beim Einbetten 20

1.2.2 Warmeinbetten 21

3.2.2.1 Warmeinbettmittel und ihre Eigenschaften 22

1.2.3 Kalteinbetten 22

1.2.4 Sonderformen des Kalteinbettens 23

1.2.4.1 Lichthärtendes Einbetten 23

1.2.4.2 Imprägnieren unter Vakuum 24

1.3 Mechanische Probenpräparation 24

1.3.1 Schleifen und Polieren 24

1.3.1.1 Grundlage 24

1.3.1.2 Schleifen. 24

1.3.1.3 Planschleifen 25

1.3.1.4 Feinschleifen 25

1.3.1.5 Polieren 25

1.3.1.5.1 Diamantpolieren 26

1.3.1.5.2 Oxidpolieren 26

1.3.1.5.3 Poliertücher und Polierscheiben. 26

1.4 Elektrolytische Probenpräparation 27

1.4.1 Elektrolytisches Polieren 27

1.4.1.1 Vorteile des Elektropolierens 27

1.4.1.2 Nachteile des Elektropolierens 28

1.5 Bewertung der Präparationsmethoden 28

1.6 Reinigen 28

1.7 Sichtbarmachung der Mikrostruktur durch Ätzen 28

1.7.1 Optisches Ätzen 29

1.7.2 Chemisches Ätzen 29

1.7.3 Niederschlagätzen 29

1.7.4 Physikalische Ätzmethoden 29

2 Thermische und mechanische Probenentnahme und deren Einfluss auf das wahre Gefüge 31

2.1 Einleitung 31

2.2 Probenbeschreibung. 31

2.3 Thermische Probenentnahmeverfahren 32

2.4 Mechanische Probenentnahmeverfahren. 32

2.31 Plasmaschneiden 32

2.32 Laserschneiden 34

2.33 Drahterodieren 36

2.41 Bandsägen 37

2.42 Nasstrennschleifen 38

2.43 Präzisionstrennen 39

2.5 Zusammenfassung 40

3 Artefakte bei der materialographischen Probenpräparation und deren Vermeidung 43

3.1 Trennen 43

3.1.1 Probenentnahme durch das Nasstrennschleifen 43

3.1.2 Probenentnahme durch Sägen 46

3.1.2.1 Vortäuschung von falscher Porosität 47

3.1.2.2 Vortäuschung von Gefügestrukturen. 47

3.1.3 Wahl einer falschen Trennscheibe, schlechte Kühlung und zu hoher Vorschub 48

3.1.4 Trennen von Bauteilen mit losen inneren Komponenten, die auch teilweise sehr spröde sein können (wie z.B. Magnetwerkstoffe oder Keramiken) 50

3.1.5 Infiltration poröser Werkstoffe 52

3.1.6 Trennen von Kunststoffverbundwerkstoffen 53

3.1.7 Trennen von spröden Oberflächenbeschichtungen, z.B. Plasmaspritzschichten. 55

3.2 Einbetten 57

3.2.1 Probenfixierung durch Kalt- bzw. Warmeinbettung 57

3.2.1.1 Warmeinbetten 57

3.2.1.1.1 Warmeinbettung weicher Werkstoffe 57

5.1.1.1.2 Warmeinbetten von nicht plan aufliegenden, harten und spröden Werkstoffen 58

3.2.1.1.3 Warmeinbetten von spröden Plasmaspritzschichten 60

3.2.1.1.4 Gibt es poröse Materialien, die mit Warmeinbettmitteln infiltriert werden können? 60

3.2.1.1.5 Warmeinbetten von Verbundwerkstoffen Kunststoff / Metall 61

3.2.1.1.6 Warmeinbettung mit falschen Parametern 63

3.2.1.1.7 Folgen bei falscher Wahl des Warmeinbettmittels. 65

3.2.1.1.8 Einbetten von Plasmaspritzschichten (Kalt- oder Warmeinbettung) . . 68

3.2.1.1.9 Beispiele für Fehler beim Warmeinbetten und Lösungsmöglichkeiten . . 70

3.2.1.1.10 Praktische Beispiele für Fehler beim Warmeinbetten und Lösungsmöglichkeiten 71

3.2.1.2 Kalteinbetten 72

3.2.1.2.1 Problembeschreibung: Heraustretende Flüssigkeit aus fertig präparierten Proben mit nicht gefüllten Poren, Hohlräume und Risse . . 72

3.2.1.2.2 Poren im glasfaserverstärkten Kunststoff 74

3.2.1.2.3 Präparation einer Probe aus einem Schmiedeteil mit Riss 76

3.2.1.2.4 Untersuchung von Schweißverbindungen 77

3.2.1.2.4 Weiteres Verfahren zum Verschließen von Poren im Kalteinbettmittel . 78

3.2.1.2.5 Infiltrationsverhalten von porösen Werkstoffen 79

3.2.1.2.6.1 Das Prinzip der Vakuuminfiltration 80

3.2.1.2.6.2 Möglichkeiten zum Einfärben von Epoxidharz. 81

3.2.1.2.6.3 Tipp zur Sichtbarmachung von Poren 83

3.2.1.2.7 Tipp zur Erhöhung der Härte von Kalteinbettmitteln 84

3.2.1.2.8 Tipp zur Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit von Kalteinbettmitteln 84

3.2.1.2.9 Beispiel einer nicht optimal kalteingebetteten Probe 85

3.2.1.2.10 Abheben von Schichten bei der Einbettung mit Epoxidharz 86

3.2.1.2.11 Sonstige Probleme bei der Einbettung mit Epoxidharzen 87

3.2.1.2.12 Tipp zum Herauslösen von zuvor in Epoxidharz eingebetteten Proben . 88

3.2.1.2.13 Probleme bei der Einbettung mit schnell aushärtenden Methamethylacrylaten 89

3.2.1.2.14 Grundsätzliche Konsequenzen bei fehlerhafter Kalteinbettung 90

3.2.1.2.15 Fehler im Schichtaufbau oder Präparationsartefakt? 92

3.2.1.3 Probenfixierung vor dem Einbetten 93

3.2.1.3.1 Präparation von dünnen Drähten oder Fasern 93

3.2.1.3.2 Einbetten von Schaumstoffen oder sehr leichten Werkstoffen. 96

3.2.1.3.3 Sonderformen der Probenfixierung 98

3.2.1.3.3.1 Klammern 98

5.2.1.3.3.2 Folienummantelung 98

3.2.1.3.3.3 Kupferrohrummantelung 99

3.2.1.3.3.4 Vernickelung 100

3.3 Schleifen und Polieren 101

3.3.1 Anschliffpräparation. 101

3.3.1.1 Präparation von beschichteten Bauteilen 102

3.3.1.1.1 Messingprobe mit zwei Schichten (Nickel und Silber) 102

3.3.1.2 Präparation von Verbundwerkstoffen 104

3.3.1.3 Präparation von Sonderkeramiken 107

3.3.1.4 Präparation von kohlefaserverstärkten Kunststoffen (CFK) 108

3.3.1.5 Präparation von lackierten Kupferdrähten im Silberlot 109

3.3.1.6 Präparation einer nitrierten Stahlprobe 110

3.3.1.7 Erzeugung von Rissen in der Grundmatrix 111

3.3.1.8 Schleif- und Polierdynamik 112
3.3.1.8.1 Starke Verformung beim Schleifen und Polieren von Titan 113
3.3.1.8.2 Pickel auf der polierten Oberfläche von Aluminium 114
3.3.1.8.3 Verformungsschicht 115
3.3.1.8.4 Kometenschweif beim Schleifen und Polieren 115
3.3.1.8.5 Penceleffekt beim Schleifen und Polieren. 116
3.3.1.8.6 Gefügeverformungen mit Kaltverfestigung im austenitischen Werkstoff nach dem Schleifen und Polieren 117
3.3.2 Verunreinigungen der materialographischen Probe nach der Präparation 118
3.3.2.1 Ablagerungen auf der gesamten Schliffläche 118
3.3.2.2 Einlagerung von Schleif- und Poliermitteln 119
3.3.2.3 Ablagerung von Fremdmaterial nach der materialographischen Präparation 120
3.3.2.4 Ätzerscheinungen nach dem Polieren 121
3.3.3 Vibrationspolieren 122
3.3.3.1 Präparationsbeispiel *Blei (Pb)* *122*
3.4 Reinigung 125
3.4.1 Tipp zum Reinigen der fertig präparierten Probenoberfläche 126

4 Ätztechniken 129

4.1 Makroskopische Ätzverfahren 129
4.1.1 Der Schwefelnachweis nach Baumann – der sogenannte Baumannabdruck 129
4.1.1.1 Anwendung. 129
4.1.2 Oberhoffer-Ätzung 132
4.1.2.1 Anwendung. 132
4.1.2 Heyn-Ätzung 134
4.1.3.1 Anwendung. 134
4.1.2 Adler-Ätzung 135
4.1.4.1 Anwendung. 135
4.1.5 Sichtbarmachung der eutektischen Zellen 136
4.1.5.1 Anwendung. 136
4.2 Präparations- und Ätzvorschläge verschiedener Werkstoffe 137
4.2.1 Aluminium und Aluminiumlegierungen. 137
4.2.1.1 Präparation 137
4.2.1.2 Sichtbarmachung der Makrostruktur von Aluminium und Aluminiumlegierungen. 138
4.2.1.3 Sichtbarmachung der Mikrostruktur von Aluminium und Aluminiumlegierungen 139
4.2.2 Probenvorbereitung für Kupfer und Kupferlegierungen. 141
4.2.2.1 Präparation 141
4.2.2.2 Sichtbarmachung der Makrostruktur von Kupfer und Kupferlegierungen. 142

4.2.2.3 Sichtbarmachung der Mikrostruktur von Kupfer und Kupferlegierungen . . . 143

4.2.3 Probenvorbereitung für Eisen und Eisenlegierungen . . . 144

4.2.3.1 Präparation . . . 144

4.2.3.2 Sichtbarmachung der Makrostruktur von Eisen und Eisenlegierungen (Stahl) . . . 145

4.2.3.3 Sichtbarmachung der Mikrostruktur von Eisen und Eisenlegierungen (Stahl) . . . 146

4.2.4 Probenvorbereitung für Titan und Titanlegierungen . . . 151

4.2.4.1 Präparation . . . 151

4.2.4.2 Sichtbarmachung der Makrostruktur von Titan und Titanlegierungen 152

4.2.4.3 Sichtbarmachung der Mikrostruktur von Titan und Titanlegierungen . 152

4.3 Artefakte bei der Sichtbarmachung des Grundgefüges . . . 154

4.3.1 Vortäuschung eines falschen Gefüges . . . 154

4.3.2 Ablagerungen nach dem Farbätzen auf der Schlifffläche . . . 156

4.3.3 Risserscheinungen auf der Schlifffläche nach dem Farbätzen . . . 157

4.3.4 Problem bei der Sichtbarmachung des Grundgefüges von verzinkten Bauteilen . . . 158

4.3.5 Problem bei der Sichtbarmachung von hochlegierten Stählen . . . 160

4.3.6 Problem beim elektrolytischen Polieren eingebetteter Proben . . . 161

5 Sonderformen der materialographischen Präparation 165

5.1 Dünnschlifftechnik . . . 165

5.1.1 Anleitung zur Herstellung eines An- und Dünnschliffes von technischen Werkstoffen . . . 166

5.1.1.1 Probenentnahme . . . 166

5.1.1.2 Probenvorbereitung . . . 167

5.1.1.3 Präparation der aufzuklebenden Seite durch Schleifen und Polieren . 167

5.1.1.4 Aufkleben auf Glasobjektträger . . . 167

5.1.1.5 Das Dünnschleifen der Probe . . . 168

5.2 Dünnschnitttechnik . . . 170

5.2.1 Dünnschnittherstellung an einer Mehrschicht-Kunststoffkarte . . . 171

5.3 Vergleich von Anschliff, Dünnschliff und Dünnschnitt . . . 173

5.3.1 Kunststoffschweißverbindung (PE mit PE/Graphit) . . . 173

5.3.2 Farbschichten auf einem Stahlwinkel der Wuppertaler Schwebebahn, ca. 100 Jahre alt . . . 174

5.3.3 Verbundwerkstoff (Kombination vieler Werkstoffe, Beispiel: Ultraschall-Prüfkopf) . . . 175

5.3.4 Korrosionsschichten (Bronze und Eisen, Beispiel: römischer Ziernagel) 176

6 Bauteilmaterialographie . . . 179

6.1 Einleitung Bauteilmaterialographie – ambulante Materialographie . . 179

6.1.1 Erläuterung der Begriffe . . . 179

6.1.2 Beispiele von Einsatzgebieten der Bauteilmaterialographie: . . . 179

6.1.3 Arbeitstechnik . . . 180

6.1.4 Mobile Verfahren zur Ermittlung von werkstoffspezifischen Kennwerten . . . 180
6.1.5 Kurzbeschreibung einiger Hilfsmittel in der Abdrucktechnik . . . 181
6.2 Anleitung zur Herstellung eines mobilen Anschliffes für die materialographische Untersuchung . . . 182
6.2.1 Sichern und Dokumentation der zu untersuchenden Oberfläche . . . 182
6.2.2 Grobes Vorschleifen des Untersuchungsbereiches . . . 182
6.2.3 Feinschleifen der Oberfläche . . . 183
6.2.4 Polieren der Oberfläche . . . 184
6.2.5 Anwendung der Abdrucktechnik . . . 184
6.2.6 Beispiele von verschiedenen Kontrastierungsmöglichkeiten an einer Acetatfolie . . . 186
6.2.7 Fixierungshilfe für Acetatfolienabdrücke . . . 188
6.3 Anwendungsfehler – Artefakte – Problemlösungen . . . 189
6.3.1 Unzureichende Vorbereitung beim Schleifen . . . 189
6.3.2 Ungleichmäßige Schliffherstellung . . . 190
6.3.3 Blasenbildung bei der Acetatfolie . . . 191
6.3.4 Verrutschen der Acetatfolie . . . 192
6.3.5 Zu frühes Abziehen der Acetatfolie . . . 193
6.3.6 Zu langes Eintauchen bzw. Benetzen der Acetatfolie mit Aceton . . . 194
6.3.7 Unzureichende Ätzdauer . . . 197
6.4 Ätzmittel für die Bauteilmetallographie (Auswahl) . . . 198
6.4.1 Ätzrezepte der zuvor genannten Ätzmittel . . . 198
6.5 Gefügevergleich verschiedener Werkstoffe: Original – Acetatfolie . . . 199
6.6 Anwendung verschiedener Oberflächen-Abdruckmassen . . . 202

7 Archäo-Materialographie . . . 205

7.1 Definition der Archäo-Materialographie . . . 205
7.2 Zielrichtungen . . . 205
7.3 Antike Werkstoffe und Produkte . . . 205
7.3.1 Antike Werkstoffe . . . 205
7.3.2 Antike Produkte . . . 206
7.4. Materialografische Probenpräparation antiker Werkstoffe . . . 206
7.4.1 Beispiele materialographischer Probenpräparationen . . . 206
7.4.1.1 Artefaktbildung . . . 206
7.4.1.2 Das wahre Gefüge . . . 208

Literaturverzeichnis . . . 214
Sachwortverzeichnis . . . 216

EINLEITUNG

Um feste Werkstoffe bzw. Materialien makroskopisch oder mikroskopisch untersuchen zu können, müssen sie sachgerecht materialographisch präpariert werden.

Das Buch enthält hierzu eine Einführung mit detaillierter Beschreibung der einzelnen Präparationsstufen. Problemlösungen sowie zahlreiche weitere Hilfen bei der Anwendung werden ausführlich beschrieben.

Allen, die sich mit dieser Thematik befassen, soll hiermit ein umfassender Leitfaden an die Hand gegeben werden:

- Einerseits durch eine Behandlung sämtlicher Themen und Arbeitsstufen im Ablauf
- Anderseits durch eine ausführliche Darstellung von häufig vorkommenden Fehlern. Dies stellt die artefaktfreie Wiedergabe des Gefüges sicher, das nachfolgend zu analysieren ist.
- Ferner wird ein kleiner Einblick vermittelt, welche Regeln sowie physikalische und chemische Gesetze im Hintergrund stehen.
- Zudem werden einige Sonderformen der materialographischen Präparation vorgestellt.

Der systematische Aufbau mit umfassend fotografisch dokumentierten Beispielen eignet sich ideal sowohl für Einsteiger als auch für erfahrene Anwender, die eine bestimmte Präparationstechnik erlernen oder nachschlagen möchten.

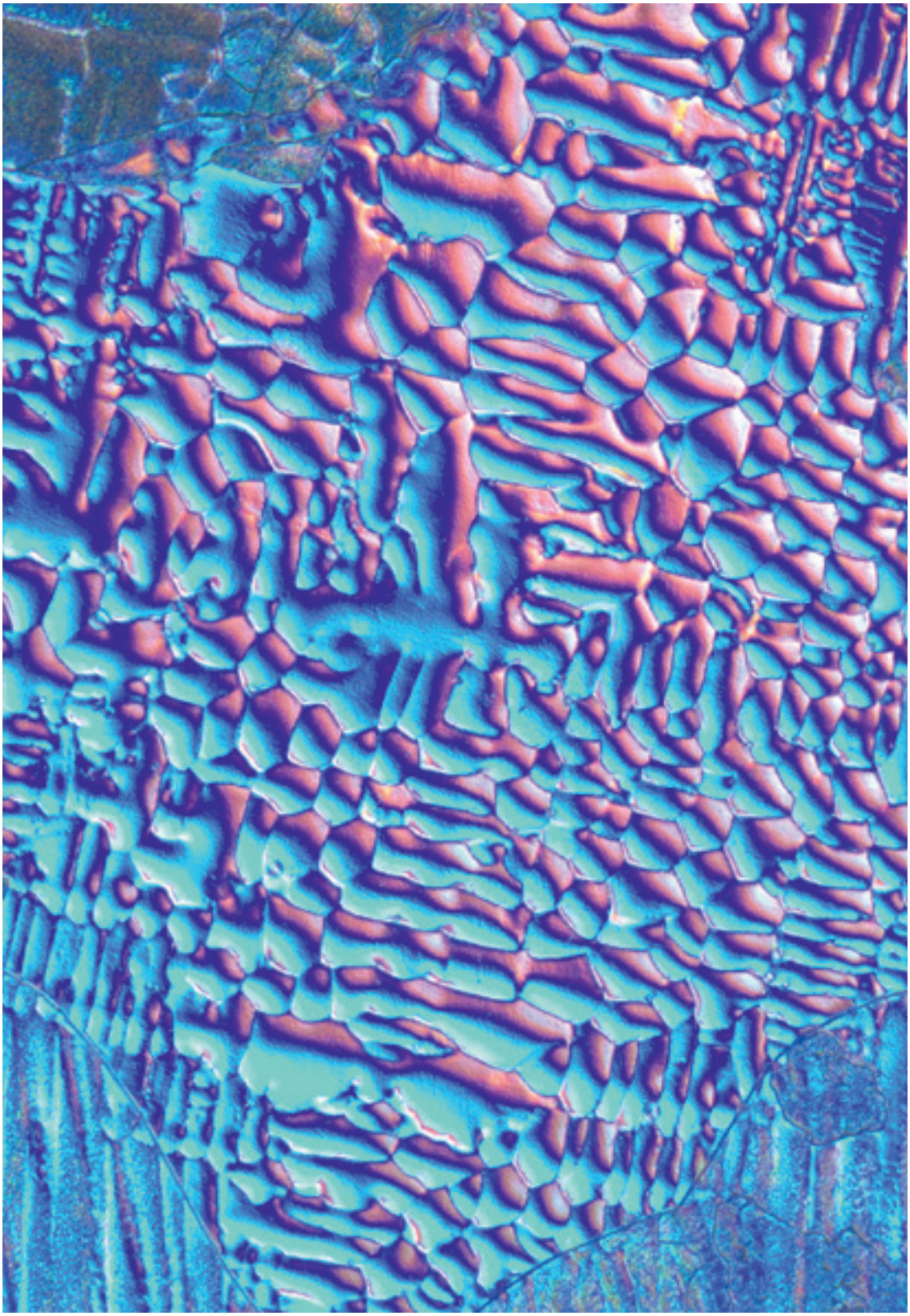
Die jahrzehntelange Erfahrung des Autors schlägt sich weiterhin nieder in zahlreichen Tipps und Tricks, die sich auch für versierte Praktiker als nützlich erweisen – insbesondere bei der Bearbeitung von komplexen oder nicht alltäglichen Prüfobjekten.

WAS BEDEUTET MATERIALOGRAPHIE?

Der heutzutage verwendete Begriff der Materialographie ist eine sachliche Erweiterung der Metallographie, die bereits mit dem Zeitalter der Mikroskopie und dem ersten Betrachten von Schliffbildern ins Leben gerufen wurde. Mittlerweile werden aber auch viele andere Werkstoffgruppen wie z.B. Keramik, Kunststoffe und Verbundwerkstoffe in gleicher Weise untersucht, wodurch sich das ursprüngliche Anwendungsspektrum ausgedehnt hat.

Ziel ist es, das Gefüge des Werkstoffs qualitativ und quantitativ zu beschreiben, also Größe, Form und Verteilung der Gitterbaufehler und Phasengrenzen. Dies verlangt eine geeignete Vorbereitung der Probe.

Die Grundlagen für eine materialographische Probenpräparation liegen im Fachgebiet der Physik und Chemie. Die exakte Vorgehensweise richtet sich nach den Werkstoffkenndaten, die bekannt sein müssen, sowie den Eigenschaften, der Zusammensetzung und dem Wärmebehandlungszustand.



1 EINFÜHRUNG IN DIE MATERIALOGRAPHISCHE PROBENPRÄPARATION

1.1 ALLGEMEINES ÜBER DAS NASSTRENNSCHLEIFEN

Das sogenannte Nasstrennschleifen ist ein spanabhebendes Trennverfahren. Im Bereich der materialographischen Probenentnahme ist hiermit meistens die mechanische Segmentierung von zu untersuchenden Bauteilen gemeint.

Dabei werden auf einer entsprechenden Nasstrennschleifmaschine Trennscheiben verschiedener Stärken, Strukturen und Bindungen eingesetzt. Normalerweise bestehen sie aus Aluminiumoxid in einer bestimmten Korngröße sowie einer Kunstharzbindung. In der Regel gilt folgender Grundsatz:

Für harte Werkstoffe empfiehlt sich eine Trennscheibe mit weicher Bindung, für mittelharte Werkstoffe eine mit mittelharter und für weiche Werkstoffe eine Trennscheibe mit harter Bindung.

Die meisten Hersteller geben entweder ein Herstelldatum oder Mindesthaltbarkeitsdatum an. Dieses ist zu beachten, da Epoxidharze nach einigen Monaten oder Jahren Wasser aufnehmen, wodurch die Trennscheibe versprödet. In diesem Zustand ist sie zwar noch gebrauchsfähig, allerdings bei bedeutend erhöhtem Verschleiß und Bruchrisiko. Für Sonderwerkstoffe wie z.B. Titan oder Kunststoffe werden in der Regel Trennscheiben aus Siliziumkarbid herangezogen, ebenfalls kunstharzgebunden.

Für sehr harte Werkstoffe wiederum (Keramiken, glasfaserverstärkte Kunststoffe, Mineralien, Gläser usw.) werden Diamanttrennscheiben eingesetzt. Zwei verschiedene Bindungsarten stehen hier zur Auswahl: Metallgebundene Varianten, bei denen die Diamanten üblicherweise in einer Bronzebindung eingelagert sind, oder solche mit Kunstharzbindung. Letztere sind besonders gut geeignet beim Trennen von sehr spröden Werkstoffen. Beim Ein- und Auslauf der Trennscheibe wird ein Ausbrechen der Probenoberfläche verhindert und somit die Nacharbeit verringert, um aus dem geschädigten Bereich herauszukommen.

3 ARTEFAKTE BEI DER MATERIALOGRAPHISCHEN PROBENPRÄPARATION UND DEREN VERMEIDUNG

Dieses Kapitel beinhaltet eine Reihe von Tipps und Tricks, die für eine optimale materialographische Probenpräparation sehr hilfreich sein können. Es werden Fehler vorgestellt, die der Anwender auf einfache Weise vermeiden kann.

Beispiele von Artefaktbildungen durch unsachgemäße Probenpräparation

3.1 TRENNEN

3.1.1 PROBENENTNAHME DURCH DAS NASSTRENNSCHLEIFEN

Der Hauptfehler, den der Anwender während des Nasstrennschleifens zu vermeiden hat, ist übermäßige Wärmeentwicklung, z.B. aufgrund unzureichender Kühlung. In diesem Fall wird nämlich durch die erzeugte Reibung während des Schleifens das Bauteil selbst physikalisch in unzulässiger Weise verändert – es repräsentiert nicht mehr den ursprünglichen Werkstoff.

Dies geschah bei der links gezeigten Probe. Unverkennbar sind die intensiven Anlauffarben, verglichen mit der korrekt geschnittenen Probe.

Probenentnahme Trennen

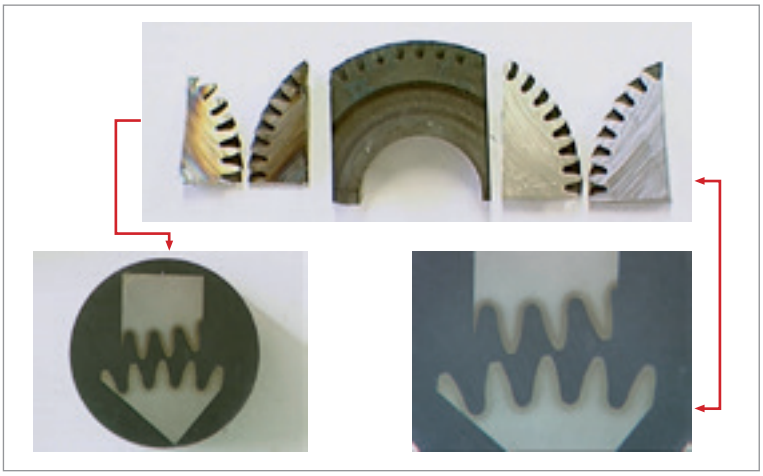


Bild 34

Deutlich ist die geschädigte Probe daran zu erkennen, dass der Bereich der Aufkohlungszone dunkler erscheint. In den Bildern sind beide Exemplare eingebettet; die obere Probe ist die durch das unsachgemäße Trennen thermisch geschädigte, während die untere Probe nicht beim Trennvorgang beeinflusst wurde.

Ein weiterer Vergleich wurde durch Kleinlasthärteprüfung im aufgekohlten Bereich beider Proben durchgeführt. Es konnte ein signifikanter Härteunterschied festgestellt werden.

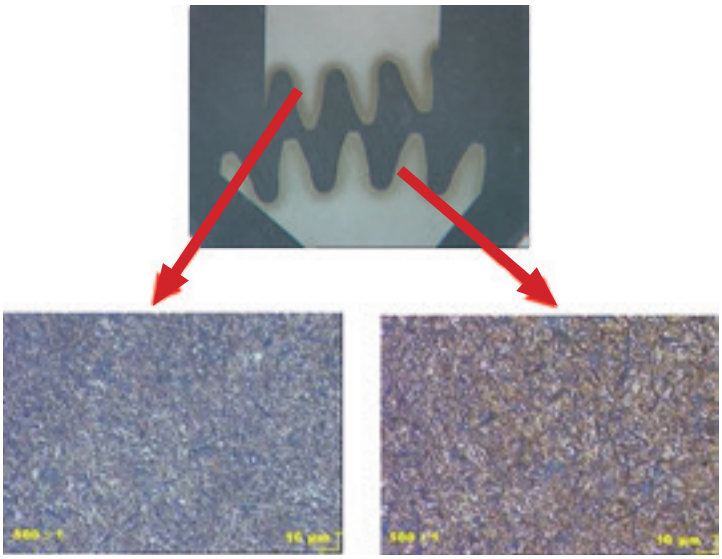


Bild 35

Fehlerhaft getrennt: **555 HV 1**

Korrekt getrennt: **723 HV 1**

Dies bedeutet, dass die unzureichend gekühlte Probe komplett umgewandelt wurde und demzufolge an Härte verloren hat; sie wurde durch die Reibungswärme quasi angelassen.

Verschlimmert wird die Situation dadurch, dass dem Präparator die fehlerhafte Probenentnahme nicht sofort auffallen kann; beide Stücke wurden nach dem Trennen in einem undurchsichtigen Warmeinbettmittel fixiert. Somit ist eine unsachgemäße Auswertung zu diesem Zeitpunkt bereits vorbestimmt.

Von vornherein auszuschließen ist diese Fehlerquelle durch Auswahl der richtigen Trennscheibe, optimale Kühlung und einem der Bauteilgröße angepassten Trennvorschub.

Fehlerbeispiele:

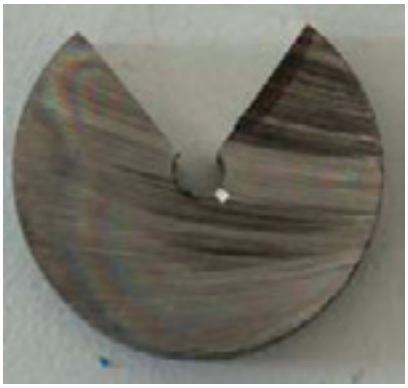


Bild 36

Problem:
Mehrere Trennansätze
Oberflächenerwärmung

Ursache:
- falsche Trennscheibe
- Bindungsart falsch
- zu hoher Vorschub
- schlechte Kühlung

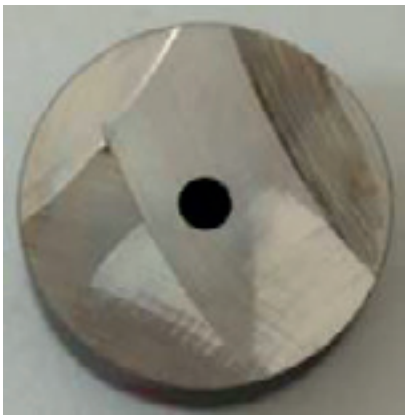


Bild 37

Problem:
Verfärbte Materialoberfläche
(Gefügeveränderung)

Ursache:
- falsche Trennscheibe
- zu hoher Vorschub
- schlechte Kühlung

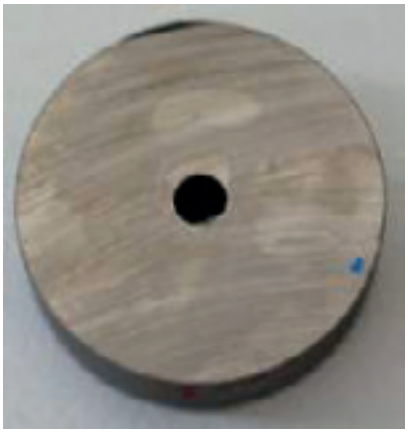


Bild 38

Problem:
Erwärmung im Auslaufbereich

Ursache:
- schlechte Kühlung
  im Auslaufbereich
- zu hoher Vorschub bei
  Querschnittsverringerung

3.1.2 PROBENENTNAHME DURCH SÄGEN

Beispiel an einer gesägten Aluminiumdruckgussprobe:

Es wurde vorne bereits angesprochen, dass Bandsägen verglichen mit dem Nasstrennschleifen verschiedene Nachteile besitzt. Das wird hier verdeutlicht:

Die durch Bandsägen angefertigte Probe wurde kalteingebettet, geschliffen und poliert und anschließend geätzt, um die Mikrostruktur (Gefüge) sichtbar zu machen. Charakteristisch ist die starke Verformung der Oberfläche, hervorgerufen durch die Sägeverzahnung.

Diese Probe wurde nur kurz angeschliffen und fertig präpariert, um den Fehler hervorzuheben: Das Problem liegt darin, dass bei diesem Vorgang das Material nicht durchgeschliffen wird - vielmehr schiebt die Sägeverzahnung einen Span vor sich her, bis dieser abreißt. Die dabei entstandene tiefe Verformung muss durch erhöhten Schleifaufwand (Abtrag meistens bis zu 1 mm) beseitigt werden, bevor das wahre Gefüge hervortritt.

Welche Fehlinterpretationen bei dieser Bearbeitungsweise möglich werden, zeigen die folgenden Abbildungen:

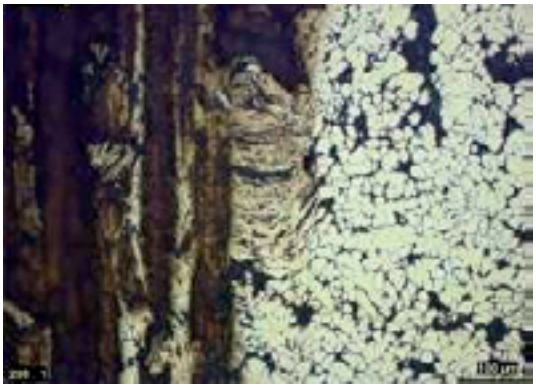


Bild 39

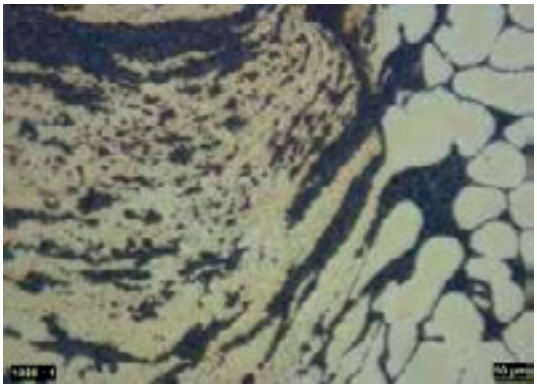


Bild 40

3.2 EINBETTEN

3.2.1 PROBENFIXIERUNG DURCH KALT- BZW. WARMEINBETTUNG

Bei der materialographischen Präparation ist nach der Probenentnahme die Fixierung durch Kalt- oder Warmeinbetten eine gängige Methode.

Bei den Kalteinbettmitteln existieren verschiedene Kunststoffe wie z.B. Methylmethacrylate, Polyesterharze, Polyurethane und Epoxidharze. Beim Warmeinbettmittel stehen Duroplaste, z.B. Phenolharze mit verschiedenen Füllstoffen, Diallyphthalate, Melamin- und Epoxidharze mit mineralischen Füllstoffen sowie Thermoplaste zur Verfügung.

Die thermoplastischen Kunststoffe sind meistens transparent und lassen sich wieder aufschmelzen. Hierbei darf jedoch die Abkühlgeschwindigkeit nicht zu hoch gewählt werden, sonst bilden sich starke innere Spannungen. Dies führt während der Präparation zu Rissen

1) beim Polieren mit alkoholischen Diamantsuspensionen oder Schmiermitteln,
2) beim Reinigen mit alkoholhaltigem Reinigungsmittel und
3) beim Ätzen in alkoholhaltigen Ätzmitteln.

3.2.1.1 WARMEINBETTEN

3.2.1.1.1 WARMEINBETTUNG WEICHER WERKSTOFFE

Grundlage dieses Beispiels ist eine Reinzinnprobe. Der linke Ausschnitt im Bild unten zeigt die Originalhöhe der Probe, die mittels Handsäge entnommen wurde – rechts dagegen die Probe nach dem Warmeinbetten. Unverkennbar ist der Höhenunterschied.

Um darzustellen, was beim Warmeinbetten mit weichen Werkstoffen passiert, wurde die Probe in einem transparenten Thermoplast warmeingebettet, um die Vorgänge im Innern zu verdeutlichen.

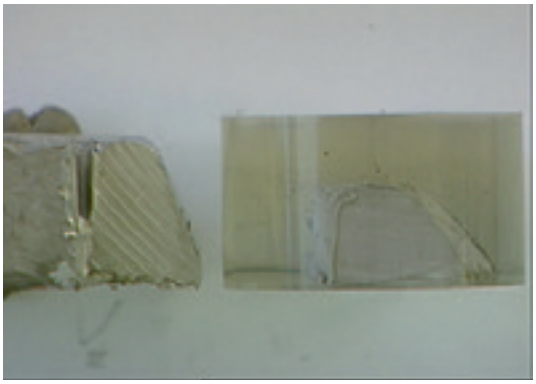


Bild 67

An diesem Beispiel soll gezeigt werden, welche Kräfte hierbei entstehen. Diese sind aber nötig, um gute warmeingebettete Probekörper zu erhalten.

Von der Reinzinnprobe wurde gut 1/3 der Originalgröße zusammengedrückt.

Wenn die Probe in einem nicht transparenten Warmeinbettmittel eingebettet worden wäre, wäre das Zusammendrücken verborgen geblieben. Es hätte schon das Originalmaß der Auflagefläche bekannt sein müssen, denn auch diese hat sich nach dem Warmeinbetten deutlich geändert.

Die anschließende Gefügeuntersuchung zeigte ebenfalls einen sehr deutlichen Unterschied zwischen einer kalteingebetteten und der warmeingebetteten Reinzinnprobe.

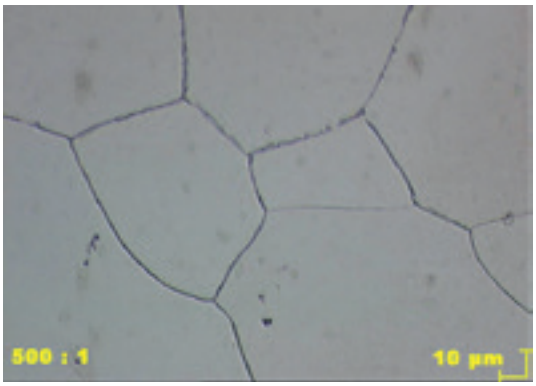


Bild 68: Originalprobe (Kalteinbettung)

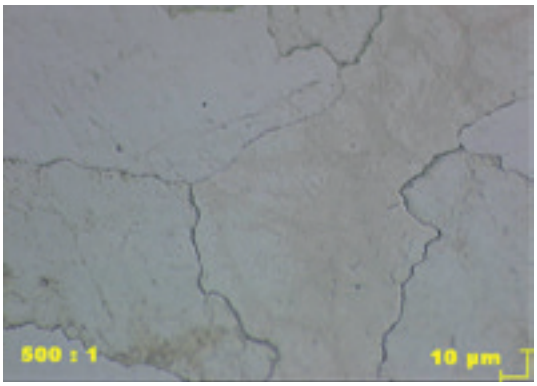


Bild 69: Gefügeveränderung nach dem Warmeinbetten

Links ist die ursprüngliche Kornstruktur bzw. Korngröße zu erkennen, während sich rechts nach dem Warmeinbetten eine starke Verformung bemerkbar macht.

5.1.1.1.2 WARMEINBETTEN VON NICHT PLAN AUFLIEGENDEN, HARTEN UND SPRÖDEN WERKSTOFFEN

In diesem Beispiel war die Oberflächenbeschichtung auf Risse zu untersuchen. Die Hartmetall-Wendeschneidplatten sollten warmeingebettet werden. Besprochen wird nun, welche Fehlinterpretationen möglich sind, wenn ein hartes sprödes Bauteil in der Warmeinbettpresse nicht plan aufliegt.

Die linke der beiden Hartmetall-Wendeschneidplatten wurde auf der Schräge aufgelegt, somit nicht plan auf dem Unterstempel der Warmeinbettpresse (rechts dagegen eine, bei der diese Voraus-

setzung erfüllt ist). Im Bild unten links ist die Probe nach dem Warmeinbetten zu sehen. Alle vier Eckpunkte der Hartmetallwendeschneidplatte weisen starke Rissbildung auf.

Grund der Untersuchung war es aber, herauszufinden, ob überhaupt Risse in der Oberflächenbeschichtung vorhanden sind. Nach dieser Methode des Einbettens wäre die Frage falsch beantwortet worden, da durch den Vorgang selbst Risse hervorgerufen wurden. Dieser Einbettfehler sollte also auf jeden Fall vermieden werden.

Bild 70

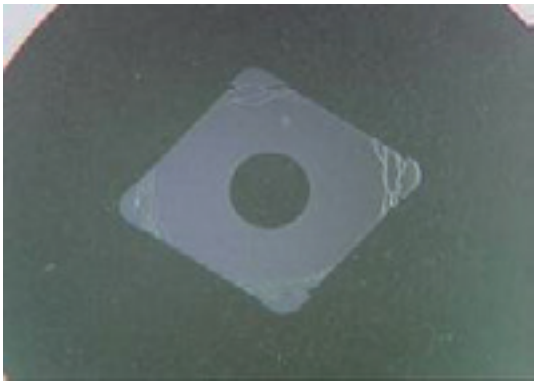


Bild 71

Bild 72

Die Bilder 71 bis 73 geben die Sekundärrissbildung nach dem unsachgemäßen Warmeinbetten deutlich wieder. Eine quantitative Beurteilung der eigentlich zu begutachtenden Risse ist somit nicht möglich. Der Untersuchungsprozess muss mit einer neuen Hartmetallwendeschneidplatte begonnen werden.

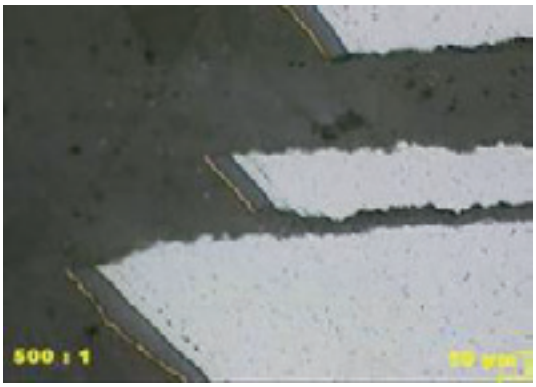


Bild 73

3.2.1.1.3 WARMEINBETTEN VON SPRÖDEN PLASMASPRITZSCHICHTEN

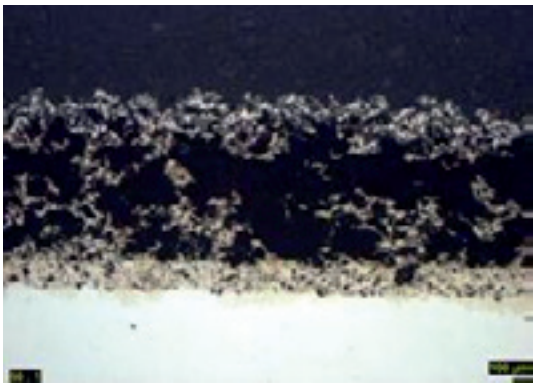


Bild 74: Probe nach dem Warmeinbetten

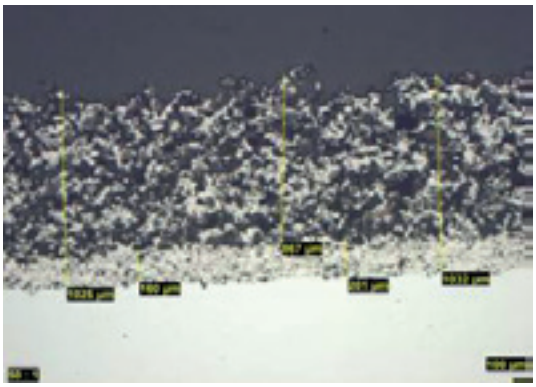


Bild 75: Probe nach dem Kalteinbetten

Bei porösen Schichten ist Warmeinbetten generell kritisch. Im Bild unten ist eine Plasmaspritzschicht gezeigt, bei der nach dem Warmeinbetten ungefüllte Poren und möglicherweise auch entstandene Ausbrüche aus der spröden und porösen Schicht zu erkennen sind.

Der Anwender muss sich darüber im Klaren sein, dass beim Warmeinbetten poröse Beschichtungen meistens nicht vollständig infiltriert werden können – die entsprechenden Einbettmittel lassen dies nicht zu. Die meisten von ihnen beinhalten grobe Füllstoffe; weiterhin ist die Infiltrationszeit deutlich kürzer als bei den gängigen Kalteinbettmitteln.

Eine vernünftige Auffüllung von Poren, Rissen, Spalten usw. lässt sich daher nur durch das Vakuuminfiltrieren mit entsprechenden Kalteinbettmitteln (wie z.B. dünnflüssigen Epoxidharzen) gewährleisten. Ein weiterer Vorteil: Diese können eingefärbt werden (z.B. mit Fluoreszenzfarbstoffen). Damit lässt sich eine optimale quantitative Auswertung durchführen.

Das Resultat wird im Bild 75 deutlich, angefertigt an der gleichen Probe.

3.2.1.1.4 GIBT ES PORÖSE MATERIALIEN, DIE MIT WARMEINBETTMITTELN INFILTRIERT WERDEN KÖNNEN?

Bild 76

Im Bild 76 wurde ein poröser Sinterwerkstoff warmeingebettet. Deutlich ist der dunkel erscheinende Randbereich der Probe zu erkennen. Er wurde vom Warmeinbettmittel offenkundig infiltriert. Gänzlich ausgeschlossen ist das Verfahren für poröse Materialien also nicht.

Grundbedingung ist aber, dass die Poren selbst hinreichend groß sind. Kleine Poren und enge Risse dagegen sind für die Einbettmittel aufgrund der groben Füllstoffe (z.B. Glasfasern oder Quarzmehl) unzugänglich.

Dessen ungeachtet ist in jedem Fall die kurze Aushärtezeit zu bedenken. Duroplaste sind in den meisten Fällen innerhalb von 3 Minuten fest und daher unbeweglich.

Beim Kalteinbetten hingegen, bei dem hauptsächlich Epoxydharze zum Infiltrieren verwendet werden, bleibt dem Einbettmittel genügend Zeit zum Eindringen.

In rechten Bild wird deutlich, dass z.B. ein Warmeinbettmittel mit groben Füllstoffen nicht in der Lage ist, die Risse zu infiltrieren, da die Füllstoffe viel zu groß sind.

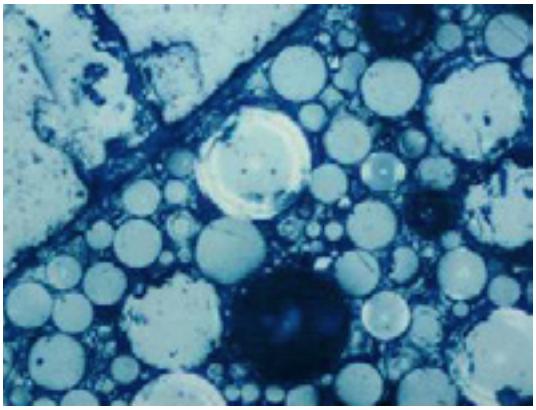


Bild 77

3.2.1.1.5 WARMEINBETTEN VON VERBUNDWERKSTOFFEN KUNSTSTOFF / METALL

In dem Beispiel mit den Hartmetall-Wendeplatten wurde demonstriert, wie das Warmeinbetten ein in Wirklichkeit überhaupt nicht vorhandenes Problem erst selbst erzeugt. Im folgenden Beispiel geschieht das Gegenteil: Es werden sogar mehrere Fehler gleichzeitig verdeckt.

Untersucht werden sollte die Qualität der Klebeverbindung zwischen einem Stab aus Zinkdruckguss und einem PE-Kunststoffgriff. Es galt herauszufinden, ob die Kontaktfläche Spalten aufweist.

Auch hier wurde ein Vergleich mit der Präparation durch Kalteinbettung angestellt.

Bild 78: Probe aus PE mit eingeklebtem Stab aus Zinkdruckguss

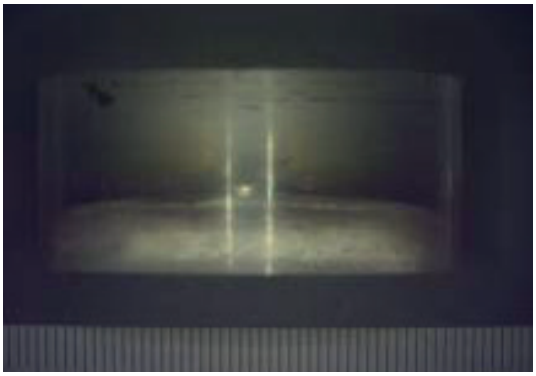


Bild 79: Probe nach dem Warmeinbetten

Das linke Bild zeigt die Probe vor, das rechte nach dem Warmeinbetten. Die Probe wurde durch den hohen Druck und die Temperatur zusammengedrückt. Nur der Stab blieb in Ursprungshöhe und Durchmesser erhalten.

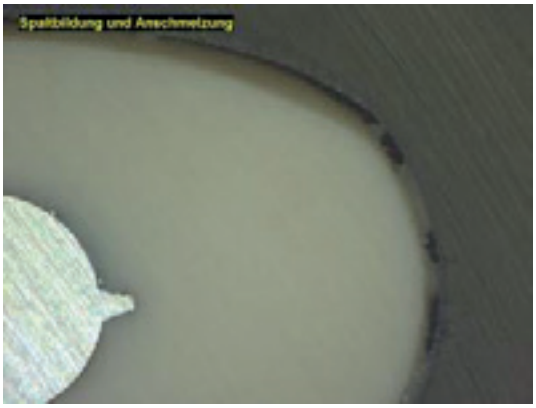


Bild 80: Spaltbildung

Bild 81: Aufschmelzung (Pfeile)

Nach der Präparation kann eine erhöhte Spaltbildung zwischen der Probe und dem Warmeinbettmittel festgestellt werden (oben links abgebildet); weiterhin weist der Kunststoffgriff Aufschmelzungen auf (rechtes Bild).

Kommen wir nun zur eigentlichen Untersuchung, nämlich der Klebestelle zwischen Stab und Griff (links bei kalteingebetteter, rechts bei warmeingebetteter Probe).

Die unzureichende Verklebung und der demnach vorhandene Spalt ist nur bei kalteingebetteter Probe zu identifizieren – bei der warmeingebetteten hingegen wurde der Kunststoff am Griff aufgeschmolzen und durch den zusätzlichen Druck gegen den Stab gedrückt. Dies täuscht eine gute Verklebung vor.

Zur Porositätsbestimmung des Griffmaterials wurden die Proben nach dem Präparieren in fluoreszierendes Wachs getränkt. Die Oberfläche wurde ausgewertet, nachdem das überschüssige Wachs entfernt war.

Bild 82: Kalteingebettete Probe

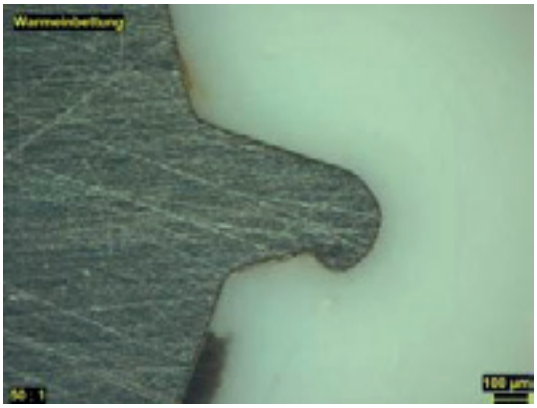


Bild 83: Warmeingebettete Probe

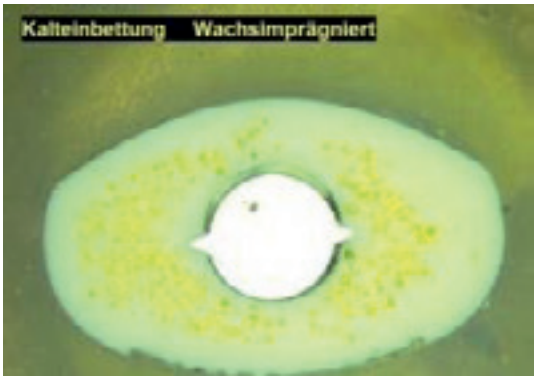


Bild 84: Probe nach dem Kalteinbetten deutliche Poren sind sichtbar

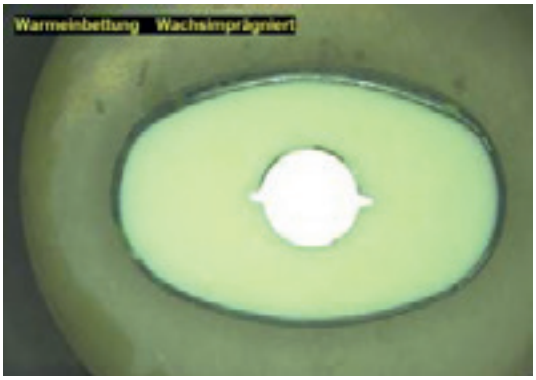


Bild 85: Probe nach dem Warmeinbetten, keine Poren mehr vorhanden

Auch hier stellt sich ein deutlicher Unterschied heraus: Bei der links abgebildeten kalteingebetteten Probe sind alle Poren geöffnet und mit fluoreszierendem Wachs gefüllt, während bei der warmeingebetteten keine mehr vorhanden sind. Alle wurden durch die hohe Temperatur und den Druck bei dem Vorgang des Warmeinbettens verdichtet.

3.2.1.1.6 WARMEINBETTUNG MIT FALSCHEN PARAMETERN

Eine Probe wurde mit drei verschiedenen Warmeinbettmitteln, aber nicht korrekt eingestellten Parametern eingebettet. Es wurde als erste Schicht ein Diallylphthalat mit Glasfasern verwendet, darauf ein braunes Bakelit und ganz oben mit eingelegtem Beschriftungszettel ein transparenter Thermoplast. So entstand eine Kombination aus verschiedenen Warmeinbettmitteln.

Bild 86: Falsch warmeingebettete Probe

Skizze: Poren bei der Warmeinbettung

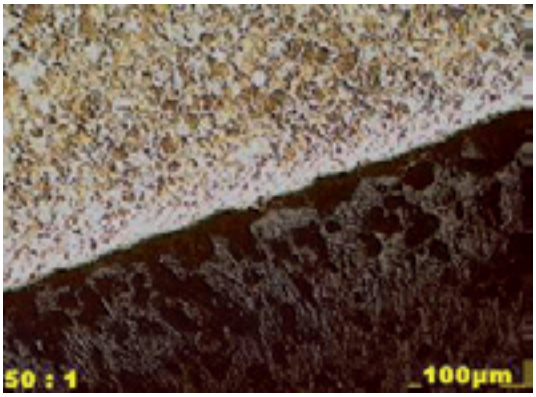


Bild 87: Poren im Warmeinbettmittel

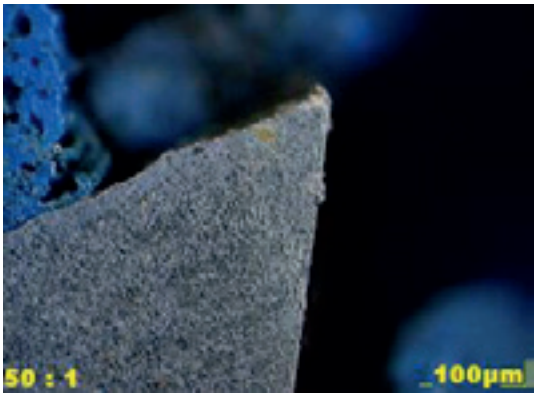


Bild 88: Fehlendes Warmeinbettmittel im Kantenbereich

Aufgrund der falsch eingestellten Parameter an der Warmeinbettmaschine war der Druck zu gering und die Zeit möglicherweise zu kurz - jedenfalls konnte das Diallylphthalat nicht stark genug komprimiert werden. Das Resultat waren Poren und eine schlechte Anhaftung an der Probe.

Diese beiden Fehler lassen eine optimale materialographische Präparation nicht zu. Schleifabrieb und Polierreste können auf die entsprechenden feineren Körnungen oder Poliertuchoberflächen verschleppt werden. Auf diese Weise ist ein kratzerfreier Schliff schwierig zu gewährleisten.

Weiterhin ist Kantenabrundung möglich, da an bestimmten Bereichen der Probe eine Stütze durch das Warmeinbettmittel fehlt.

Bild 89: Optimal warmeingebettete Probe ohne Spaltbildung und Poren. Hier wurde ein Warmeinbettmittel aus Epoxidharz mit Quarzmehl gewählt

3.2.1.1.7 FOLGEN BEI FALSCHER WAHL DES WARMEINBETTMITTELS

Scharfkantige und spitze Proben führen in Warmeinbettmassen (Duroplast mit Holzmehlfüllstoff) oft zu Rissen. Diese vergrößern sich zu Spalten, in denen sich während der Präparation Schmutz und Feuchtigkeit ansammelt. Beim Polieren lösen sich die eingeschwemmten Partikel und verschmutzen die Poliertücher. Kratzerbildung ist meistens die Folge.

Auch beim Ätzen kann es zum Austreten von Feuchtigkeit (Alkohol, Wasser, Säurereste) kommen. Hierdurch wird das Auswerteumfeld (Mikroskop) ebenfalls verunreinigt.

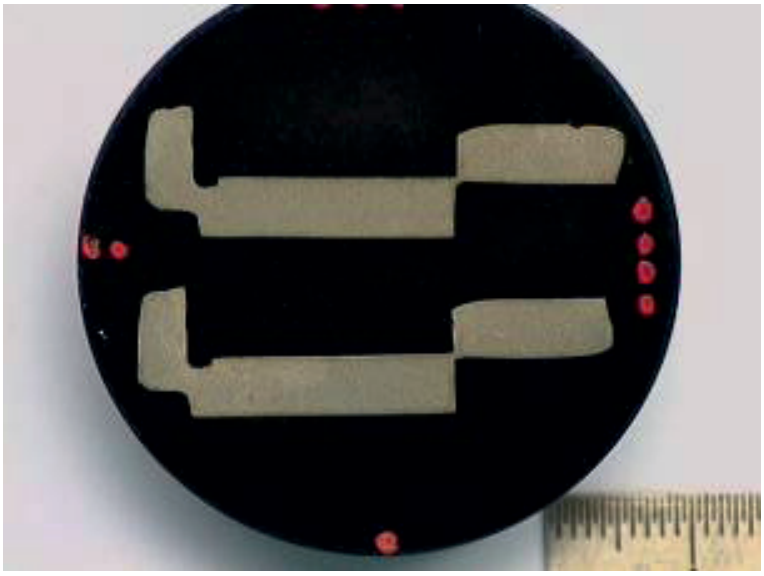


Bild 90: Probe im falschen Warmeinbettmittel

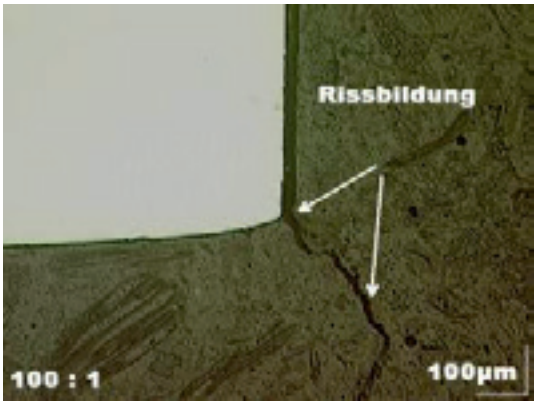


Bild 91: Risse im Warmeinbettmittel

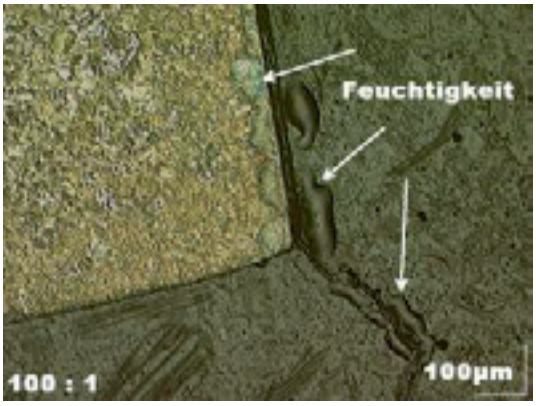
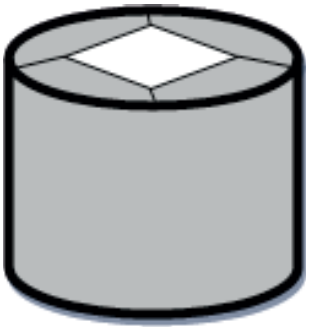


Bild 92: Austreten von Feuchtigkeit durch die Risse während der Mikroskopie



Skizze mit Rissbildung auf der Schliffläche

Ein harter Werkstoff in einem zu weichen Warmeinbettmittel kann ebenfalls zu einer Kantenabrundung bei der Probenpräparation führen, wie die Abbildungen verdeutlichen. In dem weichen Warmeinbettmittel ist zwar ein Füllstoff enthalten, dieser besteht jedoch aus Holzmehl und ist ebenfalls sehr weich.

Vorzuziehen in solchen Fällen sind Epoxidharze mit mineralischen Füllstoffen. Sie bieten weiterhin den Vorteil, dass sie sehr dünnflüssig werden, sich optimal an die Probenoberfläche anbinden und somit die geringstmögliche Spaltbildung verursachen. Durch den mineralischen Füllstoff bekommt das Epoxidharz zwar eine höhere Härte, lässt sich aber trotzdem sehr gut spanend bearbeiten.

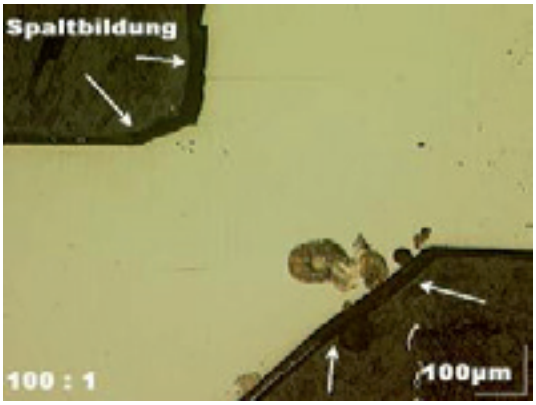


Bild 93: Spaltbildung durch falsches Warmeinbettmittel

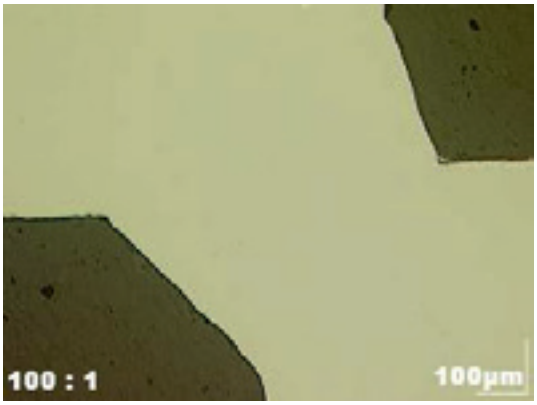
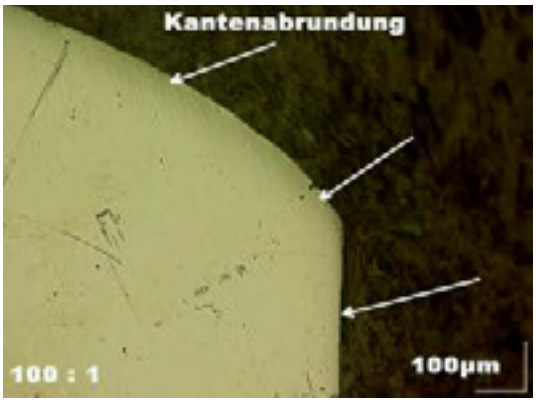


Bild 94: Richtiges Warmeinbettmittel, keine Spalt- oder Rissbildung in der Einbettmasse



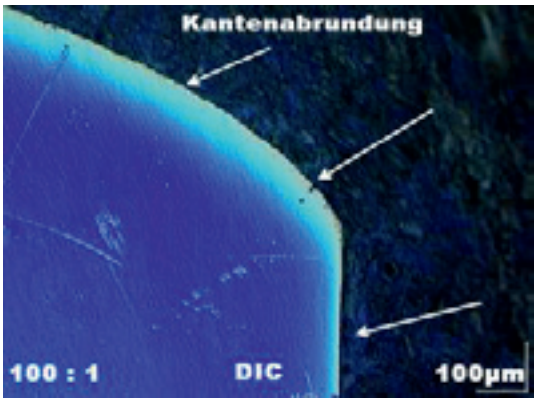
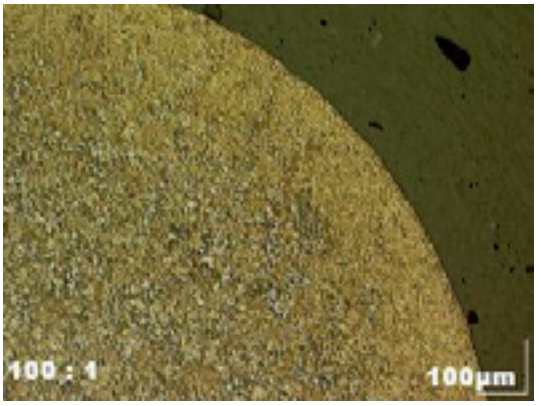


Bild 95 + 96: Kantenabrundung durch zu weiches Warmeinbettmittel

Bild 97: Deutliche Kantenabrundung bei höherer Vergrößerung



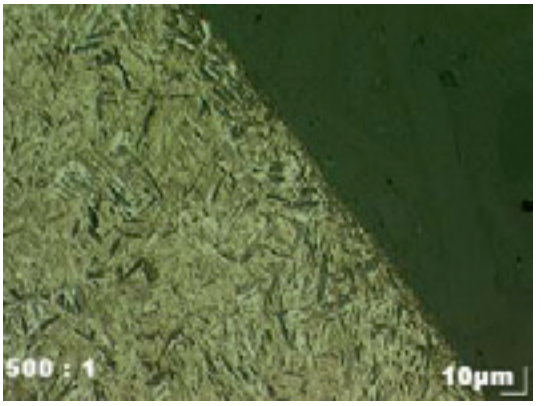


Bild 98 + 99: Keine Kantenabrundung nach Einsatz eines härteren Warmeinbettmittels mit guter Anhaftung

3.2.1.1.8 EINBETTEN VON PLASMASPRITZSCHICHTEN (KALT- ODER WARMEINBETTUNG)

Im Bild 100 sind zwei Proben gezeigt, die jeweils mit der Plasmaspritzschicht nach außen weisend eingebettet wurden. Hierdurch können sich bei der Präparation die Kanten abrunden, wie in den Bildern 101 und 102 zu erkennen ist.

Bild 100

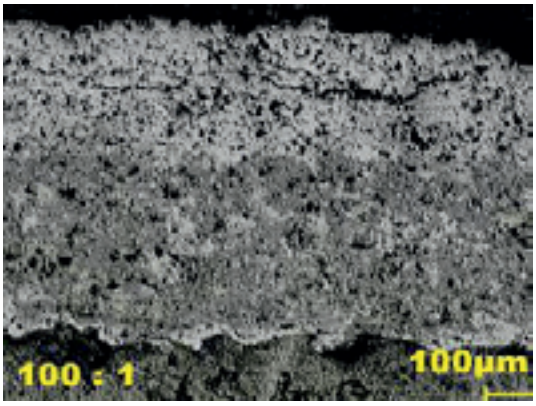


Bild 101

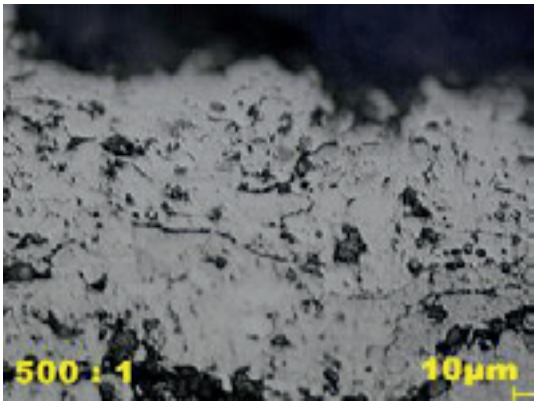


Bild 102

Die Lösung für dieses Problem wäre, wie im Bild 103 zu sehen, die Plasmaspritzschichten direkt gegeneinander einzubetten. Es sollte aber ein kleiner Spalt von 1–3 mm dazwischen belassen werden, damit dort Einbettmittel eindringen kann und die beiden Plasmaspritzschichten unterscheidbar bleiben.

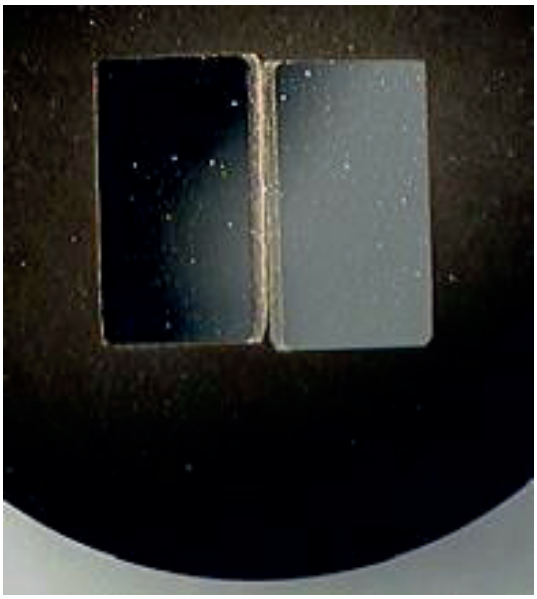


Bild 103

Hier die anschließend optimal präparierten Proben:

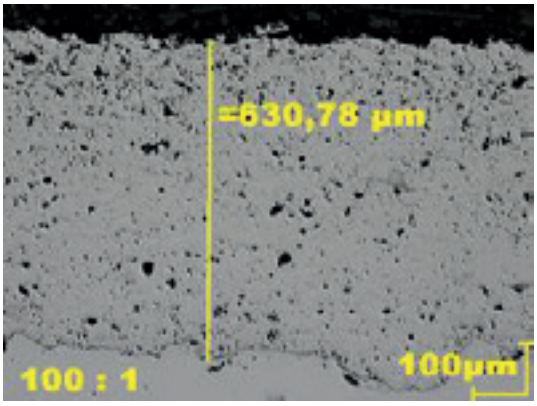


Bild 104

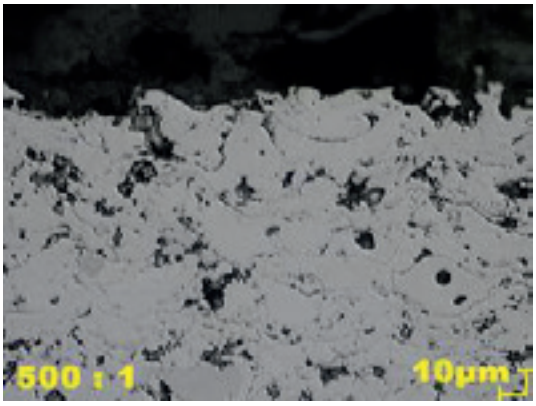
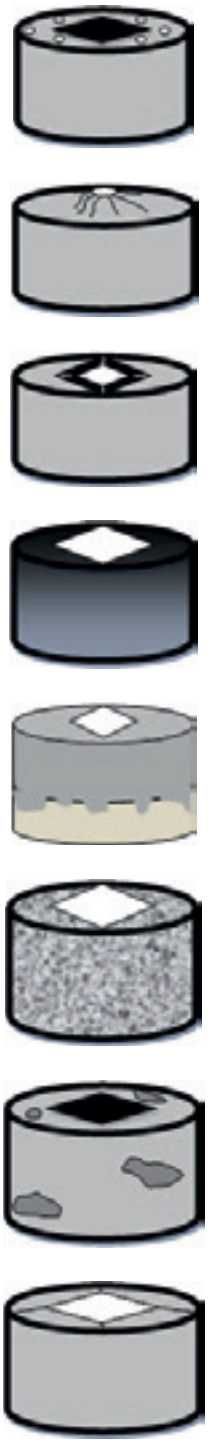


Bild 105

3.2.1.1.9 BEISPIELE FÜR FEHLER BEIM WARMEINBETTEN UND LÖSUNGSMÖGLICHKEITEN



Skizzen von Proben

1. Poren in der Oberfläche sind zurückzuführen auf verschmutzte Pressstempel der Warmeinbettpresse, sowie auf übermäßig eingesetztes Antihaftmittel (z.B. Silikonpasten). Es ist nur wenig von diesem Mittel zu nutzen, und zwar Talkumpulver oder ein silikonfreies Spray. Im Übrigen sind die Pressstempel nach jeder Warmeinbettung zu reinigen.

2. Bei Beulen und sich heraushebenden Proben liegen thermische Schrumpfspannungen zugrunde: Die Probe lag offenkundig zu kurz in der Presse und konnte nicht langsam genug abkühlen. Der Randbereich zog sich plötzlich zusammen und quetschte das noch pastöse Innere nach oben, so dass die Probe zwangsläufig ausbauchte.

3. Zwei Gründe sind möglich, wenn Schrumpfspalte auftreten: Zum einen wiederum thermische Spannungen, was durch Verlängern der Abkühlzeit unter Druck zu korrigieren ist – zum andern kann es sein, dass die Probe zu tief lag und keinen planen Abschluss zum Warmeinbettmittel bildete.

4. Bei einer unerwarteten Verfärbung der Probe (komplett oder teilweise) nach dem Präparieren und anschließendem Säubern mit Alkohol muss die Heizphase verlängert und die Heizleistung des Prüfzylinders überprüft werden. Nach dem Trocknen springt das Problem sofort ins Auge, wenn die Oberfläche auf einmal matt oder weißlich erscheint. Manchmal ist es schon beim Abspülen mit Alkohol festzustellen, wenn dieser beim Abtropfen schnell verfärbt wird.

5. Eine schlechte Anhaftung von zwei oder drei verschiedenen Warmeinbettungen lässt sich ebenfalls mit der Temperaturführung erklären. Da manche Warmeinbettmittel unterschiedliche Schmelztemperaturen besitzen, kann es vorkommen, dass nach dem Entnehmen der Probe aus der Warmeinbettmaschine ein schlechter Zusammenhalt der einzelnen Mittel zu sehen ist. Die Temperatur muss an die Substanz mit dem höchsten Schmelzpunkt angepasst werden.

6. Die gesamte Oberfläche der warmeingebetteten Probe ist rau und nicht gleichmäßig aufgeschmolzen. Entweder war die Temperatur zu niedrig oder die Gesamtprozessdauer zu kurz. Also muss die Temperatur erhöht bzw. die Heizphase verlängert werden.

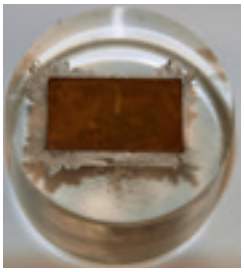
7. Offene Poren auf der planen Probenoberflächen und am Zylinderumfang sind ein Anzeichen für zu geringen Druck und Temperatur, d.h. durch Erhöhung von Zeit, Druck und Temperatur ist der Fehler zu vermeiden.

8. Eine Warmeinbettung von scharfkantigen und spitzen Proben in einem Duroplast mit Holzmehlfüllstoff führt meist zu Rissbildung in der Einbettmasse. In den so erzeugten Spalten sammeln sich während der materialographischen Probenpräparation Schmutz und Feuchte an. Ein härteres und spaltärmeres Warmeinbettmittel, z.B. ein mineralisch gefülltes Epoxidharz, löst das Problem. Ein weiterer Grund kann sein, dass der Probenquerschnitt zu groß ist im Verhältnis zur Einbettform. Die scharfen Kanten geraten also in Kontakt mit der Außenoberfläche und verursachen Risse: Ein größerer Einbettzylinder ist zu wählen.

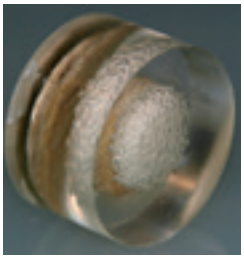
3.2.1.1.10 PRAKTISCHE BEISPIELE FÜR FEHLER BEIM WARMEINBETTEN UND LÖSUNGSMÖGLICHKEITEN

Risse im thermoplastischen Warmeinbettmittel können während der Präparation mit alkoholischen Poliersuspensionen oder mit alkoholischen Schmiermitteln auftauchen.

Wieder einmal sind thermische Spannungen durch zu schnelle Abkühlung die Ursache. Das Einbettmittel hat sich von der Probenoberfläche abgelöst, dazwischen bildete sich ein größerer Spalt. Zu erkennen ist dies an der silbrig glänzenden Oberfläche der Probe. Behoben wird der Fehler durch Verlängerung der Abkühlphase mit wenig Wasser.



Der sogenannte Schneeballeffekt im thermoplastischen Warmeinbettmittel tritt dann auf, wenn die Einbettzeit zu kurz gewählt wurde oder zu viel Einbettmittel eingefüllt wurde. In solchen Fällen sollte die Heizphase verlängert werden (in Abhängigkeit vom Probendurchmesser), bei anschließender langer Abkühlphase mit wenig Wasser.



Diese Probe, eingebettet mit Phenolharz, zeigte nach der Einbettung ein normales Aussehen. Erst beim Kontakt mit alkoholischen Reinigungsmitteln verfärbte sie sich (siehe Bild). Das Ätzen mit alkoholischen Ätzmitteln zeigte das gleiche Phänomen. Das Problem ist, dass sich das Phenolharz in Alkohol auflöst und auf die vorher präparierte Oberfläche niederschlagen kann. Ursache ist eine schlechte Temperaturverteilung im Einbettzylinder, abhängig vom Probendurchmesser, oder eine zu kurze Einbettzeit. Die Einbettzeit sollte verlängert und die Temperatur erhöht werden.

Dies ist ein praktisches Beispiel für Aufwölbung beim Warmeinbetten mit duroplastischen Einbettmitteln. Wie vorseitig erläutert, ist eine ausgebauchte Probe dann zu erwarten, wenn sich die Randbereiche schnell zusammenziehen und das Innere, das noch weich ist, nach oben herauspressen. Daher sind die Abkühlzeit unter Druck und die Verweilzeit in der Warmeinbettpresse zu verlängern.

Diese Warmeinbettung ist stark deformiert und rissig, die einliegende Probe wurde herausgedrückt. Sie wurde aus dem Einbettzylinder entnommen, bevor sie ausreichend unter Druck abgekühlt war. Auch hier muss die Abkühlphase unter Druck verlängert und die Probe länger in der Presse belassen werden.

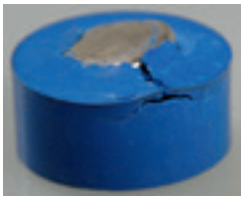


Bild 106 – 110

3.2.1.2 KALTEINBETTEN

3.2.1.2.1 PROBLEMBESCHREIBUNG: HERAUSTRETENDE FLÜSSIGKEIT AUS FERTIG PRÄPARIERTEN PROBEN MIT NICHT GEFÜLLTEN POREN, HOHLRÄUME UND RISSE

Lösungsmöglichkeit: Infiltration mit Wachs (Paraffin)

Bild 111: Wachsbad mit weißem Paraffin

Bild 112: Aufsteigende Luftbläschen aus der Probe

Vorgehensweise:

Mit diesem Verfahren werden Poren, Spalten, Risse und ähnliche Öffnungen versiegelt, so dass vorhandene Feuchtigkeit nach der Präparation (z.B. nach dem Reinigen oder nach dem Ätzen) eingeschlossen bleibt und das Umfeld nicht verschmutzt.

Hierzu kann Wachs (z. B. Paraffin) unter Zugabe von Fluoreszenzfarbstoffen in einem Laborgefäß aufgeschmolzen werden; diese machen später die Poren und Spalte sichtbar. Beim Eintauchen in das Wachs sollte die Probe bereits leicht erwärmt sein.

Bei sehr feinporösem Material hat sich auch eine kurze Vakuuminfiltration als günstig erwiesen. Dabei wird das Laborgefäß mit dem Wachs und der Probe in einen Drucktopf gestellt. Dann kann man das Wachs mittels Druck in die Poren und Risse fließen lassen.

Nachdem genügend Wachs in die Oberfläche eingezogen ist, ist der Rest von der präparierten Schliffläche mit einem sauberen weichen Tuch abzuwischen. Alternativ kann es, nachdem es ausgehärtet ist, von der Fläche abgehoben werden.

Die Probe lässt sich problemlos mit Oxidpoliermitteln endpolieren. Das Wachs wird hierbei nicht herausgelöst.

Zu sehen ist, dass die Probe mit erwärmt wird. Nach dem Schmelzen des Paraffins wird sie mit der Schliffläche nach oben in das flüssige Paraffin eingetaucht. Bei Poren oder Spalten steigen Luftbläschen aus der Probenoberfläche auf.

3.3 SCHLEIFEN UND POLIEREN

3.3.1 ANSCHLIFFPRÄPARATION

Bei der Anschliffpräparation kann das Probenstück entweder warm oder kalt in verschiedenen Gießharzen oder Duroplasten bzw. Thermoplasten eingebettet werden. Die darauffolgenden Schritte sind Vorschleifen, Feinschleifen und zuletzt das Polieren. Zusätzlich kann es erforderlich werden, ein Ätzmittel heranzuziehen, um die Mikrostruktur (d.h. das Gefüge) sichtbar zu machen. Die Auswertung selbst erfolgt dann mittels Auflicht-Mikroskop.

Wenn auch dieses Verfahren eine Standardtechnik darstellt, in der für fast alle Materialien Erfahrungen in der Bearbeitung vorliegen, so existiert doch eine Reihe von Nachteilen. Diese müssen bei der Suche nach der geeigneten Vorgehensweise berücksichtigt werden.

Das Verfahren ist durch den mehrstufigen Ablauf besonders bei manueller Bearbeitung sehr zeitaufwändig. Bei Automatisierung wiederum (großes Probenaufkommen) ist mit größeren Investitionen zu rechnen.

Weitere Risiken, die im Einzelfall zu bedenken sind:

1) Durch die Verwendung von Schleifmaterialien können die Probenoberflächen zerkratzen, vor allem, wenn der Werkstoff Phasen unterschiedlicher Härte enthält. Bei Verbundwerkstoffen ist dies niemals auszuschließen.
2) Kanten und Korngrenzen können verwischt werden.
3) Kühl- und Schmiermittel dürfen nicht mit dem Werkstoff reagieren, sonst würden organische Materialien wie z.B. Papiere oder Fasern aufquellen. Ähnliches gilt beim Schleifen von Kunststoffen, wenn Reibungswärme eine thermische Schädigung hervorruft.

Die Vorteile des Schleifens und Polierens liegen in der vielfältigen und individuell nutzbaren Gerätetechnik; je nach Anwendung und Kapazitäten sind einfache halbmanuelle bis hin zu vollautomatischen Systemen verfügbar. Auch das breite Anwendungsspektrum spricht für sich. Bei sorgsam abgestimmten Schleif- und Poliermaterialien und „Bearbeitungsrezepten“ lassen sich bei fast allen Werkstoffen hervorragende Ergebnisse erzielen. Vor allem bei Keramiken, Verbundwerkstoffen sowie gefüllten und verstärkten Kunststoffen bildet die Schlifftechnik überhaupt oft die einzige Möglichkeit.

Die Hersteller geben üblicherweise in ihren Veröffentlichungen und Arbeitsanleitungen detaillierte Hinweise für die Erzeugung von Präparationen aller Art an.

3.3.1.1 PRÄPARATION VON BESCHICHTETEN BAUTEILEN

3.3.1.1.1 MESSINGPROBE MIT ZWEI SCHICHTEN (NICKEL UND SILBER)

Nach der Präparation wurden bei der mikroskopischen Untersuchung nicht erwartungsgemäß zwei, sondern drei Schichten festgestellt. Die dritte schwarze Schicht liegt unmittelbar unter dem Nickel und ist offenkundig ein Artefakt, unten im Bild deutlich zu erkennen.

Besprochen werden nun ihr Ursprung sowie Möglichkeiten zur Vermeidung.

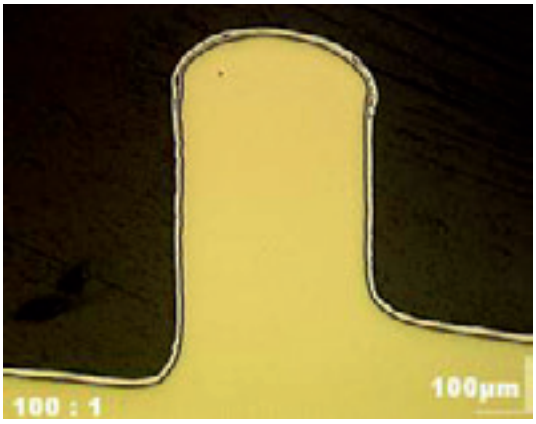


Bild 196

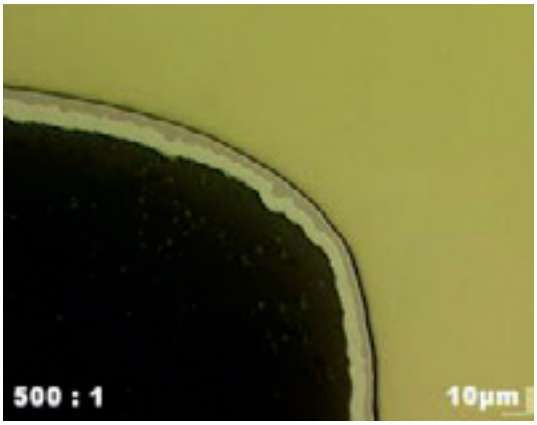


Bild 197

Die Probe wurde nun erneut materialographisch präpariert und zwischen den einzelnen Arbeitsschritten mikroskopiert, um den Zeitraum der Entstehung des Fehlers einzugrenzen.

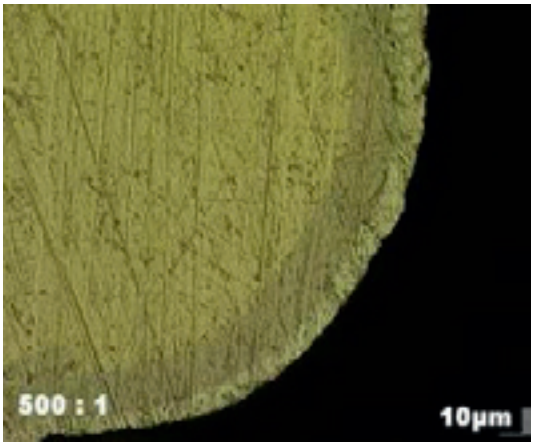


Bild 198

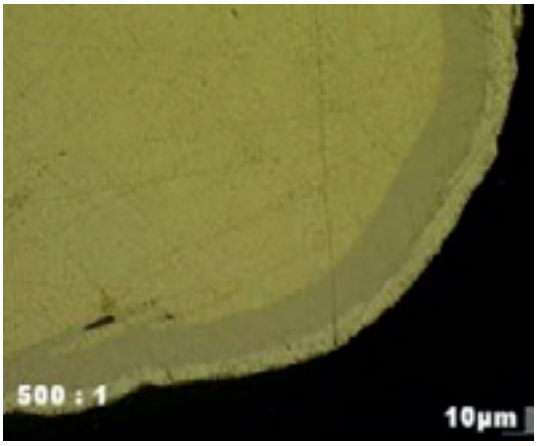


Bild 199

4 ÄTZTECHNIKEN

4.1 MAKROSKOPISCHE ÄTZVERFAHREN

4.1.1 DER SCHWEFELNACHWEIS NACH BAUMANN – DER SOGENANNTE BAUMANNABDRUCK

4.1.1.1 ANWENDUNG

Der Schwefelnachweis (Baumannabdruck) gibt Auskunft über die Mangansulfidverteilung (MnS) im Stahl. In der heutiger Zeit wird in der Schmelze ein Mn:S Verhältnis von 1,74:1 angestrebt.

Dadurch wird erreicht, dass der gesamte Schwefel durch Mangan gebunden wird.

Mn + S → MnS (nichtmetallischer Einschluss) = stöchiometrisches Gleichgewicht. Dadurch wird vermieden, dass sich FeS (Eisensulfid) bildet und zu Rotbruch führt.

Probenvorbereitung:

Die zu untersuchende Probe wird bis zu einer Körnung 320 geschliffen; die Probenoberfläche muss fett- und rostfrei sein.

Durchführung und Beschreibung der chemischen Reaktion:

Fotopapier (hartes Bromsilberpapier) wird 10 Minuten in 5 %iges wässriges H_2SO_4 getränkt.

Dieser Vorgang erfolgt bei Tageslicht. Das in der Fotoschicht (Gelatine) gelöste AgBr (Silberbromid = fotoempfindliches Salz) quillt in Verbindung mit H_2SO_4 auf. Das so behandelte Fotopapier wird auf die Schliffläche der vorbereiteten Probe gelegt und mit einer Gummirolle ausgerollt (3–5 Minuten, je nach Schwefelgehalt). Das Fotopapier darf sich dabei nicht verschieben.

Chemische Reaktion auf der Schliffoberfläche

$MnS + H_2SO_4 \rightarrow H2S \nearrow + MnSO_4$

Chemische Reaktion im Fotopapier

$2Ag\,Br + H_2S \rightarrow Ag_2S + 2\,HBr$

Ag_2S zeigt sich als brauner Niederschlag auf dem Fotopapier.

Nach dem Abziehen und Abwaschen wird das Fotopapier abschließend in einem Fixierbad weiter behandelt. Dies geschieht mit in Wasser gelöstem Natriumthiosulfat. Die Fixierzeit beträgt ca. 30 Minuten.

Chemische Reaktion im Fixierbad

$2\ Na_2S_2O_3 + AgBr \rightarrow Na_3\ [\ (S_2O_3)_2\ Ag] + NaBr$

Das Thiosulfat löst das überschüssige Silberbromid aus der Gelantineschicht und bildet mit ihm ein komplexes Salz.

Bei niedrigerem Schwefelgehalt (S< 0,03%)

Bei niedrigeren Schwefelgehalten wird ein Verätzen erforderlich, entweder mit einer 3%igen alkoholischen HNO_3 oder mit dem Ätzmittel nach Heyn.

Bei Feinkornbaustählen (Ti – V – legiert)

In diesen Werkstoffen findet keine Reaktion statt, TiS und VS lassen sich nicht in H_2SO_4 lösen.

Bei Schweißnähten

Hier spricht der Baumannabdruck nicht an, das liegt unter anderem an folgender Gegebenheit:

a. Es liegt ein extrem niedriger S-Gehalt bei den Schweißelektroden vor.

b. Die Schmelze (Schweiße) erstarrt sehr schnell, dabei wird der möglicherweise Schwefel feinstverteilt, d.h. es gibt keine Schwefelanhäufungen.

Der Schwefelabdruck eignet sich besonders gut zur Untersuchung von beruhigt – und unberuhigt vergossenem Stahl, von Stahlguß, Stahlblöcken und Stahlprofilen.

Bei der Auswertung sind die reine (helle) Außenschicht, auch Speckschicht genannt, und die mit Schwefelseigerungen versehenen braunen Kernzone zu unterscheiden. Der Baumannabdruck eignet sich nur zur qualitativen Kontrolle; eine quantitative Aussage ist nicht möglich. Dies liegt unter anderem an dem empirisch ermittelten Vergrößerungsfaktor von 50:1 zwischen MnS und dessen Abbildung auf dem Fotopapier.

Eigenschaften von Schwefel im Stahl

Schwefel gelangt durch sulfidische Erze und durch den Koks in das Roheisen und eventuell durch schwefelhaltige Brenngase in den Stahl.

Bei der hohen Temperatur ist Schwefel chemisch an das Eisen gebunden und liegt im Gefüge als Sulfidschlacke, Eisensulfid FeS vor. Bei höheren Schwefelgehalten bilden sich größere zusammenhängende Schalen auf den Korngrenzen. Selbst bei geringen Schwefelgehalten in der Schmelze können sie durch Seigerungen (Entmischung einer Schmelze beim Erstarren) im Kern des Stahlblockes auftreten. Bei hohen Temperarturen ist das Eisensulfid flüssig und verursacht beim Schmieden den sogenannten Heißbruch. Bei Temperaturen um 900 °C hingegen ist es spröde und führt zum sogenannten Rotbruch.

Schwefel beeinflusst den Reinheitsgrad und verringert die Schweißbarkeit und setzt die Kerbschlagarbeit des Stahls zurück.

Aus all diesen Gründen wird der S-Gehalt unter 0,1 %, in hochwertigem Stahl unter 0,02% (z.B. ESU-Material und Transformatorenstahl) gehalten. Sind magnetische Eigenschaften von Belang, liegt die Grenze bei unter 0,01 %.

Eine Ausnahme bildet der Automatenstahl mit z.b. 0,3% S und etwa 0,8% Mn.

Das MnS mit seiner geringen Festigkeit bewirkt einen kurzbrüchigen Span. Dadurch wird die Haltbarkeit der Werkzeuge erhöht und eine höhere Schnittgeschwindigkeit ermöglicht kürzere Bearbeitungszeiten. Wenn der Phosphorgehalt bei 0,15 % liegt, ergibt sich noch eine saubere Oberfläche. Dafür müssen die etwas schlechteren mechanischen Eigenschaften des Stahles in Kauf genommen werden.

Bild 266: Schienenquerschnitt Ätzung nach Heyn

Bild 267: Schienenquerschnitt Baumannabdruck

5 SONDERFORMEN DER MATERIALOGRAPHISCHEN PRÄPARATION

5.1 DÜNNSCHLIFFTECHNIK

Viele Werkstoffe sind bei geeigneter Präparation im Durchlicht zu untersuchen. Dazu zählen mineralische Bau- und Naturstoffe, viele Kunststoffe und einige Keramiken. Auch bei Verbundwerkstoffen oder Beschichtungen ist diese Präparation anzuwenden, wenn alle Verbundphasen untersucht werden sollen (z.B. GfK und CfK).

Zunächst muss ein Anschliff angefertigt werden. Alle Grundlagen der Probeentnahme, der Einbettung und des Schleifprozesses gelten damit auch hier. In der Regel wird aber auf eine Politur verzichtet, da die Qualität des späteren Dünnschliffes weniger von den Reflexionseigenschaften der Oberfläche abhängt. Eine Feinschleifstufe von 22–18 µm ist ausreichend.

Steht keine Trenn- und Schleifmaschine mit Vakuumhalterung der Proben für eine weitgehend automatische Schliffherstellung zur Verfügung, ist eine manuelle Herstellung dennoch einfach möglich. Dazu wird zunächst mit einer möglichst präzisen Trennmaschine eine dünne Scheibe (500–800 µm) hergestellt. Es ist vorsichtig zu arbeiten, um die feingeschliffene Oberfläche nicht zu beschädigen. Bei porösen Werkstoffen kann eine Nacheinbettung notwendig sein.

Die dünne Scheibe wird nun mit der bearbeiteten Fläche auf einen Glasobjektträger geklebt. Der Kleber sollte glasklar und schnell aushärtend sein. Um Lufteinschlüsse zu verhindern und ein Ablösen zu vermeiden, ist die Probe zu beschweren. Es sollten spezielle Glasobjektträger mit den Maßen 48 x 28 mm (Gießener Format) verwendet werden, die mit mindestens 1,5 mm Dicke sehr viel stabiler sind als die klassischen Gläser. Zudem sind diese mattiert, d.h. an der Oberfläche angeraut, um die Klebefestigkeit zu erhöhen.

Mit Hilfe von speziellen Objektträgerhalterungen kann nun die andere Probenseite bearbeitet werden. Ist die Scheibe sehr dick, wird mit einem gröberen Korn begonnen. Es besteht jedoch die Gefahr, dass der Andruck auf die Schleifscheibe nicht gleichmäßig ist und damit sehr schnell eine Keilform entsteht. Wie bei allen Präparationsverfahren macht Übung den Meister bzw. die Meisterin.

Die zu erzielende Schliffdicke hängt von den Aufgabenstellungen und den Werkstoffen ab. Für mineralogische Proben, die für qualitative Polarisationskontrast-Untersuchungen benötigt werden

(Mineralbestimmungen), ist diese mit 20 – 25 µm festgelegt. Bei sehr dunkel eingefärbten Kunststoffen können 10 µm notwendig sein. Wichtig ist zu beachten, dass mit der letzten Schleif- bzw. Polierstufe die gewählte Dicke erreicht wird. Ist der Schliff zu dünn, besteht die Gefahr des Abreißens. Für viele Anwendungen spielt die absolute Schliffdicke nicht so eine große Rolle, man kann also nach Gefühl arbeiten. Die Schliffdicke kann mit einer Mikrometerschraube überprüft werden. Ausrüstungen für die Voreinstellung der Schliffdicke sind ebenfalls verfügbar, jedoch sehr viel aufwändiger.

Auch bei der Bearbeitung dieser Oberfläche kann ein 800er oder 1000er Korn ausreichen. Sind Verbundwerkstoffe mit metallischen Anteilen zu bearbeiten, die auch im Auflicht untersucht werden müssen, ist eine Weiterbearbeitung zu wählen, die die anderen Werkstoffe nicht schädigt (z.B. beim Ätzen). Für Untersuchungen mit Durchlichtobjektiven, also jene, die eine sogenannte Deckglaskorrektur aufweisen, wird der Schliff mit einem Deckglas (0,17 mm Dicke) abgedeckt. Hierfür wird ein Eindeckmedium als Kleber genutzt. Muss auch im Auflicht gearbeitet werden, ist dies natürlich nicht möglich.

Insgesamt ist die manuelle Herstellung von Dünnschliffen sehr einfach möglich. Der etwas höhere Zeitaufwand wird mit einer sehr viel besseren Qualität gegenüber der Mikrotomie (Dünnschnitttechnik, siehe dort) ausgeglichen. Außerdem sind mit dieser Technik alle Materialien bearbeitbar.

5.1.1 ANLEITUNG ZUR HERSTELLUNG EINES AN- UND DÜNNSCHLIFFES VON TECHNISCHEN WERKSTOFFEN

Die Dünnschlifftechnik ist bereits aus verschiedenen Bereichen der Naturwissenschaften bekannt und wird z.B. in der Mineralphasenbestimmung an Gesteinen angewandt. Üblicherweise stellt ein Dünnschliff einen zweiseitigen Anschliff mit definierter Dicke dar.

Bei der Herstellung eines technischen An-/Dünnschliffes (AnDü) hingegen ist die Dicke nicht genau festgelegt. Gefordert wird vielmehr, dass die Präparation genügend Licht durchlässt, um Gefügestrukturen sichtbar zu machen, die dann mittels Durchlicht-Mikroskop analysiert und dokumentiert werden.

5.1.1.1 PROBENENTNAHME

Um beim Trennschneiden Überhitzung oder Deformation durch zu hohen Druck auszuschließen, müssen die Materialeigenschaften der zu untersuchenden Probe vorab ermittelt werden.

5.3 VERGLEICH VON ANSCHLIFF, DÜNNSCHLIFF UND DÜNNSCHNITT

5.3.1 KUNSTSTOFFSCHWEISSVERBINDUNG (PE MIT PE/GRAPHIT)

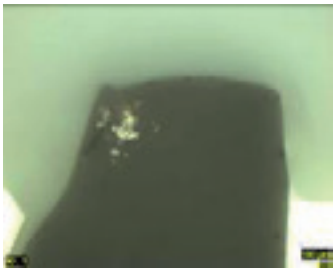


Bild 336: Anschliff (Dunkelfeld)

Bild 337: Dünnschliff

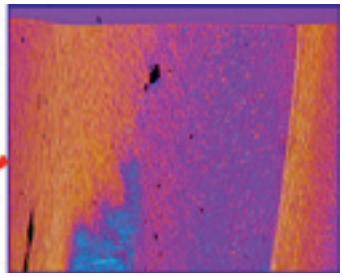


Bild 338: Dünnschnitt

Im Bild x ist eine Kunststoffschweißverbindung im Anschliff dargestellt.

Diese wurde wie folgt präpariert:

1. Manuelles Schleifen mit geringem Druck auf SiC-Papier mit Körnung 320, 600, 1200, 2500 und zuletzt 4000.
2. Benetzen der Schliffoberfläche mit einem Tropfen Immersionsöl für eine gute Kontrastierung der Gefügestruktur im Dunkelfeld bei der Mikroskopie.

Bei der anschließenden Untersuchung mit der Dunkelfeldeinrichtung am Mikroskop konnten vorhandene Fehlstellen, wie z. B. Poren, sehr gut analysiert werden, wohingegen vorhandene Fließrichtungen, Wärmeeinflusszonen, inhomogene Verteilungen und eingelagerte Graphitpartikel mit diesem Verfahren nicht sichtbar sind.

Der Dünnschliff, siehe Bild 337, liefert hierzu wesentlich mehr Informationen. Alle Fragen, die zuvor der Anschliff nicht beantworten konnte, sind nun problemlos zu klären.

Die Probe wurde zuerst im eingebetteten Zustand wie beim Anschliff vorpräpariert, und dann auf einen Glasobjektträger (Gießener Format) mit einem thermisch aushärtenden Epoxidharz aufgeklebt. Der Vorgang erfolgte mittels einer Klebepresse bei einer Aushärtetemperatur von 80 °C in ca. 3 Stunden. Schnellhärtende Kleber können ebenfalls verwenden werden.

Die Fixierung wurde dann in einem Handprobenhalter vorgenommen, bei dem die Enddicke auf 15 µm eingestellt werden konnte. Nun wurde die Probe mit SiC-Papier (K 600 bis K 4000) bis auf diese Dicke geschliffen. Endpoliert wurde mit einem Neopren-Poliertuch und Aluminiumoxidsuspension 1 µm. Dies erweist sich sowohl für die Durchlicht- als auch für die Auflicht-Betrachtung unter dem Mikroskop als vorteilhaft.

6 BAUTEILMATERIALOGRAPHIE

6.1 EINLEITUNG BAUTEILMATERIALOGRAPHIE – AMBULANTE MATERIALOGRAPHIE

6.1.1 ERLÄUTERUNG DER BEGRIFFE

Als Sonderform materialographischer Untersuchungen vor Ort ermöglicht die Bauteilmaterialographie Gefügebestimmungen und Oberflächenuntersuchungen zerstörungsfrei. Somit wird vermieden, dass aufgrund der Probenentnahme Reparaturen an betrieblichen Anlagen und Bauteilen nötig werden.

Schleifen, Polieren und Ätzen erfolgen mit tragbaren Geräten direkt vor Ort, die Gefügebeurteilung dann mit dem Aufsatzmikroskop oder über Abdrucktechniken.

Neben seiner Wirtschaftlichkeit liegen die wesentlichen Vorteile des Verfahrens in der nahezu uneingeschränkten Einsatzmöglichkeit und der schnellen Verfügbarkeit des Untersuchungsergebnisses.

6.1.2 BEISPIELE VON EINSATZGEBIETEN DER BAUTEILMATERIALOGRAPHIE:

- Maschinenbau
- Härtereien
- Gießereien
- Kraftwerke
- Luftfahrtindustrie
- Automobilindustrie
- Energieanlagen
- Schiffsindustrie
- Erdölindustrie
- Geowissenschaften
- Baustoffindustrie
- Kunststoffindustrie

Da es sich in vielen Fällen nicht nur um metallische Werkstoffe oder Bauteile handelt, wird hier von „Mobiler Materialographie“ gesprochen.

Diese Maßnahme darf nicht unvorbereitet begonnen werden. Zunächst ist die Größe der zu präparierenden Fläche zu klären, sowie die Tiefe (Wanddicke), bis zu der ins Bauteil hineingeschliffen werden darf. Durch Funkenflug, brennbare Medien, Schmutz usw. darf im Arbeitsablauf die Umgebung nicht beeinträchtigt werden.

Bild 351: Vorschleifen

Bild 352: Vorbereitete Schliffläche für die nächsten feineren Schleifstufen

6.2.3 FEINSCHLEIFEN DER OBERFLÄCHE

Durch Feinschleifen sind die Schleifriefen der jeweils vorhergehenden Stufe sorgfältig zu entfernen.

Im Normalfall werden folgende Körnungen verwendet:

- Vorschleifen mit Korund oder Siliziumcarbid Körnung 80 bis 120
- Feinschleifen mit Siliziumcarbid Körnung 320 bis 1200

Je feiner eine Oberfläche geschliffen ist, desto mehr verringert sich der Polieraufwand (Zeit und Verbrauchsmaterial).

Bild 353: Feinschleifen

Bild 354: Feingeschliffene Oberfläche

6.2.4 POLIEREN DER OBERFLÄCHE

Bild 355: Polieren

1. Aufbringen einer Diamantpaste auf das Poliertuch
2. Benetzen der Schliffoberfläche mit einem Schmiermittel
3. Während des Polierens ist weitere Zugabe von Lubrikant erforderlich, damit die Schlifffläche nicht trocken wird!
4. Säubern der Schlifffläche mit Alkohol und Watte zur Vorbereitung für das anschließende Ätzen

6.2.5 ANWENDUNG DER ABDRUCKTECHNIK

Bild 356: Fertig präparierte Schlifffläche im angeätzten Zustand

Die Schlifffläche ist nun für die Abdrucktechnik hinreichend vorbereitet. Im Vorfeld kann mit Hilfe der mobilen Mikroskopie bereits die Qualität der Präparation begutachtet werden, z.B. in Hinblick auf Artefakte.

Sofern die Umgebung es zulässt (schwingungsfreie Umgebung und optimale Lage), kann auf diese Weise auch die Gefügestruktur dokumentiert werden. Da dies aber selten gelingt, wird normalerweise ein Oberflächenabdruck hergestellt, was in den nachfolgenden Bildern demonstriert ist.

Bei der Abdrucktechnik mit Acetatfolien kommt es darauf an, die Folie nur kurz mit Aceton zu benetzen, sonst kann sie sich auflösen. Wenn zu viel Aceton vorhanden ist, bilden sich schneller Falten und Luftblasen.

Bild 357: Silikonabdruckmasse

Die Folie könnte nun direkt unter dem Mikroskop betrachtet werden, allerdings reichen die optischen Eigenschaften meistens nicht aus. Im Unterschied zu den normalen Anschliffen aus dem stationären Labor, bei denen das Licht von der Schliffoberfläche reflektiert wird, bietet sich kein hinreichender Gefügekontrast. Das Licht durchquert einfach die Folie.

Es muss also für eine gute Reflexion gesorgt werden. Eine Möglichkeit besteht im Besputtern der Folie mit Gold, d.h. die Oberfläche wird mit einer Schicht von einigen Nanometern bedampft, wobei sich die Partikel als dünne Schicht auf die Topographie der Acetatfolie legen. Die dadurch erzeugte Lichtreflexion ergibt einen sehr guten Kontrast.

Es gibt aber nicht immer die Möglichkeit des Sputterns, da diese Geräte nicht transportabel sind. Wenn im Gelände eine möglichst schnelle Gefügebewertung erforderlich ist, sind andere Hilfsmittel heranzuziehen. Es gibt zwar Folien mit einer metallisierten Rückseite; diese sind allerdings nur bedingt einsetzbar. Weiterhin lassen sich die Acetatfolien auf spiegelnden Oberflächen fixieren. Die dadurch erzeugte Reflexion genügt zur optimalen Darstellung des Gefüges.

Bild 358: Abziehen der elastischen Silikonabdruckmasse

Bild 359: Benetzen der Acetatfolie mit Aceton

Bild 360: Aufbringen der benetzten Acetatfolie

Bild 361: Aufbringen einer doppelseitigen Klebefolie

Bild 362: Acetatfolienabdruck nach der Fixierung

Dunkler Bereich ohne Reflektion

Heller Bereich mit spiegelnder Rückseite

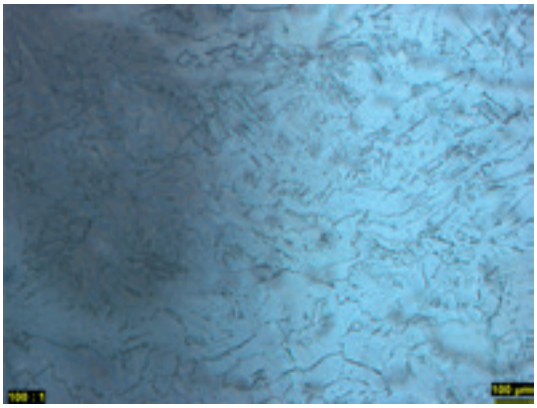


Bild 363: Acetatfolie mit und ohne reflektierenden Untergrund

6.2.6 BEISPIELE VON VERSCHIEDENEN KONTRASTIERUNGSMÖGLICHKEITEN AN EINER ACETATFOLIE

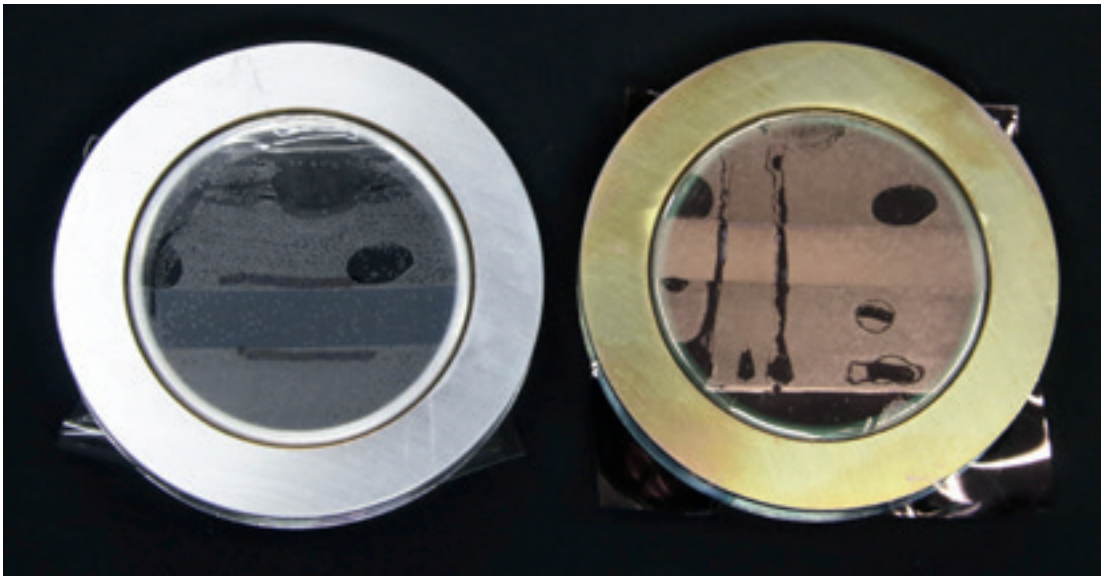


Bild 364: Folienhalter links ohne Goldbedampfung, rechts mit Gold bedampft

6.3 ANWENDUNGSFEHLER – ARTEFAKTE – PROBLEMLÖSUNGEN

6.3.1 UNZUREICHENDE VORBEREITUNG BEIM SCHLEIFEN

Einige häufig vorkommende Fehler werden in diesem Beispiel besprochen, bei dem ein Schienenstück für die mobile Härteprüfung und die Gefügeuntersuchung vorbereitet werden sollte.

Arbeitsschritte:

- Grobes Vorschleifen mit SiC-Papier Korn 120
- Feinschleifen mit SiC-Papier der Körnungen 320, 600 und 1200
- Polieren mit einen Seidentuch und monokristalliner Diamantpaste 3 µm
- Endpolierung mit einem samtartigen geflockten Poliertuch und 1 µm monokristalliner Diamantpast

Die mobile Härteprüfung lieferte bedeutende Unterschiede in der Härte; die Werte lagen zwischen 280 HV und 815 HV. Vorgabe war ca. 300 HV im Schienenkopf.

Die Ursache für diese Streuung musste ermittelt werden.

Fehlerquelle:

Als Ursache wurde eine zu starke Trennerwärmung festgestellt. Der Trennvorgang ohne Wasserkühlung führte zur Gefügeveränderung. Dies geht aus den dunklen Bereichen hervor, die im polierten Zustand nicht sichtbar waren. Somit kamen die sehr unterschiedlichen Härtewerte zustande.

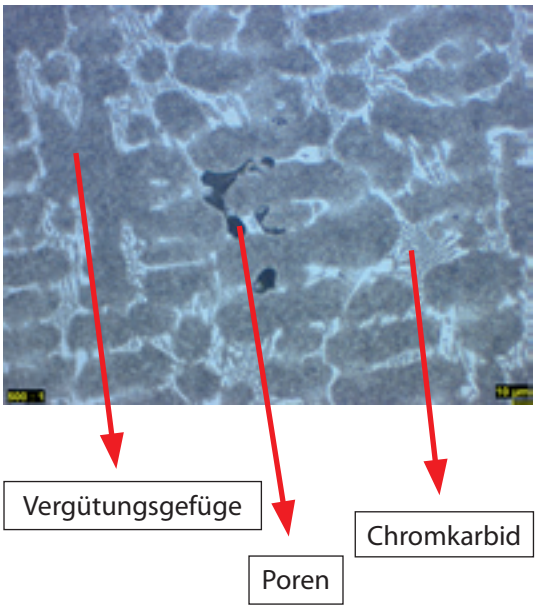
Das wahre Gefüge befindet sich im helleren Bereich.

Bild 372: Schienenprobe

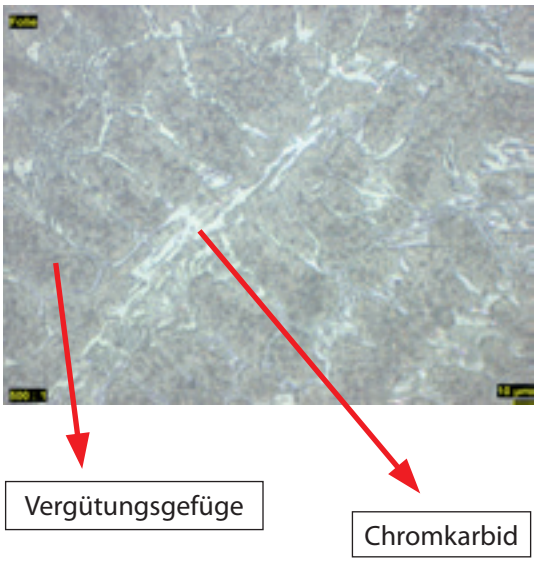
Bild 373: Vorbeitete Schliffläche

Stahl – X12 CrMoV12 Ätzung: Nital

Original



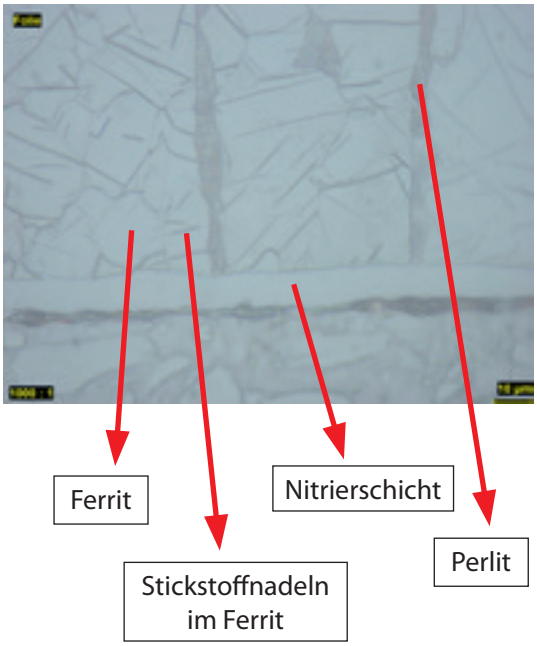
Folienabdruck



Stahl C15 – Nitrierte Oberfläche Ätzung: Nital

Original

Folienabdruck



7 ARCHÄO-MATERIALOGRAPHIE

7.1 DEFINITION DER ARCHÄO-MATERIALOGRAPHIE

Technische Methoden und Verfahren zur Ermittlung werkstoffbezogener Kenndaten, Herstellungs- und Verarbeitungsverfahren von antiken Werkstoffen.

7.2 ZIELRICHTUNGEN

- Hilfestellung bei der Bestimmung von Herstellung – bzw. Verarbeitungsverfahren
- Materialographische Probenpräparation, um das wahre Gefüge sichtbar zu machen
- Dünnschlifftechniken an antiken Keramiken, gebrannten Tonen und sedimentologischen Baustoffen
- Zerstörungsfreie Untersuchungsverfahren wie z.B. Röntgen – und Durchstrahlungsverfahren, Oberflächenabdrucktechniken
- Analyseverfahren wie z.B. EDX, EDAX u.a. oder chemische Verfahren
- Mikroskopische Untersuchungen in Hellfeld, Dunkelfeld, Polarisation und Fluoreszenz
- Dokumentation und Interpretation von Gefügestrukturen

7.3 ANTIKE WERKSTOFFE UND PRODUKTE

7.3.1 ANTIKE WERKSTOFFE

- Erze und Schlacken aus antiken Bergwerksanlagen, Legierungen, Sedimente antiker Baustoffe,
- Organische Substanzen wie z. B. Hölzer, Glas und Keramik

7.3.2 ANTIKE PRODUKTE

Schmuck, Waffen, Bekleidung und Accessoires, Papier, Gemälde, Arbeitsgegenstände und Hilfsmittel, Haushaltsgegenstände u.v.m.

7.4. MATERIALOGRAFISCHE PROBEN-PRÄPARATION ANTIKER WERKSTOFFE

Die Untersuchung antiker Werkstoffe gestattet Rückschlüsse auf Herstellungsverfahren, Verarbeitung und Einsatzgebiete. Die Präparation aber bereitet erfahrungsgemäß Schwierigkeiten, da die Zusammensetzung unbekannt ist. Es bedarf es schon im Vorfeld einer genauen Bestimmung mit analytischen Methoden, um das Material einzugrenzen und es in bestimmte Werkstoffgruppen einzuteilen.

Fehler bei der Präparation ziehen oft unweigerlich Artefaktbildung nach sich. Wenn genügend Material zur Verfügung steht, ist eine zerstörende Untersuchung möglich. Die hiermit ermittelten Kenndaten können verglichen werden mit anderen antiken Objekten, die nicht zerstört werden dürfen, aber aus der gleichen Zeit stammen und eventuell die gleiche chemische Zusammensetzung besitzen.

Bei antiken Gegenständen, die nicht zerstört werden dürfen, ist eine materialographische Untersuchung sehr schwierig. Zerstörungsfreie Verfahren wie z.B. Röntgen, Oberflächenabdrucktechniken oder REM-Untersuchungen (bei geeigneter Probenkammergröße) sind unumgänglich.

In vielen Fällen kann die Archäo-Materialographie helfen.

7.4.1 BEISPIELE MATERIALOGRAPHISCHER PROBENPRÄPARATIONEN

7.4.1.1 ARTEFAKTBILDUNG

Im Bild 410 ist eine Eisenlegierung (mittelalterliches Hufeisen) bei 100facher Vergrößerung im Hellfeld dargestellt. Auf den ersten Blick sind keine Unstimmigkeiten erkennbar, bis auf kleine Streifen im Ferritkorn. Hierbei könnte es sich um Zwillingsstreifen handeln.

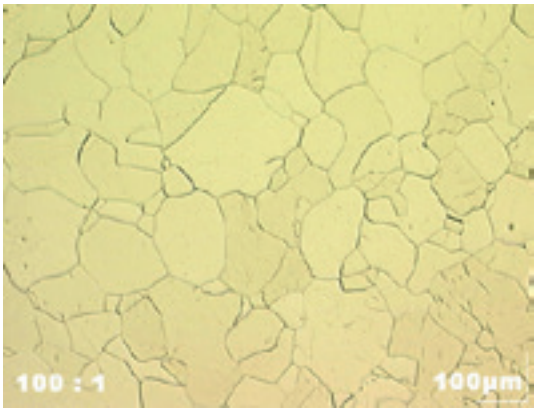


Bild 410: Ferritisches Gefüge im Hellfeld

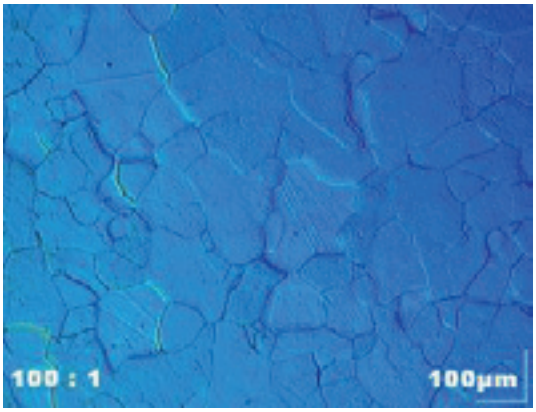


Bild 411: Ferritisches Gefüge im DIC

Erst bei der Betrachtung im Differential-Interferenzkontrast (DIC) zeigt sich, dass hier noch Verformungen im Gefüge des Ferrits vorliegen und ein starkes Relief, das von einer unzureichenden Probenpräparation herrührt. Beim Polieren wurde ein zu hochfloriges Poliertuch und zu hoher Anpressdruck verwendet.

Bei der Präparation einer verzinnten römischen Bronzefibel konnten bei der Betrachtung im Lichtmikroskop keine Präparationsartefakte entdeckt werden. Alle vorhandenen Phasen und auch die Zinnschicht selbst waren scheinbar optimal präpariert. Dies ist im Bild 3 dokumentiert.

Erst bei der anschließenden REM – Untersuchung wurden in den Pb-Sn-Phasen Diamanten festgestellt, die von der 3 µm-Polierstufe her stammten, siehe Bild 413.

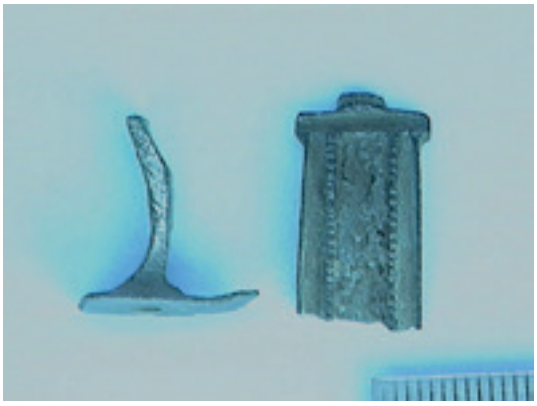


Bild 412: Verzinnte römische Bronzefibel

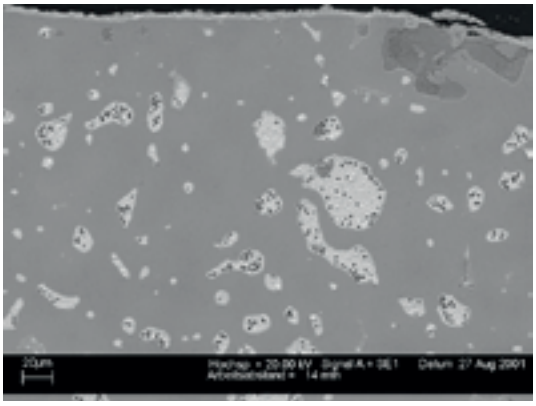


Bild 413: Eingedrückte Diamanten in Pb/Sn-Phase

LITERATURVERZEICHNIS

(1.) W.-U.Kopp, H.-H. Cloeren, Präparationsartefakte und ihre Vermeidung, Sonderband der Praktischen Metallographie Band 29, Seite 291 bis 296, **1997**

(2.) H.-H. Cloeren, W.-U. Kopp, Präparationsmethode für rostfreie Stähle, Sonderband der Praktischen Metallographie Band 31, Seite 337 – 341, **1999**

(3.) H.-H. Cloeren, Evolution der Werkstoffe, Sonderband der Praktischen Metallographie Band 32, Seite 49 bis 62 , **2001**

(4.) H.-H. Cloeren, Evolution der Werkstoffe, Multimediale CD**, 2001**

(5.) H.-H. Cloeren, Materialografische Probenpräparation antiker Werkstoffe, Sonderband der Praktischen Metallografie Band 33, Seite 341 bis 347, **2002**

(6.) H.-H. Cloeren, Thermische und mechanische Probenentnahme und deren Einfluss auf das wahre Gefüge, Sonderband der Praktischen Metallographie Band 33, Seite 309 bis 316, **2002**

(7.) H.-H. Cloeren, Artefakte bei der materialographischen Probenpräparation und deren Vermeidung, Sonderband der Praktischen Metallographie Band 35, Seite 53 bis 64, **2003**

(8.) H.-H. Cloeren, M. Kern, M. Brückner, Präparationstechniken zur Vorbereitung materialographischer Untersuchungsmethoden, Sonderband der Praktischen Metalloographie Band 42, Seite 101 bis 107, **2010**

(9.) M. Beckert und H. Klemm, Handbuch der metallographischen Ätzverfahren, VEB, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, **1966**

(10.) H. Schumann, Metallographie, Fachbuchverlag Leipzig, **1991**

(11.) A. Schrader, Ätzheft, Verfahren zur Schliffherstellung und Gefügeentwicklung für die Metallographie, Verlag Gebr. Bornträger, Berlin, **1957**

(12.) Beobachtende und messende Mikroskopie in der Materialkunde, M. Kern, Dr. J. Trempler, 263 Seiten, zahlreiche Abbildungen, Brünne Verlag Berlin, **2007**

(13.) Mikroskopische Technik für die industrielle Anwendung, M. Kern, 154 Seiten, Fotos, Abbildungen und Tabellen, Brünne Verlag Berlin, **2003**

(14.) Methoden der Dünnschliffherstellung, D.W.Humphries, 86 Seiten, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, **1994**

(15.) Anleitung zur Dünnschliffmikroskopie, D.Puhan, 174 Seiten, 142 Einzeldarstellungen, Ferdinand Enke Verlag Stuttgart, **1994**

(16.) Handbuch der Mikroskopie in der Technik, Hrsg. H. Freund, Bd. III, Teil 1 und 2. Autorenkollektiv mit vielen Arbeiten aus allen Bereichen der präparativen Metallographie, Umschau-Verlag, Frankfurt/Main

(17.) A. Guy, Metallkunde für Ingenieure, Akademische Verlagsgesellschaft, Frankfurt, **1970**

(18.) L.E. Samuels, Metallographic Polishing by Mechanical Methods, 3rd. Edition, **1982**, published by ASM

(19.) G. Petzow, Metallographisches Keramographisches Plastographisches Ätzen, 6. Auflage, Gebrüder Bornträger Verlag, Stuttgart, **1994**

(20.) De Ferri Metallographia:
I: Fundamentals of Metallography, by L. Habraken and J.L. de Brouwer
II: Structure of Steels, by A. Schrader and A. Rose
III: Solidification and Deformation of Steels, by Annick and J. Pokorny
IV: Recent Examination Methods in Metallography/The Metallography of Welds.
V: Fractography and Microfractography.
Presses Académiques Européennes (1966).(I)
Verlag Stahleisen GmbH, Düsseldorf (II)
Berger-Levrault, Paris/Nancy (III)

(21.) Sonderbände der Praktischen Metallographie, Carl Hanser Verlag, München

(22.) Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem Tauchverfahren,
E. Weck, E. Leistner, Teil 1, 2 und 3, DVS, **1982**

(23.) Präparative Metallographie, H. Waschull, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, Stuttgart, **1993**

(24.) DIN 54150 Abdruckverfahren für dir Oberflächenprüfung (Replica-Technik)

(25.) VdTÜV- Merkblatt: Oberflächengefügeuntersuchung zeitstandbeanspruchter Bauteile gemäß TRD 508 Dampfkessel 451- 83/ 6 8.83

(26.) Sonderdruck aus „Sonderbände der Praktischen Metallographie“ Band 14 Fortschritte in der Metallographie, S.610 – 620, **1983**

(27.) Gefügeabdrucktechnik an Chemieanlagen zur Schadensklärung, Qualitätssicherung von Sonderwerkstoffen und zum Nachweis thermischer Überbeanspruchung, Manfred Schwarz / BASF Aktiengesellschaft

(28.) Arch. Eisenhüttenwesen 38 Nr.1, S. 49-54 von K. Relander und Th. Geiger, **1967**

(29.) Chemie Technik 11 Nr.6, S. 737 – 743 von H. Donat, **1982**

(30.) Fritz Graf: *Griechische Mythologie*, Düsseldorf , **2001**

(31.) Karl Kerenyi, Die Mythologie der Griechen, DTV, München
– *Die Götter- und Menschheitsgeschichten*, **2003**
– *Die Heroen-Geschichten*, **2004**

(32.) Robert Ranke-Graves, *griechische Mythologie.* Quelle und Deutung, (Rowohlts Enzyklopädie), Reinbek, **2003**, ISBN 3-499-55404-6

SACHWORTVERZEICHNIS

A

Abdruckmassen 202
Abdrucktechnik 127, 179, 184
Ablagerungen 118, 120
Ablösen 170
Abrasivität 104
Abrasivmittel 53
Abrasivstoffe 119
Acetatfolie 127, 181, 184, 185, 186, 187, 188, 191, 192, 193, 195, 196, 203
Acetatfolienabdruck 202
Aceton 127, 192
Acrylharz 23
Adler-Ätzung 135
Alkohol 29
Alkoholbasis 124
Al-Legierungen 27, 137, 138
Aluminium 114, 137, 138
Aluminiumdruckgusslegierung 47
Aluminiumfolie 98
Aluminiumoxidkeramik 107
Aluminiumoxyd 80
Ammoniaklösung 103
Anätzung (Grauguss) 197
Anätzung (Messing) 197
An-/Dünnschliffe 166
Anhaftung 70
Anode 27, 28
Anpressdruck 112, 116, 167
Anschliffpräparation 101, 173, 174, 175, 176
Antihaftmittel 70
Aquaplaning 114
Arbeitsscheibe 112
Archäo-Materialographie 205
Artefaktbildung 43, 206
Artefakte 31, 43, 184
Ätzen 22, 27, 28, 29, 32, 34, 36, 37, 57, 91, 125, 161, 179
Ätzerscheinungen 121
Ätzmittel 101, 154, 156, 198
Ätzrezepte 198
Ätztechniken 129
Ätzverfahren 29
Ätzzange 160
Aufdampfen 29
Aufkleben 167, 175
Aufkohlungen 135
Aufkohlungszone 44
Auflicht-Betrachtung 173
Aufsatzmikroskop 179
Aufschmelzungen 62
Aufwölbung 71
Ausbrüche 24, 28, 55, 60, 98, 100, 108, 208
Aushärtetemperatur 96
Aushärtezeit 61
Ausscheidungen 157
Austenit 117, 202
Automatenstahl 131, 201

B

Bakern 27, 140
Bandsägen 32, 37, 46
Baumannabdruck 129, 130
Baumwolltuch 107
Bauteilmaterialographie 179, 190
Bechet-Beaujard 150
Bedampfen 187
Beilby-Schicht 115
Beulen 70
Bindung 17, 45
BIO-Warmeinbettmittel 22
Bläschen 87, 191, 192, 194
Blasenfreiheit 20
Blei 123
Borcarbid 16
Brandflecken 18
Bronze 135, 176
Bronzefibel 207, 208

C

CFK 108
Chemiefaserpoliertuch 108, 114
Chemische Beständigkeit 20
chemische Rückstände 121
Chemisches Ätzen 29
Chromkarbid 200
CrNi-Stahl 117

D

Dampfdruck 24
Deckschicht 28
Diallylphthalat 57, 63, 64
Diamant 16, 26, 56, 113, 170
Diamantpaste 184
Diamantpoliermittel 119
Diamant-Schleifscheibe 25, 175
Diamantsuspension 25, 26, 40, 57. 103, 105, 107, 108, 114, 118, 123, 124, 174
Diamanttrennscheibe 16, 52, 56
Dix-Keller 139
Drähte 93, 94
Drahterodieren 32, 36, 40
Druck 91, 97, 119
Druckinfiltrieren 79, 89
Drucktopf 72
Dunkelfeld 29, 74, 118, 174
Dünnschliff 165, 166, 168, 173, 174, 175, 176
Dünnschliff-Handprobenhalter 168
Dünnschliffpräparation 165, 174, 175, 176
Dünnschnitte 171, 173
Dünnschnittherstellung 172
Dünnschnitttechnik 166, 170
Durchlicht-Betrachtung 173
Durchlichtmikroskopie 170
Durchlichtobjektiven 166
Duroplaste 21, 57, 61, 65, 70, 101

E

Edelstahl 160
Eigenfarbe 201
Einbetten 20, 54, 57
Einbettform 23, 81, 85
Einbetthilfe 97
Einbettmasse 20, 28, 161
Einbettmittel 21, 23, 24, 61, 79
Einbettzeit 71
Eindeckmedium 166, 171
Einfärben 81
Einsatzhärtetiefen 135
Einschlüsse 155
Eintauchen 194
Einzelandruck 116
Eisen 84, 144, 176
Eisenlegierung 206
Eisenlegierungen 144
Eisenoxyd 174, 176
Eisenschlacke 208, 211
Eisessig 124
elektrische Leitfähigkeit 84
elektrisch leitendes Warmeinbettmittel 161
Elektrolyte 27, 117
elektrolytisch ätzen 160
Elektrolytische Probenpräparation 27
elektrolytisches Polieren 32, 34, 36, 37, 38, 84, 161, 162
Elektrolytisches Polieren 27, 31, 39
elektronische Bauteile 50
Elektropolieren 27, 28, 117
Endpolieren 25, 27, 73, 103, 118, 127, 173, 174
Endpoliermittel 108, 121
Endpoliertuch 118, 121
Entkohlung 158
Epoxidharz 22, 23, 24, 48, 49, 50, 51, 52, 54, 57, 60, 80, 81, 82, 86, 87, 88, 97, 111, 122, 167, 173
Erze 205
Ethanol 29
eutektische Zellen 136
Exsikkatoren 29, 124
Externes Ätzen 27

F

Fahrschnitt 19
falsche Porosität 47
Falten 192, 194
Farbätzen 29, 156, 157
Farbaufbau 174
Farbpasten 81
Farbschichten 29, 174
Fasern 93
Faserverlauf 132
Fehlinterpretationen 31
Feinkornbaustählen 130
Feinschleifen 25, 40, 103, 183
Feinschleifscheibe 25, 40, 105
Ferrit 118, 199, 200, 201, 202
Ferritkörner 118, 206
Ferrits 207
Feuchtigkeit 65, 85
Fixierbad 130
Fixieren 50, 98
Fixierhilfen 94
Fixierpaste 78
Fixierung 95
Fließeigenschaften 90

Fließlinien 175
Fließrichtungen 173
floriges Poliertuch 109
Fluoreszenz 29
Fluoreszenzfarbstoff 60, 72, 74, 80, 82
Fluoreszenzmiskroskopie 23
Folien 97
Folienabdruck 197, 199, 200, 201
Folienummantelung 98
Fotopapier 130
Fremdmaterial 120
Füllstoffe 22, 60, 84, 161, 171

G

geflockte Kunststoffe 26
Gefüge 28, 40, 46
Gefügeartefakt 158
Gefügeauswertung 31
Gefügephasen 157
Gefügestruktur 47, 184
Gefügeuntersuchung 58
Gefügeveränderung 45
Gefügeverformungen 117
Gegenelektrode 27
geschäumte Kunststoffe 26
Gießener Format 165, 167, 173
Gießharze 101
Gitterstruktur 29
Glas 205
Glasobjektträger 165, 167, 171, 173, 175
globularer Graphit 199
Goldbedampfung 186, 187
Graphit 84
Graphitfasern 108
Graphitlamellen 202
Graphitpartikel 173
Gratbildung 53, 89
Grauguss 136, 154

H

Hafnium 107
Handprobenhalter 173
Härte 44
harte Phasen 115
Härteprüfung 24, 38, 39, 189
Härter 87
Härteunterschied 44
Hartmetalle 16, 61, 170
Hartmetallmesser 171
Hartmetall-Wendeschneidplatten 58
Harz 87
Hellfeld 206
Herauslösen 88, 91
Heyn-Ätzung 134
hochlegierte Stähle 160
Hohlräume 48, 51, 76, 77, 89
Hufeisen 206, 211

I

Imprägnieren 24
Infiltration 52, 72, 79
Infiltrationszeit 60
Interferenzkontrast 29
Interferenzschichten 29
interkristallin 157

K

Kalling1 149
Kalling2 149
Kalteinbetten 20, 52, 57, 61, 72, 93
Kalteinbettmittel 22, 23, 60, 76, 77, 78, 84, 85, 90, 91
Kalteinbettung 89, 211
kalteingebettet 46
kalteingebettete Probe 62
Kaltverfestigung 117
Kantenabrundung 64, 66, 104, 208
Kantenschärfe 22, 27
Kappschnitt 19
Karbide 202
Karnaubawachs 123
Kathode 27
Keller 152, 153
Keramik 24, 25, 29, 50, 56, 104, 165, 175, 205
Kernhärte 31, 33, 36, 37, 39
Kerzenwachs 123
Klammer 98
Klebeband 93, 125, 127
Klebepad 79, 95, 97
Klebepresse 173
Kleber 175
Klebeverbindung 61
Klebstreifen 127
Kleinlasthärteprüfung 44
kohlefaserverstärkte Kunststoffe 108
Kohlenstoffstähle 16, 121, 174
Kometenschweif 115
Kontrastieren 28

Kornflächenätzung 136
Korngrenzen 157
Korngröße 58
Kornstruktur 58
Korrekturabdruckmassen 181
Korrosionsprodukte 182
Korrosionsschichten 176
Korrosionsschutzmittel 16, 18
Korund 16
Korundscheibe 16
Kratzer 91, 208
Kratzerbildung 89
Kristallorientierung 157
Kristallseigerung 133
Kroll 140, 152
Kühlung 16, 18, 43, 44, 45, 48, 55
Kühlwasser 18
Kunstharze 23
Kunstseide 26
Kunstseidentuch 40, 175
Kunststoffe 49, 53, 57, 61, 62, 165, 175
Kunststoffgriff 53
Kunststoffummantelung 49
Kunststoffverbundwerkstoffe 53
Kupfer 84, 104, 107, 141, 142
Kupferammoniumchlorid 202
Kupferdrähte 48, 51
Kupferdrähten 109
Kupferlegierungen 141, 142
Kupferoxidul 176
Kupferrohr 99

L

Lack 83
Lackschicht 109
lamellarer Perlit 199, 201
Längsschliff 93, 94, 95
Läppscheibe 105
Laserschneideanlage 34
Laserschneiden 31, 32, 34
Leitende Phenolharze 22
Lichtenegger und Bloech 148
Lichthärten des Einbetten 23
Lichtmikroskop 28, 207
Lichtreflexion 185
Lubrikant 114
Luftbläschen 72, 74
Luftblasen 191, 199
Lufteinschlüsse 165

M

Magnetträger 25
Magnetwerkstoffe 50
Makrobereich 182
Makroskopische Ätzverfahren 129
Makrostruktur 142
Mangansulfid 201
Materialabtrag 24, 26
materialographische Probenpräparation 43
mechanische Probenentnahmeverfahren 31
Mechanische Probenpräparation 24
Mehrschicht-Kunststoffkarte 171
Melaminharze 22, 57
Messing 103
Messinglegierungen 135
Metall 61
Metallpartikel 161
Methylmethacrylate 57
Mikrogefüge 122
Mikroglasperlen 84
Mikrohärteprüfung 31
Mikroskop 28, 55
Mikroskopiertechnik 168
Mikrostruktur 28, 46, 107, 174
Mikrotom 170
Mikrotomie 166
mobile Mikroskopie 184
Monokristalline Diamanten 26, 103

N

Nasstrennschleifen 15, 32, 38, 40, 43, 46, 48
Nasstrennschleifmaschine 47
Nasstrennschleifscheibe 17, 18, 49, 53
Naturstoffe 165
Neopren 121, 174
Neopren-Poliertuch 107, 173
Ni-Basislegierungen 16
Nichteisenmetalle 49, 53
nichtmetallischen Einschlüsse 115
Nickel 84, 102, 103
Nickelschicht 103
Niederschlagätzen 29
Nital 146, 159, 174, 199, 200, 201, 211
Nitrierschicht 25, 98, 99, 100, 110, 200

O

Oberfläche 38
Oberflächenabdruck 184

Oberflächenbeschichtung 58, 59
Oberflächenerwärmung 45
Oberflächenhärte 31, 33, 35, 36, 37, 39
Oberflächenschädigung 40
Oberflächenstruktur 36
Oberflächenuntersuchung 179
Oberhoffer-Ätzung 132
Objektträger 168
Ofenaushärtung 87
Optisches Ätzen 29
Oszillationsschnitt 19
Oxidationszone 176, 202
Oxide 119, 202
Oxidpolieren 25, 26, 103
Oxidpoliermittel 72, 106, 107, 118
Oxidschicht 157, 176

P

Papier 119
Paraffin 73
Passivschicht 160
Penceleffekt 116
Perchlor-Säure 27
Perlit 200, 201
Phasenkontrast 29
Phenolharz 22, 57, 71
Phosphorseigerungen 132, 133
pH-Wert 26
Physikalische Ätzmethoden 29
Pickel 114
Pikral 147
Planheit 25, 26
Planschleifen 25
Plasmaschneiden 31, 32
Plasmaspritzschichten 55, 60, 68, 69
Polarisation 176
polarisiertes Licht 29
Polierabtrag 114
Polierdynamik 112, 113, 115, 116
Polierefekt 90
Polieren 22, 24, 25, 26, 27, 28, 40, 47, 50, 57, 113, 115, 116, 117, 119, 161, 179, 184
Poliermaske 161
Poliermittel 20, 25, 26
Polierparameter 117
Polierrezept 27
Polierrichtung 115
Polierscheiben 26
Polierstufe 28
Poliersuspension 91
Poliertücher 26, 90, 91, 184
Poliertuchoberfläche 114
Poliervorgang 27
Polyesterharz 23, 57
Polykristalline Diamanten 26, 105, 124
Polymerfasern 93
Polymerisation 23
Polyurethane 57
Poren 23, 24, 52, 60, 64, 70, 74, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 115, 125, 175, 200, 211
Porenbildung 90
Porendeckel 127
Poröse Materialien 24, 52, 60
Poröse Proben 52
Porosität 24, 47, 55
Porositätsbestimmung 62
Porzellan 209, 211
Positionierung 112
Präparation 24, 47, 51, 53, 57, 61, 62
Präparationsmethoden 28
Präparationsöl 123
Präparationstechnik 28
Präparationszeit 40
Präparieren 62
Präzisionstrennen 32, 39, 40
Präzisionstrennmaschine 31, 40, 55
Pressstempel 70
Primärkristallisation 132
Proben 88
Probenbewegung 119
Probenentnahme 31, 43, 44, 46, 57
Probenerwärmung 27
Probenfixierung 93, 98
Probenhalter 55, 112
Probenmaterial 26
Probenoberfläche 29, 34, 127
Probenpräparation 43, 50, 54, 55

Q

Quarzmehl 84
Querrisse 100
Querschliff 33, 35, 37, 93, 94, 95

R

Randentkohlung 25, 158, 159
Randschärfe 28
Rattermarke 90
Rauigkeit 31

Reflexion 188
Reibung 43
Reibungswärme 44, 48, 49
Reinaluminium 138
Reinheitsgrad 131
Reinigen 28, 57, 126
Reinzinnprobe 58
Reißen 193
Relief 207
Reliefbildung 28, 208
Replica-Technik 180, 182
Rissbildung 55, 59, 66, 70
Risse 23, 24, 55, 57, 58, 59, 60, 61, 65, 79, 80, 81, 82, 83, 99, 111, 125, 157, 209
Rissnetzwerk 32
Rohrleitung 182
Rotationschnitt 19

S

Sägen 46, 47, 48
Salpetersäure 31
Samttuch 124
Schaumstoffe 96, 97
Scherkräfte 167
Schichtaufbau 92
Schichten 102
Schlacken 205
Schleifdruck 115
Schleifdynamik 112, 113, 116
Schleifen 24, 25, 27, 50, 113, 115, 116, 117, 179, 189
Schleifgrübchen 190
Schleifkorn 90
Schleifmittel 20, 25, 40
Schleifmittelreste 90
Schleifparameter 117
Schleifpartikel 24
Schleifrichtung 110, 115
Schleifstufen 25, 28, 91
Schliff 28, 29
Schliffdicke 166
Schliffoberfläche 28
Schmieren 208
Schmierfilm 119
Schmiermittel 25, 26, 27, 57, 105, 108, 184
Schmiermittelviskosität 27
Schmutz 125
Schmutzkante 103
Schmutzpartikel 126
Schneeballeffekt 71
Schneidewinkel 170
Schneidkorn 18
Schrumpfen 86
Schrumpfspalte 70
Schrumpfung 22, 23, 194
Schutzlack 29
Schwarzweiß-Verbindungen 135
Schwefelnachweis 129
Schwefelseigerungen 132
Schweißnähte 130, 135, 182
Schweißverbindungen 77
Seide 26
Seidentücher 108, 109, 174
Seigerungen 157
Sekundenkleber 93
SFZ-Halter 188
SiC-Papier 25, 47
Silber 102
Silberlot 109
Silikate 202
Silikonabdruckmasse 185, 202
Silikonmasse 181
Siliziumcarbid 16
Siliziumdioxid 26, 174
Siliziumkarbidpartikel 119
Sinterwerkstoffe 24, 60
Sonderkeramiken 107
Spaltbildung 62, 66, 90
Spalten 28, 60, 61, 77, 78, 85
Spanbildung 91
Späne 111
Spannungskurve 27
Sperrschicht 161
Sphäroguss 199
Sphärolithen 154, 202
Spiegelfolie 187
Spritzschichten 24, 92
Sputtern 29, 185, 188
Stahl 25, 145
Stahl C15 – 200
Stahl CK 45 199
Stickstoffnadeln im Ferrit 200
Stoßelastizität 27, 108, 109, 119
Stromdichtekurve 27
Struktur 34
Sulfide 202

T

Temperaturverteilung 71
Thermische Probenentnahmeverfahren 31, 40
thermisches Ätzen 29
thermische Spannungen 71
Thermoplaste 21, 22, 57, 63, 71, 101
Titan 113, 152
Titanlegierungen 152
Titanoxid 29
Titanwerkstoffe 27
Tonscherbe 209, 211
Topfzeit 22, 79, 89
Trennen 36, 43, 44, 48, 50, 52, 53, 55
Trennerwärmung 189
Trenngrat 85
Trennscheibe 15, 16, 17, 19, 31, 44, 45, 48, 49, 53, 55, 56
Trennscheibenbruch 50
Trennschnitt 50
Trennvorschub 44
Trockenschleifen 119
Trocknungsmittel 29
Tuchoberfläche 114, 121

U

Ultraschallbad 28
Ultraschallreinigung 125
Umdrehungsgeschwindigkeit 112
UV-aushärtbare Abdruckmasse 202
UV-Licht 23, 78
UV-lichthärtenden, transparenten Kalteinbettmittel 171
UV-lichthärtender Fixierungspaste 95

V

V2A-Beize 147
Vakuum 24, 48, 50, 52, 80, 211
Vakuumimprägnierung 23, 52
Vakuuminfiltration 48, 60, 72, 79, 80, 90, 96, 167
Vakuuminfiltrationsgerät 85
Verbrauchsmaterial 48
Verbundphasen 165
Verbundstahlschiene 211
Verbundwerkstoffe 61, 104, 105, 166, 172, 175
Verformung 25, 37, 38, 46, 48, 58, 113, 117, 123, 170, 207, 208
Verformungsinhomogenitäten 29
Verformungsschicht 27, 115, 118
Vergütungsgefüge 200
Vergütungsstahl 155
Verklebungen 175
Vernickelung 100
Verrutschen 192
Verschmierung 50, 104, 170
Verschmutzungen 89
verzinkte Bauteilen 158
Vibrationspolieren 122
Vilella 148
Viskosität 20, 24
Vorschleifen 104, 115, 183
Vorschub 45, 55

W

Wachs 62, 72, 74, 123
Wachsbadbehandlung 76, 85
Wachsimprägnierung 76
Wachsinfiltration 74
Wahres Gefüge 24, 31, 47, 48
Wärmeeinflusszone 35
Wärmeeinflusszonen 35, 173
Wärmeentwicklung 43
Warmeinbetten 20, 21, 57, 58, 59, 60, 61, 70, 71
Warmeinbettmittel 22, 44, 57, 58, 60, 61, 62, 64
Warmeinbettpresse 21, 58, 70
Warmeinbettung 63, 71
Wasserstoffperoxyd 103, 124
Wattebausch 28
Weck 153
Werkzeugstahl 170
Wollgewebe 26

Z

Zellgrößen 96
Zellulose 171
Zielpräparation 22
Zink 158
Zinkdruckguss 61
Zinkdruckgussstab 53
Zinkschicht 158, 159
Zinkselenid 29
Zinnschicht 207
Zirkonium 107
Zwillingsstreifen 206

Um feste Werkstoffe bzw. Materialien makroskopisch oder mikroskopisch untersuchen zu können, müssen sie sachgerecht materialographisch präpariert werden.

Das Buch enthält hierzu eine Einführung mit detaillierter Beschreibung der einzelnen Präparationsstufen. Problemlösungen sowie zahlreiche weitere Hilfen bei der Anwendung werden ausführlich beschrieben.

Allen, die sich mit dieser Thematik befassen, soll hiermit ein umfassender Leitfaden an die Hand gegeben werden:

- Einerseits durch eine Behandlung sämtlicher Themen und Arbeitsstufen im Ablauf
- Anderseits durch eine ausführliche Darstellung von häufig vorkommenden Fehlern. Dies stellt die artefaktfreie Wiedergabe des Gefüges sicher, das nachfolgend zu analysieren ist.
- Ferner wird ein kleiner Einblick vermittelt, welche Regeln sowie physikalische und chemische Gesetze im Hintergrund stehen.
- Zudem werden einige Sonderformen der materialographischen Präparation vorgestellt.

Der systematische Aufbau mit umfassend fotografisch dokumentierten Beispielen eignet sich ideal sowohl für Einsteiger als auch für erfahrene Anwender, die eine bestimmte Präparationstechnik erlernen oder nachschlagen möchten.

Die jahrzehntelange Erfahrung des Autors schlägt sich weiterhin nieder in zahlreichen Tipps und Tricks, die sich auch für versierte Praktiker als nützlich erweisen – insbesondere bei der Bearbeitung von komplexen oder nicht alltäglichen Prüfobjekten.

ISBN: 978-3-9816824-0-3