

Lehrstuhl für Materialwissenschaft

Institut für Materialwissenschaft und Werkstofftechnologie (IMT)

FSU Jena

GW 4: Gefügepräparation und Ätztechnik

Versuchsziel

Im Praktikum wird die Gefügepräparation am Beispiel verschiedener Stähle dargestellt. Es ist das Ziel, verschiedene Präparationstechniken kennenzulernen, und durch eine geeignete Ätztechnik das Gefüge des Werkstoffs so zu kontrastieren, daß es lichtmikroskopisch untersucht werden kann.

Grundlagen

Die Metallographie ist eine werkstoffkundliche Untersuchungsmethode, die zum Zwecke einer quantitativen oder qualitativen Beschreibung, das Gefüge optisch untersucht. Dabei ist es von großer Bedeutung, die Oberflächen der Proben richtig zu behandeln, da ohne eine einwandfreie Präparation die Ergebnisse einer Gefügeuntersuchung immer in Frage zu stellen sind. Daraus ergibt sich, daß eine geeignete Präparation die Gefügestruktur der Probe nicht bzw. nur geringfügig beeinflussen darf.

Schleifen und Polieren

Nach einer geeigneten Probennahme und der Einbettung der Proben, müssen diese geschliffen und poliert werden. Die Herstellung einer ebenen Oberfläche ist von großer Wichtigkeit, da jeder weitere daran anschließende Präparationsschritt entscheidend von deren Güte abhängt.

Schleifen und Polieren sind Verfahren zum Abtrag vom Werkstoff. Sie lassen sich in drei prinzipielle Arten unterscheiden:

- mechanischer
- chemischer
- elektrochemischer Abtrag

GW 4: Gefügepräparation und Ätztechnik

Das Praktikum beschäftigt sich vornehmlich mit dem mechanischen Schleifen und Polieren. Bei dieser Verfahrensweise wird das Material aufgrund der Schneidwirkung von Schleif- und Poliermittel in Form von Spänen aus der Oberfläche herausgeschnitten.

Die durch den Bearbeitungsprozess entstehenden Kratzer und Deformationen der Oberfläche werden Stufe um Stufe, durch Verwendung immer kleinerer Körnungen, eingeebnet. Dadurch wird die Gesamttiefe der gestörten Oberflächenschicht erniedrigt.

Neben dem spanenden Abtrag ist auch eine Materialbewegung durch plastisches Fließen zu beobachten. Dies führt, insbesondere beim Polieren, zu einem unerwünschten Effekt: der Entstehung von Verschmierungen, welche bewirken können, daß die Oberfläche stark verfälscht wird.

Die Schmierschicht ist durch eine geeignete Wahl der Polierparameter zu vermeiden oder durch eine zweite chemische/elektrolytische Politur zu entfernen.

Die wichtigsten Schleifparameter sind:

verw. Schleif-/Poliermittel	verw. Schleif-/Polierunterlage
Zeit	Schleif-/Polierbewegungen
Druck	umgebende Medien
Geschwindigkeit	individuelle Handhabung

Die Vielzahl verschiedener Parameter, die sich gegenseitig beeinflussen, führt dazu, daß eine Oberfläche von hoher Qualität i.a. nur von sehr geübten Personen hergestellt werden kann, da die Parameter nur sehr schwer beherrschbar sind und für jede Probe neu festgelegt werden müssen.

Ätzen

Im allgemeinen zeigt eine fertig polierte Schlifffläche kein Gefüge, da das einfallende Licht nahezu gleichmäßig reflektiert wird. Die Reflexionsunterschiede liegen unterhalb der Grenze des menschlichen Wahrnehmungsvermögens von ca.10%. Aus diesem Grund muß die Schlifffläche durch geeignete Verfahren kontrastiert werden, was in der Praxis im allgemeinen als „Ätzen“ bezeichnet wird

Die Ätztechnik kennt ebenfalls verschiedene grundsätzliche Methoden der Gefügekontrastierung:

- chemisch z.B - Lösungsätzen
- Farbätzen

GW 4: Gefügepräparation und Ätztechnik

- physikalisch z.B. - Interferenzschichtenbildung
- Thermisches Ätzen
- optisch z.B. - Hell-/Dunkelfeld
- Polarisierung

Je nach genutzter Ätztechnik ist es möglich verschiedene Gefügebestandteile sichtbar zu machen.

Im Praktikum wird am Beispiel des Lösungsätzens die Kontrastierung verdeutlicht.

Bei dieser klassischen Methode wirkt das Ätzmittel ohne äußere Stromzufuhr auf die Probe ein und bewirkt einen Materialabtrag. Dabei wird zwischen Kornflächenätzung und Korngrenzenätzung unterschieden.

Beim Farbätzen geht der Werkstoff an der Schliiffläche zunächst in Lösung, und schlägt sich dann, nach einer Reaktion mit Bestandteilen des Ätzmittels zu einer unlöslichen Verbindung, wieder am Werkstoff nieder. Es entstehen interferierende oder farbige Schichten die detektiert werden können.

Das thermische Ätzen, d.h. das Wärmebehandeln einer Probe, wird vor allem bei Keramiken angewandt. Hier werden Grenzflächenungleichgewichte ausgenutzt. Ziel ist es die Körner oder unterschiedliche Phasen sichtbar zu machen. Aus energetischen Gründen stellt sich an einer die Oberfläche schneidende Korngrenze ein Gleichgewicht zwischen der Korngrenzenergie und der Oberflächenenergie ein. Wird die Aktivierungsenergie zur Diffusion hinzugeführt (Wärmebehandlung) ergibt sich ein charakteristischer Gleichgewichtswinkel an der Korngrenze. Auf diese Weise können Korn- und Phasengrenzen sichtbar gemacht werden. Es ist bei dieser Methode darauf zu achten, daß sich durch die Wärmebehandlung möglichst keine Gefügeänderung, wie z.B. Kornwachstum ergibt.

Daraus ergibt sich, daß vor der Untersuchung einer Probe zuerst festgelegt werden muß, was untersucht werden soll und sich erst daraus eine geeignete Präparationsweise festlegen läßt. (⇒Versuchsplanung).

Verwendete Geräte und Materialien

Verwendete Proben: C15
C35
C45 GGL
C60

Schleifmaschine: Metasinex
zwei Schleifteller mit einer Drehzahl von
350 U/min und Wasserkühlung

GW 4: Gefügepräparation und Ätztechnik

Schleifmittel:	SiC-Papier, naß - P 80, P 320, P 500
Poliermaschine:	Phoenix 4000 Polierteller mit einstellbarer Drehzahl
Poliermittel:	Monokristalline Diamantsuspension auf Wasserbasis, Korngrößen 15 µm, 9 µm, 6 µm, 3 µm, 1 µm, Final
Ätzlösung:	2% HNO ₃ in Isopropylalkohol
Mikroskop:	Leica DM R

Versuchsdurchführung

Jeder Teilnehmer erhält eine Probe, die im Laufe des Praktikums präpariert werden soll. Die weiteren Proben werden geschliffen und poliert für die weiteren Untersuchungen zur Verfügung gestellt.

Die Proben werden zuerst geschliffen. Es ist darauf zu achten, daß die Proben zwischen den einzelnen Schleifstufen sehr gut gesäubert werden.

Beim anschließenden Polieren ist auf die richtige Menge des Poliermittels zu achten. Bei der Verwendung von zu viel Poliermittel tritt „Aquaplaning“ ein, d.h. kein Materialabtrag. Bei zu wenig läuft die Probe „trocken“. Ebenfalls ist auf den Anpreßdruck zu achten. Nach dem Polieren sind die Proben gut zu reinigen.

Die Proben werden zum Ätzen mehrere Sekunden mit einer Zange in die Ätzlösung gehalten und dabei geschwenkt (Dokumentation der Ätzzeit). Direkt danach sind sie mit Alkohol zu spülen und im Luftstrom zu trocknen. Die Verweilzeit in der Ätzlösung ist von der verwendeten Probe abhängig. Sie sollte jedoch, um eine Vergleichbarkeit zu gewährleisten, konstant gehalten werden.

Das entstehende Gefüge der Proben wird unter dem Mikroskop verglichen. Es sind Aufnahmen der verschiedenen Gefüge anzufertigen.

GW 4: Gefügepräparation und Ätztechnik

Auswertung

Das Praktikum ist mit einem Protokoll, welches

- die Versuchsdurchführung
- sowie die Diskussion der Ergebnisse

beinhaltet, abzuschließen.

Besonderer Schwerpunkt ist dabei auf der Bewertung der Politur und der Ätzqualität in Funktion des C-Gehaltes zu legen. Die Aussagen sind anhand von Aufnahmen zu belegen. Die Proben sind in einem Eisen-Kohlenstoff-Diagramm einzuordnen

Literatur

- Herman Schumann: „Metallographie“, Wiley-VCH Verlag, 1991
- Günter Petzow: „Ätzen“; 6. Auflage; Gebr. Bornträger; Berlin, Stuttgart; 1994

Fragen

- Wie beeinflusst die Wahl der Partikelgröße der Schleif- und Poliermittel die Oberflächenrauigkeit?
- Welche Regel leitet sich daraus ab?
- Welche Materialien werden als Schneidstoffe genutzt, und warum?
- Wie funktionieren prinzipiell die einzelnen Schleif-/Polierverfahren?
- Welchen Einfluß haben die einzelnen Schleifparameter?
- Was ist das grundsätzliche Wirkprinzip des Ätzens?
- Welche Ätztechniken gibt es, und wie unterscheiden sie sich?