

Laborprotokoll

der LVA

Chemische Technologie Anorganischer Stoffe (161.006)

zum Thema:

Metallographie

Betreuender Assistent

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Roland **Haubner**

Datum: 26.11.2009

Verfasser: SVATUNEK Dennis, 0725292

Gruppenpartner: Felix BIEGGER

Hermine SCHMIDTBAUER

Christian WEISSENSTEINER

1. Übungsziel

Ziel der Übung Metallographie war es mit Grundbegriffen der Metallographie vertraut zu werden, Phasendiagramme interpretieren zu lernen und auch das praktische Arbeiten der Metallographie zu erlernen.

2. Einführung

Metallographie, ein Teilgebiet der Materialographie, beschäftigt sich damit Informationen zum Aufbau von Metallen zu ermitteln. Hierbei können auch chemische und mechanische Eigenschaften festgestellt werden.

3. Probenvorbereitung

Um eine Metallische Probe Metallographisch untersuchen zu können muss sie zuerst präpariert werden. Dazu sind mehrere Schritte nötig allerdings muss darauf geachtet werden, dass das Gefüge während der Behandlung nicht verändert wird. Zuerst wird die Probe zerkleinert um ein Handliches Stück zu erhalten. Dies geschieht meist mit einer Diamanttrennscheibe oder auch einer Trennscheibe aus kubischen Bornitrid welches zum Bearbeiten von etwa Stahlproben besser geeignet ist. Anschließend werden kleine Proben in Kunststoffe eingebettet um eine bessere Handhabung zu gewährleisten. Dies kann entweder über Warmeinbettung z.B. in Bakelit oder über Kalteinbettung z.B. in Epoxidharze geschehen. Warmeinbettung hat den Vorteil, dass die Einbettung nur wenige Minuten dauert, allerdings wird die Probe Temperaturen von um die 200°C ausgesetzt, die Kalteinbettung erfolgt bei Raumtemperatur und ist hier wesentlich schonender, auch ist das Harz oft farblos welches ein gezielteres Bearbeiten ermöglicht, allerdings ist die Aushärtedauer sehr viel länger. Nach dem Einbetten wird die Probenoberfläche präpariert. Dies erfolgt über Schleifen bzw. Läppen und Polieren. Ziel dieser Verfahren ist es eine möglichst glatte, kratzerfreie und gleichmäßig ebene Oberfläche zu erhalten.

Beim Schleifen sitzen die Schleifkörner fest auf einer Unterlage. Das Material wird bei relativ geringer Verformung durch Spanerzeugung abgetragen.

Beim Läppen sitzen die Schleifkörner nicht fest und überqueren frei rollend die Probenoberfläche. Dabei wird das Probenmaterial aus der Oberfläche heraus gehämmert. Polieren kann über beide Arten erfolgen, hierbei wird jedoch kein Material mehr merklich abgetragen sondern nur die Oberfläche geglättet. Eine weitere Methode zum polieren von Proben ist das Elektropolieren. Hierbei wird das metallische Werkstück als Anode in einer elektrochemischen Zelle geschaltet. Der Elektrolyt wird speziell auf das Werkstück abgestimmt und es wird meist unter Gleichstrom gearbeitet. Das Polieren geschieht unter elektrochemischer Abtragung der Oberfläche, wobei Rauheitsspitzen gegenüber Rauheitstälern bevorzugt abgetragen werden. Hier ist die Abstimmung der Spannung, des Stromes, des Abstandes zwischen Anode und Kathode sowie die Wahl des Elektrolyten sehr wichtig und muss speziell auf die Probe abgestimmt werden, da sonst auch der gegenteilige

Effekt auftreten kann und die Probe aufgeraut wird. Auch muss darauf geachtet werden, dass das Gefüge nicht zerstört wird.

Anschließend kann noch ein Ätzschritt folgen, falls das Gefüge der Probe ungeätzt nicht ersichtlich ist. Hierbei werden mit verschiedensten Substanzen gezielt Anteile des Gefüges geätzt um bei der Gefügeanalyse Unterschiede deutlich zu machen.

4. Gefügeanalyse

Bei der Gefügeanalyse geht es darum die Zusammensetzung der Probe zu analysieren. Die klassische Methode erfolgt durch betrachten des Gefüges mittels Lichtmikroskopie. Bei der Metalllichtmikroskopie erfolgt die Beleuchtung durch das Objektiv auf die Probe. Werden die Proben nun im Lichtmikroskop beobachtet, gibt es verschiedene Möglichkeiten, die Gefüge sichtbar zu machen, dazu zählen Hellfeld, Dunkelfeld, Polarisation (für optisch aktive Bereiche) oder Differentialinterferenzkontrast, bei dem mit Hilfe eines Nomarski-Prismas Höhenunterschiede sichtbar gemacht werden können. Sehr leicht zu erkennen sind hier die Feinheit des Gefüges, Poren oder größere Störungen im Gefüge. Auch die mittleren Kornflächen und Korngrößen können so bestimmt werden. Mithilfe eines Phasendiagramms können aber auch, mit weiterem Hintergrundwissen, verschiedene Phasen bestimmten Zusammensetzungen zugeordnet werden.

Eine modernere Methode der Gefügeanalyse ist mittels REM. Hierbei können atomare Zusammensetzungen exakt bestimmt werden, auch Defekte auf atomarer Ebene können sichtbar gemacht werden. Dieses Verfahren ist wesentlich leistungsfähiger aber auch teurer und aufwendiger.

5. Eisen-Kohlenstoff-System

Im Weiteren soll das System des Eisen-Kohlenstoffs beschrieben werden. Dieses System ist sehr gut erforscht da es die Grundlage für sämtliche Eisen- und Stahltechnologien darstellt. Im Normalfall zeigt ein Phasendiagramm thermodynamische Gleichgewichtsbedingungen. Im Falle des Fe-C-Systems wird oft die metastabile Phase des Zementit (Fe_3C) auch eingezeichnet, da sie in realen Systemen auftritt. Lässt man sehr langsam abkühlen so bildet sich kein Zementit sondern reiner Kohlenstoff. In Abb. 1 ist dieses Phasendiagramm zu sehen.

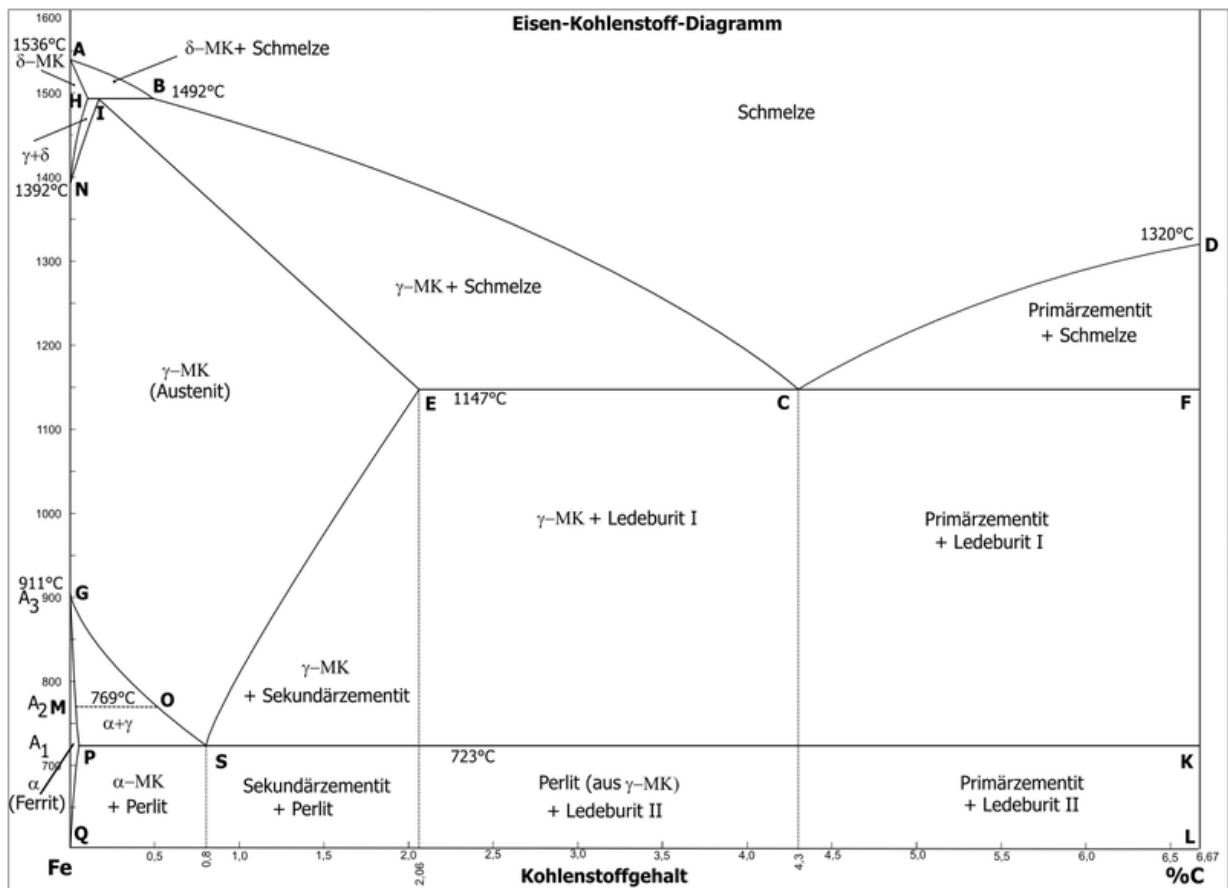


Abbildung 1 metastabiles Fe-Fe₃C-Diagramm ¹

Ein für die Stahlerzeugung wichtiger Bereich des Fe-C – Diagramms ist der eutektide Bereich im unteren linken Viertel.

Hat Stahl mehr als 900°C, so ist im Austenit vorhandenes C gelöst. Liegen hier weniger als 0,8% C vor, beginnt sich bei einer Abkühlung zuerst Ferrit, der sehr wenig C (~0,3%) enthält, abzuscheiden. Bei C-Gehalten >0,8% entsteht zuerst Zementit, der mehr C enthält.

¹ Urheber: „de:Benutzer:Eisenbeisser“ (de.wikipedia.org Benutzer)

Am eutektoiden Punkt (723°C) beginnt sich Perlit, die eutektoiden, lamellenförmige Struktur aus Ferrit und Zementit, zu bilden. Je nach Kohlenstoffgehalt liegen bei weiterem Abkühlen entweder Ferrit oder Zementit neben Perlit vor. Außer bei eutektischer Zusammensetzung, hier liegt nur Perlit vor.

Wärmebehandlung

Aufgrund von kinetischen Hemmungen bzw. Dauer von Keimbildungen, spielt die Dauer der Wärmebehandlung von Stahl eine entscheidende Rolle. So können unterschiedliche Phasen gebildet werden. Im ZTU Schaubild, welches ein isothermes Schaubild für den Austenitzerfall in einem Kohlenstoffstahl mit eutektoider Zusammensetzung darstellt, ist dies deutlich erkennbar. (Abb. 2)

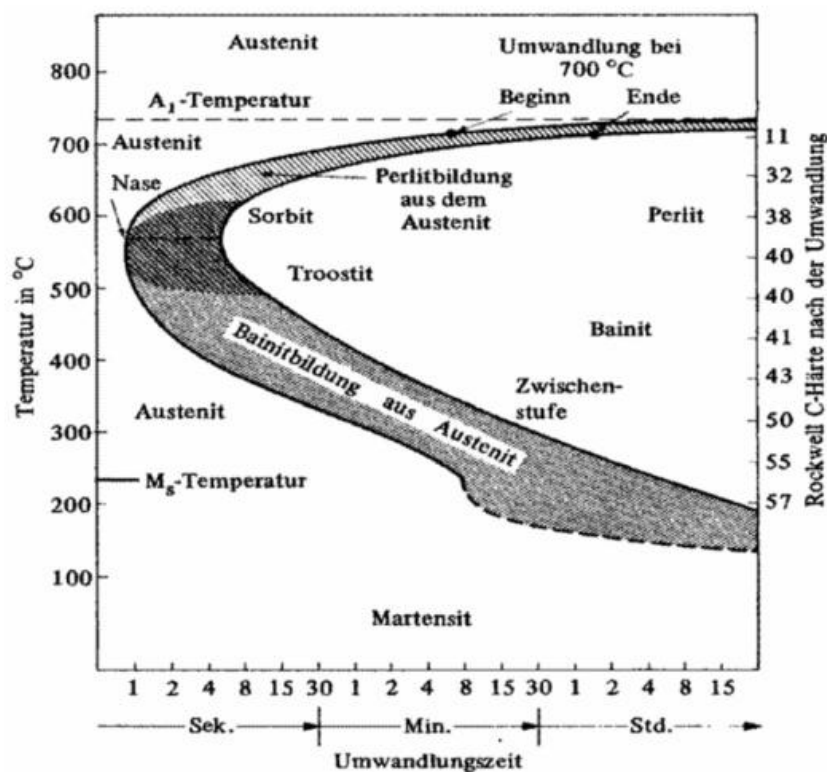


Abbildung 2 ZTU-Schaubild

Hier sieht man z.B. dass es durch sehr schnelles Abkühlen ($<1\text{ s}$) aus der Austenitphase möglich ist, eine neue, metastabile Phase, den Martensit, zu bilden. Eine entscheidende und bedeutende Eigenschaft des Martensits ist seine Härte.

Durch Glühen bei bestimmten Temperaturen kann Stahl sehr gut modifiziert werden, im Folgenden sollen die 3 wichtigsten Methoden erklärt werden.

Weichglühen

Wird der Stahl für längere Zeit bei rund 700°C geglüht, entstehen kugelige Zementitkugeln aus Perlit. Dies macht das Material weicher und somit leichter zu bearbeiten.

Normalglühen

Nach der Bearbeitung muss der Stahl im Austenitbereich geheizt werden, dabei löst sich der vorhandene Kohlenstoff wieder. Beim Abkühlen entstehen wieder Perlitlamellen, die dem Material Festigkeit verleihen.

Härten

Hierbei wird aus dem Austenitbereich schnell abgekühlt, dabei entsteht der für die gewonnene Härte verantwortliche Martensit.

6. Gefügeanalysen

Im Rahmen der Übung wurden vier Proben präpariert und analysiert. Die Proben wurden eingebettet ausgegeben und mussten noch geschliffen und poliert werden. Anschließend wurden sie unter dem Lichtmikroskop betrachtet und sowohl ungeätzt als auch geätzt analysiert.

6.1 Probe 1 „Auspuff“

Probe 1 trug den Namen „Auspuff“. Es handelte sich um eine Eisenprobe. Bei Betrachtung der ungeätzten Probe unter dem Lichtmikroskop konnten schwarze Graphitkugeln erkannt werden (Abb. 3) es handelt sich offensichtlich um einen globulären Grauguss. Dieser entsteht bei eutektoider Zusammensetzung zwischen Fe und C (etwa 4% C). Hier liegt im Eisen im Normalfall elementarer Kohlenstoff in Form von Graphitlamellen vor. Diese stellen ideale Risskeime dar und sind vom mechanischen Standpunkt aus gesehen ungünstig. Aus diesem Grund fügt man dem Material vor dem Auskristallisieren Magnesium oder Metalle der seltenen Erden zu – dies motiviert den Kohlenstoff, in Kugelform zu kristallisieren, es entsteht ein globulärer Grauguss. So hergestelltes Gusseisen ist rissfester und somit mechanisch günstiger. Während dem Auskristallisieren der Graphitkugeln diffundiert der Kohlenstoff des sie umgebenden Materials in sie hinein, an diesen Stellen entstehen Ferritzonen im Material. Die Matrix kann durch Temperatur und Abkühldauer eingestellt werden. Diese Ferritzonen können im geätzten Schliffbild (Abb 4) gesehen werden. Die helleren Flächen stellen Ferrit da, die dunkleren Perlit. Es wurde mit Nital 20 s geätzt. In Abb. 5 sieht man dieselbe Probe durch einen Polarisationsfilter. Da Graphit polarisiert kann man ihn so erkennbar machen.

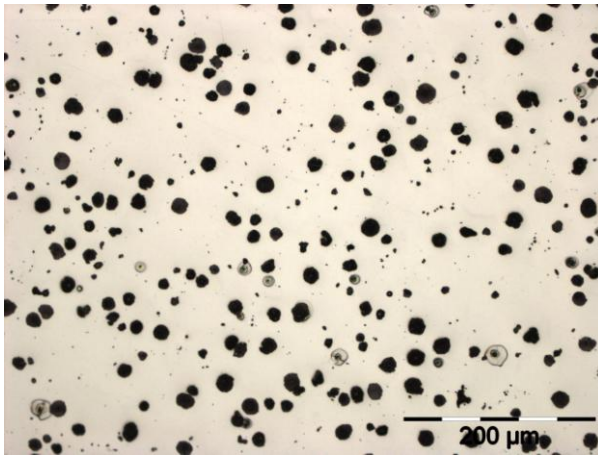


Abbildung 3 ungeätzte Probe "Auspuff",
200fache Vergrößerung

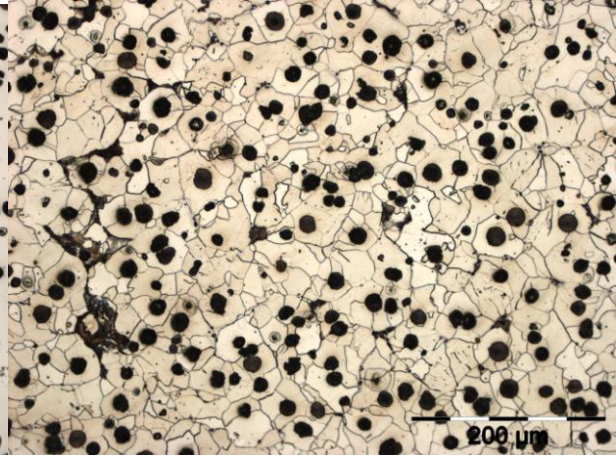


Abbildung 4 Probe "Auspuff" , 20s geätzt mit
Nital, 200fache Vergrößerung

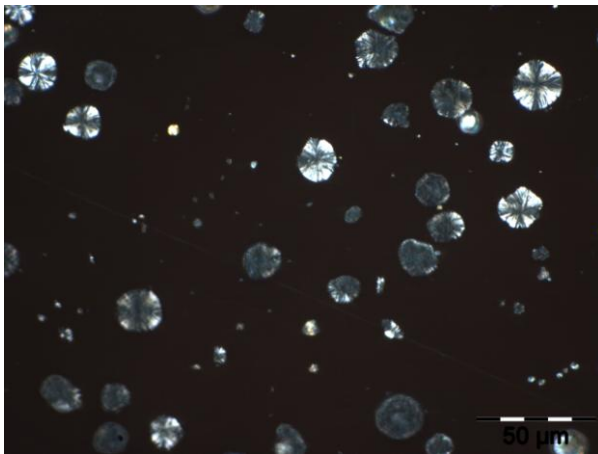


Abbildung 5 ungeätzte probe "Auspuff" mit Polarisationsfilter aufgenommen, 500fache Vergrößerung

6.2 Probe 2 „CuAl10Ni“

Diese Probe nach bestand, ihrer Bezeichnung auch zu urteilen, aus CuAl-Mischkristallen mit einem Ni-Zusatz. Das Ätzen dieser Probe gestaltete sich relativ schwierig, es wurde schlussendlich 60 s mit „Klemm“ geätzt. Bei der ungeätzten Probe (Abb 6) sieht man dunklere Punkte, diese sind höchstwahrscheinlich intermetallische Phasen. Da Cu und Ni vollständig ineinander löslich sind kann es sich hierbei nur um Al-Ni-Verbindungen oder Cu-Al-Phasen handeln. Der kupfernen Farbe nach zu urteilen ist der Anteil an Cu in der Probe sehr hoch. Bei der geätzten Probe (Abb7.) kann man sehr schön die einzelnen Kristallitgrenzen beobachten. Es sind viele Linien zu sehen, allerdings kann man nicht eindeutig erkennen ob dies Zwillingslinien oder Kratzer sind.

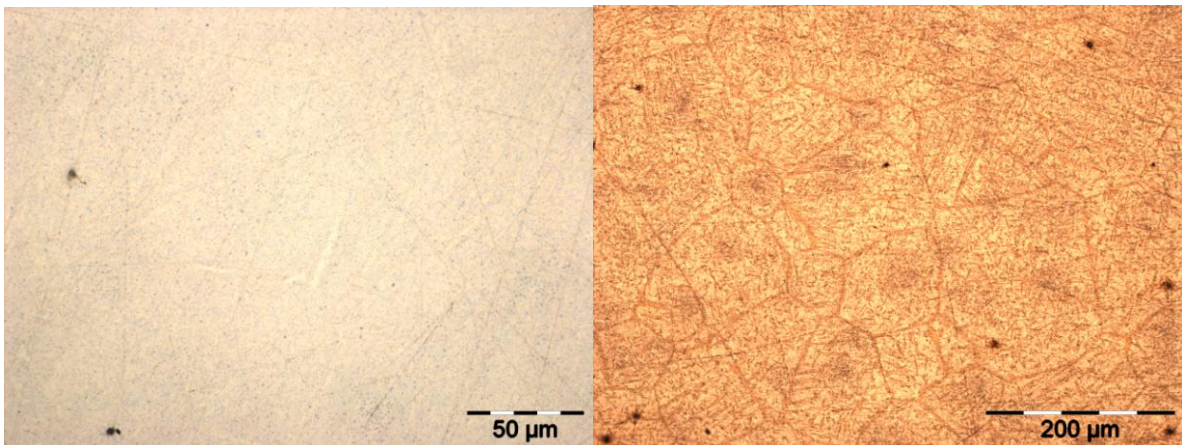


Abbildung 6 ungeätzte Probe, 500fache Vergrößerung

Abbildung 7 mit Klemm 60 s geätzte Probe, 200fache Vergrößerung

6.3 Probe 3 „S52“

Bei dieser Stahl-Probe sieht man im ungeätzten Zustand (Abb. 8) dunkle Ausscheidungen. Diese könnten aus FeO oder Mangansulfiden bestehen. Ätzt man die Probe 5 s mit Nital lässt sich ein sehr feines Gefüge erkennen. (Abb. 9) Die länglichen Körner sind wahrscheinlich Martensit. Die fein dazwischen verteilten Körner können komplexe Carbide oder Cementit sein.

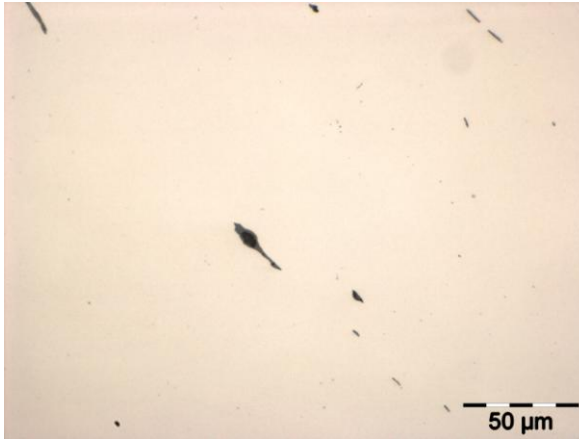


Abbildung 8 ungeätzte Probe, 500fache Vergrößerung

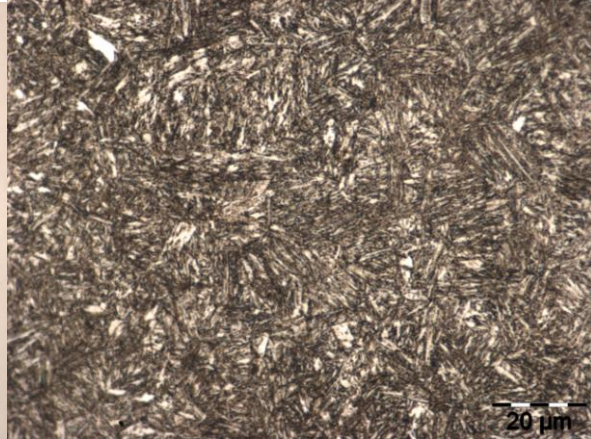


Abbildung 9 5s mit Nital geätzte Probe, 500fache Vergrößerung

6.4 Probe 4 „Silafon“

Die Probe 4 trug den Namen „Silafon“ und hatte eine übereutektische Al/Si Zusammensetzung. Im ungeätzten Zustand lässt sich das Gefüge schon sehr gut erkennen, durch ätzen 15 s mit Murakami wurden keine weiteren Details sichtbar jedoch wurde das Gefüge eindeutiger (Abb 10). Aufgrund der übereutektischen Zusammensetzung scheiden sich reine Si-Kristalle (grau) ab. Die Eutektische Zusammensetzung zerfällt in Si-Kristalle und Al-Mischkristalle (hellere Phasen). Die Keimbildung der Al-Mischkristalle findet bevorzugt an primär kristallisierten Si-Kristallen statt. Es bilden sich Dendritenförmige Strukturen aus.

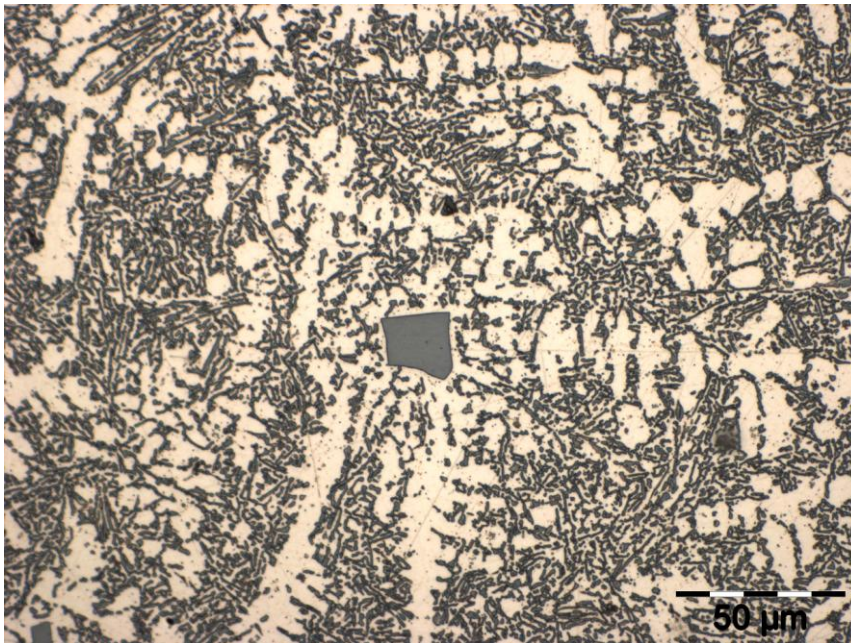


Abbildung 10 Probe 15s mit Murakami geätzt, 500fache Vergrößerung

7. Graphische Auswertung von metallographischen Kenngrößen

Die Auswerteübungen befassten sich mit der graphischen Bestimmung von Gefügekenngößen, im ersten Fall mit Hilfe des Kreisverfahrens zur Bestimmung der mittleren Kornfläche, im zweiten Fall mit Hilfe des Durchmesserverfahrens zur Bestimmung des mittleren Korndurchmessers. Zur Auswertung wurden die Gefügeabbildungen vergrößert auf einem A4 Blatt übergeben zusammen mit der Angabe des Maßstabes.

Kreisverfahren zur Kornflächenbestimmung

Hier wird ein Kreis auf die Gefügeoberfläche gelegt, die Zahl der von der Kreislinie geschnittenen Körner sowie die Anzahl der vollständig im Kreisinneen liegenden Kristallite bestimmt, und diese beiden Werte in folgende Formel eingesetzt:

F_m ... mittlere Kornfläche

F_k ... Fläche des Kreises [mm^2]

n ... von der Kreislinie geschnittene Körner

z ... Anzahl der vollständig im Kreisinneen liegenden Körner

V ... Abbildungsmaßstab

$V=125$

Es wurden $n = 40$ den Kreis schneidende Körner gezählt, dazu $z = 122$ Körner im Kreisinneen.

Kreisdurchmesser: 6 cm

Der Kreisdurchmesser betrug 2,4 mm, daraus ergab sich eine Kreisfläche von rund 0,636 mm^2 . Für die mittlere Kornfläche ergibt sich hiermit ein Wert von

$$F_m = 1216,1 \mu\text{m}^2.$$

Durchmesserverfahren zur Korngrößenbestimmung

Auf der Probenoberfläche werden mehrere parallele Linien gezogen, dann wird die Anzahl der von diesen Linien geschnittenen Kristallite gezählt, und in folgende Formel eingesetzt:

D_m ... mittlerer Korndurchmesser

L ... Länge der Linien [mm]

p ... Anzahl der Linien

z ... Anzahl der geschnittenen Kristallite (inkl. Erstem, exkl. letztem Kristall)

V ... Abbildungsmaßstab

Wiederum wurde der Abbildungsmaßstab als 1 genommen, da direkt auf die richtigen Linienlängen hin gerechnet wurde.

Anzahl der Linien: 5

Linienlänge: 94 mm

Umrechnungsmaßstab $V=125$

Es konnten $z = 104$ Kristallite gezählt werden. Daraus ergab sich für die mittlere Korngröße ein Ergebnis von

$$D_m = 36,2 \mu\text{m}$$