

Mikroskopische Methoden in der Metallografie

unter Verwendung von ZEISS Axio Observer
und ZEISS Axio Imager

Mikroskopische Methoden in der Metallografie

unter Verwendung von ZEISS Axio Observer und ZEISS Axio Imager

Autoren: Gaby Ketzler-Raichle, Dr. Timo Bernthaler,
Prof. Dr. Gerhard Schneider
*Hochschule Aalen, Institut für
Materialforschung, Deutschland*
Dr. Susanne Klerner
Carl Zeiss Microscopy GmbH, Deutschland
Andy Holwell
Carl Zeiss Microscopy Ltd, Metals Solutions

Datum: September 2018

Einführung

Das Institut für Materialforschung Aalen (IMFAA) an der Hochschule Aalen forscht an der Applikation und Weiterentwicklung von Methoden der Metallografie auf dem Gebiet funktionaler Verbundwerkstoffe, der Magnete und der Batteriematerialien. Dabei beschäftigt sich das IMFAA mit der Materialsynthese und Materialanalytik von klassischen metallischen und keramischen Werkstoffen sowie hochmodernen Funktionswerkstoffen der Energietechnik und Verbundwerkstoffen. Zu seinen Aufgaben zählen sich ändernde Proben und Anforderungen, die vielen Faktoren, welche die Fragestellung in der Forschung beeinflussen, sowie die Suche nach einer Mikroskopielösung, die auch Anforderungen in puncto Flexibilität erfüllt.

Die Kenntnisse von Gefüge, Kristallstruktur und Mikromorphologie sowie Elementzusammensetzung und -verteilung sind wesentlich für die Sicherheit von Konstruktionen und Bauelementen aller Größenordnungen, die im Maschinenbau, in der Luftfahrttechnik, im Kraftwerksbau und in der Elektrotechnik zum Einsatz kommen. Die betrachteten Strukturen, welche maßgeblich für die Eigenschaften der Werkstoffe verantwortlich zeichnen, werden immer kleiner und damit schwieriger voneinander zu unterscheiden. Die mikroskopische Prüfung ist somit Notwendigkeit und Herausforderung zugleich (Abb. 1). In vielen Fällen ist eine Kombination von Lichtmikroskop und Elektronenmikroskop notwendig, um die Strukturen eindeutig zu bestimmen. Das Auflichtmikroskop ist aber nach wie vor das Untersuchungsgerät der ersten Wahl. Die Mikrostruktur wird nach einer metallografischen Präparation mit einem konventionellen Lichtmikroskop visualisiert. Die Proben werden geschliffen, nassgeschliffen

und mit einer Diamant- oder Oxidsuspension poliert, bis sie frei von Kratzern und Verformungen sind. Danach werden sie (optional) chemisch geätzt, um bestimmte mikrostrukturelle Merkmale sichtbar zu machen. Die Strukturen werden mithilfe konventioneller Präparationsmethoden wie Ätz- und Abdruckverfahren sichtbar gemacht.



Abbildung 1 Gefügeanalyse an Makroschliffen größerer NE-Gussbauteile. Die inverse Bauform des Mikroskops macht die Durchführung von Analysen für Benutzer einfacher und schneller. Die Probentrennung und -einbettung kann entfallen, aufgelegte Proben befinden sich direkt in Schärfeebene und auch große und schwere Proben können direkt untersucht werden.

Für die meisten Materialien ist eine abschließende chemische oder elektrolytische Ätzung notwendig, um das Gefüge sichtbar zu machen. Für manche Werkstoffe eignet sich auch die Beleuchtung z. B. mit polarisiertem Licht als Kontrastiermethode (sogenanntes optisches Ätzen).

Beispiele für typische metallografische Applikationen werden in den folgenden Abschnitten vorgestellt.

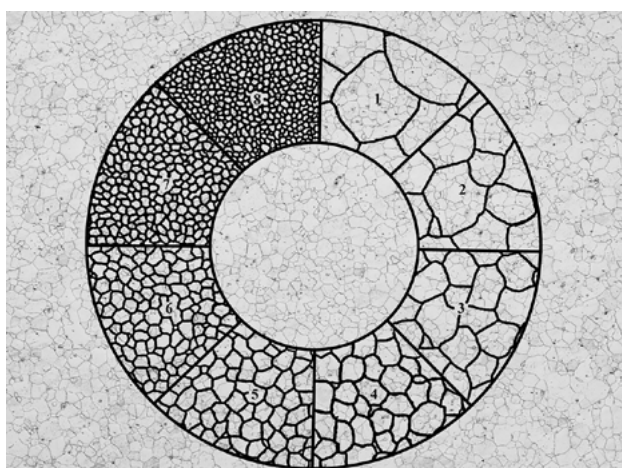


Abbildung 2 Unlegierter kohlenstoffarmer Stahl hoher Reinheit. Oben: Mikrostruktur von Stahl mit Ferritkörnern. Unten: Überlagerung mit Korngrößenvergleichsplatte nach ASTM E112. Ätzung: 1 % HNO₃. 100-fache Vergrößerung. (Objektiv: EC Epiplan-Neofluar 10x/0.25 DIC; Hellfeld)

Korngrößenbestimmung – ASTM E112 an Stahl für Elektroband

Korngröße und -verteilung haben einen signifikanten Einfluss auf die Stoffeigenschaften und stellen in der Metallurgie dieser Werkstoffe sensible Größen dar. Mit der Überlagerung von Vergleichsplatten lässt sich die Korngröße besonders schnell und einfach ermitteln (siehe Abbildung 2). Aber auch mithilfe entsprechender Software (ZEISS ZEN core) kann die Korngröße am polierten und geätzten Anschliff schnell und reproduzierbar gemessen werden.

Schichtdickenbestimmung an einer TENIFER®-Nitrierschicht

Das Nitrocarburieren nach der TENIFER®-Methode wird eingesetzt, um die Oberflächenhärte, den Verschleißwiderstand, die Dauerfestigkeit und die Korrosionsbeständigkeit von

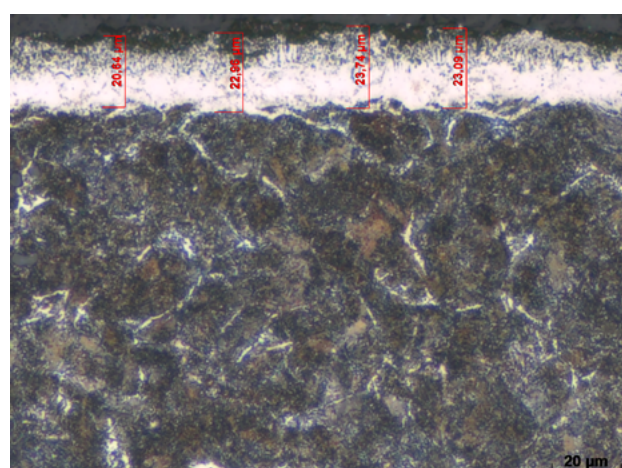
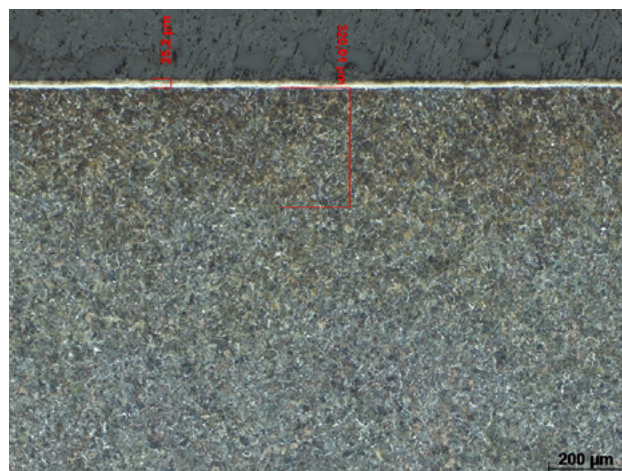


Abbildung 3 TENIFER®-Nitrierschicht; Verbindungsschicht (25 µm) und Diffusionsschicht (320 µm). Matrix: Vergütungsgefüge aus angelassenem Martensit mit vereinzelt Nitrídausscheidungen. Ätzung: 3 % HNO₃. Vergrößerung oben 50-fach und unten 500-fach. (Oben: Objektiv: EC Epiplan-Neofluar 5x/0.14; unten: EC Epiplan-Neofluar 50x/0.55 HD DIC; Hellfeld)

Werkstoffen zu erhöhen. Für diesen Ansatz sind normalerweise Nitrierstähle besonders gut geeignet. Schichtdicke und Nitriertiefe werden wesentlich von der Werkstoffzusammensetzung beeinflusst; beide Größen sind ein Maß für die Beurteilung des technischen Produktionsprozesses. Abbildung 3 zeigt eine typische Nitrierschicht. Die Dicke von Verbindungsschicht und Diffusionsschicht wird bei unterschiedlich hoher Vergrößerung ausgemessen.

Beurteilung der Gefügestruktur von NE-Metallen in Glockenbronze

Durch das Sichtbarmachen der Erstarrungsstruktur, mit der die Homogenität des Bauteils ermittelt werden kann, oder durch die Messung der Korngröße können Schlussfolgerungen über die Qualität des Glockengusses gezogen werden. Beispielsweise werden die Klangeigenschaften durch die

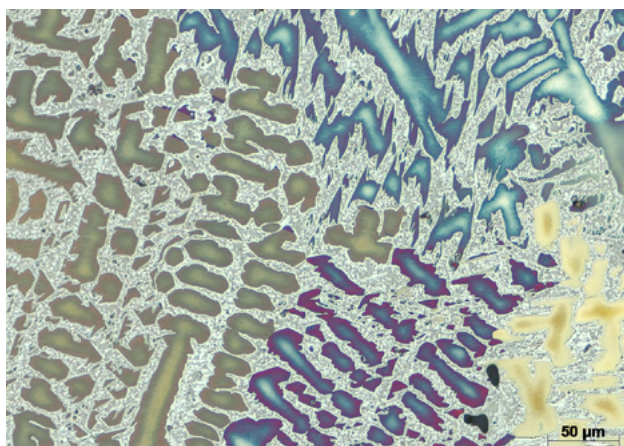
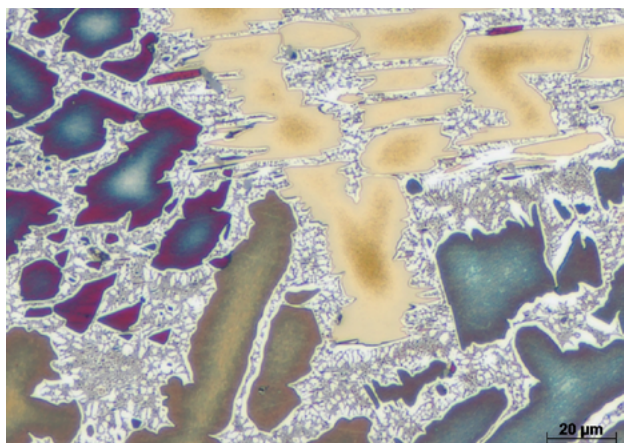
Gusskorngroße 50x**Mischkristalle und Eutektoid 200x****Eutektoid 500x**

Abbildung 4 Glockenbronze: dendritische α -Mischkristalle in verschiedenen Kristallorientierungen, in den Restfeldern $\alpha+\delta$ -Eutektoid. Ätzung: Klemm 3. 50-fache/200-fache/500-fache Vergrößerung. (Objektive: EC Epiplan-NEOFLUAR 5x/0.13 DIC, EC Epiplan-NEOFLUAR 20x/0.50 HD DIC, EC Epiplan-NEOFLUAR 50x/0.80 HD DIC, Hellfeld)

Legierung, das Gefüge und die Porosität beeinflusst. Bei Lagerbronzen mit geringerem Zinngehalt ist die Menge des Eutektoids wichtig für die Verschleißigenschaften von Lagerlegierungen. Abbildung 4 zeigt das Gefüge nach der Farbätzung. Je nach Vergrößerung können bestimmte Merkmale bestimmt und ausgemessen werden.

Prüfung und Quantifizierung der Gefügeausbildung von Sondermessing-Legierungen

Das Sichtbarmachen des Gefüges von Sondermessing-Legierungen in Verbindung mit Analysen dient vor allem zum Zwecke der Qualitätskontrolle. Der Einfluss einer Walztextur der α -Mischkristallphase mit überlagernder Textur der Silizidausscheidungen ist für die Verarbeitung von Bedeutung. Größe, Menge und Verteilung der Silizidausscheidungen haben vor allem Einfluss auf die Gleit- und Verschleißigenschaften. Abbildung 5 zeigt ein solches heterogenes Gefüge-

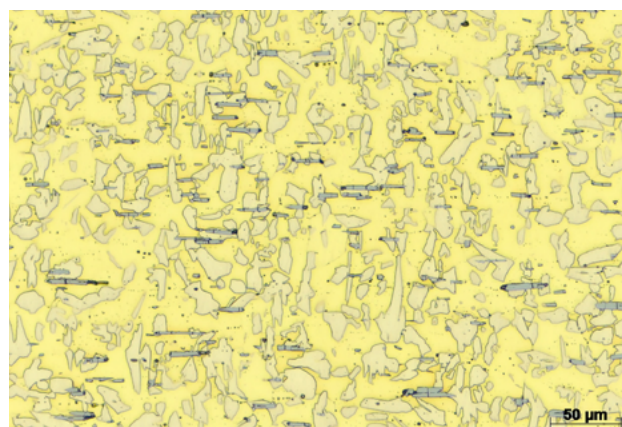


Abbildung 5 Sondermessing: Matrix aus β -Mischkristall mit ausgerichteten α -Kristallen. In Walzrichtung orientierte Silizidausscheidungsstruktur. Ätzpoliert mit 10 % Ferritnitrat. 200-fache Vergrößerung. (Objektiv: EC Epiplan-Neofluar 20x/0.50 HD DIC, Hellfeld)

Qualitätssicherung von Stahlträgern aus Baustahl

Durch Sichtbarmachung des Normalisierungsgefüges und durch Überprüfung der Ausprägung des Zeilengefüges lassen sich Rückschlüsse zu den Eigenschaften ziehen. Durch die Überprüfung der Ausprägung des Zeilengefüges können Aussagen zu Eigenschaften wie Umformbarkeit, Schweißbarkeit, Neigung zum Terrassenbruch usw. gemacht werden. Um tragfähige Schweißverbindungen herzustellen, ist bei der schweißtechnischen Verarbeitung von Stahl Sprödbrech-sicherheit und Rissfreiheit unerlässlich. Direkt am Bauteil werden einige Stellen ohne große metallografische Präparation elektrolytisch poliert und geätzt, um sie dann mit ZEISS Axio Observer zu untersuchen. Abbildung 6 zeigt das Gefüge eines solchen Stahlträgers.

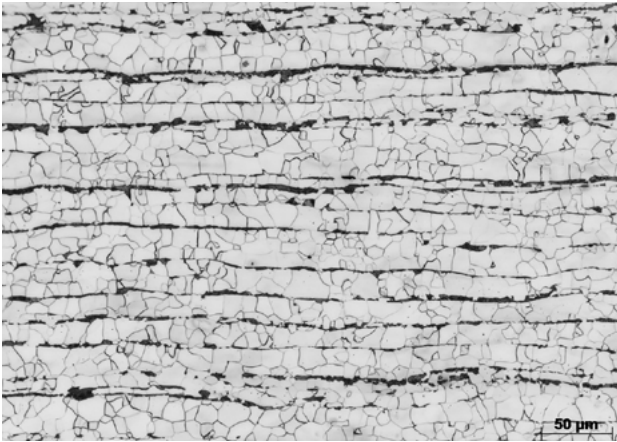


Abbildung 6 Längsschliff an Baustahl. Aufgrund normalisierenden Walzens ausgeprägtes Zeilengefüge aus Ferrit (hell) und Perlit (dunkel). Ätzung: elektrolytisch geätzt mit A2. 200-fache Vergrößerung. (Objektiv: EC Epiplan-Neofluar 20x/0.50 HD DIC, Hellfeld)

Kontrolle der Qualität von Aluminiumguss

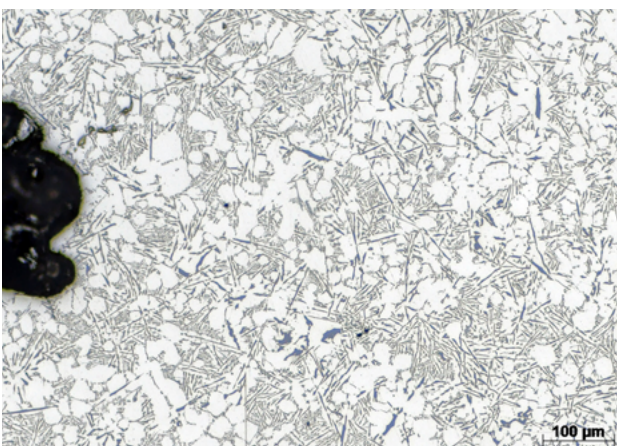
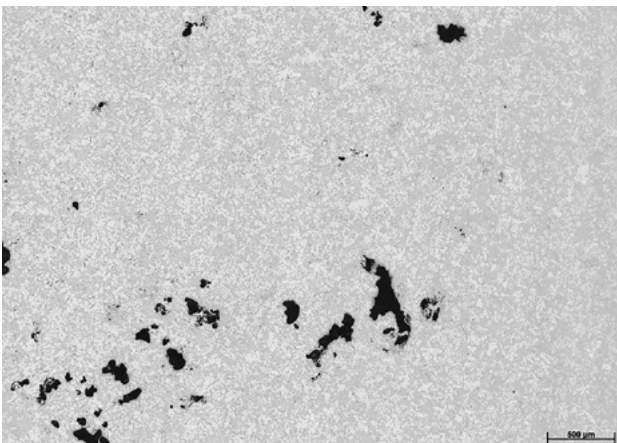


Abbildung 7 Aluminium-Silizium-Gusslegierung: untereutektische Legierung mit Mikrolunkern und Mikroporen. Stellenweise unterschiedlich feiner und gröber ausgebildetes Eutektikum. Ungeätzt. Zusammengesetztes Bild. Oben: 100-fache Vergrößerung, aufgenommen mit Mosaik; unten: 100-fache Vergrößerung. (Objektiv: EC Epiplan-Neofluar 20x/0.50 DIC; Hellfeld)

Poren im Aluminiumguss werden deutlich sichtbar, sodass ihre Anzahl, Größe und Verteilung gemessen werden kann. Variierende Abkühlgeschwindigkeiten in unterschiedlichen Regionen des Bauteils können mithilfe eines großflächigen, hochaufgelösten Scans der Probe veranschaulicht werden.

Porositätsmessung von in 3D gedrucktem Metall

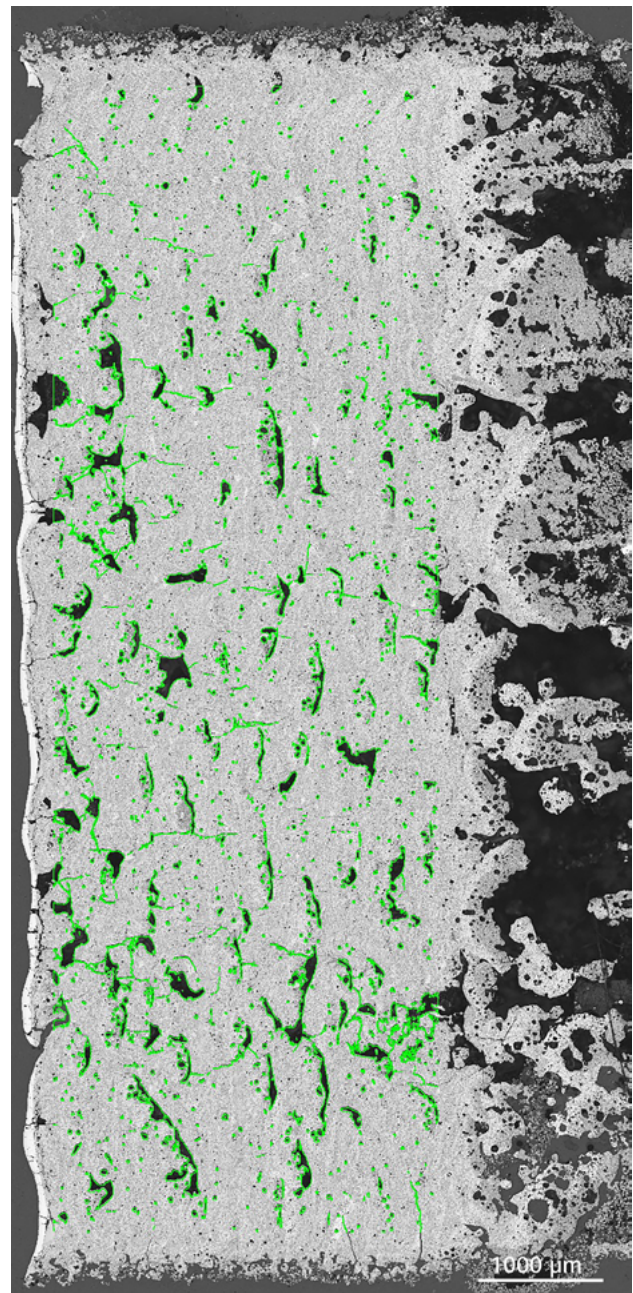


Abbildung 8 Laserumgeschmolzenes Bauteil aus Metall. Fertigungsbedingte Porosität erlaubt Rückschlüsse auf Fertigungsparameter. Ungeätzt. 100-fache Vergrößerung. Zusammengesetztes Bild. (Objektiv: EC Epiplan-Neofluar 20x/0.50 HD DIC, Hellfeld; Kachelbild [8x6])

Die Porosität von Bauteilen aus in 3D gedrucktem Metall hängt von der Beschaffenheit der Ausgangspulver und den Lasereinstellungen ab. Die quantitative Auswertung der Porosität (Abbildung 8: Poren grün detektiert) erlaubt Rückschlüsse auf die Fertigungsparameter.

Bestimmung des Phasenanteils von Duplexstahl mithilfe von maschinellem Lernen

Austenitische Edelmehle sind hart und lassen sich relativ einfach schweißen, allerdings sind sie anfällig für Spannungsrissskorrosion. Im Vergleich dazu sind ferritische Stähle beständig gegen Spannungsrissskorrosion, aber spröde und schwierig zu schweißen. Duplexstahl enthält Austenit und Ferrit in etwa zu gleichen Teilen, was zu Synergieeffekten und neuen Eigenschaften führt. Duplexstähle werden dann verwendet, wenn es auf Schweißbarkeit, Korrosionsbeständigkeit und mechanische Festigkeit ankommt.

Das Verhältnis von Austenit zu Ferrit hängt nicht nur von der Zusammensetzung, sondern auch vom Temperaturverlauf, insbesondere in oder nahe der Schweißnaht, ab. Die Bestimmung dieses Verhältnisses ist entscheidend für die Bewertung der Leistung und das Verständnis der lokalen Eigenschaften. Mithilfe geeigneter Ätzmethoden zeigen Austenite und Ferrite ausgeprägte Erscheinungsbilder. Durch eine Kombination von maschinellem Lernen (mit ZEISS ZEN Intellesis) und mehrphasigen Analysen werden Austenite und Ferrite automatisch getrennt. Die Methode liefert den genauen Durchschnittswert für die relativen Volumenanteile, wie in Abbildung 9 gezeigt.

Prüfbarkeit und Rückverfolgbarkeit

Die Metallografie macht sichtbar, wonach der Metallurg sucht. Die Mikrostruktur bildet zusammen mit chemischen und mechanischen Prüfungen die Grundlage für Abnahmeprüfungen von Metallprodukten. Metallproduzenten führen diverse standardisierte Testmethoden durch, um ihre Produkte zu bewerten und zertifizieren. Insbesondere die Korngröße und nichtmetallische Einschlüsse sind kritische Größen für die Bewertung der Qualität und damit des Werts von bearbeitetem Stahl. Bei Prüfungen durch Kunden und unabhängige Dritte soll festgestellt werden, ob das Qualitätssystem für Metall an das finanzielle Risiko aufseiten des Herstellers angepasst ist, falls das Produkt insbesondere in stark regulierten Branchen wie der Luft- und Raumfahrt oder bei medizinischen Prozessen Schäden aufweisen sollte oder Prozessfehler entstehen.

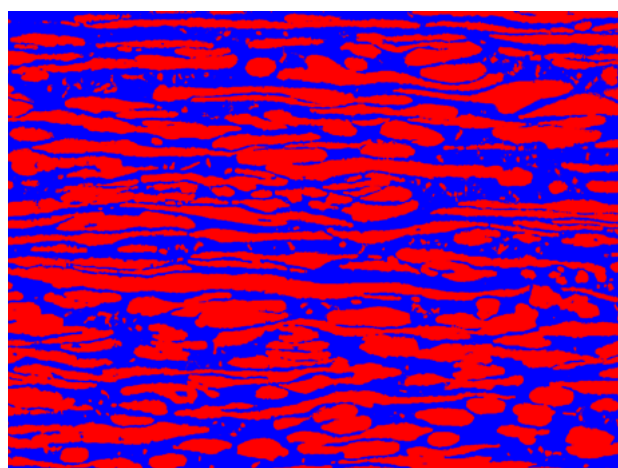
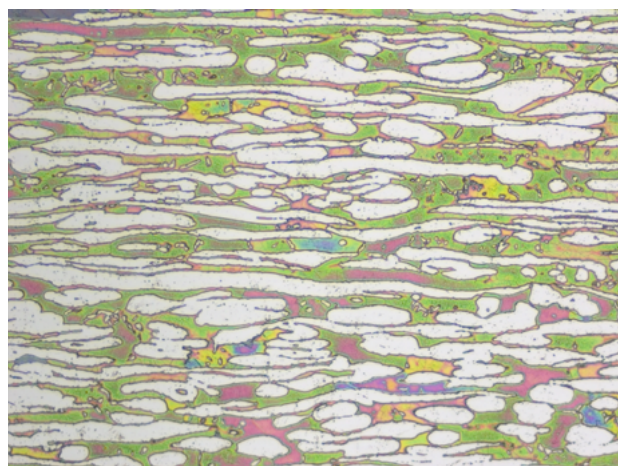


Abbildung 9 Duplexstahl. Dieses Gefügebild zeigt einen 47%igen Ferritanteil (blau) und einen 53%igen Austenitanteil (rot), segmentiert durch maschinelles Lernen mit ZEISS ZEN Intellesis. Probe mit freundlicher Genehmigung von TWI Ltd.

Nehmen wir die Korngröße als Beispiel: Durch die Verwendung des ZEISS ZEN-GxP-Moduls können Benutzer in routinemäßigen Mikroskopieaufgaben ein hohes Maß an gebührender Sorgfalt erreichen. Die einzelnen Arbeitsprozesse werden definiert und erfüllen relevante Normen. Sämtliche maßgeblichen Interaktionen zwischen Mensch, Mikroskop und Software werden anschließend aufgezeichnet, wodurch ein Prüfpfad entsteht. Dies bietet die volle Kontrolle über Routineanalysen, einen Schutz vor Manipulation der Ergebnisse und eine genaue Aufzeichnung der durchgeführten Aktionen (siehe Abbildung 10).

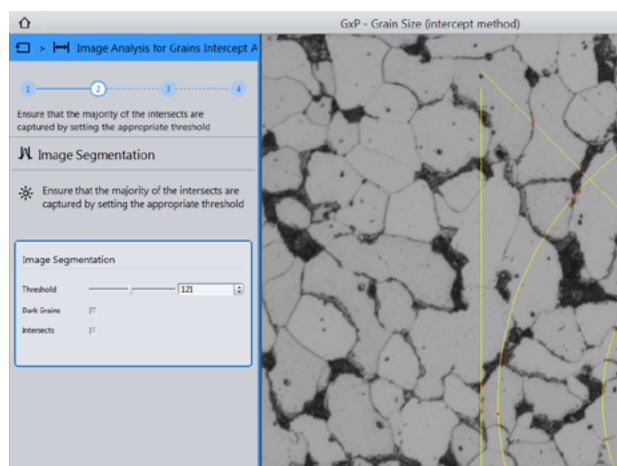
Zusammenfassung

Für eine eindeutige und zuverlässige Interpretation des Gefüges ist es besonders wichtig, die mikroskopische Untersuchung unter Bedingungen durchzuführen, die strengste Anforderungen erfüllen. Neben der Gefügebestimmung und -beschreibung umfasst das Untersuchungsspektrum weiterhin zum Beispiel die Schichtdickenvermessung, die quantitative Bestimmung von Phasenanteilen, die Korngrößenanalyse oder die Reinheitsgradbestimmung nach bestehenden Normen und Regelwerken.

All diese Anforderungen können mit ZEISS Axio Observer oder ZEISS Axio Imager mithilfe der dazugehörigen Analysesoftware ZEISS ZEN core bestens abgedeckt werden.

Besonders hervorzuheben sind folgende Eigenschaften vom ZEISS Axio Observer:

- schnelle Bewegung des Probenstisches, manuell und softwaregesteuert
- einfache Bedienung durch Touch-TFT; alle Funktionen direkt ansteuerbar
- Streulicht durch Okulare kann per Schalter ausgeschlossen werden
- zuverlässige Kommunikation von Software und Mikroskop
- Lichtmanager ermöglicht Voreinstellungen der Belichtung für jedes Objektiv
- Köhlern der LED per Stellschrauben möglich
- Polarisation, DIC oder Dunkelfeld optional erhältlich



Time	User	Category	Description
15/03/2018 16:11:31	Operator	Execute	In task 1 Image Processing the following parameter has changed: In tool 'Brightness/Contrast/Gamma' the following parameter has changed: 'Contrast' has changed from 1.00 to 1.11.
15/03/2018 16:11:31	Operator	SettingsChange	
15/03/2018 16:11:47	Operator	Execute	In task 1 Image Segmentation the following parameter has changed: In tool 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:12:04	Operator	SettingsChange	In tool 'AnalysisTaskGroupBase' the following parameter has changed: 'Intersect SegmentParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:12:19	Operator	Execute	Beginning loop iteration 3.
15/03/2018 16:12:38	Operator	Execute	In task 1 Load Image the following parameter has changed: In tool 'Load Image' the following parameter has changed: 'File Name' has changed from 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile-02.tif' to 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile-03.tif'.
15/03/2018 16:12:57	Operator	Execute	In task 1 Image Processing the following parameter has changed: In tool 'Brightness/Contrast/Gamma' the following parameter has changed: 'Contrast' has changed from 1.11 to 1.11.
15/03/2018 16:12:57	Operator	SettingsChange	
15/03/2018 16:13:09	Operator	SettingsChange	
15/03/2018 16:13:21	Operator	Execute	Beginning loop iteration 4.
15/03/2018 16:13:28	Operator	Execute	In task 1 Load Image the following parameter has changed: In tool 'Load Image' the following parameter has changed: 'File Name' has changed from 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile-03.tif' to 'C:\Fentic\data\Fentic-Feafile-01.tif'.
15/03/2018 16:13:33	Operator	SettingsChange	
15/03/2018 16:13:50	Operator	Execute	In task 1 Image Segmentation the following parameter has changed: In tool 'Image Segmentation' the following parameter has changed: 'Image Segmentation Intersect Segment ParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:14:01	Operator	SettingsChange	In tool 'AnalysisTaskGroupBase' the following parameter has changed: 'Intersect SegmentParameterThreshold Value' has changed from 120 to 126.
15/03/2018 16:14:22	Operator	Execute	4 loop iterations were executed.
15/03/2018 16:16:54	Operator	SetStatus	The job result 'C:\Users\jrbarnel\AppData\Local\Carl Zeiss JENA\ZENCore\Results\20180315_160239_9290-GraundIntercept_3.rimg' was saved and due to GxP also signed using certificate 'L:', 'C:', 'CN=Operator' (310468280515F483778A2803818E6F6).

Abbildung 10 Korngrößenmessung nach ASTM E112 (mit Intercept-Verfahren) unter dem GxP-Modul, bei dem der Bediener nur relevante Größen ändern kann und ein vollständig verschlüsselter Prüfpfad mit allen Eingaben und Änderungen erstellt wird.



Carl Zeiss Microscopy GmbH
07745 Jena, Deutschland
microscopy@zeiss.com
www.zeiss.com/microscopy



Nicht für therapeutische Zwecke, Behandlungen oder medizinische Diagnosen. Nicht alle Produkte sind in jedem Land erhältlich. Nähere Informationen erhalten Sie bei Ihrem ZEISS Vertriebsmitarbeiter.
DE_42_013_203 | CZ 06-2019 | Design, Lieferumfang und technische Weiterentwicklung können jederzeit ohne Ankündigung geändert werden. | © Carl Zeiss Microscopy GmbH