

Metallkunde

III

Ausgewählte Untersuchungsmethoden

Herausgegeben von

em. o. Prof. Dr.-Ing. habil. Heinz Borchers



Sammlung Götschen Band 6434

Walter de Gruyter
Berlin · New York 1972

Die Gesamtdarstellung umfaßt folgende Bände:

Band I: Aufbau der Metalle und Legierungen
(Slg. Götschen Bd. 432)

Band II: Eigenschaften, Grundzüge der Form- und Zustandsgebung
(Slg. Götschen Bd. 433/433 a)

Band III: Ausgewählte Untersuchungsmethoden
(Slg. Götschen Bd. 6434)



Copyright 1972 by Walter de Gruyter & Co., vormalig G. J. Götschen'sche Verlags-
handlung – J. Guttentag, Verlagsbuchhandlung – Georg Reimer – Karl J. Trübner –
Veit & Comp., Berlin 30 – Alle Rechte, einschl. der Rechte der Herstellung von
Photokopien und Mikrofilmen, vom Verlag vorbehalten. – Satz und Druck: Saladruck,
Berlin. – Printed in Germany.

ISBN 3 11 003572 3

Inhalt

Einführung

Heinz BORCHERS

1. Probenherstellung, Probennahme, Probenbehandlung durch Wärme und Verformung, metallographische Bearbeitung der Probenfläche für Mikrountersuchungen 9
Hans Maria TENSI
Probenherstellung durch metallurgische Prozesse 9 – Probennahme 17 – Wärmebehandlung und Verformung von Proben 19 – Bearbeitung der Probenfläche für Mikrountersuchung 27 – Literatur 39
2. Diffusionsuntersuchungen 41
Hans Maria TENSI
Bedeutung der Diffusion in metallischen Werkstoffen 41 – Formulierung der Diffusionsgesetze 42 – Atomistische Vorgänge bei der Diffusion 47 – Einige wichtige experimentelle Methoden für die Bestimmung des Diffusionskoeffizienten 52 – Einige Beispiele für die Untersuchung von Diffusionsvorgängen mit metallographischen Methoden 54 – Literatur 57
3. Makroskopie 59
Karlheinz G. SCHMITT-THOMAS
Übersicht und Begriffsbestimmung 60 – Makroskopische Beurteilung ohne Anwendung von Ätzungen 61 – Beurteilung nach Makroätzungen 69 – Literatur 75
4. Lichtmikroskopie 76
Wolfgang HEPP
Grundlagen der Lichtmikroskopie 76 – Grundlagen der Auflichtmikroskopie 81 – Kontraste und Kontrasterhöhung 86 – Mikrophotographie 90 – Hinweise zum praktischen Gebrauch 91 – Literatur 92

5. Quantitative Metallografie	93
Karlheinz G. SCHMITT-THOMAS	
Übersicht 93 – Geräte 94 – Grundlagen und Verfahren zur Bildanalyse 98 – Aussagegenauigkeit 103 – Literatur 104	
6.1. Elektronen-Durchstrahlungsmikroskopie	105
Armin WOITSCHECK	
Allgemeine Grundlagen 106 – Aufbau des Durchstrahlungsmikroskops 108 – Abbildung 109 – Beugung 115 – Ausgewählte Präparationsmethoden 119 – Anwendungsbeispiele 124 – Literatur 128	
6.2. Oberflächen-Elektronenmikroskopie	129
Karlheinz G. SCHMITT-THOMAS und Armin WOITSCHECK	
Übersicht 129 – Reflexions-Elektronenmikroskop 129 – Emmissions-Elektronenmikroskop 130 – Raster-Elektronenmikroskop 131 – Literatur 136	
6.3. Elektronenstrahl-Mikroanalyse	137
Karlheinz G. SCHMITT-THOMAS und Hans CHRISTIAN	
Übersicht 137 – Meßprinzip 138 – Geräteaufbau 139 – Analysemethoden 142 – Quantitative Analyse 142 – Grenzen der Mikroanalyse 143 – Probenpräparation 144 – Anwendungsbeispiele 144 – Literatur 147	
7. Röntgenfeinstrukturuntersuchung	148
Kurt DOFFIN	
Allgemeines zur Röntgen-Physik 149 – Aufnahmeverfahren 157 – Literatur 174	
8. Elektrische Leitfähigkeitsmessung	175
Hans KNOBLAUCH	
Grundlagen 175 – Anwendungen 191 – Meßmethoden 195 – Literatur 197	
9. Magnetische Messungen	200
Wolfgang HEPP und Kurt DOFFIN	
Magnetische Kenngrößen 200 – Magnetisierungsarten 201 – Messung magnetischer Kenngrößen 204 – Abhängigkeit magnetischer Kenngrößen von Gefügeausbildung und Zusammensetzung 209 – Literatur 216	

10. Thermoanalyse	217
Hans KNOBLAUCH	
Grundlagen 217 – Einfache Thermoanalyse 218 – Thermoelement 220 – Differenzthermoanalyse 222 – Literatur 223	
11. Thermokraftuntersuchung	224
Hans KNOBLAUCH	
Grundlagen 224 – Anwendung 228 – Meßmethoden 230 – Literatur 232	
12. Dilatometrische Untersuchung	233
Peter DROPMANN	
Physikalische Grundlagen 234 – Meßprinzip eines Dilatometers 236 – Einige Anwendungsmöglichkeiten der Dilatometrie bei metallkundlichen Problemen 240 – Literatur 244	
13. Dichtemessung	245
Peter DROPMANN	
Literatur 249	
14. Korrosionsprüfung	250
P. H. EFFERTZ und H. MEISEL	
Anwendung und Aussagefähigkeit 251 – Allgemein gültige, werkstoffunabhängige Normen 252 – Werkstoffspezifische Prüfnormen 258 – Literatur 267	
Sachregister	270

Einführung

Heinz BORCHERS

Die Metallkunde, deren Wurzeln in der Physik, der Physikalischen Chemie und der Chemie liegen, dient nicht nur sich selbst als reine Wissenschaft, sondern sie stellt eines der wesentlichen Fundamente der technischen Entwicklung dar. Sie benutzt daher auch die meisten Untersuchungsmethoden der Naturwissenschaften und der technischen Disziplinen.

Alle diese Methoden lassen sich selbst bei größtmöglicher Beschränkung nicht in einem kurzgefaßten Einführungsband sinnvoll behandeln. Es werden daher Methoden gebracht, die im Hinblick auf Forschung und Werkstoffprüfung sowohl in metallkundlich ausgerichteten Lehr- und Forschungsinstituten als auch in Betrieben eine ganz spezifische Bedeutung haben. Jedoch auch hier sind noch Einschränkungen nötig.

Wie das Inhaltsverzeichnis erkennen läßt, werden vorzugsweise die Verfahren besprochen, die durch makroskopische und mikroskopische Betrachtung vom Äußeren und Inneren sowie durch bestimmte physikalische und chemische Untersuchungen einen Aufschluß über Struktur, Gefüge, Zustände, Fehler, Beeinflußbarkeit und Verhalten metallischer Stoffe geben können.

Es sei erläutert, warum manche Untersuchungsmethoden, die in Metallkundeinstituten unentbehrlich sind, hier in den Band III mit dem Untertitel »Ausgewählte Untersuchungsmethoden der Metallkunde« nicht einbezogen werden. Das sind zunächst mit Ausnahme der Mikrosonde und Fluoreszenzanalyse die qualitativen und quantitativen chemischen und physikalischen Analysen, denen eigene Lehrbücher gewidmet sind. Weiterhin wird eine Beschränkung auf die Untersuchung des festen Zustandes vorgenommen und die Untersuchung von Schmelzen z. B. durch Messung der Viskosität, der Oberflächenspannung usw. nicht gebracht, die zum Band Gießereitechnik gehört. Ausgeklammert werden auch die vielseitigen mechanisch technischen Prüfverfahren statischer, dyna-

mischer und technologischer Art, für die ein neuer Band in der Sammlung Götschen erscheinen wird. Das gleiche gilt für die Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung.

Welches ist nun die Zielsetzung für die »Ausgewählten Methoden?«

Es wird eine möglichst voraussetzungsfreie Einführung angestrebt. Auf Kenntnisse aus den Bänden I und II der Metallkunde und auf erste physikalische Grundlagen kann jedoch nicht verzichtet werden. Anhand grundsätzlich wichtiger Betrachtungen soll unter weitgehendem Verzicht auf Rezepte ein Verständnis für Sinn, Anwendungsmöglichkeiten, Hilfsmittel und Aussagekraft der Methoden geweckt werden. Das Buch soll bereits Studenten mittlerer Semester in Ergänzung zu Vorlesungen und Übungen Dienste leisten. Es soll aber auch den im Beruf stehenden Kräften helfen, Kenntnisse aufzufrischen, sich schnell über ihnen nicht geläufige Methoden zu informieren, etwas über neuere Entwicklungen zu lesen und ausreichende Literaturhinweise zu finden.

Das erste Kapitel beschäftigt sich mit der Probenherstellung, wie sie für metallkundliche Untersuchungen wichtig ist, mit der Probenentnahme aus Werkstücken zur Prüfung von Qualität oder Fehlerursachen, mit der Probenbehandlung zur Vermeidung von Verfälschung des Gefüges durch Einflüsse der Verformung und Wärmeeinwirkung während Probenentnahme und Probenvorbereitung für die nachfolgenden Untersuchungen oder mit der gezielten Verformung und/oder Wärmebehandlung, um deren Wirkungen zu bestimmen.

In diesem Kapitel klingt ebenso wie in den Bänden I und II, die möglichst voraussetzungsfrei für die allererste Einführung in die Metallkunde gedacht waren, an, welche Bedeutung Diffusionsvorgängen zukommt, so daß als zweites Kapitel eine eingehendere Behandlung der Diffusionsvorgänge und Diffusionsgesetze folgt, die für tiefergehende Beurteilung der Untersuchungsführung und der Untersuchungsbefunde meist vorausgesetzt werden müssen.

Das dritte Kapitel, das der Makroskopie gewidmet ist, soll besonders betonen, welche wertvollen Schlüsse aus der Betrachtung mit unbewaffnetem Auge oder bei relativ schwacher Vergrößerung gezogen werden können. Gerade dieser Untersuchungsstufe wird

manchmal nicht die hohe Bedeutung zugemessen, die ihr gebührt.

Im vierten Kapitel, der Lichtmikroskopie, werden die physikalischen Grundlagen so eingehend, wie es in einem kleinen Büchlein möglich ist, erörtert und nur Allgemeines über die Mikrophotographie und den praktischen Gebrauch gesagt. Die photographischen Arbeiten werden bewußt im Hinblick auf den begrenzten Buchumfang nicht beschrieben, da sie bereits jungen Menschen meist vertraut sind. Es werden auch nur solche Gefügebilder gebracht, die die wichtigsten Arten der Bilderscheinung in der Auflichtmikroskopie verdeutlichen. In den Bänden I und II sind eine große Anzahl von weiteren Gefügebildern zu finden.

Als fünftes Kapitel wird gesondert die »Quantitative Metallographie« gebracht, die in Ergänzung zu den einfachen Verfahren der Korngrößenzählung und der Beschreibung mehrphasiger Gefüge immer wichtiger wird. Es werden die neuen Verfahren im Prinzip behandelt.

Das sechste und siebente Kapitel beschäftigt sich mit der Elektronenmikroskopie und der Röntgenfeinstrukturuntersuchung. Bei allem Bemühen um eine einfache Einführung müssen hier jedoch an den Leser höhere Anforderungen gestellt werden. Immerhin kann sich auch ein Leser, dem es nur auf eine grobe Kenntnis der Methoden und der Anwendungsmöglichkeiten ankommt, einen ersten Überblick verschaffen.

Das achte und neunte Kapitel bringt die Leitfähigkeitsmessung und spezielle magnetische Untersuchungen. Bei indirekten Methoden läuft man leicht Gefahr, Meßeffekten, die in erwarteten Gebieten auftreten, unzutreffende Deutungen zuzuordnen. Eine einwandfreie Auswertung setzt tiefergehende Kenntnisse bestimmter physikalischer Vorgänge voraus, auf deren Behandlung wir auch in einem kurzgefaßten einführenden Büchlein glaubten nicht verzichten zu können. Daher scheinen diese Kapitel über den gesteckten Rahmen hinauszugehen und sind für den Anfänger etwas schwerer verständlich; aber entweder muß man auf die Anwendung der Methode verzichten oder sich in die Grundlagen entsprechend vertiefen können.

Es wird die elektrische Leitfähigkeit eingehender besprochen und auf die thermische nur kurz hingewiesen. Wegen ihrer hohen

Empfindlichkeit spielt die elektrische Leitfähigkeit in der Konstitutionsforschung eine große Rolle. Sie ist auch im Hinblick auf Prüfung und Entwicklung von Leit- und Widerstandswerkstoffen wichtig. Bei Werkstoffen, deren Wärmeleitfähigkeit interessiert, wird häufig wegen einer in bestimmten Grenzen vorhandenen gegenseitigen Beziehung statt der Wärmeleitfähigkeit die elektrische Leitfähigkeit bestimmt.

Die Thermoanalyse, deren Bedeutung schon aus Band I zu erkennen war, finden wir im zehnten Kapitel, das von der einfachsten bis zur hochempfindlichen Anordnung führt.

Hieran schließt sich als elftes Kapitel die Thermokraftmessung mit prinzipiellen Betrachtungen und Anwendungsmöglichkeiten an.

Im zwölften Kapitel wird bei der Beschreibung dilatometrischer Messungen Wert darauf gelegt, neben den altbekannten Methoden die entsprechend dem heutigen Stand der Meßtechnik besseren Möglichkeiten aufzuzeigen.

Es folgt als dreizehntes Kapitel die Dichtebestimmung, die trotz ihrer verhältnismäßig einfachen, wenig aufwendigen Durchführbarkeit und ihrer in vielen Fällen nicht zu unterschätzenden Aussagekraft, oft ungenutzt bleibt.

Selbst in einem kurzgehaltenen Buch über einzelne ausgewählte Untersuchungsmethoden der Metallkunde verzichtet man nur ungern auf einen Hinweis auf die Korrosionsprüfung, da es bei der Verwendung von Werkstoffen fast keinen Fall gibt, bei dem die Korrosion nicht direkt oder indirekt beachtet werden muß. In dem ihr gewidmeten vierzehnten Kapitel mußten wir uns aus Raumangel, aber um den Hinweis auf die Bedeutung der Korrosionsprüfung nicht unter den Tisch fallen zu lassen, damit begnügen, die genormten Begriffe über Korrosion und Korrosionserscheinungen sowie eine Übersicht über wichtige genormte Korrosionsprüfmethoden mit wenigen Beispielen notwendiger Modifikation in gedrängter Form zu bringen.

Für die Bearbeitung der einzelnen Kapitel konnten Herren gewonnen werden, die sich den speziellen Gebieten bereits mit Erfolg zugewandt hatten. Es sind dies die nachfolgend in alphabetischer Reihenfolge aufgeführten und bei den Kapitelüberschriften wieder genannten Wissenschaftler.

Dr.-Ing. Hans CHRISTIAN

Allianz Zentrum für Technik, Ismaning bei München, Kraußstraße 14

Oberingenieur Dr. rer. nat. Kurt DOFFIN

Institut für Metallurgie und Metallkunde der TU München, München 2, Arcisstraße 21

Dr.-Ing. Peter DROPMANN

Assistent am Institut für Metallurgie und Metallkunde der TU München

Dr.-Ing. Paul-Heinz EFFERTZ

Abteilungsleiter im Allianz Zentrum für Technik, Lehrbeauftragter der TU München

Dr.-Ing. Wolfgang HEPP

Dornier-System, Immenstaad

Dr.-Ing. Hans KNOBLAUCH

Assistent am Institut für Metallurgie und Metallkunde der TU München

Dr. rer. nat Heinz MEISEL

Allianz Zentrum für Technik

Privatdozent Dr.-Ing. Hans Maria TENSİ

Akademischer Direktor am Institut für Metallurgie und Metallkunde der TU München

Dr.-Ing. Karlheinz Günter SCHMITT-THOMAS

Direktor des Instituts für Metallkunde der TU München

Dr.-Ing. Armin WOITSCHECK

Allianz Zentrum für Technik

Besonderer Dank gebührt den Herren Obering. Dr. rer. nat. Kurt DOFFIN und Privatdozent Dr.-Ing. H. M. TENSİ für die wertvolle Hilfe, die sie mir bei der Überarbeitung aller Kapitel und der Korrektur des vorliegenden Bandes zuteil werden ließen.

1. Probenherstellung, Probennahme, Probenbehandlung durch Wärme und Verformung, metallographische Bearbeitung der Probenfläche für Mikrountersuchung

Hans Maria TENSİ

Bei der Probenherstellung werden definierte Zusammensetzungen und Gefügestände angestrebt. Für grundlegende Untersuchungen ist häufig ein ideal vereinfachter Probenzustand erforderlich, z. B. extrem hohe Reinheit der Komponenten aus denen die Probe besteht oder ein Probenvolumen ohne Korngrenzen (Einkristall).

Soll die Probe Eigenschaften besitzen, die möglichst ähnlich denen der technischen Werkstoffe sind, dann sind die durch das jeweilige industrielle Herstellungsverfahren bedingten Besonderheiten in der Zusammensetzung oder im Gefügebau zu beachten. In vielen Fällen können diese Bedingungen bei labormäßig hergestellten Proben nicht eingehalten werden. Die Proben sind dann aus den in großen Mengen hergestellten technischen Werkstoffen zu entnehmen.

1.1. Probenherstellung durch metallurgische Prozesse

Die jeweils günstigste Schmelzeinrichtung wird bestimmt durch Schmelz- und Siedetemperatur der Legierungspartner, durch deren gegenseitige Löslichkeit im flüssigen und festen Zustand, durch die Reaktion des Schmelzgutes mit Gasen oder die Löslichkeit für bestimmte Gase im flüssigen und festen Zustand, sowie durch die Möglichkeit, mit Teilen des Ofens (z. B. Tiegel, Temperaturmeßfühler usw.) zu reagieren (s. Band I, Kap. 5. und Band II, Kap. 2.2. und Kap. 3.5.). Unterscheiden sich Legierungspartner in der Schmelz- und Siedetemperatur sehr stark, dann wird zweckmäßig die Legierung über sogenannte Vorlegierungen hergestellt. Dabei läßt man die niedrig schmelzende Komponente bei geeigneter

Temperatur im flüssigen Zustand in die höher schmelzende, zunächst noch feste Komponente eindiffundieren. Auf diese Weise ist es möglich, die höher schmelzende Komponente bei Temperaturen unter ihrem Schmelzpunkt zu legieren. Ferner ist auf eine gute Vermengung der Schmelze zu achten.

Auch die Erstarrungsbedingungen beeinflussen sehr stark die Eigenschaften des Gußzustandes. Durch die Größe der Abkühlgeschwindigkeit sowie durch die Art der Wärmeabfuhr werden Korngröße und Kornform bestimmt. Bei legierten Proben beeinflussen zusätzlich die Lagen von Liquidus- und Soliduskurve (bzw. -Ebenen) die Konzentrationsunterschiede innerhalb der Körner und die Konzentrationsverteilung im Gußkörper (Kristallseigerung, Blockseigerung, s. Band II, Kap. 3.5.).

Tiegelwerkstoffe

Die an die *Tiegelwerkstoffe* zu stellenden Anforderungen sind

- möglichst hohe chemische Indifferenz bei der Arbeitstemperatur gegenüber dem Schmelzgut
- ausreichende mechanische Festigkeit bei der Arbeitstemperatur
- ausreichende Temperaturwechselbeständigkeit.

Ferner werden häufig bestimmte Eigenschaften bezüglich der elektrischen Leitfähigkeit (Stromleiter oder Isolator), Wärmeleitfähigkeit und Gasdichte gefordert.

Für metallische Schmelzen verwendet man nur in wenigen Fällen metallische Gefäßwerkstoffe, da fast stets mit Legierungsbildung zu rechnen ist (s. Zustandsdiagramme, Band I, Kap. 5.5. und ^{1, 2}). Kohlenstoff (Graphit) eignet sich als Tiegelwerkstoff in vielen Fällen gut. Zu beachten ist jedoch, daß u. U. über Karbidbildung Kohlenstoff vom Schmelzgut aufgenommen werden kann.

In Band II, Kap. 2.1., Tab. 8 wurde in Verbindung mit den Bildungswärmen auf die Reaktionen hingewiesen, die zwischen metallischen Elementen und Verbindungen entstehen können. Je unedler ein Metall ist, desto reaktionsfähiger ist es. Gut als Tiegelwerkstoffe geeignet sind oxidkeramische Stoffe, insbesondere Oxide unedler Elemente. Sie werden nach keramischen Verfahren geformt und durch Sintern verfestigt. Die wichtigsten Tiegelwerkstoffe sind in Tabelle 1.1. aufgeführt.

Tabelle 1.1. Eigenschaften einiger Werkstoffe für Tiegel^{1, 4, 5}

Werkstoff		Bildungs- wärme [kcal/g Atom]	Schmelz- temp. [°C]	max. Ge- brauchstemp. [°C]	spez. elektr. Widerstand* [Ohm · cm]
Aluminiumoxid	Al ₂ O ₃	131,1	2050	1900	1 · 10 ⁸
Magnesiumoxid	MgO	145,8	2800	2300	6 · 10 ⁴
Spinell	MgO · Al ₂ O ₃		2135	1950	2 · 10 ⁵
Berylliumoxid	BeO	135	2570	2300	4,6 · 10 ⁸
Zirkonoxid	ZrO ₂	112	2715	2300	7 · 10 ¹
Thoriumoxid	ThO ₂		3000	~ 2500	~ 1 · 10 ⁴
Quarz (Kieselglas)	SiO ₂		1700	~ 1200	
Porzellan, bestehend hauptsächlich aus Kaolin 50 0/0, Feldspat 25 0/0, Quarz 25 0/0				~ 1600	

* gemessen bei 1100 °C; die angeführten Eigenschaften sind stark von der Reinheit der einzelnen Komponenten, von der Korngröße und vom Zustand der ev. Sinterung abhängig.

Günstig wählt man als Tiegelmaterial das Oxid des Schmelzgutes oder das eines sehr viel unedleren Elementes. Der Preis des Tiegelmaterials steigt dabei stark mit seiner Reinheit an. Bei edlerem Schmelzgut kann man oft die billigeren Porzellan- oder Quarztiegel verwenden, solange nicht aus dem Metall ein Oxid entsteht, das mit dem Tiegeloxid niedrig schmelzende Legierungen bildet.

Das reine Aluminiumoxid hat sich als chemisch und mechanisch widerstandsfähiges und universell einsetzbares Material erwiesen. Dabei nehmen die günstigen Eigenschaften mit zunehmender Reinheit stark zu. Ungünstig erweisen sich bei hohen Temperaturen meist Verunreinigungen durch Oxide edlerer Elemente, die vom Schmelzgut reduziert werden können. Bei reduzierender Atmosphäre kann aus Kieselsäure SiO abgegeben werden (Gefährdung von Edelmetallthermoelementen durch Silizidbildung, s. Kap. 10. dieses Bandes).

Schmelzöfen

Die Art der *Schmelzöfen* richtet sich nach der jeweils erforderlichen Temperatur, der Durchmischung der Schmelze sowie nach den möglichen Reaktionen des Schmelzgutes mit der Ofenatmosphäre und der Tiegelauskleidung. – Die mit festen, flüssigen oder gasförmigen Brennstoffen beheizten Schmelzöfen werden in Laboratorien nur selten benutzt. Abb. 1.1. zeigt einige Schmelzöfen mit verschiedenartiger elektrischer Beheizung. Die häufigst verwendeten Öfen besitzen *indirekte Widerstandserhitzung* (Abb. 1.1. a). In ihren Heizleitern wird durch elektrischen Strom JOULEsche Wärme erzeugt, die über Wärmeleitung, Konvektion und Strahlung an das Schmelzgut abgeführt wird. Als Widerstandsmaterialien finden entweder Metalle und ihre Legierungen oder auch Siliziumkarbid, Kohlewerkstoffe und Zirkonoxid Verwendung. In Tabelle 1.2. sind einige häufig eingesetzte Widerstandsmaterialien mit den zulässigen Betriebstemperaturen angegeben. Die Glühatmosphäre, die auf die Oberfläche der Heizelemente bezogene Energiebelastung (W/mm^2) sowie die Einbauart der Elemente in den Ofen nehmen wesentlichen Einfluß auf ihre Lebensdauer. Die Heizelemente befinden sich daher, falls erforderlich, in entsprechender Schutzatmosphäre und besitzen geeignete,

der Belastung angepaßte Formen (Draht-, Band-, Stab- und Rohrform).

Bei höheren Schmelztemperaturen werden wegen der relativ günstigen Preise und der Oxydationsbeständigkeit der Elemente Öfen mit Widerstandsmaterialien aus Siliziumkarbid-Stäben oder auch aus Kohlewerkstoffen in Form von Stäben, Rohren (Tamman-

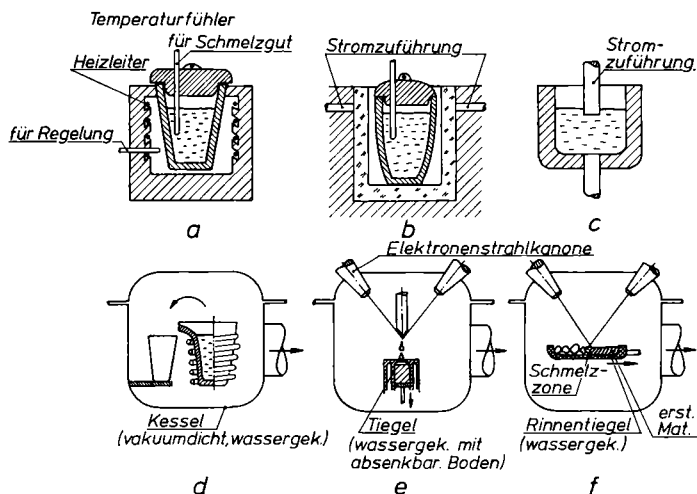


Abb. 1.1. Schematische Darstellung verschiedener Schmelzöfen: a, b) Öfen mit indirekter Widerstandserhitzung; a) Heizleiter aus Metall; b) Heizleiter aus Halbleiter (Ofenbauart TAMMANN) – c) Ofen mit direkter Widerstandserhitzung (Ofenbauart nach W. BORCHERS) – d) Induktionsöfen (Mittelfrequenz) mit gasdichtem Schutzkessel – e, f) Elektronenstrahl-Schmelzöfen; e) Schmelzen nach dem Abtropfverfahren; f) Schmelzen im Rinnentiegel

Öfen, Abb. 1.1.b), oder ebenfalls in den Stromkreis eingeschalteten Tiegeln ausgerüstet. Wegen der verhältnismäßig geringen Widerstandswerte dieser Heizelemente und ihrer großen Querschnitte wird mit niedriger Spannung und hoher Stromstärke gearbeitet. Bei Öfen mit *direkter Widerstandserhitzung* wird die JOULESCHE Wärme beim Stromdurchgang durch das Schmelzgut erzeugt; Abb. 1.1.c zeigt die Bauart nach W. BORCHERS, siehe auch Abb. 1.4.e.

Tabelle 1.2. Widerstandsmaterialien mit einigen wichtigen Eigenschaften^{5, 7, 8}

Werkstoff	max. Ge- brauchs- temp. [°C]	Betriebs- temp. [°C]	Änderung d. el. Wi- derstands mit stei- gender Tempe- ratur	Atmosphäre
Cr-Ni	1250	1100	↑	Luft
Cr-Al-Fe	1350	1200	↑	
Pt	1600	1300	↑	Luft, nicht red. Atm.
Mo	1650–2200	1400	↑	Vakuum oder H ₂
W	3000	2500	↑	Vakuum oder H ₂
SiC	1500	1200	↓	Luft bei T > 800 °C Oxydation
C	3000	2000	—	Vakuum, neutr. oder red. Atmosphäre, be- grenzt auch an Luft, T < 550 °
ZrO ₂ (Stab)	2400		↓↓	Luft

Induktionsöfen werden mit Mittel- und Hochfrequenz betrieben. Das Schmelzgut bildet gewissermaßen die Sekundärspule und wird direkt erhitzt (Abb. 1.1.d). Ein besonderer Vorteil besteht in der besonders guten Durchmischung der Schmelze als Folge der durch die induktive Erhitzung bedingten Badbewegung. Häufig umgibt man den Ofenteil mit einem Behälter, in dem unter Schutzgas oder Vakuum geschmolzen werden kann. Besteht die Möglichkeit, auch in der Schutzatmosphäre oder im Vakuum abzugießen, dann lassen sich mit diesem Ofen sogar kleinere Schmelzvolumen, die sonst stark mit der Atmosphäre reagieren, einwandfrei beherrschen. Sind hochschmelzende Metalle und Legierungen von höchster Reinheit sowohl in bezug auf den Gasgehalt als auch auf andere Verunreinigungen herzustellen, kann der Elektronenstrahlschmelzofen eingesetzt werden (Abb. 1.1.e, f). Bei ihm wird im

Hochvakuum das Schmelzgut mit Elektronen beschossen und dadurch lokal erhitzt. Da die flüssige Oberfläche des Schmelzgutes direkt dem Vakuum ausgesetzt ist, werden im Gegensatz zum Vakuumlichtbogenschmelzofen die freiwerdenden Gase ohne Stau abgezogen. Die Reinigung der Metalle geschieht dabei durch partielle Verdampfung. Wasserstoff und Stickstoff werden in elementarer Form aus der Schmelze entfernt, während Sauerstoff durch Verdampfen von Suboxiden oder durch Desoxydationsmittel entfernt wird. Durch möglichst lange Verweilzeit im Schmelzzustand, hohe Temperaturen und geringen Druck ist die Qualität der Reinigung zu verbessern, wobei jedoch unerwünschte Verdampfungsverluste zu beachten sind. Durch entsprechende Führung der Elektronenstrahlen auf dem Schmelzgut lassen sich eine Vielzahl von Schmelzprozessen durchführen. Als Beispiele sind hier für das Umschmelzen das Abtropfverfahren (Abb. 1.1.e) und für das Zonenreinigen das Schmelzen im Rinnentiegel (Abb. 1.1.f) schematisch dargestellt.

Einkristallherstellung

Für eine Reihe von Grundlagenforschungen ist die Herstellung von *Einkristallen* erforderlich. Es wurden dafür viele Verfahren entwickelt, die neben den Wachstumseigenschaften der jeweiligen Metalle darüber hinaus spezielle Anforderungen an den Einkristall (Ek) berücksichtigen, wie z. B. die Lage des Kristallgitters im Probenvolumen, die geometrische Form des Ek, sowie bei Legierungskristallen die Konzentrationsverteilung.

Beim Verfahren nach BRIDGMAN wird die Schmelze in einem zylindrischen Tiegel durch ein Temperaturfeld bewegt. Die Absenkgeschwindigkeit ist dabei so zu wählen, daß vom Tiegelboden aus die Kristallisation beginnt (Abb. 1.2.a). Die Kristallisationsgeschwindigkeit bestimmt die zu wählende Absenkgeschwindigkeit. Sie liegt im Bereich von etwa 0,3 bis 15 cm/h und ist abhängig vom Metall, seiner Reinheit bzw. seinen Legierungskomponenten und deren Konzentration, sowie von der Kristallorientierung zur Wachstumsfront. Ein Einkristall entsteht nach diesem Verfahren dann, wenn sich im engen Querschnitt des Tiegelbodens ein einziger Kristall bildet, der die Kristallisation des darüber befindlichen Schmelzvolumens bestimmt, oder wenn ein im Boden des

Tiegels eingesetzter Einkristallimpfling seine Orientierung dem erstarrenden Schmelzvolumen aufprägt. Bei der Herstellung von Legierungseinkristallen treten bei diesem Verfahren Konzentrationsunterschiede entlang der Stabachse auf (bei fallenden Liquidus- und Soliduslinien bez. des Legierungspartners »B« steigt die Konzentration an »B«-Atomen in Kristallisationsrichtung). Bei dem Verfahren nach CZOCHRALSKI taucht ein einkristalliner Impfling in eine Schmelze, deren Temperatur geringfügig über der Schmelztemperatur liegt. Er wird mit geeigneter Geschwindigkeit nach oben gezogen. Dabei kristallisiert fortlaufend Material am Impfling an. Der nach diesem Verfahren entstehende Einkristall besitzt unregelmäßige Form. Bei entsprechend großem Verhältnis von Schmelzvolumen zu Kristallvolumen läßt sich bei Legierungen nach dieser Methode annähernd konstante Konzentration im Einkristall erzeugen (Abb. 1.2.b). Die Herstellung von Einkristallen

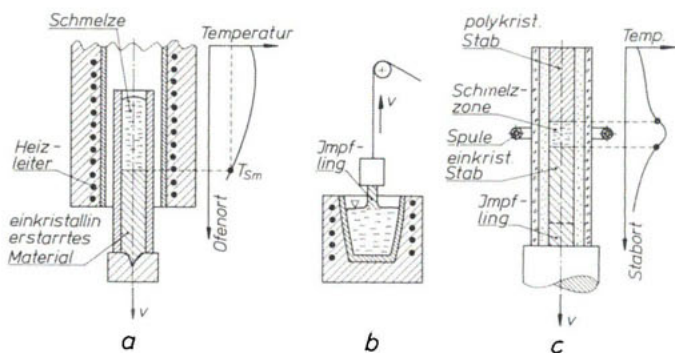


Abb. 1.2. Schematische Darstellung der Einkristallherstellung aus der Schmelze: a) Verfahren nach BRIDGMAN – b) Verfahren nach CZOCHRALSKI – c) Verfahren nach dem Zonenschmelzverfahren im weichen Tiegel

nach dem Zonenschmelzverfahren zeigt Abb. 1.2.c. Dabei wird durch eine HF-Induktionsspule ein Kohlerohr örtlich erhitzt. Es umgibt einen polykristallinen Stab, in dem eine Schmelzzone erzeugt wird. Bei geeigneter Bewegung der Induktionsspule wandert die Schmelzzone vom unteren Stabende nach oben, wobei an der Erstarrungsfront das Material einkristallin erstarrt, wenn ein unten angebrachter einkristalliner Impfling bei der Ausgangs-

stellung der Schmelzzone teilweise aufschmilzt. Die Vorteile dieses Verfahrens bestehen darin, daß zylindrische Einkristalle mit guter Maßhaltigkeit und Oberfläche erzeugt werden können, und daß bei der Herstellung von Legierungseinkristallen im mittleren Stabebereich konstante Konzentrationsverteilung zu erzielen ist⁶.

Man kann Einkristalle auch nach dem *Rekristallisationsverfahren* gewinnen. Jedoch wird der Vorteil, nicht den Herstellungsweg über die flüssige Phase zu gehen (und dadurch keine Konzentrationsverschiebung, keine Verunreinigung durch Ofenatmosphäre und Tiegel zu erhalten) durch die z. T. erheblichen Schwierigkeiten bei der Rekristallisation aufgehoben. Dies ist vor allem dann der Fall, wenn das Ausgangsmaterial kornwachstumshemmende Verunreinigungen enthält. Außerdem ist es nach diesem Verfahren kaum möglich, die Orientierung der Einkristalle vorherzubestimmen. Man geht von feinkörnig rekristallisiertem Gefüge aus, das über das Probenvolumen möglichst gleichmäßig im Bereich des kritischen Verformungsgrades verformt wird. Eine einfache, häufig angewandte Methode besteht darin, einen kritisch verformten Draht mit geeigneter Geschwindigkeit in ein Temperaturfeld (meist Salzbad) abzusenken. Dabei führt die einseitige Keimbildung in der Probe zu einem gerichteten Kornwachstum. Eine weitere Möglichkeit besteht darin, die kritisch verformte Probe möglichst langsam auf die Rekristallisationstemperatur aufzuheizen (10 bis 30 gr/d), daran anschließend mehrere Tage die Temperatur knapp unter der Schmelztemperatur zu halten, damit evtl. noch vorhandenes feinkristallines Gefüge durch Kornwachstum aufgezehrt wird. – Wegen der leichten Verformbarkeit von Einkristallen ist allgemein bei ihrer Handhabung größte Vorsicht geboten.

1.2. Probennahme

Man versteht darunter das Heraustrennen von Proben mit den für die jeweilige Untersuchung geeigneten Abmessungen aus einem größeren Stück (z. B. auch Konstruktionsteil), wobei die interessierenden Werkstoffeigenschaften des Materials durch den Trennvorgang nicht oder möglichst wenig beeinflusst werden dürfen. Sollen die Eigenschaften eines größeren Materialvolumens untersucht

werden, dann sind mehrere Proben über das Material verteilt so zu entnehmen, daß sie nach statistischen Gesichtspunkten ausgewertet werden können (systematische Probennahme). Dagegen genügt es häufig bei der Untersuchung von Schadensfällen, aus einem speziell interessierenden Bereich eine einzige oder doch wenige Proben zu entnehmen (gezielte Probennahme). Eine fehlerhafte Probennahme stellt alle nachfolgenden Untersuchungen an dieser Probe in Frage.

Mechanische Probennahme

Die meist angewandten Entnahmemethoden sind *mechanischer Art*, wie Abschlagen, Schneiden und Sägen. Bei diesen Verfahren sind in der Regel Materialveränderungen in unmittelbarer Nähe der Trennflächen nicht zu vermeiden. Durch sorgfältiges Verfeinern der einzelnen Verfahren (z. B. durch die dem Material genau angepaßte Schnittgeschwindigkeit, durch Kühlen usw.) kann die gestörte Zone klein gehalten werden. Speziell für die Probennahme entwickelte Geräte verringern die Störzonen auch bei sehr empfindlichen Gefügeständen auf ein geringstmögliches Maß. Dazu gehören Trennscheiben (Abb. 1.3.a), insbesondere solche mit Unterwasserkühlung und Fadentrenngeräte (Abb. 1.3.b). Mit der Trennscheibe sind Schnittbreiten von 1 bis 3 mm zu er-

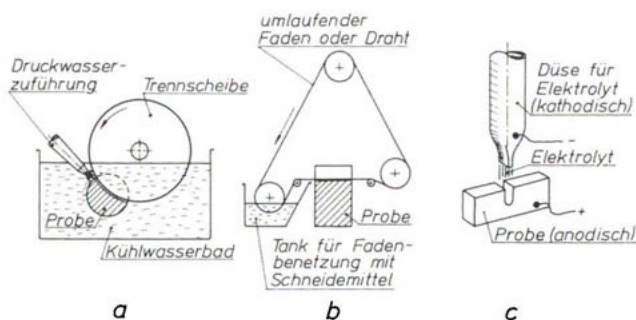


Abb. 1.3. Schematische Darstellung einiger Methoden der möglichst störungsfreien Probenabtrennung: a) Unterwassertrennscheibe – b) Fadentrenngerät – c) Säurestrahlverfahren (a, b mechan. Verfahren; c elektrochem. Verfahren)

reichen, wobei die Breite der Störzone im günstigsten Fall nur ca. 20 μm beträgt. Beim Fadentrenngerät wird ein endloser Faden, der gleichmäßig mit einem Schneidmittel benetzt ist, über das Probenmaterial gezogen. Mit diesem Gerät sind vor allem gegen Verformung empfindliche (wie z. B. Einkristalle), oder harte und spröde Materialien bei geringsten Schnitt- und Störzonenbreiten zu trennen. Beim Pulverstrahltrennen wird mit Gasdruck z. B. Aluminiumoxid oder Siliziumkarbid durch eine feine Düse auf die Probe geschleudert. Bei geeigneten Düsenformen lassen sich Schnittbreiten bis zu 0,1 mm herab erzielen.

Elektrochemische Probennahme

Bei der *elektrochemischen Probennahme* werden die durch die mechanische Probennahme erzeugten Störzonen vollständig vermieden. Abb. 1.3.c zeigt schematisch das Säurestrahlverfahren, bei dem der Elektrolyt mit einer als Kathode geschalteten Düse auf die anodisch geschaltete Probe gespritzt wird. Die Schnittbreite entspricht ungefähr der Strahlbreite und beträgt ca. 0,15 mm. Säurefräse, Säuresäge und Säuredrehbank arbeiten sinngemäß.

Unter bestimmten Umständen ist ein Herausarbeiten mit Schneidbrennern nicht zu umgehen. In diesem Fall sind die thermischen Beeinflussungen des späteren Probenvolumens sorgfältig zu beobachten und die Schneidfläche möglichst weit entfernt von dem zu untersuchenden Probenvolumen zu legen.

1.3. Wärmebehandlung und Verformung von Proben

Durch definierte Wärmebehandlungen können die Eigenschaften von Metallen und ihren Legierungen weitestgehend beeinflusst werden, wie z. B. beim Diffusionsglühen, Löseglühen, Spannungsfreiglühen, Rekristallisationsglühen, beim Überschreiten von Phasengrenzlinien im Zustandsdiagramm zur Umwandlungshärtung und zur Aushärtung. Die dafür erforderlichen Wärmebehandlungsöfen stellen daher eine wichtige Voraussetzung für die experimentelle Erforschung der Phasenänderungen in metallischen Werkstoffen dar. Die Bauarten der Öfen richten sich nach den geforderten maximalen Ofentemperaturen, nach der Ofenatmo-

sphäre, nach der Genauigkeit der im Probenvolumen zu erzeugenden Temperatur, nach den zulässigen zeitlichen Temperaturschwankungen in der Probe und nach den geforderten Aufheiz- und Abkühlzeiten.

Wärmebehandlungsöfen

Bei den Öfen mit *indirekter Widerstandserhitzung* wird der nutzbare Ofenraum umgeben von Heizleitern, die entweder zur besseren Haltbarkeit von der Ofenatmosphäre abgekapselt sind, oder aber zur besseren Wärmeabgabe den Ofenraum ungeschützt umgeben. Die jeweils erreichbaren Ofentemperaturen werden daher nicht nur vom Material der Heizleiter (s. Tabelle 1.2.) und deren Form (Draht, Spirale, Band, Stab oder Rohr), sondern auch von der Anordnung der Heizelemente bestimmt. Dichtere Lage der Heizelemente zur Ofenöffnung hin bewirken ein gleichmäßigeres Temperaturfeld im Ofenraum, bifilare Wicklungen können magnetische Einwirkungen auf das Glühgut vermeiden helfen. Abb. 1.4. zeigt verschiedene Bauarten von Glühöfen mit indirekter Widerstandserhitzung für verschiedene Anforderungen. Im Muffel- und Kammerofen (Abb. 1.4.a) sind die zu glühenden Proben der Ofenatmosphäre ausgesetzt. Durch die freistrahrenden Heizleiter des

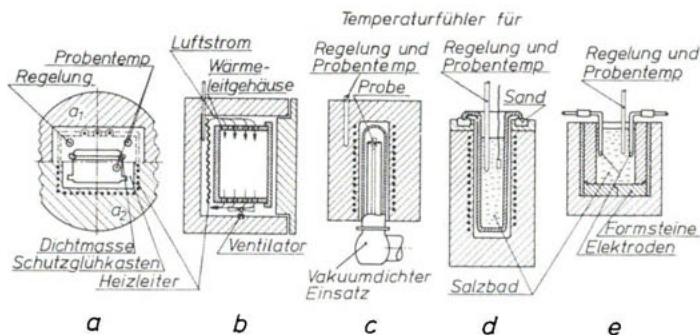


Abb. 1.4. Schematische Darstellung von Öfen zur Wärmebehandlung von Proben: a) Glühöfen für Temperaturen bis zu 1000 °C; a₁ Kammerofen (mit freistrahrenden Heizleitern); a₂ Muffelofen (mit eingebetteten Heizleitern) – b) Umluftofen für Temperaturen bis zu 700 °C – c) Vakuumglühofen für Temperaturen bis 1300 °C – d) Tiegelofen für Glühungen im Salzbad bis 1000 °C – e) Elektrodenofen für Glühungen im Salzbad bei > 1000 °C

Kammerofens liegt bei gleichem Heizleitermaterial die maximale Temperatur etwa 100–200 °C über der des entsprechenden Muffelofens. Durch Verwendung eines Schutzglühkastens kann die Oxydation der Probe eingeschränkt werden; dabei ist jedoch die u. U. gegenüber der Ofentemperatur geringere Probentemperatur zu berücksichtigen.

Öfen für Temperaturen bis etwa 700 °C können mit zusätzlichen Einrichtungen wie künstliche Luftumwälzung und Wärmeleitkästen ausgestattet werden, um ein möglichst konstantes Temperaturfeld zu erzeugen und um die Proben rascher aufzuheizen (Abb. 1.4.b).

Um Reaktionen des Probenwerkstoffs mit der Ofenatmosphäre auszuschalten, wählt man eine Behandlung unter Schutzgas, wie z. B. H_2 , N_2 , CO , CO_2 , inerte Gasgemische oder Edelgase. Bei der Glühbehandlung im Vakuum befindet sich die Probe in einem gasdichten Behälter, die Wärmezufuhr erfolgt durch Strahlung (Abb. 1.4.c). Bei diesem Glühverfahren werden nicht nur Gas-einwirkungen auf den Probenwerkstoff vermieden, es können auch die unter der Oberfläche gebundenen Gase extrahiert werden.

Einen einfacheren, meist ähnlich wirksamen Schutz des Probenmaterials kann man durch Glühen in Flüssigkeiten erzielen, die sich gegenüber dem Probenmaterial neutral verhalten. Neben einem sehr homogenen Temperaturfeld im Probenvolumen bewirkt diese Glühart sehr hohe Aufheizgeschwindigkeit der Proben. Als Schutzbäder finden Öle, geschmolzene Metalle und Salze Verwendung. Vor dem Eintauchen sind die Proben vorzuwärmen, damit keine Feuchtigkeit in das Bad eingeschleppt wird (Spritz- und Explosionsgefahr). Abb. 1.4.d zeigt einen Tiegelofen für Salzbadglühung, bei dem als Schutz gegen das Kriechen des Salzes zu den Heizwicklungen die Tiegelfahne auf einer mit feinem Sand gefüllten Rinne liegt. Die Temperaturgleichheit von Probe und Glühmedium ist im Salzbad am besten gewährleistet. Für Salzbadglühungen bei höchsten Temperaturen finden vorteilhaft sog. Elektrodenöfen Anwendung. In ihnen ist das flüssige Salz gleichzeitig das Heizelement, in das Strom hoher Stromstärke und niedriger Spannung durch Elektroden eingeleitet wird (Abb. 1.4.e). Ein bedienungstechnischer Nachteil dieses Ofens besteht darin, daß diese direkte Widerstandserhitzung erst bei flüssigem Salz

funktioniert, der Ofen also über eine Zusatzeinrichtung oder über Hilfeelektroden indirekt anzuheizen ist, und daß im letzten Fall nach jedem Gebrauch das geschmolzene Salz ausgeschöpft werden muß.

Wärmebehandlungsbäder

Die gebräuchlichsten *Glühsalze* sind Gemische aus verschiedenen Salzen und unterscheiden sich durch ihre Arbeitstemperatur und ihr chemisches Verhalten gegenüber den verschiedenen Metallen. Bezüglich der chemischen Eigenschaften gibt es drei Hauptgruppen: Die inerten Salzbäder, die nicht oder nur unwesentlich mit dem Metall reagieren; ihre Zusammensetzung ist auch während des Glühens sorgfältig zu überwachen. Die nichtinerten Salze, die ungesteuert mit der Probenfläche reagieren wie z. B. entkohlend und oxydierend und die Gruppe der Einsatzbäder wie Kohlungsbäder, Karbonitrierbäder und Tenifer®-Bäder. Die letztgenannten Salzbäder verändern in definierter Weise den Kohlenstoff- und den Stickstoffgehalt in Stählen (s. Band II, Kap. 3.10.2.3.). Die Salze sind meist Chloridgemische, deren Zusammensetzung die Arbeitstemperaturen bestimmen. Durch Zusätze wie z. B. Magnesiumfluorid können die Salze inert gemacht werden. Bezüglich spezieller Betriebsbedingungen wie Vermischbarkeit der verschiedenen Salze und Giftigkeit sind die Vorschriften der Salzbadhersteller sorgfältig einzuhalten. So dürfen z. B. zyanhaltige Salze, wie sie für das Nitrieren und Karbonitrieren verwendet werden, wegen Explosionsgefahr mit salpeterhaltigen Salzen (Salze für niedrigste Arbeitstemperaturen) nicht vermischt werden. Tabelle 1.3. gibt die wichtigsten Eigenschaften und Gefahrenhinweise einiger Glühmedien wieder.

Für sehr hohe Aufheizgeschwindigkeiten werden die Probenkörper induktiv erhitzt, wobei die Induktionsspulen sorgfältig auf den Probenkörper abgestimmt werden müssen.

Abkühlen des Probenmaterials

Die Art der *Abkühlung des Probenmaterials* kann, wie aus Band I und II bekannt ist, einen wesentlichen Einfluß auf das Gefüge und die zu erzielenden Eigenschaftsänderungen ausüben. Es kann langsam im Ofen und an ruhender Luft, beschleunigt an bewegter

Tabelle 1.3. Einige Wärmebehandlungsbäder (insbesondere Glühsalze) mit Temperaturbereich und besonderen Eigenschaften^{8, 9, 7}

Wärmebad mit Zusammensetzung	Temperaturbereich in °C	Bemerkungen
Öle	max. 200	
Öle unter neutralem Schutzgas	max. 250 (300)	
Silikonöle	max. 300	
Blei	350–800	zu beachten sind die Zustandsdiagramme von Pb-Glühmaterial
Kaliumnitrat KNO_3 56		allgem. oxydierende Eigenschaften, zwischen 150 und 250 °C bei Stählen und Kupferlegierungen nur schwach ausgeprägt; ab 450 °C sehr deutliche Oxydation –
Natriumnitrit NaNO_2 44	150–300 (500)	bei Einbringen von reduzierenden Verbindungen wie z. B. Al-Späne, stark Mg-haltige Legierungen und cyanhaltige Salze ($\leftarrow$ z. B. aus Kohlensäurebädern) starke Reaktion! –
Kaliumnitrat KNO_3 45	240–600	hygroskopisch – Explosionsgefahr auch bei nur lokal zu hoher Erhitzung
Natriumnitrat NaNO_3 55		im Ausgangszustand nicht abkühlend, durch Oxydation mit Luft geht im Gebrauch bei $T > 850$ °C die inerte Wirkung rasch verloren
Natriumchlorid NaCl 38	500–800	Kaliumchlorid wird zersetzt, sehr rasch ab $T > 1000$ °C
Calciumchlorid CaCl_2 47	($T_{\text{sm}} = 450$)	einziges Salz, das bei diesen Temperaturen noch ausreichend stabil bleibt;
Bariumchlorid BaCl_2 15		wird verwendet mit Zusätzen verschiedenster Art, z. B. Magnesium-, Silizium-, Titanoxid, Calcium-, Barium-, und Magnesiumfluorid
Kaliumchlorid KCl 55	750–1000	
Bariumchlorid BaCl_2 45	($T_{\text{sm}} = 650$)	
Bariumchlorid BaCl_2 97–98	> 1000	

Luft oder rasch durch Eintauchen der Proben in entsprechende Medien abgekühlt werden. Man unterscheidet drei Gruppen von Abschreckmedien: Medien, die die Wärmeabfuhr durch Konvektion, Verdampfung und nur geringe Wärmeleitung vollziehen, z. B. Flüssigkeiten wie Wasser und Öle; Medien, bei denen hauptsächlich Wärmeleitung und Konvektion wirksam werden, z. B. flüssige Metalle und Salze; gasförmige Medien, bei denen neben Leitung und Konvektion noch Strahlung wirksam wird. Bei den Medien der ersten Gruppe ist die Abkühlgeschwindigkeit sehr stark abhängig von der Siedetemperatur sowie von der Proben-temperatur (s. Abb. 1.5., Abkühlgeschwindigkeiten für Wasser und Öl). Bei entsprechend hoher Temperatur kann sich eine zusam-

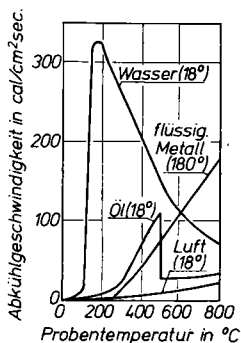


Abb. 1.5. Abkühlgeschwindigkeit von Proben in verschiedenen Abschreckmedien in Abhängigkeit von der Probentemperatur, nach ⁹⁾

menhängende Dampfhaut ausbilden, die die Wärmeabfuhr stark verzögert, LEIDENFROSTsches Phänomen. Bricht die Dampfhaut zusammen und werden Dampfblasen fortgewirbelt, nimmt die Wärmeabfuhr stark zu. Fällt die Probentemperatur weiter ab unter den Siedepunkt des Abkühlmediums, fällt die Abkühlgeschwindigkeit wieder stark ab. In Medien, die bei den Probentemperaturen keine Dampfhaut oder-blasen bilden, wächst die Abkühlgeschwindigkeit mit zunehmender Temperatur der Probe (s. Abb. 1.5. Abkühlgeschw. für flüssiges Metall und Luft). Die Abkühlgeschwindigkeit kann also im selben Medium je nach Abschrecktemperatur der Probe stark unterschiedlich sein. Dies ist vor allem bei der Beeinflussung von Umwandlungen in ganz bestimmten

Temperaturbereichen von Bedeutung. Es sei noch angeführt, daß zusätzlich die Abkühlgeschwindigkeit sehr stark vom Verhältnis Probenfläche zum Probenvolumen sowie von der Bewegung der Probe im Abschreckmedium beeinflußt wird.

Temperaturregelung

Die Wichtigkeit exakter *Temperaturregelung* ist ebenfalls aus Band I, II und ^{1,2)} zu ersehen. Man hat immer zu prüfen, inwieweit die Temperaturanzeige der Glüheinrichtung übereinstimmt mit der Temperatur im Probenvolumen. Mit geeigneten Temperaturfühlern (z. B. Thermoelemente, s. Kap. 10. dieses Bandes) kann direkt die Probentemperatur gemessen werden; dies ist insbesondere dann von Bedeutung, wenn man sich über Aufheiz- und Abkühlbedingungen Klarheit verschaffen muß. Die Temperaturverteilung im Glühraum ist ebenfalls zu beachten, wobei allerdings anzuführen ist, daß in einer großvolumigen Probe Temperaturunterschiede geringer sind (Wärmeleitung), als die an entsprechender Stelle im leeren Ofenraum gemessenen. Weitgehend auszuschalten sind die zeitlichen Temperaturschwankungen, die durch die Art der Temperaturregelung des Ofens bestimmt werden. Am verbreitetsten sind sog. Aus-Ein-Regler, die den Heizstrom nach Erreichen einer frei wählbaren Temperatur abschalten und beim Unterschreiten eines bestimmten Temperaturwertes wieder einschalten. Dadurch tritt ein Pendeln der Ofentemperatur um einen Mittelwert auf, das durch günstige Anordnung des Temperaturfühlers im Ofen, möglichst in der Nähe der Heizquelle, klein gehalten werden kann.

Die wegen ihrer Betriebssicherheit am meisten verwendeten Temperaturregler in Laboröfen sind Stabausdehnungsthermometer, deren relative Längenänderung der Ofentemperatur proportional ist. Die freien Stabenden betätigen über einen Hebelmechanismus einen elektrischen Kontakt, wobei entweder direkt oder indirekt die Energieversorgung des Ofens aus- und eingeschaltet wird. Ist für die Wärmebehandlung der Probe nicht nur konstante Temperatur einzuhalten, sondern sind bestimmte zeitliche Temperaturgradienten zu erzeugen, dann können durch Steuerung der Stellung des Gegenkontaktes, z. B. über eine Kur-

venscheibe, entsprechende Temperaturprogramme gefahren werden. Die Temperaturen dieser Öfen werden getrennt vom Regelfühler durch Thermometer oder durch Thermoelemente mit geeigneten Anzeigeelementen gemessen. Ist der Regelfühler ebenfalls ein Thermoelement, dann wird die Stromzuführung des Ofens über das Temperaturanzeigergerät, meist ein Drehspulinstrument, gesteuert, wobei die Zeigerstellung durch einen Fall- oder Druckbügel oder berührungslos durch einen Lichtstrahl und eine Fotozelle abgetastet wird. Beim Einsatz von elektronischen Kompensationsgeräten wird die Zeigerstellung durch elektrische Kontakte ermittelt.

Um das Pendeln der Ofentemperatur zu verringern oder nahezu ganz zu vermeiden, finden verschiedene Regeltechniken Anwendung. Es kann z. B. der Ofen mit konstanter Grundleistung gefahren werden und nur eine geringe Zusatzleistung über die Aus-Ein-Regelung gesteuert werden. Als weitere Möglichkeit kann die Energiezufuhr des Ofens auf einen beliebigen, konstant gehaltenen Wert eingestellt werden. Bei sehr stark schwankender Umgebungstemperatur oder Netzspannung ist jedoch eine zusätzliche Temperaturregelung nach oben beschriebener Weise erforderlich. Eine häufig angewandte Proportionalsteuerung von Laboröfen wird mit einem Schaltgerät erzeugt, das die Energieversorgung des Ofens in sehr kurzen Perioden aus- und einschaltet. Durch das frei wählbare Verhältnis von Einschaltzeit zur Ausschaltzeit wird die Ofentemperatur bestimmt.

Die Temperaturregelung mit einem Regeltransformator stellt bezüglich der Lebensdauer der Heizelemente eine besonders günstige Lösung dar. Insbesondere bei Heizelementen, deren Widerstand sich beim Anheizen oder bei längeren Betriebszeiten stark ändert, ist ein Regeltransformator unbedingt erforderlich. Mit entsprechendem Aufwand kann der Regeltransformator den Temperaturschwankungen des Ofens entsprechend motorisch verstellt werden.

Verformung der Proben

Außer zur Kontrolle des Einflusses der *Verformung* auf Gefüge und Eigenschaften kann auch zur Herstellung bestimmter Probenformen eine Verformung der Proben erforderlich sein, wie z. B.

zum Messen der elektrischen Leitfähigkeit an Drähten, oder wenn ohne Materialverlust die Probendicke vermindert werden muß. Die verschiedenen Möglichkeiten der Verformung wie Schmieden, Pressen, Walzen, Ziehen usw. sind, ebenso wie die im Kristallgefüge dabei ablaufenden Vorgänge, in Band II, Kap. 3.7. ausführlich beschrieben.

1.4. Bearbeitung der Probenfläche für Mikrountersuchung

Für die mikroskopische Untersuchung müssen die Proben eine äußerst ebene Fläche erhalten, da sonst wegen der geringen Tiefenschärfe bei hohen Vergrößerungen nur Teilgebiete der Fläche scharf abzubilden sind. Ferner muß die Fläche möglichst glatt sein, da die mikroskopische Beobachtung der Metalle nur mit Auflichtbeleuchtung, also im reflektierten Licht vorzunehmen ist. Für die röntgenographischen Feinstrukturuntersuchungen ist die Probenfläche ähnlich zu behandeln.

Die Lage der Schlißfläche in der Probe kann das Aussehen des freigelegten Gefüges stark beeinflussen, wenn die Kristalle eine bevorzugte räumliche Orientierung besitzen, oder wenn Einschlüsse z. B. durch Walzen oder Pressen gestreckt sind. Daher ist es unbedingt notwendig, bei vergleichenden Gefügeuntersuchungen auf eine ähnliche Lage der Schlißflächen zu achten. So werden z. B. für die Begutachtung von verformtem Material die Schlißflächen in und senkrecht zur Verformungsrichtung gelegt. Sollen Gefüge von dünnen Schichten oder dünnen Blechen untersucht werden, schleift man zweckmäßig die Proben unter definierten Winkeln schief an und verbreitert dadurch die Gefügefläche in Abhängigkeit vom Schlißwinkel.

Ebenso wie bei der Probennahme ist auch bei der Herstellung der Schlißfläche sorgfältig darauf zu achten, daß dabei das Gefüge nicht verändert wird. Die Fläche muß einen wirklichen Schnitt durch das im Probeninneren vorliegende Gefüge darstellen. Diese Forderung ist dann schwer zu erfüllen, wenn sich leicht dünne Randschichten durch die Oberflächenbehandlung bilden, wie z. B. rekristallisierte Zonen von verformten Gefügen bei Pb und Zn, Umwandlung von instabilen Gefügeanteilen in die stabile Phase wie z. B. Restaustenit im gehärteten Stahl, Bildung von verformten