

Werkstofftechnik-Grundpraktikum
Sommersemester

**Versuch G2:
Mikroskopie und Makroskopie**

Inhalt

1	Einleitung	1
2	Makroskopie.....	1
3	Grundlagen der Mikroskopie	8
4	Rasterelektronenmikroskopie	11
5	Transmissionselektronenmikroskopie	14
6	Kontrollfragen.....	15

Name:

Vorname:

Matr.-Nr.:

Testat:

1 Einleitung

Ziel und Methoden metallographischer Untersuchungen

Aufgabe der Metallographie ist die qualitative und quantitative Beschreibung des Gefüges metallischer Werkstoffe. Darunter soll die Ermittlung und Bestimmung der

- **Art**
- **Menge**
- **Größe**
- **Form**
- **örtlichen Verteilung**
- **Orientierungsbeziehungen**

der Gefügebestandteile mit Hilfe direkt abbildender mikroskopischer Verfahren verstanden werden. Die umfassende Charakterisierung des Gefüges ist dabei nicht Selbstzweck, sondern wird mit der Absicht durchgeführt, Zusammenhänge zwischen chemischer Zusammensetzung, technologischen Prozessen zur Gewinnung bzw. Nachbehandlung metallischer Körper und der Gefügeausbildung aufzuklären, sowie auf dieser Grundlage die Eigenschaften und das Beanspruchungsverhalten metallischer Werkstoffe bzw. Werkstücke verstehen zu helfen. Sie stellt damit einen wichtigen Methodenkomplex der Werkstoffwissenschaft zur Aufklärung der Zusammenhänge zwischen Technologie, Struktur und Eigenschaften metallischer Werkstoffe dar. Damit soll gleichzeitig zum Ausdruck gebracht werden, dass die Metallographie im Sinne der hier getroffenen Begriffsbestimmungen nur ein Teil einer komplex aufzufassenden allgemeinen Struktur- und Gefügeanalyse ist, der unter anderem noch die indirekt strukturabbildenden Beugungsverfahren wie die Röntgen-, die Elektronen- und die Neutronenbeugung, sowie die indirekten physikalischen Methoden auf der Grundlage der Ermittlung strukturabhängiger Eigenschaften zuzuordnen sind. Das bedeutet, dass der Metallograph nicht nur sein eigenes, engeres Fachgebiet beherrschen, sondern auch Kenntnisse über ergänzende Untersuchungsmethoden und über die Technologie, die Eigenschaften und den praktischen Einsatz von metallischen Werkstoffen besitzen sollte, die er insbesondere dann benötigt, wenn er eine metallkundliche Interpretation seiner Untersuchungsergebnisse vorzunehmen hat. Die metallographischen Untersuchungsverfahren gliedern sich in makroskopische und in mikroskopische Verfahren.

2 Makroskopie

Makroskopische metallographische Untersuchungen liefern nur erste Anhaltswerte über den Gefügebau oder geben Aufschluss über Art und Verteilung bestimmter Gefügebestandteile. Sie

beruhen alle auf der Wirkung chemischer Reaktionen an der Oberfläche, wobei man zwei Gruppen unterscheiden kann:

- **Ätzverfahren**
- **Abdruckverfahren**

Voraussetzung für die Anwendung der Verfahren ist eine geschliffene Oberfläche. Zunächst wird die zur Untersuchung vorgesehene Fläche der Probe je nach vorhandenem Werkzeug plangedreht, gehobelt, gefeilt, mit einem Schleifstein vorgeschliffen oder mit einer Trennscheibe abgetrennt. Je sorgfältiger hierbei darauf geachtet wird, eine plane Oberfläche zu erzielen, desto leichter lässt sich das anschließende Feinschleifen durchführen.

Dazu werden kleinere Proben erst einmal in kaltaushärtendem Epoxidharz eingebettet. Anschließend werden sie mit SiC-Papier verschiedener Körnung (100-600) auf speziellen Schleifmaschinen nassgeschliffen. Das ständig über das Schleifpapier laufende Wasser spült dabei den Schleifstaub fort. Maßgebend für die Schleifpapierkörnung mit der begonnen wird, ist die Güte des Vorschliffs.

Die Schliffflächen werden nach dem Schleifen sorgfältig mit Ethanol gereinigt.

2.1 Ätzverfahren

Zum Sichtbarmachen des Makrogefüges muss die geschliffene Fläche mit einem für den Werkstoff geeigneten Ätzmittel behandelt werden. Wichtig ist, dass die Schlifffläche bis zum Ätzen sauber und fettfrei bleibt. Die gebräuchlichsten Mittel zur Makroätzung von Stählen sind die Ätzmittel nach Adler, Fry und Oberhofer. Die folgende Tabelle 2.1 zeigt die chemische Zusammensetzung und die verschiedenen Anwendungsfälle dieser Mittel:

Kurzname	Nachweis	Ätz- bzw. Nachweismittel	Werkstoff
Oberhofer-Ätzung	Primäre und sekundäre Phosphorseigerungen Primäres und Sekundäres Zeilengefüge	0.5 g Zinnchlorid 1 g Kupferchlorid 30 g Eisenchlorid 50 ml konz. Salzsäure 500 ml Ethanol 500 ml dest. Wasser	Phosphorhaltige Stähle
Fry-Ätzung	Sichtbarmachung von Kraftwirkungslinien in alterungsempfindlichen Stählen	90 g Kupferchlorid 120 ml konz. Salzsäure 100 ml dest. Wasser	Stickstoffhaltige Stähle

Adler-Ätzung	Untersuchung von Schweißnähten Sichtbarmachung von Seigerungen, Primärstrukturen, aufgekohlten, abgekohlten, kaltverfestigten Zonen und groben Gefügeunterschieden	a) 3 g Ammoniumchlorocuprat 25 ml dest. Wasser b) 15 g Eisen(II)-chlorid 50 ml konz. Salzsäure Erst wenn alles gelöst ist, Lösung b in Lösung a schütten	alle Stähle, Nickelwerkstoffe, Kupfer und Kupferlegierungen
--------------	---	--	---

Tabelle 2.1: Auflistung verschiedener Ätzverfahren

2.2 Abdruckverfahren

Das bekannteste Abdruckverfahren ist der *Baumann-Abdruck* für den Nachweis von Schwefelseigerungen im Stahl. Hierfür ist ein Schleifen der Probe bis zur Körnung 200 erforderlich. Bromsilberpapier (Fotopapier) wird 5 min in 5 %iger wässriger Schwefelsäure getränkt. Das Fotopapier wird anschließend zur Sichtbarmachung der Seigerungen für 1-2 Minuten auf die geschliffene Stahlfläche gelegt. Die Schwefelsäure reagiert mit den Sulfideinschlüssen und bildet dabei Schwefelwasserstoff. Dieser reagiert mit der Fotoschicht zu dunklem Silbersulfid. Auf diese Weise lässt sich die Verteilung der Sulfideinschlüsse erkennen.

Reaktionsgleichungen:



2.3 Makroskopie - Direkte Beurteilung von Bruchbildern

Ein Bruch ist eine makroskopische Werkstofftrennung infolge der Überwindung der Bindungen in Festkörpern durch mechanische Beanspruchung. Jeder Bruch verläuft in den drei Phasen Rissbildung, Risswachstum und Rissausbreitung. Merkmale zur Kennzeichnung von Brüchen sind:

- Plastische Verformung vor der Rissinstabilität: Verformungsreicher, verformungsarmer oder verformungsloser Bruch
- Energieverbrauch während der Rissausbreitung: Zäher Bruch (großer Energieverbrauch) oder spröder Bruch (geringer Energieverbrauch)

- Rissausbreitungsgeschwindigkeit v : Schneller Bruch mit v in der Größenordnung der Schallgeschwindigkeit ($v \approx 1000$ m/s); mittelschneller Bruch mit $v \approx 1$ m/s; langsamer Bruch mit $v < 1$ mm/s.
- Bruchflächenverlauf: Transkristalliner Bruch (Bruchverlauf durch Körner hindurch); interkristalliner Bruch (Bruchverlauf längs den Korngrenzen)
- Bruchflächenorientierung: Normalflächiger Bruch (Bruchfläche senkrecht zur größten Hauptspannungsnormalen); scherflächiger Bruch (Bruchfläche parallel zur Ebene maximaler Schubspannung).

Bei ein und demselben Werkstoff können je nach Beanspruchung, Spannungszustand, Temperatur und Umgebung u.U. sämtliche Bruchmerkmale unterschiedlich sein.

2.3.1 Dauerbrüche (Schwingbrüche)

Für ein Versagen eines Werkstoffes bei Schwingbeanspruchung im elastischen Bereich gibt es folgende Erklärung: Die Mosaikblock- und Korngrenzen stellen Bereiche dar in denen vielfach die Atome nicht die ihnen im Gitter zukommende Gleichgewichtslage einnehmen. Daher genügen schon geringe (äußerlich elastische) Verformungen, um in diesen submikroskopischen Bereichen Gleitungen zu verursachen. Diese Gleitungen haben gleichzeitig verfestigende und zerrüttende, die Trennfestigkeit herabsetzende, Wirkung. Überwiegt die Verfestigung, so kommt das Gleiten zum Stillstand, andernfalls kommt es zu einem submikroskopischen Anriss, der sich infolge Kerbwirkung allmählich weiter trennend über den Querschnitt ausbreitet, bis der schließlich zu schwache Restquerschnitt gewaltsam bricht.

Einen Dauerbruch erkennt man in den meisten Fällen an seiner Bruchfläche, die sich durch zwei deutlich unterscheidbare Zonen zeigt:

- eine glatte, feine, manchmal blank gescheuerte Zone, den eigentlichen Dauerbruch. Diese Zone ist oftmals von Rastlinien bedeckt, die entstehen, wenn die Schwingbeanspruchung zeitweilig unterbrochen wird oder auch nur absinkt, wobei sich die Anrissflächen glätten können.
- die grobe, körnige, teilweise verformte Zone des Restbruches, der als Gewaltbruch entsteht.

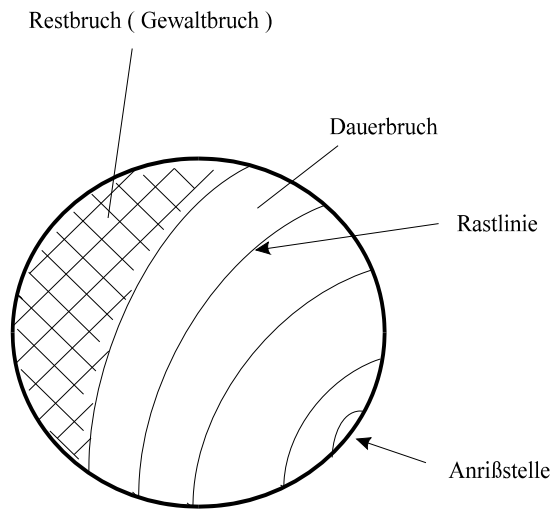


Abbildung 2.1: Schematisches Dauerbruchbild

2.3.2 Gewaltbrüche

Unabhängig vom zeitlichen Verlauf der Belastung, ob langsam ansteigend oder schlagartig, treten Gewaltbrüche als

- **verformungslose oder verformungsarme Sprödbrüche oder als**
- **Verformungsbrüche**

auf.

Der Spröd - oder Trennbruch ist besonders gefährlich, weil er plötzlich einsetzt - ohne Vorwarnung durch plastische Verformungen - und für sein Entstehen nur eine geringe Energie benötigt. Da seine Ausbreitungsgeschwindigkeit in Stahl etwa 1000 m/s beträgt, führt er häufig zu schweren Schadensfällen. Sprödbrechbegünstigend sind:

- tiefe Temperaturen,
- mehrachsige Spannungszustände (Kerben, schroffe Übergänge, große Wanddicken),
- schlagartige Beanspruchungen,
- ungleichmäßige Gefüge (fehlerhafte Wärmebehandlung, Schweißnahtbereiche),
- geringe Verformungsfähigkeit bei Werkstoffen hoher Festigkeit.

Makroskopisch liegt die Bruchfläche eines Trennbruches rechtwinkelig zur größten Normalspannung (Abbildung 2.2).



Abbildung 2.2: Schematische Darstellung eines Trennbruches

Da plastische Verformungen vorwiegend durch Versetzungsbewegungen infolge von Schubspannungen erzeugt werden, liegt ein Verformungsbruch parallel zur größten Schubspannung. Der Verformungsbruch oder duktile Bruch kann bei einachsiger Zugbeanspruchung makroskopisch verschiedene Formen haben.

Beim reinen Scherbruch (Abbildung 2.3) liegt die ganze Bruchfläche unter 45° zur Zugrichtung.

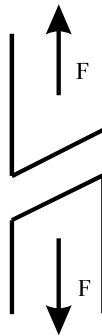


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung eines Scherbruches

Der Einschnürbruch (Abbildung 2.4) ist Folge einer Querschnittsverringerung, die bei sehr gut verformbaren reinen Metallen bis zu einer annähernd punktförmigen Bruchfläche führen kann.



Abbildung 2.4: Schematische Darstellung eines Einschnürbruches

Am häufigsten weisen zähe Werkstoffe bei Zugbeanspruchung eine Bruchform auf, die als Krater - Kegel (cup and cone), als Teller - Tassen - Bruch oder auch als Trichter - Bruch bezeichnet wird (Abbildung 2.5).



Abbildung 2.5: Schematische Abbildung eines Cup - and - Cone - Bruches

Neben einer mehr oder weniger starken Einschnürung weist der Rand des Bruches Flächen unter 45° zur Zugrichtung auf. Die restliche Bruchfläche ist rechtwinkelig zur Zugrichtung und wird als Normalspannungsbruch bezeichnet, obwohl es sich um einen Scherbruch handelt.

3 Grundlagen der Mikroskopie

3.1 Lichtmikroskopie

Probenpräparation:

Die Anwendung des Lichtmikroskops erfordert wegen der geringen Schärfentiefe eine Probe mit optisch ebener Oberfläche. Deshalb werden metallographische Schliffe mit polierter Oberfläche untersucht. Die Probenpräparation eines mikroskopisch zu untersuchenden Schliffes erfolgt in mehreren Teilschritten:

1. Probenentnahme: Die Probenentnahme sollte unter möglichst geringer mechanischer und thermischer Belastung erfolgen und dem Untersuchungszweck angepasst sein. Bei Proben mit einer Gefügetextur, z.B. bei einem gewalzten Blech oder kaltgezogenem Draht o. ä., unterscheidet man zwischen Längs-, Quer- und Flachschliff.
2. Einbetten der Probe: Für eine bessere Handhabung und zum Randschutz werden die Proben in der Regel in speziellen Kunststoffmassen eingebettet. Man unterscheidet zwischen Warm- und Kalteinbetten.
3. Schleifen: Das Schleifen der eingebetteten Probe erfolgt standardmäßig in mehreren aufeinander abgestimmten Arbeitsgängen mechanisch mit immer feinerem SiC-Schleifpapier (Körnung 80 bis 1200) oder ersatzweise mit speziellen Diamantscheiben. Damit sich während des Schleifens die Probe nicht erwärmt, muss während des Schleifprozesses mit Wasser oder einem Schmiermittel gekühlt werden. Gleichzeitig wird dadurch auch entstandener, störender Abrieb weggespült.
4. Polieren: Auch nach dem Schleifen mit dem feinsten Schleifpapier bleiben auf der Oberfläche noch Schleifriefen. Diese und die durch das Schleifen entstandene dünne Verformungsschicht sollen abschließend durch das Polieren beseitigt werden. Dazu nutzt man abhängig von den Materialeigenschaften der Probe unterschiedlichste Poliertücher aus Samt, Filz, Wolle oder ähnlichen. Als Poliermittel kommen vor allem geschlämmte Tonerde (Al_2O_3) oder neuerdings fast ausschließlich Diamantpasten oder -Suspensionen zur Anwendung. Durch das Polieren auf weichen Poliertüchern erhält man riefenfreie Oberflächen, allerdings runden sich die Probenkanten stärker ab. Außerdem können bei Gefügen mit unterschiedlich harten Gefügebestandteilen durch vermehrtes Abtragen der weicheren Bestandteile Reliefstrukturen auf der Oberfläche entstehen. Durch das Polieren auf härteren Tüchern kann man eine bessere Kantenschärfe erzielen und Reliefbildung eher vermeiden, allerdings bleiben meist Kratzer und Riefen auf der Oberfläche.

Elektrolytisches Polieren ist immer dann unabdingbar, wenn die durch das mechanische Polieren bewirkten geringfügigen Gefügestörungen (Kaltverformung) vermieden werden müssen.

5. Ätzen: Durch den hohen Reflexionsgrad der polierten Oberfläche können nur solche Einzelheiten erkannt werden, deren Reflexionsvermögen stark unterschiedlich ist. Auf einer polierten Schliifffläche werden deshalb im allgemeinen nur nichtmetallische Einschlüsse untersucht. Zur Steigerung des Kontrastes wird die Schliifffläche chemisch oder elektrolytisch angeätzt, wobei die Gefügebestandteile verschieden stark angegriffen werden. Dadurch entstehen unterschiedliche Reflexionsbedingungen für die einzelnen Gefügebestandteile oder auch eine Reliefstruktur, die zur Schattenbildung führt. Bei den Ätzverfahren unterscheidet man im Wesentlichen die *Korngrenzenätzung*, bei der vorwiegend die Korngrenzen angegriffen werden, und die *Kornflächenätzung*. Bei der *Kornflächenätzung* kommt es zu einer unterschiedlichen Aufräuhung der Kornflächen, die von der Orientierung der einzelnen Kristalle zur Schliifffläche abhängig ist.

Im Folgenden sind die drei bekanntesten und gebräuchlichsten Ätzmittel für Stahl aufgeführt:

Ätzmittel	Zusammensetzung	Werkstoff	Anwendung
Nital-Ätzmittel	100 ml Ethanol 96%ig, 1-10ml Salpetersäure HNO ₃ 65%ig	Gebräuchlichste Ätzlösung für Reineisen, Kohlenstoff-stähle, niedrig legierte Stähle und Grauguss	Sec bis min
Pikral-Ätzmittel	100 ml Ethanol 96%ig, 2-4g Pikrinsäure	s.o.	Sec bis min
V₂A-Beize	100 ml dest. Wasser 100 ml Salzsäure 32%ig 10 ml Salpetersäure 65%ig 0,3 ml Vogels Sparbeize	Hochlegierte Cr- und CrNi-Stähle; austenitische Guss-Werkstoffe	Sec bis min RT bis 70°C

Tabelle 3.1: Typische Ätzmittel im Zusammenhang mit der Präparation von Stahloberflächen

Eine weitere Möglichkeit, Gefüge sichtbar zu machen, ist die *Farbätzung*. Hierbei werden unterschiedliche Gefügebestandteile unterschiedlich farbig angeätzt.

Die einzelnen Gefügebestandteile werden durch die Ätzung mit einer dünnen Haut überzogen. Durch Mehrfachreflexionen bei der Auflichtbeleuchtung ergeben sich in Abhängigkeit der Schichtdicke unterschiedliche Farben. Die Schichtdicke ist abhängig von der Oberflächenenergie der verschiedenen Gefüge – Martensit hat z.B. eine andere Oberflächenenergie als Austenit oder Ferrit – und auch abhängig von der Kristallorientierung.

3.2 Hellfeld - und Dunkelfeldbeleuchtung

Der undurchsichtige Metallschliff kann nur mit einem Auflichtmikroskop betrachtet und, durch zwei unterschiedliche Methoden beleuchtet werden. Je nachdem, ob dabei das Licht senkrecht oder schräg auf die Schlieffläche fällt, spricht man Hellfeld - und Dunkelfeldbeleuchtung. Das kann z.B. dann nützlich sein, wenn ein größerer Bereich des Schliffbildes schwarz erscheint. Nach Umschalten auf die andere Beleuchtungsart erscheint dieser Teil dann in differenzierten, hellen Tönungen, so dass die einzelnen Kristalle zu unterscheiden sind. Der Grund für die Vertauschung geht aus Abbildung 3.1 hervor. Farbige Objekte erscheinen am natürlichsten im Dunkelfeld, weil diese Beleuchtung der Betrachtung bei Tageslicht am nächsten kommt.

Der Kristall erscheint im Schliffbild

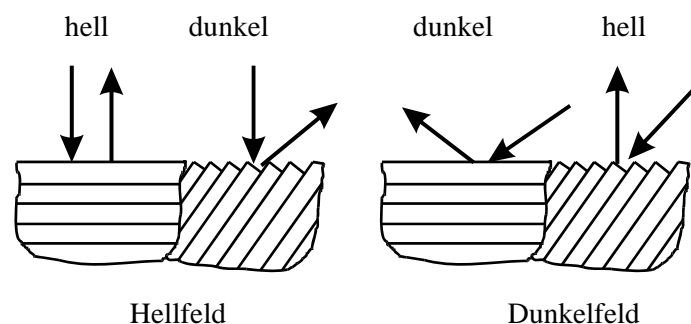


Abbildung 3.1: Unterschiedliche Reflexion des Lichtes im Hellfeld und im Dunkelfeld

3.3 Die Vergrößerung

Einer lichtmikroskopischen Vergrößerung sind durch Beugungserscheinungen Grenzen gesetzt: Die von einer punktförmigen Lichtquelle, z.B. von einem Punkt der beleuchteten Schlieffoberfläche ausgehenden Lichtstrahlen werden beim Durchgang durch die Objektivlinse am Rand von deren Blendenöffnung gebeugt. Deshalb erscheint der Punkt der Schlieffoberfläche nicht als ein scharf umrissener, entsprechend der Linse vergrößerter Bildpunkt, sondern als ein etwas unscharfes, etwas zu großes Beugungsscheibchen. Zwei benachbarte Punkte der Schlieffoberfläche, die in der vergrößerten Abbildung als zwei getrennte Bildpunkte zu erkennen sein sollen, müssen einen Mindestabstand d

voneinander haben. Ist ihr Abstand kleiner als d , dann überdecken sich in der Abbildung ihre Beugungseigenschaften so sehr, dass sie auch bei noch so starker Vergrößerung nicht einzeln zu erkennen sind, sondern als ein einziger, unscharfer Bildpunkt erscheinen.

4 Rasterelektronenmikroskopie

4.1 Auflösung und Schärfentiefe

Zur Beobachtung der Topographieerscheinungen bei unebenen und zerklüfteten Werkstoffoberflächen (z.B.: bei Bruchflächen, bei angeätzten Schliffen oder bei spanend bearbeiteten Flächen) sind optische Einrichtungen mit hinreichender Schärfentiefe, Auflösung und Vergrößerung erforderlich. Bei lichtmikroskopischer Beobachtung nimmt der scharf abbildbare Tiefenbereich einer Bruchfläche rasch mit der Vergrößerung ab. In Abbildung 4.1 gibt die gestrichelte Kurve den Zusammenhang zwischen Schärfentiefe S und förderlicher Vergrößerung V bzw. lateraler Punktauflösung X für das Lichtmikroskop wieder.

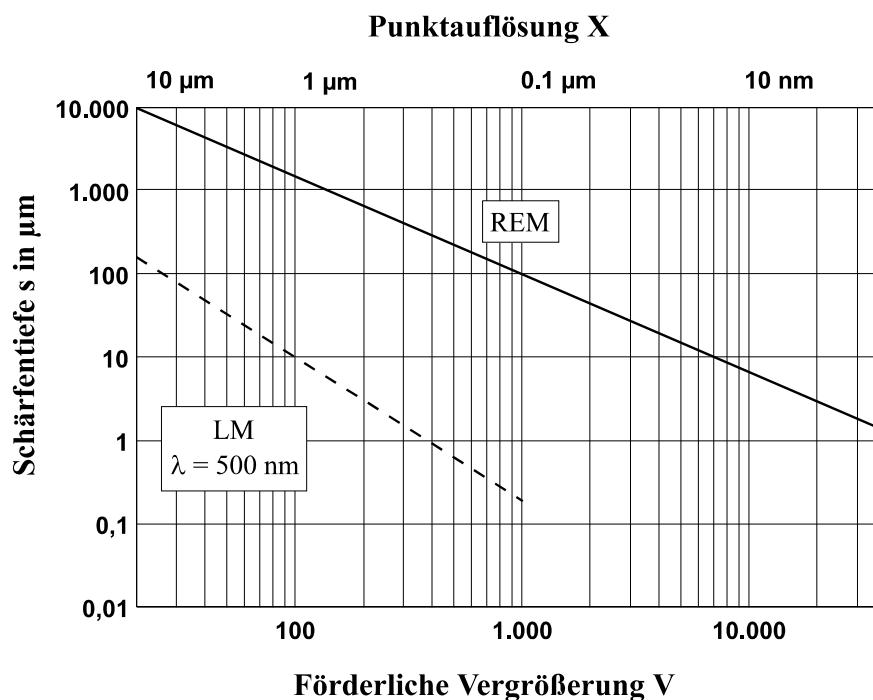


Abbildung 4.1: Zusammenhang zwischen Punktauflösung, Schärfentiefe und förderlicher Vergrößerung bei der Abbildung im Lichtmikroskop (LM) und im Rasterelektronenmikroskop (REM)

X gibt den Abstand zweier visuell gerade noch getrennt erkennbarer Punkte an und kann bedingt durch das kurzwellige Ende des sichtbaren Lichtes nicht kleiner als $0,2 \mu\text{m}$ werden. Da andererseits ein Abstand von $0,2 \text{ mm}$ auf einem vergrößerten Bild noch gut zu erkennen ist, gilt

$$V \cdot X \approx 0.2 \text{ in mm} \quad (4.1)$$

Bei lichtmikroskopischer Beobachtung liegt deshalb bei 1000-facher Vergrößerung und einer Punktauflösung von $0,2 \mu\text{m}$ eine Schärfentiefe von $0,2 \mu\text{m}$ (vergl. Abbildung 4.1). Unebene Oberflächen können also lichtmikroskopisch nur mit kleinen Vergrößerungen hinreichend genau betrachtet werden.

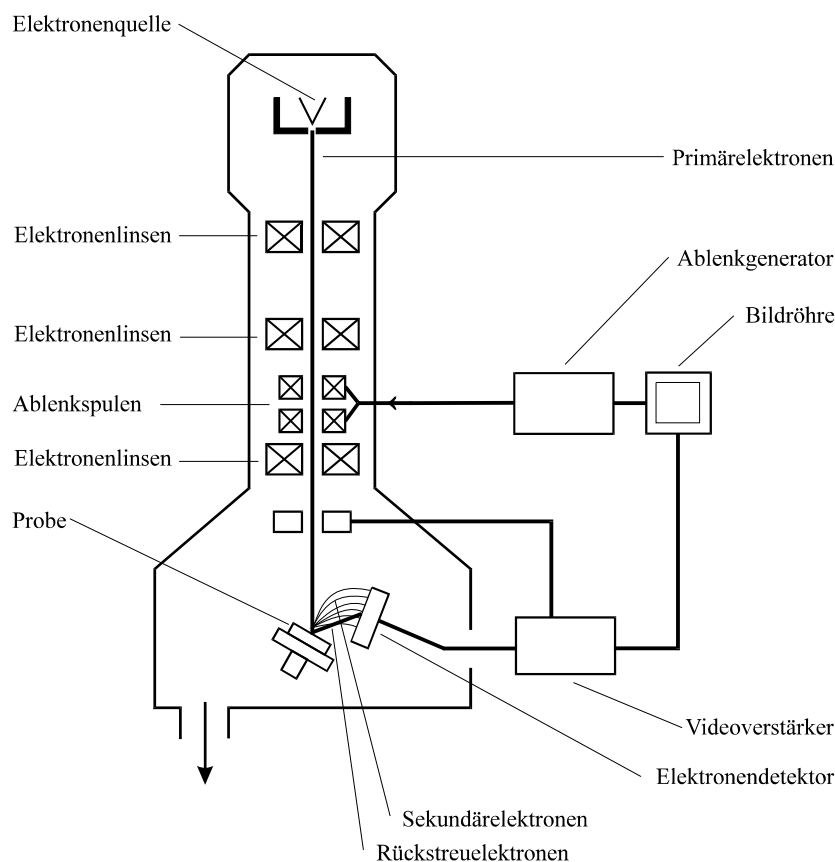


Abbildung 4.2: Schematischer Aufbau eines Rasterelektronenmikroskops mit 3 Elektronenlinsen

Eine gegenüber dem Lichtmikroskop verbesserte Punktauflösung und vergrößerte Schärfentiefe bietet das Rasterelektronenmikroskop (REM). Die von der Betriebsspannung, dem Objektmaterial und der Geräteart abhängige kleinste Punktauflösung erreicht hier etwa $d = 0,01 \mu\text{m} = 10 \text{ nm}$ und eine Vergrößerung von bis zu $2 \cdot 10^5$. Die ausgezogene Kurve in Abbildung 4.1 beschreibt den Zusammenhang zwischen Schärfentiefe, Vergrößerung und Punktauflösung bei

rasterelektronenmikroskopischen Beobachtungen. Man sieht, dass bei gleicher Punktauflösung die Schärfentiefe des REM etwa 100- bis 800-mal besser ist als die des Lichtmikroskopes. Bei gleicher Schärfentiefe ist die Punktauflösung des REM etwa 80- bis 100-mal größer als die des Lichtmikroskops. Der schematische Aufbau eines mit drei Elektrolinsen bestückten REM ist in Abbildung 4.2 gezeigt.

4.2 Prinzip

Ein primärer Elektronenstrahl wird in der Vakuumsäule des REM von einer Glühkathode erzeugt, durch eine Spannung von 1-50kV beschleunigt, durch drei elektromagnetische Kondensorlinsen gebündelt und von Ablenkspulen rasterartig über die Probe geführt. Dieser feingebündelter Elektronenstrahl (Strahldurchmesser <10nm) rastert die Probe Zeile für Zeile und Punkt für Punkt ab. Synchron zu dieser Bewegung läuft der Elektronenstrahl einer Bildröhre. Beim Auftreffen des Elektronenstrahls auf einen Punkt der Probe emittiert diese hier Elektronen (u.a. Sekundärelektronen und rückgestreute Elektronen). Mit der Elektronenausbeute wird die Helligkeit des zugeordneten Bildschirmpunktes gesteuert. Hohe Elektronenausbeute auf der Probe ergibt einen hellen Bildpunkt, geringe Elektronenausbeute ergibt einen dunklen Bildpunkt. Dazwischen liegende Werte ergeben fein abgestufte Grautöne.

Wegen des feingebündelten und annähernd zylindrischen Elektronenstrahls werden sowohl auf hohen als auch auf tiefen Stellen der Probe gleich kleine Punkte zur Elektronenemission angeregt. Dies erklärt die ausgezeichnete Schärfentiefe der rasterelektronen-mikroskopischen Bilder.

Die von der Probe emittierten Elektronen erzeugen in einem Szintillator Lichtblitze (Photonen). Energiereiche, schnelle Rückstreuelektronen fliegen aus eigener Kraft zum Szintillator; energiearme Sekundärelektronen müssen durch ein elektrisches Feld zum Szintillator hin beschleunigt werden. Die Lichtblitze verlassen die Vakuumsäule über einen Lichtleiter und werden im anschließenden Photomultiplier in elektrische Impulse umgewandelt. Diese steuern nach weiterer Verstärkung die Helligkeit der Bildröhre. Das so entstandene Bild wirkt plastisch und lässt sich so deuten, als würde das Objekt vom seitlich angeordneten Szintillator her beleuchtet und aus der Richtung des primären Elektronenstrahls betrachtet.

4.3 Wechselwirkungen zwischen Primärelektronen und Werkstoffoberflächenatomen

Durch die Wechselwirkung der Primärelektronen (PE) mit den Atomen der Werkstoffoberfläche werden neben den oben genannten Sekundärelektronen (SE) und rückgestreuten Elektronen (RE) auch Röntgenstrahlen erzeugt. Es tritt sowohl Bremsstrahlung als auch Eigenstrahlung (Floureszenzstrahlung) auf. Durch Messung der Intensität der Eigenstrahlung, die für die emittierenden Atome einer Elementart charakteristisch ist, lässt sich mit Hilfe eines geeigneten Detektorsystems die Werkstoffzusammensetzung von kleinen Probenbereichen bis hin zum Volumen

eines Würfels mit der Kantenlänge von 1 μm ermitteln. Man spricht von einer Elektronenstrahlmikroanalyse. Mit ihrer Hilfe können Elementverteilungen, Einschlüsse, Ausscheidungen, Seigerungen u.a.m. erkannt und hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung bestimmt werden. Nachweisgrenzen, Vollständigkeit und Genauigkeit solcher Analysen sind in hohem Maße abhängig vom verwendeten Detektorsystem und den notwendigen Korrekturrechnungen. Alle Rasterelektronenmikroskope lassen sich mit entsprechenden Zusatzeinrichtungen zur mikroanalytischen Bestimmung oberflächennaher Werkstoffstoffzusammensetzungen ausrüsten. Diese erlauben sowohl von lokalen Werkstoffbereichen Punktanalysen als auch von größeren Werkstoffbereichen durch zeilenweises Abrastern Flächenanalysen der vorliegenden Elemente. Bei diesen Analyseverfahren wird zwischen der Wellenlängendispersiven-Röntgenanalyse (WDX: Wavelength-Dispersive-X-Ray) und der Energiedispersiven-Röntgenanalyse (EDX: Energy-Dispersive-X-Ray) unterschieden.

5 Transmissionselektronenmikroskopie

Das Transmissionselektronenmikroskop (TEM) stellt ein wichtiges Hilfsmittel für werkstoffkundliche Untersuchungen dar. Es ermöglicht die direkte Beobachtung von linien- und flächenförmigen sowie räumlichen Gitterstörungen wie Versetzungen, Stapelfehlern, Zwillingen, Korngrenzen und Ausscheidungen in interessierenden Werkstoffbereichen. Dazu sind von diesen durch geeignete Präparationsschritte hinreichend dünne Folien ($d < 0,1 \mu\text{m}$) anzufertigen, die von Elektronen mit Energien $> 100 \text{ keV}$ durchstrahlt werden können. Zunächst werden aus den vorliegenden größeren Werkstoffvolumina charakteristische Bereiche mechanisch herausgearbeitet. Diese werden anschließend möglichst schonend mechanisch, funkenerosiv, elektrochemisch oder mit Ionenätzung auf Dicken von $< 150 \mu\text{m}$ abgedünnt. Danach wird ein sorgfältiges Enddünnen (z.B. elektrochemisch oder mit Ionenätzung) durchgeführt. Die an den so hergestellten Folien transmissionselektronenmikroskopisch sichtbar gemachte Mikrostruktur ist nur dann repräsentativ für den Werkstoff, wenn sie durch die Präparation keine Veränderung erfahren hat.

6 Kontrollfragen

- Was ist die Aufgabe metallographischer Untersuchungen? Welche Größen werden ermittelt?
- In welche zwei Teilgebiete können die metallographischen Untersuchungsverfahren unterteilt werden? Nennen Sie die wichtigsten Verfahren.
- Bei welchen Werkstoffen und zu welchem Zweck werden die Ätzverfahren nach Oberhofer, Fry und Adler eingesetzt?
- Was ist das Abdruckverfahren? Wo wird es angewendet? Beschreiben Sie die ablaufenden chemischen Reaktionen anhand von Reaktionsgleichungen.
- Welche unterschiedlichen Brucharten gibt es? Wo treten sie auf?
- Skizzieren Sie schematisch die Querschnittsfläche eines Dauerbruchs?
- Welche Bedingungen sind sprödbbruchbegünstigend?
- Beschreiben und erklären Sie die erforderlichen Schritte zur Probenvorbereitung in der Lichtmikroskopie? Welcher physikalische Effekt wird dabei ausgenutzt?
- Skizzieren Sie die Reflexion des Lichtes im Hell- und Dunkelfeld.
- Nennen Sie die Vorteile eines Rasterelektronenmikroskops. Für welche Untersuchungen wird es vorwiegend und aufgrund welcher Eigenschaft eingesetzt?
- Wie müssen TEM-Proben beschaffen sein? Wie werden diese hergestellt?