



Onderbouwing Schade-onderzoek

Technieken voor schade-analyse en fractografie

Rapport van deelproject III

Metallografische technieken voor metalen

contactgroep Fractografie

juni 1994

93M/012153/SCE/SCE

**METALLOGRAFISCHE TECHNIEKEN VOOR
METALEN**

Datum: 19 november 1993

Voor: Projectgroep onderbouwing schade onderzoek,
deelproject III:
Metallografische technieken voor metalen.

Samengesteld door: ing E.W. Schuring

Auteurs: ir M.F.A. Ruijter (FDO)
H. v. Stiphout (MTS Matcon)
ing E.W. Schuring (TNO-MI)

Onze ref. : 36.3.8052-MTE
Uw ref. :
Kopieën : 25



INHOUD

1	INLEIDING	1
2	OPZET VAN EEN METALLOGRAFISCH ONDERZOEK	2
3	PREPAREER TECHNIEKEN	2
3.1	Keuze van de lokaties en doorsneden	2
3.2	Keuze prepareermethode	4
3.2.1	Uitname monsters	4
3.2.2	Randscherpte	5
3.3	Inbedden van monsters/doorsneden	6
3.4	Schuren	6
3.4.1	Beschadigingen als gevolg van schuren	8
3.5	Lappen	9
3.6	Polijsten	10
3.6.1	Mechanisch polijsten	10
3.6.1.1	Grove polijstfase	10
3.6.1.2	Eind-polijsten	11
3.6.1.3	Herkenning van prepareerfouten	13
3.6.2	Elektrolytisch polijsten.	14
3.7	Prepareermethoden voor bepaalde materialen/materiaalgroepen	16
3.8	Replica's	20
3.8.1	Maken van metallografische replica's (ASTM E 1351-90)	20
3.8.2	Voorbeelden van replica's bij shadeonderzoek	21
4	ETSEN	23
4.1	Definities en overzicht	23
4.2	Etstechnieken	24
4.3	Etsmethoden	26
4.3.1	Niet-destructief 'etsen'	26
4.3.2	Deestructief-etsen	28
4.4	Uitvoering van de (destructieve) etsing	29
4.5	Schoonmaken	30
5	MACRO-FOTOGRAFIE	31
6	LICHTMICROSCOPISCH ONDERZOEK	32
6.1	Uitvoering lichtmicroscopisch onderzoek	34
6.2	Instelling belichting	34
6.3	Helderveld	36
6.4	Donkerveld	36
6.5	Scheve belichting	37
6.6	Interferentie contrast (Nomarski)	37
6.7	Gepolariseerd licht	38
	BIJLAGE I (ASTM normen)	
	BIJLAGE II (NEN normen)	
	BIJLAGE III (BS normen)	
	BIJLAGE IV (ISO normen)	
	BIJLAGE V (DIN normen)	

BIJLAGE VI (Vergelijking normen)

BIJLAGE VII (Inbedfouten)

BIJLAGE VIII (Belichtingstechnieken macrofotografie)

BIJLAGE IX (Schadeonderzoek met de SEM)

LITERATUUR

50

TREFWOORDEN

1 INLEIDING

De contactgroep fractografie van de bond van materialen kennis, heeft het initiatief genomen voor een meerjarig collectief onderzoeksproject op het gebied van het schadeonderzoek; "Onderbouwing Schadeonderzoek: Technieken voor schadeanalyse en Fractografie".

Binnen dit project is een vijftal deelprojecten gedefinieerd t.w.:

- I : Breukvlakonderzoek en breukmechanismen van kunststoffen
- II : Kwantitatieve metallografie
- III : Metallografische technieken voor metalen
- IV : Procedures schadeanalyse
- V : Breukvlakken en breukmechanismen van metalen

Bij schadeonderzoek speelt metallografisch onderzoek een belangrijke rol bij de bepaling van het schadeverloop en de oorzaak. Reproduceerbaarheid (controleerbaarheid) van de resultaten van een (schade)onderzoek is dus van essentieel belang. Om dit te bereiken moet de aanpak van metallografisch onderzoek systematisch worden gestructureerd. Dit vraagt om een overzicht van beschikbare metallografische technieken. Daarom is het werkprogramma III "Metallografische technieken voor metalen" gedefinieerd. Doel van dit rapport is een overzicht te geven van bestaande metallografische technieken zowel voor lichtmicroscopisch als elektronenmicroscopisch onderzoek, zodat iedereen die volgens deze technieken werkt hetzelfde resultaat bereikt. In dit rapport worden hoofdzakelijk het metallografisch onderzoek aan metalen behandeld. Keramiek en (gesinterde) carbiden worden summier behandeld. Kunststoffen vallen buiten de doelstelling van dit rapport.

Binnen dit werkprogramma zijn de volgende onderdelen geselecteerd:

- a: uitname van monsters
- b: prepareren:
 - * inbedden
 - * schuren
 - * polijsten
 - * etsen
- c: replica techniek
- d: schoonmaken van een breukvlak
- e: lichtmacro- en lichtmicroscopisch onderzoek
- f: elektronenmicroscopisch onderzoek

Literatuuronderzoek en eigen ervaringen van de verschillende deelnemers aan dit project dienen als bronnen voor dit rapport.

2 OPZET VAN EEN METALLOGRAFISCH ONDERZOEK

Het metallografisch onderzoek kan aan de hand van beslissingsmomenten globaal worden ingedeeld in een aantal fasen t.w.:

- doelstelling (in dit geval een schadeanalyse)
- keuze van de lokaties en de doorsneden
- keuze van de prepareermethode, waaronder:
 - uitname
 - inbedden
 - schuren
 - polijsten
 - etsen
 - replica's
 - schoonmaken breukvlak
- onderzoek:
 - macroscopisch of met het blote oog
 - lichtmicroscopisch met diverse technieken zoals helder- en donkerveld, interferentiecontrast (nomarski), gepolariseerd licht, fasecontrast.
 - elektronenmicroscopisch met bijbehorende analyse technieken

Deze verschillende stappen omvatten diverse metallografische technieken die in een overeenkomstige volgorde apart zullen worden behandeld in de volgende hoofdstukken. Waar van toepassing zal worden verwezen naar bestaande normen in onder andere de ASTM.

3 PREPAREER TECHNIEKEN

Binnen veel normen zijn standaarden geschreven voor metallografisch onderzoek. De ASTM, American Society for Testing and Materials, is daarvan wel de bekendste. De ASTM kent een Committee E-4 voor metallografie die verschillende standaarden heeft uitgewerkt. Een recent overzicht hiervan wordt gegeven in bijlage I [1]. Andere normen die standaarden voor metallografisch onderzoek beschrijven zijn DIN, ISO, EURONORM en NEN, zie hiervoor de bijlagen II, III, IV en V. Bijlage VI geeft een vergelijking tussen deze normen. Hierbij moet worden opgemerkt dat er tussen de normen wel kleine verschillen zijn en vaak overlappingen. Voor het onderling vergelijken van normen bestaat er thans een computerprogramma "PERINORM". Met dit programma zijn de verschillende Europese en internationale normen met elkaar te vergelijken. Daarnaast geeft Metals Handbook [3] beschrijvingen van de verschillende technieken. Binnen Europa houdt TRAC 92 (European Society for Microstructural Traceability) [6] zich bezig met standaardisering [4].

3.1 Keuze van de lokaties en doorsneden

De keuze van de lokaties en de doorsneden hangt af van de doelstelling van het metallografisch onderzoek. De ASTM maakt in zijn norm ASTM E3-80 een onderverdeling in drie doelstellingen:

- algemene bestudering of routine onderzoek
- bestudering van breuken, schadeanalyse
- specifiek onderzoek.

Bij *routine onderzoek* is het van belang de doorsneden zo te kiezen dat een representatief beeld ontstaat van de structuur. Pas er daarom voor op dat er niet te weinig doorsneden/monsters worden onderzocht. *Schadeonderzoek* vraagt erom de monsters zo dicht mogelijk bij het breukoppervlak of het initiatiepunt te nemen. Daarnaast zijn doorsneden van niet beïnvloed materiaal wenselijk als vergelijkingsmateriaal. In *puur onderzoekswerk* kan alleen de onderzoeker bepalen hoe en waar monsters moeten worden uitgenomen. Deze studie spitst zich toe op metallografisch onderzoek bij de schadeanalyse. Veel metallografische onderzoekstechnieken zijn echter bij de andere doelstellingen toepasbaar.

Bij het maken van de doorsneden moet eenduidig worden vastgelegd hoe de doorsneden zijn gemaakt en op welke lokaties ze zijn uitgenomen. ASTM E3-80 geeft hiervoor een methode, figuur 1. Voor welke doorsnede wordt gekozen hangt af van het te onderzoeken fenomeen. Een *dwarsdoorsnede* geeft informatie over:

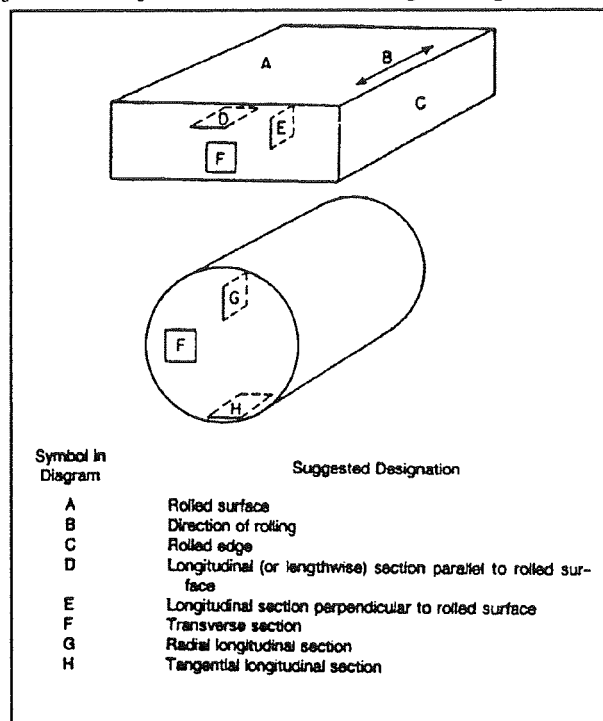
- verschillen in de structuur vanuit het midden tot het oppervlak,
- verdeling van niet-metallische verontreinigingen in de doorsnede,
- ontkoling/opkoling aan het oppervlak bij ferrometalen,
- diepte van oppervlakte-beschadigingen,
- corrosiediepte,
- dikte van (beschermende) coatings,
- structuur van coatings.

Langsdoorsneden geven daarnaast informatie over:

- mate van deformatie aan de hand van de verdeling van de niet-metallische verontreinigingen,
- mate van plastische deformatie in de vorm van korreldeformaties,
- aan- of afwezigheid van texturen,
- algemeen het resultaat van een warmtebehandeling.

Om goed te kunnen bepalen hoe een scheur verloopt is het nodig de *scheurtip* te prepareren. Overige delen van de scheur staan vaak te ver open en/of zijn te beschadigd (corrosie) om het scheurverloop eenduidig vast te stellen.

Bij *vermoeding* het initiatiepunt prepareren, omdat dit meestal samenvalt met een inhomogeniteit of omdat de initiatie door de geometrie (zoals scherpe overgangen) wordt ingeleid. Als initiatie op meerdere lokaties heeft plaatsgevonden heeft dit minder zin, omdat dan inhomogeniteiten waarschijnlijk geen rol spelen. Bij een *brosse breuk* geeft een doorsnede over het initiatiepunt vaak informatie over bijvoorbeeld lokale koudversteving, waarmee een brossse breuk doorgaans gepaard gaat. Oppervlakte-kenmerken zoals slakinsluitels, overwalsingen, overlappingsen, naden en scheuren als gevolg van bijvoorbeeld walsen en draadtrekken zijn aan de hand van metallografische doorsneden goed te herkennen.



Figuur 1: Methode voor het aangeven van de locatie van de doorsnede, ASTM E3-80.

3.2 Keuze prepareermethode

De mogelijkheden en beperkingen bepalen de keuze van de prepareermethode. De verschillende aspecten zoals genoemd in 3.1 "Keuze van de lokaties en doorsneden" zullen afzonderlijk worden behandeld. Afhankelijk van het probleem zullen niet alle handelingen nodig zijn om het probleem op te lossen. Een en ander zal duidelijk worden bij de verschillende aspecten.

3.2.1 Uitname monsters

Monsters kunnen door middel van zagen, doorslijpen, vlamsnijden of andere methoden worden uitgenomen. Een speciale vorm van uitname is de zogenaamde *schuitjestechiek*. Daarbij neemt men met behulp van speciaal gereedschap een klein stuk materiaal uit voor onderzoek. Meestal wordt een klein slijpschijfje bezet met diamant gebruikt. Het schuitje is vaak slechts enkele centimeters groot (max 2-3 cm). Voordeel van deze techniek is vooral dat het monster naar het laboratorium kan voor verder onderzoek. Naast lichtmicroscopisch onderzoek zijn dan tevens (micro)hardheidsmetingen en microanalyse mogelijk. Dit is in tegenstelling tot replica-onderzoek waarbij alleen licht- of elektronenmicroscopisch onderzoek mogelijk zijn (zie hoofdstuk 3.8). Daarnaast zijn de beschadigingen die aangebracht worden aan het te onderzoeken onderdeel minimaal en, indien nodig, eenvoudig te repareren. De schuitjestechiek is dus een semi-nietdestructieve uitname techniek.

Bij alle methoden wordt het zaag/doorslijp/snijoppervlak in meer of mindere mate beschadigd in de vorm van een hoge oppervlakte ruwheid en plastische deformaties van het materiaal.

Tijdens het uitnemen van monsters worden altijd *dislocaties* gegenereerd. De dislocaties kunnen in de glijvlakken ontstaan vanaf het punt waar het gereedschap snijdt. Bij zachte legeringen (b.v. koper en aluminiumlegeringen) kunnen dan lichtmicroscopisch *glijlijnen* zichtbaar zijn. Bot *gereedschap* maakt de schade groter. Dus er dient altijd een scherp gereedschap gebruikt te worden.

Als gevolg van *warmteontwikkeling* kan de microstructuur plaatselijk veranderen.

Al deze beschadigingen moeten tijdens het verder prepareren worden verwijderd.

De *plastische deformaties* worden veroorzaakt door druk- trek- en schuifspanningen tot boven de elasticiteitsgrens van het materiaal. Daarnaast veroorzaken restspanningen die na het snijden in het materiaal achterblijven beschadigingen. Als gevolg van het uitnemen van een stuk materiaal, wordt de (rest)spanningsverdeling die in het materiaal aanwezig was veranderd. Er zal zich een nieuw evenwicht instellen. Dit betekent dat onder invloed van de herverdeling van de (rest)spanningen een schuitje lokaal van vorm kan veranderen, dus plastisch kan deformeren.

Bij *deklagen* kan de wijze waarop het monster uit het materiaal wordt genomen grote invloed op het eindresultaat hebben. Als ten gevolge van de draairichting of de aanzetrichting van de slijpschijf een deklaag vanuit het substraatmateriaal wordt benaderd, dan bestaat de kans dat op de grens tussen substraat en deklaag fouten worden geïntroduceerd. Die fouten kunnen dan voor "echte" hechtingsfouten worden aangezien, met alle gevolgen van dien.

Na uitname moeten de monsters worden ontdaan van vet, olieresten, coatings en dergelijke die verder polijsten of beoordeling negatief beïnvloeden. Eventuele roest of corrosieproducten bij voorkeur verwijderen. Bij schadeonderzoek is dit laatste meestal niet

gewenst omdat analyse aan corrosieproducten vaak belangrijke informatie over de schadeoorzaak geeft. Is het voor het prepareren noodzakelijk dat *corrosieproducten* worden verwijderd, dan dienen deze eerst geanalyseerd te worden. Voor onderzoek op dwarsdoorsneden van corrosieproducten kan het handig zijn het gehele monster eerst in te gieten in bijvoorbeeld een epoxide, dit vervolgens door te halen op de gewenste lokatie en verder te prepareren. Deze methode voorkomt uitbreken van corrosieproducten. Tijdens het prepareren mogen geen koel- en/of smeermiddelen worden gebruikt die analyse resultaten kunnen beïnvloeden. Als bijvoorbeeld geanalyseerd moet worden op Cl dan is koelen en/of smeren met water ontoelaatbaar. Water zal het Cl namelijk uitwassen.

3.2.2 Randscherpte

Ten gevolge van kieren en/of bij zachte materialen c.q. oppervlaktelagen, kan gemakkelijk afronding van de de randen optreden.

Voor onderzoek van de rand van doorsneden kunnen deze van een deklaag worden voorzien. Mogelijke deklagen zijn:

- elektrolytisch neergeslagen koper,
- elektrolytisch neergeslagen nikkel,
- stroomloos nikkel.
- opgedampt aluminium

ASTM E3-80 geeft korte omschrijvingen van deze methoden.

Een andere mogelijkheid genoemd, in 'Praktische Metallographie', is een dunne folie van bijvoorbeeld aluminium mee-inbedden. Deze folie wordt dan tegen het oppervlak van het monster gedrukt en voorkomt afronding. Het gevaar bestaat echter dat krimp van de inbedmassa de folie lostrekt van het oppervlak en dat daardoor juist een kier ontstaat.

Een ander zeer belangrijk punt is het *ontvetten* van het monster. Bij onvoldoende ontvetten zal de inbedmassa slecht hechten op het oppervlak van het monster, waardoor er al in het begin van het inbedden een kier tussen inbedmassa en monster ontstaat. Ontvetten kan gebeuren in Chloroform, Trichloorethyleen, Aceton en Methyletherketon. Alkohool is slechts een matige ontvetter. Bij het gebruik van deze ontvettingsmiddelen moeten wel de vereiste veiligheidsmaatregelen worden genomen. Tevens zal men moeten letten op eventueel mogelijke reacties tussen ontvettingsmiddel en te ontvetten materiaal.

Daarnaast is de keuze van de *inbedmassa* belangrijk. Bij voorkeur moet men een inbedmassa kiezen die een vergelijkbare hardheid heeft als het in te bedden materiaal, bijvoorbeeld met speciale toevoegingen. Er zijn inbedmassa's die een zeer goede aansluiting op de monsters geven en zo afronding van de rand al sterk beperken.

Als ander alternatief om afronding te beperken is het mogelijk kieren te dichten met een laag viskeus middel dat na enige tijd uithard. Een voorbeeld hiervan is loctite "*Retaine Blocpress 601*". Het ingebedde preparaat wordt dan in vacuüm (100-200 mbar) geplaatst waarna de loctite op het preparaat wordt aangebracht. Door na enige tijd de atmosferische druk weer aan te brengen wordt de loctite in de kieren gedrukt. Alvorens de loctite aan te brengen moet het preparaat gepolijst zijn tot 6 µm. De loctite dringt namelijk slechts enkele tienden van millimeters in de kieren. De restanten loctite worden na drogen (ca 8 uur bij 50°C) door voorzichtig schuren met grit P500 of fijner verwijderd, waarna het preparaat op de normale manier verder wordt geprepareerd. Nadeel is dat de loctite moeilijk van bijvoorbeeld corrosielagen is te onderscheiden, zodat deze methode met overleg moet worden toegepast. Afronding wordt niet geheel voorkomen.

Afronding kan verder worden beperkt door zo kort mogelijk te polijsten en zo veel mogelijk laagpolige, harde doeken te gebruiken. Bij verschillende leveranciers van polijstmiddelen zijn doeken verkrijgbaar die een betere randscherpte geven. Verder verdient het aanbeveling voor elke materiaalsoort aparte polijstdoeken te gebruiken. Ook lappen geeft goede resultaten voor wat betreft randscherpte.

3.3 Inbedden van monsters/doorsneden.

De meeste monsters worden ingebed in plastic. Deze inbedmassa's kunnen worden ingedeeld in 2 hoofdgroepen: *thermoharders* en *gietbare inbedmassa's*.

Binnen de thermoharders bestaan 3 typen met verschillende eigenschappen (ASTM E3-80). Ze hebben echter gemeen dat ze uitharden onder verhoogde temperatuur (tot ca 160°C) en druk (tot ca 32 MPa). Materialen en/of doorsneden die niet tegen deze omstandigheden bestand zijn, kunnen zo niet worden ingebed.

Binnen de gietbare inbedmassa's worden de volgende drie het meest gebruikt: *Acrylaten*, *Polyesters* en *Epoxiden*. Allen met hun eigen beperkingen (ASTM E3-80). Met name de epoxiden hebben een goede aansluiting op de monsters. Voorwaarde is wel dat de monsters goed zijn ontvet door bijvoorbeeld enkele minuten te ultrasonen in chloroform. Bij het gebruik van epoxiden moet men rekening houden met het volume aan inbedmassa. Het uitharden is bij epoxiden een exotherme reactie. Bij grote volumes kan de warmte als gevolg van de slechte warmtegeleidbaarheid van de inbedmassa, onvoldoende worden afgevoerd met als gevolg een (over)verhitting van de inbedmassa en het ingebedde monster. De temperatuur kan oplopen tot ruim boven handwarm en in extreme gevallen kan zelfs spontaan brand ontstaan. Als er toch grote volumes gebruikt moeten worden kan te sterk opwarmen worden voorkomen door:

- minder harder te gebruiken, het uitharden gaat dan minder snel. Er is echter een (experimenteel vast te stellen) minimale hoeveelheid harder nodig.
- vullichamen = minder volume
- extern koelen.

Alle maatregelen hebben tot doel de hoeveelheid ontwikkelde warmte te verlagen of sneller af te voeren.

Daarnaast zijn er nog verschillende inbedfouten mogelijk. Bijlage VII geeft een overzicht [5].

3.4 Schuren

SiC-papier

Schuren gebeurt meestal op SiC-papier van verschillende grofheden en in volgorde van afnemende grofheid. De grofheid wordt aangegeven met *GRIT XXXX*, waarbij een hogere grit-waarde staat voor een kleinere korrelgrootte, zie tabel I. Bij de keuze van de grofheid moet er rekening mee worden gehouden dat er een Europese en een Amerikaanse norm is voor het aanduiden van de grit-grootte, t.w. DIN 69176, Teil 1,2,4 en ANSI B 7418-1984. Uit tabel I blijkt dat de aangeduide gemiddelde korrelgrootten, met name bij de hogere grit-waarden nogal verschillen. Om onderscheid aan te brengen tussen de Amerikaanse en Europese norm, zijn de grofheden in de Europese norm voorzien van de hoofdletter 'P'. Schuren is onder te verdelen in een grove en een fijne schuurfase.

In de *grove schuurfase*, grit P180 of grover:

- wordt het oppervlak vlakgeschuurd en worden beschadigingen als gevolg van het uitnemen verwijderd

- worden oppervlaktelagen in situaties, dat dit gewenst is, voor het inbedden weggeschuurd

- worden grotere hoeveelheden materiaal verwijderd zonder snijden, om op een specifieke plaats te komen (doelprepareren)

In de *fijne schuurfase* worden beschadigingen uit de grove schuurfase verwijderd. Voor de meeste materialen is achtereenvolgens schuren op grit P220 en P500/600 schuurpapier voldoende. Voor zachte materialen als aluminium en koper kunnen meer tussenstappen alsmede een fijnere eindstap nodig zijn. Bij deze materialen gaat de beschadiging tot grotere diepten, zodat bij te grote stappen de beschadiging van de vorige stap onvoldoende wordt verwijderd. Tussen de verschillende stappen moet het monster worden schoongemaakt. Dit kan bijvoorbeeld door 2-5 minuten ultrasoon te reinigen of te spoelen met overvloedig water met tegelijktijd wrijven.

TABEL I: Vergelijking tussen de korrelgrootten volgens de Europese en Amerikaanse norm.

Europees (DIN 69176, FEPA P)		Amerikaans (ANSI B 7418-1984)	
Grit	Gemiddelde grootte (μm)	Gemiddelde grootte (μm)	Grit
P40	412	428	40
P80	197	192	80
P120	127	116	120
P280	78	78	180
P240	58	53	240
P320	46	36	320
P400	35	23	400
P600	25	16	600
P800	22	12	800
P1000	18	9,2	1000
P1200	15	6,5	1200
P2300			
P4000	6,5		

Bij het schuren (en tijdens het polijsten) wordt bij elke volgende stap de beschadiging als gevolg van de vorige stap verwijderd. In TRAC'92, waar wordt geprobeerd preparatiemethoden te standaardiseren, wordt deze beschadiging (= deformatie), uitgezet op een z-as, figuur 2. In figuur 2 is daarnaast de afname van de deformatiediepte als functie van de tijd weergegeven. Bij langdurig gebruik van hetzelfde stuk schuurpapier zal als gevolg van het bot worden op den duur meer beschadiging worden geïntroduceerd dan aanwezig was. Dit geldt voornamelijk bij schuren met de hand, omdat daar de neiging bestaat om steeds harder te drukken. Bij schuren met de automaat met constante druk, zal de grafiek horizontaal gaan lopen. De deformatiediepte neemt dan dus niet meer af. Het blijkt dat bijvoorbeeld Si-carbidepapier zeer snel bot wordt. Het is daarom af te raden om meer dan twee 1½"-preparaten op hetzelfde schuurpapier te schuren. Langdurig schuren zonder het schuurpapier te vervangen heeft dus geen zin. In het voorbeeld van figuur 2 is te zien dat één stuk schuurpapier van grit P320 niet voldoende is om bij 0,37%C-staal de deformatie optimaal te verwijderen. Er is een tweede stuk papier nodig om in deze stap

tot het gewenste resultaat te komen. Halverwege de levensduur van het tweede stuk schuurpapier wordt dit optimum wel bereikt en zal gedurende enige tijd de deformatiediepte niet toe of afnemen (*wasted life*).

Het uiteindelijke doel van schuren en polijsten is een toestand van 0% deformatie in het oppervlak.

Diamant-schuurschijven

In plaats van schuren met SiC-papier, is schuren op zogenaamde diamantschuurschijven zeer geschikt voor harde materialen, zoals *keramiek* en *gesinterde carbid*. Deze schijven hebben een hoge standtijd en zijn eenvoudig weer scherp te maken met speciale staafjes (wetsteentjes). Koelen en smeren gebeurt met water. Deze diamant-schuurschijven zijn leverbaar in verschillende diameters en twee soorten binding:

Metaalbinding (nikkel) met de volgende grofheden: 250, 125, 75, 70, 40, 20 en 10 μm

Kunststofbinding met de volgende grofheden: 105, 63, 30, 10, 9 en 3 μm

E.e.a. afhankelijk van de leverancier.

Diamant-schuurschijven met een metaalbinding hebben een hoge afnamesnelheid. De afnamesnelheid van de schijven met kunststofbinding is lager, maar deze schijven geven minder deformatie van het preparaat.

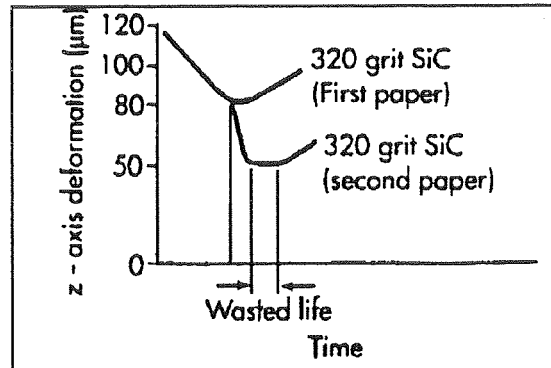
3.4.1 Beschadigingen als gevolg van schuren

De beschadigingen als gevolg van het schuren kunnen zich op verschillende manieren uiten in de structuur. [3] Beschrijft verschillende van deze defecten bij een aantal materialen, zoals zink, austenitisch staal, ferritisch en perlitisch staal en grijs gietijzer. Enkele van deze beschadigingen, artefacten, zijn:

- geheel of gedeeltelijk gerekristalliseerde structuur
- deformatietweelingen
- fragmenteren van perlietlamellen
- buigen van perlietlamellen
- hardingsstructuren als gevolg van onvoldoende koeling
- uitbreken van grafietlamellen waardoor deze groter of kleiner gaan lijken dan in werkelijkheid.

Bij de meeste ferritische staalsoorten is de diepte van de beschadiging beperkt tot enkele micrometers. In het geval van austenitische staalsoorten kunnen de lichtmicroscopisch waarneembare deformatiediepten oplopen tot 80 μm . Figuur 3 laat een voorbeeld zien van de deformatiediepte in AISI 304L achtereenvolgens schuren met lamellenborstels met grit P80, P120, P220 en P320. Bij elke schuurstep is net zolang geschuurd totdat de schuurkrassen van de vorige stap zijn verdwenen. De ware diepte van de beschadiging in de vorm van verhoogde dislocatiedichtheden zal nog dieper zijn. Zichtbare beschadigingen in het preparaat zijn meestal te wijten aan onzorgvuldige prepareerprocedures, bijvoorbeeld te kort schuren/polijsten, bot schuurpapier, versleten polijstdoeken enz.

Bij grijs gietijzer kunnen grafietlamellen behouden blijven door in de fijne schuurfase (grit



Figuur 2: Afname van de deformatiediepte als functie van de tijd. Te lang gebruik van een schuurmiddel dat bot wordt kan na enige tijd meer schade teweeg brengen [4].

P400-600) de watersmering achterwege te laten.

Effecten van schuurbeschadigingen die met de lichtmicroscop niet waarneembaar zijn, zijn bijvoorbeeld *hardheden* gemeten op het geprepareerde oppervlak. Deze kunnen onverwacht hoog zijn als gevolg van koudversteving. Vooral als de diepte van de indrukking en de beschadiging vergelijkbaar zijn, en als de rek in het oppervlak voldoende groot is. De juiste hardheid kan dus alleen gemeten worden nadat voldoende materiaal tijdens polijsten is verwijderd.

Het *indrukken van (afgebroken) schuurdeeltjes* speelt met name een rol bij zachte materialen zoals zacht gegloeid aluminium of lood. Het oppervlak maakt dan een ruw geschuurde indruk [3]. Een dergelijk oppervlak is niet of nauwelijks in de volgende fasen te prepareren. Als oplossing biedt het Metals Handbook het insmeren van het Si-carbide-papier met een zachte was, waarin de schuurdeeltjes dan worden gevangen. Een andere mogelijkheid is het oppervlak te etsen zodat de deeltjes "loslaten".



Figuur 3: Deformatiediepte (80 μ m) in AISI 304L na schuren tot Grit P320 met lamellenborstel (V=200x).

3.5 Lappen

Lappen is een prepareertechniek waarbij een harde, meestal gietijzeren schijf wordt gebruikt. De schijf is voorzien van concentrische groeven. De schijf wordt voorzien van een slijpmiddel dat gedeeltelijk de groeven vult. Als slijpmiddel wordt bijvoorbeeld boriumcarbidepoeder, B₄C, gebruikt. Tijdens het lappen wordt het poeder op de schijf gestrooid. Omdat de schijf ronddraait zal het poeder gedeeltelijk worden weggeslingerd, zodat regelmatig toevoegen van nieuw poeder nodig is als er geen materiaalafdracht meer plaatsvindt. Als smering kan bijvoorbeeld kerosine worden gebruikt. De lapschijf kan worden gebruikt met 6 μ m diamant aangebracht met een spuitbus, met smering van bijvoorbeeld kerosine. Na gebruik moet de schijf goed worden schoongemaakt en droog worden opgeborgen om roesten te voorkomen.

Nadelen van lappen zijn:

- relatief lage afnamesnelheden
- abrasieve deeltjes worden gemakkelijk in een (zachte) matrix gedrukt
- grote deformatiediepten

Lappen wordt toegepast bij het vlakschuren van preparaten (grove "schuur" fase) van materialen die niet of nauwelijks te schuren zijn. Doorgaans zal lappen toegepast worden bij harde materialen zoals keramiek en wolframcarbide en/of met wolframcarbide versterkt materiaal. Als gevolg van het doorslijpen vertonen deze brosse materialen snel beschadi-

gingen in de vorm van onder andere scheuren. Omdat bij gebruik van B₄C de afnamesnelheid voor lappen relatief hoog is, zijn deze beschadigingen relatief makkelijk te verwijderen door voldoende materiaal af te nemen. Bij bijvoorbeeld met wolframcarbide versterkt materiaal zal de afronding rond de carbiden beperkt blijven.

Na lappen met B₄C kan er direct met 6 µm gelapt worden, gevolgt door 6 µm en 1 µm polijsten op harde doeken. De schuurstappen kunnen achterwege blijven. Schuren op diamant schuurschijven kan lappen vervangen (zie eerder).

3.6 Polijsten

3.6.1 Mechanisch polijsten

Metals Handbook [3] omschrijft polijsten als een abrasieve bewerking waarbij de abrasieve deeltjes als een suspensie in een vloeistof los op of in vezels van een doek liggen. Dit is dus het verschil met schuren waarbij de abrasieve deeltjes aan de ondergrond zijn vastgezet. Het doel van polijsten is het maken van een spiegelend oppervlak zonder prepareerfouten dat geschikt is voor (licht)microscopisch onderzoek. Polijsten gebeurt over het algemeen op een draaiende schijf met een polijstdoek. De polijstdoeken kunnen verschillende texturen hebben (hard, zacht, hoog- en laagpolig).

Het aantal polijststappen (polijsten op verschillende doeken en met verschillende grofheden diamant) kan variëren afhankelijk van het te prepareren materiaal. Net als bij schuren zal elke polijststap een zekere beschadiging van het materiaal veroorzaken in de vorm van een *bewerkingslaag*, die door de volgende polijststap moet worden weggenomen. De diepte van een bewerkingslaag is doorgaans afhankelijk van de hardheid van het materiaal. Een hogere hardheid geeft een dünnere bewerkingslaag. Er bestaan polijstmiddelen zoals MASTERPOLISH® en OP-S die op basis van zowel een mechanische als chemische materiaalafname werken. De functie van het abrasief is dan het continu verwijderen van beschermende (oxyde)lagen zodat de chemische component het oppervlak sneller en gelijkmatiger aantast [3]. Het toevoegen van zogenaamde dopes, vaak sterk verdunde etsmiddelen voor het betreffende materiaal, is een andere mogelijkheid. Het polijsten is, arbitrair, op te delen in een grove en een eind-polijst fase.

3.6.1.1 Grove polijstfase

Het diamant

Het polijstmiddel bestaat meestal uit een drager met diamantdeeltjes en kan op verschillende manieren worden aangebracht: pasta, spray en suspensie. Het is noodzakelijk de diamant gelijkmatig over de polijstdoek te verdelen en niet teveel diamant te gebruiken omdat dan de polijstdoek dichtslibt.

De diamant is verkrijgbaar in diverse grofheden tussen 45 en 0,1µm (45, 30, 25, 15, 9, 6, 3, 1, 0,25, 0,1 µm) afhankelijk van de leverancier en de wijze van aanbrengen (pasta, spray of suspensie).

De voorkeur voor het gebruik van een pasta, spray of suspensie is meestal persoonlijk. Soms geeft een bepaalde combinatie van wijze van aanbrengen en polijstdoek de beste resultaten. Dit is afhankelijk van het te prepareren materiaal.

De vorm van de diamantdeeltjes is van groot belang voor een goed polijstresultaat. Diamantdeeltjes met een gelijkmatige, hoekige vorm blijken het beste te polijsten, d.i. te snijden.