

EUR 774.d

REPRINT

EUROPÄISCHE ATOMGEMEINSCHAFT - EURATOM

ANWENDUNG DES
RÖNTGENMIKROANALYSATORS ZUR
UNTERSUCHUNG DES ZEILENGEFÜGES VON
KALTVERFORMTEM SINTERALUMINIUM

von

R. THEISEN

1964



ORGEL Programm
Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Ispra - Italien

Abteilung Werkstoffe, Metallurgie und Keramik

Sonderdruck aus
ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE
Band 55, Heft 3 - 1964

HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Atomgemeinschaft (EURATOM) ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, dass die Euratomkommission, ihre Vertragspartner und alle in deren Namen handelnden Personen :

- 1^o — keine Gewähr dafür übernehmen, dass die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind oder dass die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;
- 2^o — keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

This reprint is intended for restricted distribution only. It reproduces, by kind permission of the publisher, an article from "ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE", Band 55, Heft 3 - 1964, 128-134. For further copies please apply to Dr. Riederer - Verlag GmbH, 7 Stuttgart S - Mörikestrasse 17 (Deutschland).

Dieser Sonderdruck ist für eine beschränkte Verteilung bestimmt. Die Wiedergabe des vorliegenden in „ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE“, Band 55, Heft 3 - 1964, 128-134 erschienenen Aufsatzes erfolgt mit freundlicher Genehmigung des Herausgebers. Bestellungen weiterer Exemplare sind an Dr. Riederer - Verlag GmbH, 7 Stuttgart S - Mörikestrasse 17 (Deutschland), zu richten.

Ce tiré-à-part est exclusivement destiné à une diffusion restreinte. Il reprend, avec l'aimable autorisation de l'éditeur, un article publié dans «ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE», Band 55, Heft 3 - 1964, 128-134. Tout autre exemplaire de cet article doit être demandé à Dr. Riederer - Verlag GmbH, 7 Stuttgart S - Mörikestrasse 17 (Deutschland).

Questo estratto è destinato esclusivamente ad una diffusione limitata. Esso è stato riprodotto, per gentile concessione dell'Editore, da «ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE», Band 55, Heft 3 - 1964, 128-134. Ulteriori copie dell'articolo debbono essere richieste a Dr. Riederer - Verlag GmbH, 7 Stuttgart S - Mörikestrasse 17 (Deutschland).

Deze overdruk is slechts voor beperkte verspreiding bestemd. Het artikel is met welwillende toestemming van de uitgever overgenomen uit „ZEITSCHRIFT FÜR METALLKUNDE“, Band 55, Heft 3 - 1964, 128-134. Meer exemplaren kunnen besteld worden bij Dr. Riederer - Verlag GmbH, 7 Stuttgart S - Mörikestrasse 17 (Deutschland).

EUR 774.d

REPRINT

ANWENDUNG DES RÖNTGENMIKROANALYSATORS ZUR UNTERSUCHUNG DES ZEILENGEFÜGES VON KALTVERFORMTEM SINTERALUMINIUM von R. THEISEN.

Europäische Atomgemeinschaft - EURATOM.

ORGEL Programm.

Gemeinsame Kernforschungsstelle.

Forschungsanstalt Ispra - Italien.

Abteilung Werkstoffe, Metallurgie und Keramik

Sonderdruck aus „Zeitschrift für Metallkunde“, Band 55, Heft 3 - 1964 - Seiten 128-134.

Durch quantitative statische Mikroanalyse wurde die chemische Zusammensetzung der eisenreichen Einschlüsse in Sinteraluminium ermittelt. Entsprechend dem Verhalten der Festigkeitseigenschaften von verformtem Halbzeug, konnte eine Verfeinerung von SAP-Sinteraluminium bei mittleren Verformungsgraden sowie das Aufbrechen der Aluminiumzellen bei höchsten Querschnittsverringere-

EUR 774.d

REPRINT

APPLICATION OF THE MICROPROBE FOR THE INVESTIGATIONS OF THE BANDED STRUCTURE OF SINTERED ALUMINIUM by R. THEISEN.

European Atomic Energy Community - EURATOM.

ORGEL PROGRAM.

Joint Nuclear Research Center.

Ispra Establishment - Italy.

Materials Department.

Metallurgy and Ceramics Service.

Reprinted from "Zeitschrift für Metallkunde" Vol. 55, No. 3 - 1964 - pp. 128-134.

The chemical composition of the iron-rich inclusions in sintered aluminium products (SAP) has been determined by quantitative static electron probe microanalysis. Similar to the change in mechanical characteristics of cold worked SAP, a successive refinement of the banded structure at medium deformation and the breaking up of the homogeneous aluminium lines at highest amounts

EUR 774.d

REPRINT

APPLICATION OF THE MICROPROBE FOR THE INVESTIGATIONS OF THE BANDED STRUCTURE OF SINTERED ALUMINIUM by R. THEISEN.

European Atomic Energy Community - EURATOM.

ORGEL PROGRAM.

Joint Nuclear Research Center.

Ispra Establishment - Italy.

Materials Department.

Metallurgy and Ceramics Service.

Reprinted from "Zeitschrift für Metallkunde" Vol. 55, No. 3 - 1964 - pp. 128-134.

The chemical composition of the iron-rich inclusions in sintered aluminium products (SAP) has been determined by quantitative static electron probe microanalysis. Similar to the change in mechanical characteristics of cold worked SAP, a successive refinement of the banded structure at medium deformation and the breaking up of the homogeneous aluminium lines at highest amounts

EUR 774.d

REPRINT

APPLICATION OF THE MICROPROBE FOR THE INVESTIGATIONS OF THE BANDED STRUCTURE OF SINTERED ALUMINIUM by R. THEISEN.

European Atomic Energy Community - EURATOM.

ORGEL PROGRAM.

Joint Nuclear Research Center.

Ispra Establishment - Italy.

Materials Department.

Metallurgy and Ceramics Service.

Reprinted from "Zeitschrift für Metallkunde" Vol. 55, No. 3 - 1964 - pp. 128-134.

The chemical composition of the iron-rich inclusions in sintered aluminium products (SAP) has been determined by quantitative static electron probe microanalysis. Similar to the change in mechanical characteristics of cold worked SAP, a successive refinement of the banded structure at medium deformation and the breaking up of the homogeneous aluminium lines at highest amounts

rungen mikroskopisch und besonders durch differentielles Farbabrastern qualitativ verfolgt werden. Die Dispersion der Eisenaluminide in der Al_2O_3 -reichen heterogenen Matrix wurde gemessen und der Abfall des mittleren Zellendurchmessers mit steigendem Verformungsgrad quantitativ verfolgt.

of deformation degrees was observed by metallographic observation and the differential scanning technique. The dispersion of FeAl_3 inclusions in the Al_2O_3 rich heterogeneous matrix was analysed and the drop in the mean particle diameter with increasing degree of deformation was followed quantitatively by an automatic and selective working attachment.

of deformation degrees was observed by metallographic observation and the differential scanning technique. The dispersion of FeAl_3 inclusions in the Al_2O_3 rich heterogeneous matrix was analysed and the drop in the mean particle diameter with increasing degree of deformation was followed quantitatively by an automatic and selective working attachment.

of deformation degrees was observed by metallographic observation and the differential scanning technique. The dispersion of FeAl_3 inclusions in the Al_2O_3 rich heterogeneous matrix was analysed and the drop in the mean particle diameter with increasing degree of deformation was followed quantitatively by an automatic and selective working attachment.

Anwendung des Röntgenmikroanalysators zur Untersuchung des Zeilengefüges von kaltverformtem Sinteraluminium

Von **Roger Theisen** in Ispra, Italien

Sonderdruck aus der „Zeitschrift für Metallkunde“

Band 55 (1964) Heft 3, S. 128 - 134

DR. RIEDERER-VERLAG GMBH., STUTTGART

Anwendung des Röntgenmikroanalysators zur Untersuchung des Zeilengefüges von kaltverformtem Sinteraluminium*)

Von Roger Theisen in Ispra, Italien **)

(Euratom, Gemeinsames Kernforschungszentrum Ispra)

In früheren Untersuchungen^{1) bis 3)} wurden die pulvermetallurgisch hergestellten Legierungen wie SAP, APM, Frittoxal usw. als dispersionsverfestigtes Sinteraluminium mit verschiedenen Gehalten von Al_2O_3 betrachtet. Neuere Untersuchungen erwiesen, daß die mechanischen Eigenschaften sowie der Korrosionswiderstand erheblich von den Beimengungen beeinflusst werden, die als Verunreinigungen des Ausgangsaluminiums vorhanden waren. Da die Untersuchungsergebnisse der mechanischen Eigenschaften von Sinteraluminium außerdem starke Streuungen aufzeigten, sollte versucht werden, durch vergleichende Gefügeuntersuchung den Einfluß von Verformungsgrad und anschließender Wärmebehandlung auf die Phasendispersion und den Verfestigungsmechanismus zu untersuchen. Dazu wurden die strukturellen Veränderungen der Gefüge von Ausgangspreßlingen und verformtem Material vor und nach einer Rekristallisationsglühbehandlung mikroskopisch, elektronenmikroskopisch, mit Röntgenfeinstruktur und besonders mit Hilfe des Röntgenmikroanalysators (Elektronenmikrosonde) verfolgt.

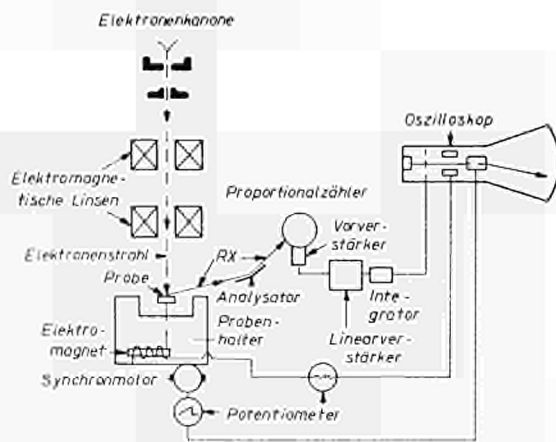


Bild 1. Schematische Darstellung des Mikroanalysators und der Abrasterapparatur

Der zur Verfügung stehende Cameca-Röntgenmikroanalysator⁴⁾ ist mit einem mechanischen Abrastermechanismus (Scanning) versehen⁵⁾, der es ermöglicht, die Probe in einer Sägezahnbewegung unter einem

statischen fokussierten Elektronenstrahl mit konstanter Geschwindigkeit durchlaufen zu lassen (Bild 1).

Die Voraussetzungen für die Verwendung eines fokussierten Spektrometers sind erfüllt, da der Auftreffpunkt der Elektronensonde auf der Probenoberfläche, der Analysatorkristall und das Eintrittsfenster des verwendeten Proportionalzählers ständig auf einem Rowland-Kreis liegen. Außer größerer Analysengenauigkeit durch Erhöhung des Verhältnisses Linie zu Untergrund ist diese Abraster- und Spektrometeranordnung notwendig für die quantitative Auswertung des später beschriebenen selektiven und automatischen Verfahrens zur Zählung von intermetallischen Einschlüssen.

Quantitative Elementaranalyse von Sinteraluminium

Sinteraluminium kann allgemein als Doppeldispersionslegierung von Aluminiumoxid und Eisenaluminiden in Aluminium aufgefaßt werden. Da ein Zusammenhang von Konzentration und Größe der eisenreichen spröden Einschlüsse auf den Korrosionswiderstand und die Festigkeitseigenschaften festgestellt wurde^{6) 7)}, ist es für die technologische Entwicklung von Sinteraluminium von Bedeutung, die Natur und die Herkunft der Verunreinigungen durch elementare statische Mikroanalyse quantitativ zu erfassen.

Die größeren eisenreichen Einschlüsse erreichen Durchmesser bis zu etwa 40μ und sind im ungeätzten Zustand durch eine charakteristische grau-bläuliche Färbung erkennbar. Die Wahl einer geeigneten metallographischen Vorbereitung ist schwierig. Meist muß man sich mit einer sonst unvollkommenen Oberfläche begnügen, wenn nur die wolkenartig um die größeren Eisenaluminide und die in den Aluminiumoxidzeilen angeordneten sehr feinen Einschlüsse ($0,1$ bis $0,5 \mu$) bei starker Vergrößerung im Metallmikroskop erkenntlich sind.

Die besten Ergebnisse wurden mit Diamantpaste ($0,5$ bis 1μ) erhalten, wobei die Proben unter leichtem Druck auf sehr feinem Tuch, das häufig ausgewechselt wurde, poliert wurden.

Im Gegenteil zu den mikroanalytischen Bestimmungen von K. G. Carroll⁸⁾, der die Einschlüsse einheitlich als Eisenspinelle identifizierte, wurden in zahlreichen von uns durchgeführten Bestimmungen an Werkstoffen verschiedener Herkunft und mit verschiedenem Aluminiumoxidgehalt, übereinstimmend für die größeren Eisenaluminide folgende mittlere Gewichtskonzentrationen ermittelt: $41,3 \text{ Gew.}\%$ Fe, $58,7 \text{ Gew.}\%$ Al. Außerdem wurden Spuren von Chrom und Nickel (max. $0,1 \text{ Gew.}\%$) gefunden.

*) Vorgetragen am 13. Juni 1963 auf der Hauptversammlung der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde in Berlin.

**) Jetzt Kernforschungszentrum Karlsruhe, Institut für Reaktortechnik.

¹⁾ G. Herenguel und J. Boghien, Rev. Mét. **51** (1954) 4.

²⁾ E. A. Bloch, Metallurg. Rev. **6** (1961) 193.

³⁾ D. Gualandì (ISML) und P. Jehenson (Euratom), EUR 272 f (1963).

⁴⁾ Cameca — Compagnie d'Applications Mécaniques à l'Electronique au Cinéma et à l'Atomistique — Notice 1174 A (1962).

⁵⁾ J. M. Rouberol, M. Tong, E. Weinryb und J. Philibert, Mem. Rev. Mét. **LIX** (1962) 305.

⁶⁾ P. Bonnet und M. Grin, EUR 208 f (1963).

⁷⁾ R. Theisen, Mém. Sci. Rev. Metallurg. **LX** (1963) 189.

⁸⁾ K. G. Carroll, J. Inst. Met. **91** (1962) 66.

Diese Zusammensetzung entspricht der intermetallischen Verbindung FeAl_3 , die anschließend auch durch Röntgenfeinstrukturanalysen von selektiv herausgelösten Einschlüssen identifiziert wurde⁹⁾. Die Analyseergebnisse wurden mit der charakteristischen Strahlung von $\text{Al-K}\alpha_1$ bzw. $\text{Fe-K}\alpha_1$ gemessen und nach einer früher¹⁰⁾ beschriebenen Korrekturberechnung für Elektronenpenetration und Massenabsorption der Röntgenstrahlung in der Probe ermittelt. Für die Aluminiumanalysen wurde außerdem der Einfluß der Elektronenrückdiffusion berücksichtigt, indem die korrigierten Analysenwerte bei verschiedenen Anregungsspannungen zwischen 5 und 10 KV auf die kritische Anregungsspannung der $\text{Al-K}\alpha_1$ -Linie extrapoliert wurden (bei dieser Anregungsspannung besteht keine Elektronenrückdiffusion).

Die Herkunft der eisenhaltigen Einschlüsse erklärt sich durch die Verwendung von technischem Aluminium mit einem Eisengehalt von 0,2 bis 0,3 Gew.-% zur Herstellung des Ausgangspulvers sowie durch die Fein-

Einfluß von Kaltverformung auf die Verteilung der Gefügebestandteile in Sinteraluminium

Untersuchte Werkstoffe

Untersucht wurden vorwiegend SAP-(ISML)-Sinteraluminium mit Aluminiumoxidbeimengungen von etwa 4 bis 7 und 10 Gew.-%. Die Verunreinigungen durch Eisen (Silizium) variierten je nach Oxidgehalt zwischen 0,3 bis 0,4 Gew.-%. Stranggepreßte SAP-Rohre mit 7 und 10 Gew.-% Al_2O_3 wurden vom Ausgangszustand steigend bis zu 57% verformt, während bei rundgehämmerten Sinteraluminiumstäben (4 bis 10 Gew.-% Al_2O_3) Verformungsgrade bis zu 97,6% erreicht wurden¹¹⁾.

Mikroskopische Untersuchung

Bedingt durch die Inhomogenität der Ausgangspulver (Korngröße, Al_2O_3 -Gehalt, Verunreinigungen) sowie durch unterschiedliche Lokalisierung der Probenentnahme (Stangenanfang und -ende) tritt auch beim ver-

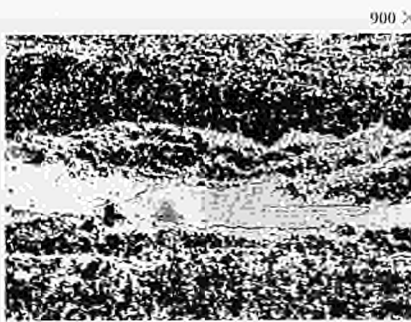


Bild 2 a.
Ausgangszustand



Bild 2 b.
3 h 550 °C



Bild 2 c.
3 h 650 °C

Bild 2 a bis c. 33,9 % Kaltverformung



Bild 2 d.
Ausgangszustand



Bild 2 e.
3 h 550 °C



Bild 2 f.
3 h 650 °C

Bild 2 d bis f. 57,3 % Kaltverformung

Bild 2 a bis f. Gefüge von kaltgepilgerten SAP-ISML-Rohren mit 10 Gew.-% Al_2O_3 nach verschiedener Verformung und Wärmebehandlung (elektrolytisch poliert)

mahlung der Aluminiumoxidpartikel in Stahlkugelmöhlen. Nach längeren Wärmebehandlungen über 450 °C, besonders aber ab 600 °C, wurde eine zweite eisenreiche Verbindung in Sinteraluminium identifiziert. Ihre chemische Zusammensetzung (34,1 Gew.-% Fe, 32,6 Gew.-% Al) entspricht ungefähr dem Eisenspinell $\text{FeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ (Hercenyt).

⁹⁾ J. De j a c c e, Euratom CCR Ispra, Communication personnelle (1963).

¹⁰⁾ R. T h e i s e n, EUR - I - 1 (1962).

formten Halbzeug teilweise eine nicht einheitliche Verteilung der Matrix und der Dispersionsphasen auf. Um dennoch typische und vergleichbare Gefügebilder zu erhalten, wurden die Proben ausschließlich aus der Mitte der stranggepreßten Rohre oder Rundstäbe entnommen und nur gleichwertige Zonen (innerer Bereich, Randzone) miteinander verglichen.

Das stranggepreßte Ausgangsmaterial zeigt nach elektrolytischer Ätzung das leicht erkennbare, typische

¹¹⁾ E. G. H e s s, Z. Metallkde. 55 (1964) 123.

Mikrogefüge mit schmalen, langgestreckten Zeilen von fast homogenem Aluminium abwechselnd mit heterogenen Gefügebestandteilen von in Aluminium dispergiertem, schwerverformbarem Aluminiumoxid und eisenreichen Einschlüssen. Bei stranggepreßten Sinteralu-

tritt stellenweise nach Erhitzen über 500 °C in den Aluminiumzeilen ein Wachsen der Subkörner entgegen der Verformungsachse auf.

Bei höheren Verformungsgraden findet auch zum Teil eine Neuorientierung der heterogenen Bestandteile statt.



Bild 3 a. Stranggepreßt



Bild 3 b. Mischgefüge nach teilweiser Rekristallisation 3 h 650 °C

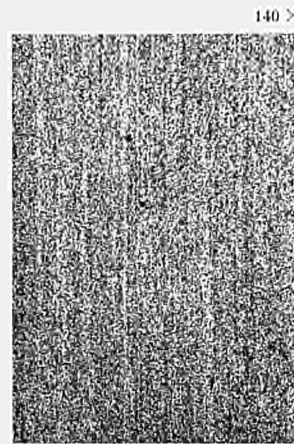


Bild 3 c. Stranggepreßt und 96 % rundgehämmert (äußere Randzone)



Bild 3 d. Wie Bild 3 c, jedoch noch 3 h 650 °C geglüht

Bild 3 a bis d. Gefüge von stranggepreßten und rundgehämmerten SAP-ISML mit 10 Gew.-% Al₂O₃ (elektrolytisch poliert)

miniumrohren wurden nach einmaligem Pilgern mit steigendem Verformungsgrad (bis zu 67,8 %) zwei deutlich voneinander trennbare Strukturbereiche beobachtet. Bei Verformungen bis zu etwa 34 % konnte keine wesentliche Gefügeveränderung gegenüber dem Preßzustand festgestellt werden, es sei denn eine Kaltverfestigung der Matrix, die sich in einer Streckung

In guter Übereinstimmung mit den Untersuchungen der Festigkeitseigenschaften¹¹⁾ kann bei stranggepreßten Stangen, die durch Rundhämmern bis zu 97,6 % verformt wurden, der Einfluß der Verformung auf das Mikrogefüge in drei Stadien unterteilt werden.

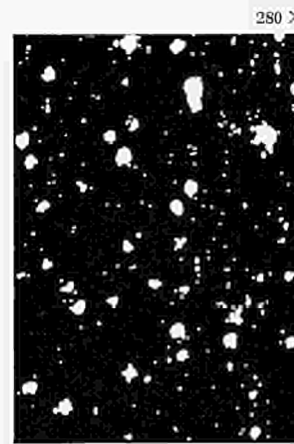
Mit Ausnahme einer feinen Randzone tritt bei Verformungsgraden bis zu 31 % keine mikroskopisch wahr-



Differentialabrasterbild. Aluminiumreiche Zeilen mit einem Gehalt zwischen 95 und 100 Gew.-% Al erscheinen hell. (Al-K_{at}, 5 KV)



Differentialabrasterbild. Heterogen Al₂O₃-reiche Matrix mit 40 bis 90 Gew.-% Al (Al-K_{at}, 5 KV)



Verteilung der eisenreichen Einschlüsse (FeAl₃) (Fe-K_{at}, 10 KV)



Lichtoptisches Gefügebild

Bild 4. Mikroanalytische Elementverteilungsbilder von stranggepreßtem Sinteraluminium (SAP-ISML)

der Aluminiumsubkörner ausdrückt. Höhere Querschnittsverringern bewirken eine zunehmende Verfeinerung des Zeilengefüges (Bild 2). Geringere Beimengungen der eingelagerten spröden Einschlüsse genügen, um auch bei Wärmebehandlung von 650 °C eine vollständige Rekristallisation des schwach verformten Halbzeugs zu unterdrücken. Dabei ist das teilweise rekristallisierte Mischgefüge erwartungsgemäß vom Ausgangsgefüge abhängig. Bei niedrigen Verformungen

nehmbare Gefügeänderung auf. Querschnittsverringern zwischen 31 % und 86 % bewirken erneut eine zunehmende Verfeinerung des Zeilengefüges, wobei besonders die Höhe der homogenen Aluminiumzeilen beträchtlich vermindert wird. Bei noch höheren Verformungen wurde ein vollständiges Aufspalten der Aluminiumzeilen sowie ein Zerbrechen der spröden Partikel der dispersen Phasen beobachtet. Das Aufreißen des Zeilengefüges wird nach einem Rekristallisations-

Bild 5 a. Stranggepreßtes Ausgangsgefüge

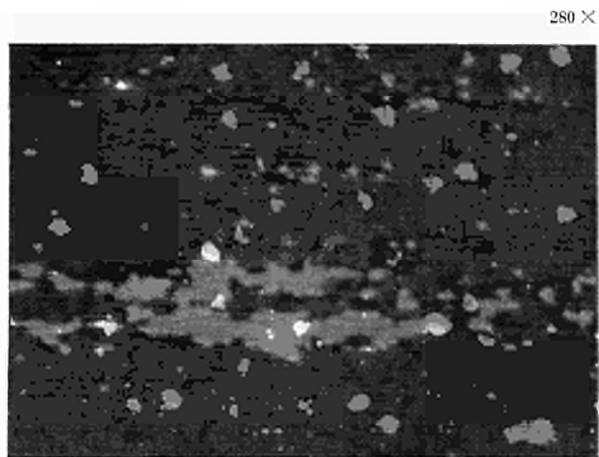


Bild 5 b. Stranggepreßt und 86 % durch Rundhämmern verformt

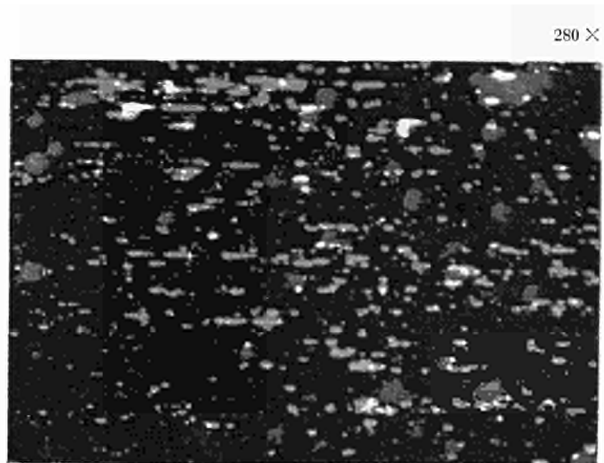


Bild 5 c. Stranggepreßt und 97,6 % durch Rundhämmern verformt

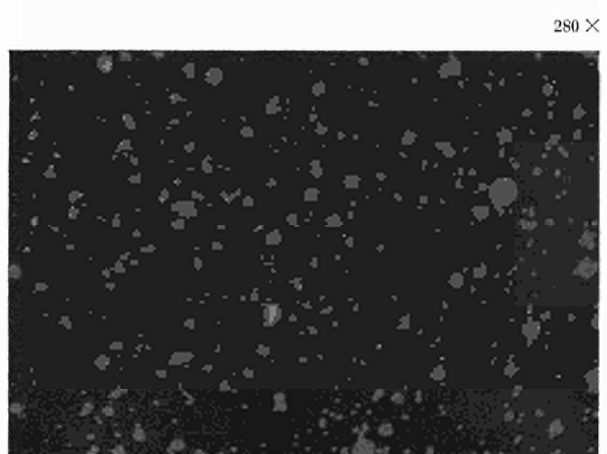


Bild 5 a bis c. Untersuchung des Einflusses der Verformung auf die Phasenverteilung in Sinteraluminium SAP-ISML 930 (7 Gew.-% Al_2O_3) mit Hilfe des differentiellen Farbabrasterverfahrens
 grün: Al_2O_3 -reiche heterogene Matrix blau: Homogene Aluminiumzilein gelb: Einschlüsse aus FeAl_3

glühen besonders deutlich sichtbar (Bild 3). Die durch die Zeilenstruktur bedingte Anisotropie der mechanischen Eigenschaften dürfte bei diesem hochverformten Material zumindest stark vermindert sein. Die Rekristallisationsvorgänge an stark verformten Sinteraluminiumfolien (SAP 960) wurden röntgenographisch im Durchstrahlverfahren verfolgt⁹⁾. Bei 96% verformten, gewalzten Folien traten die ersten rekristallisierten Körner nach 1 h bei 450 °C auf. Eine vollständige Rekristallisation erfolgte erst nahe am Schmelzpunkt. Bei 70% verformtem Sinteraluminium wurde bei 615 °C ein Beginn der Rekristallisation festgestellt. Auch nach Glühungen bis 650 °C wurde keine vollständige Rekristallisation beobachtet.

Mikroanalytische Untersuchung der Elemente und Phasenverteilung

Koordiniert man auf dem Leuchtschirm des Abraster-Oszillographen der Mikrosonde die „X“ Ablenkplatte des Kathodenstrahls mit der linearen Bewegung der Probenoberfläche unter dem Elektronenstrahl, während die „Y“ Ablenkplatte durch die integrierte Intensität der spezifischen Röntgenlinie moduliert wird, so erhält man eine lineare Konzentrationsverteilung auf demselben Oszillographen der später zur Registrierung des Abrasterbildes dient. Die Intensität des Lichtstrahls kann nach diesem Konzentrationsverteilungsbild mit Hilfe zweier Diskriminatoren leicht so reguliert werden, daß bei der späteren Abrasteraufnahme entweder nur die Verteilung eines spezifischen Konzentrationsbereiches (Phase) eines Elementes im Bild registriert, oder aber der sehr oft störende Untergrund ausgeschaltet wird.

Mit einem nach diesem Prinzip arbeitenden elektronischen Zusatzgerät, eine Erweiterung der „Expanded Contrast“-Methode nach D. A. Melford¹²⁾, wurden die „differentiellen Abrasterbilder“ von Sinteraluminium aufgenommen (Bild 4). Die elementaren Verteilungsbilder der homogenen Aluminiumphase und der dispergierten Al₂O₃-reichen Phase wurden so getrennt photographiert. Das Spektrometer des Röntgenmikroanalysators blieb während beider Aufnahmen auf die Al-K α_1 -Linie eingestellt. Durch Regulierung des Spektrometers bei der Registrierung auf die Fe-K α_1 -Linie, wurden die Eisenaluminide lokalisiert. Der Kontrast der erhaltenen Elementarverteilungsbilder ist bei kleineren Konzentrationsunterschieden öfters ungenügend. Außerdem ist es wichtig eine eindeutige Übersicht der Phasenverteilung zu erhalten.

Von den schwarzweißen Abrasterbildern werden über ein Farbfilter Matrizen erhalten, denen je nach Element oder Konzentrationsbereich eine verschiedene Farbe zugeteilt wird. Die Überlagerung sämtlicher Farbmatrizen ergibt ein Farbbild, das eine Übersicht über die Elementverteilung sowie die Art ihrer Verbindung erleichtert. Bild 5 a zeigt das stranggepreßte Ausgangsgefüge SAP 930 mit einer breiten homogenen Aluminiumzeile, Bild 5 b das beginnende Aufbrechen der verfeinerten Zeilenstruktur nach 86% Verformung durch Rundhämmern. Die größeren FeAl₃-Einschlüsse sind zu einem Teil schon aufgespalten und lagern sich vorzugsweise in der dispersen Al₂O₃-reichen Phase ein. In Übereinstimmung mit den mikroskopischen Beobachtungen kann mit Hilfe der Farbabrasterbilder von höchstver-

formten Proben (97,6%) eine regelmäßige Verteilung der Aluminiumoxidpartikel eindeutig festgestellt werden. Die Al₂O₃-armen Zeilen, wenn überhaupt noch vorhanden, liegen unterhalb der Auflösungsgrenze (Bild 5 c).

Einfluß der Verformung auf den mittleren Zellen-durchmesser der Eisenaluminide

Der wesentliche Einfluß der spröden Eisenaluminide in dispersionsverfestigtem Sinteraluminium auf den Korrosionswiderstand und die Streuung der Festigkeitseigenschaften wurde in früheren Arbeiten nachgewiesen. Die Eisenaluminidkonzentration in Sinteraluminium variiert zwischen 0,7 und 1 Gew.-%, je nach Aluminiumoxidgehalt. Der mittlere Durchmesser der FeAl₃-Einschlüsse übertrifft jedoch die Dimensionen der Al₂O₃-Teilchen erheblich. Da der Widerstand gegen die Wanderung von Versetzungen vom Krümmungsradius der spröden Einschlüsse abhängt, häufen sich (unter Einwirkung von höchsten Belastungen) in unmittelbarer Nähe größerer Einschlüsse die Versetzungen an und können zur Mikrorißbildung führen.

In diesem Zusammenhang ist es interessant, die Wirkung der Verformung auf den mittleren Durchmesser der Eisenaluminide zu verfolgen. Ein besonderer Vorteil des Mikrosondenverfahrens besteht darin, daß es nicht auf mikroskopisch sichtbare Einschlüsse beschränkt ist. Auf Grund des erheblichen Unterschieds in der Eisenkonzentration zwischen Einschluß und Matrix ist es möglich, Einschlüsse von wesentlich kleinerem Durchmesser als dem des Elektronenstrahls, zu registrieren. Außerdem erfaßt man infolge des Elektroneneindringungsvermögens nicht nur die an der Oberfläche sichtbaren Einschlüsse, sondern, entsprechend der gewählten Elektronenbeschleunigung, eine mehr oder weniger tiefe Oberflächenschicht.

Versuchsdurchführung

Praktisch wurde das diamantpolierte, aber ungeätzte Sinteraluminium in den besonderen Abraster-Probenhalter eingeführt, der Mikroanalysator auf einen minimalen Elektronenstrahldurchmesser geregelt (1 μ) und das Spektrometer auf die Fe-K α_1 -Linie eingestellt. Die Zählinheit integriert alle Impulse während des Abrasterns einer quadratischen Probenoberfläche von 100·100 μ^2 in 100 Zeilen. Gleichzeitig registriert ein speziell modifizierter Schreiber und ein elektromechanischer Zähler die Gesamtzahl n der Einschlüsse derselben Fläche, die nach diesem Verfahren einer Linie von 1 μ Breite und 10⁴ μ Länge entspricht. Bezeichnet man mit X in μ die während des linearen Abrasterns der Probenoberfläche geschnittene Gesamtbreite der Eisenaluminide und nimmt man an, daß die gezählten Einschlüsse n im statistischen Mittel in erster Annäherung als halbkugelförmig betrachtet werden können¹³⁾, so ergibt sich die mittlere Zellbreite d der Einschlüsse zu

$$d = \frac{4}{n} \cdot \frac{\pi}{\pi} \quad (1)$$

wobei

$$x = \frac{N_{(Fe)} - 10^4 U}{N'_{(Fe)} - U} \quad (2)$$

¹²⁾ D. A. Melford, J. Inst. Met. 90 (1962) 217.

¹³⁾ D. Turnbull und H. N. Treafis, Trans. AIME 212 (1958) 33.

ist. $N_{(Fe)}$ bedeutet die Impulszahl in der Fe-K α_1 -Linie beim Abrastern einer Linie von $10^4 \mu$ der Eisenstandardoberfläche (100 % Fe) in 20 min, $N'_{(Fe)}$ die Impulszahl, registriert in der Fe-K α_1 -Linie auf einem größeren FeAl $_3$ -Einschluß in 0,12 s und U die Untergrundimpulszahl, registriert in der Fe-K α_1 -Linie in 0,12 s auf einer Sinteraluminiumoberfläche, die keinen FeAl $_3$ -Einschluß enthält.

Die Massenkonzentration der Einschlüsse im Sinteraluminium ist

$$C_E = \frac{C_1}{C_2} \quad (3)$$

wenn man mit C_1 das Verhältnis der Impulszahlen eines Eisenstandards und der Sinteraluminiumprobe einsetzt, die unter gleichen Versuchsbedingungen in der Fe-K α_1 -Linie beim Abrastern einer $10^4 \mu$ langen Linie erhalten wurden. C_2 ist das Verhältnis der Intensitäten in der Fe-K α_1 -Linie eines Eisenstandards (100 % Fe) und eines größeren Eisenaluminids FeAl $_3$ während einer statischen Mikroanalyse.

Ergebnisse

Analog zu den mikroskopischen Beobachtungen der Verfeinerung der dispersen Al $_2$ O $_3$ -reichen Schicht konnte

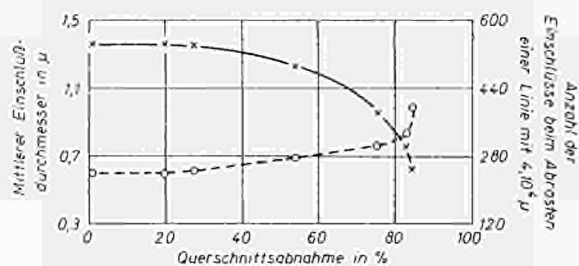


Bild 6. Einfluß der Verformung von SAP-ISML mit 7 Gew.-% Al $_2$ O $_3$ auf den mittleren Durchmesser und die Anzahl der Eisenaluminiumeinschlüsse

bei rundgehämmerten Sinteraluminiumstangen der Einfluß der Verformung auf den mittleren Zellendurchmesser der Eisenaluminide in drei Bereiche unterteilt werden. Bis zu Verformungen von 31 % blieb der mittlere Durchmesser der Partikel praktisch konstant ($1,34 \mu$).

Bei Verformung zwischen 31 und 86 % verfeinerten sich die groben Einschlüsse allmählich. Nach noch größeren Verformungen erfolgt ein steiler Abfall des mittleren Zellendurchmessers (von $0,94 \mu$ bei 86 % bis zu $0,61 \mu$ bei 97,6 % Verformung) durch ein vollständiges Zerbrechen der groben Einschlüsse. Die Anzahl der gezählten Einschlüsse verhält sich verständlicherweise reziprok zum Zellendurchmesser (Bild 6).

Zusammenfassung

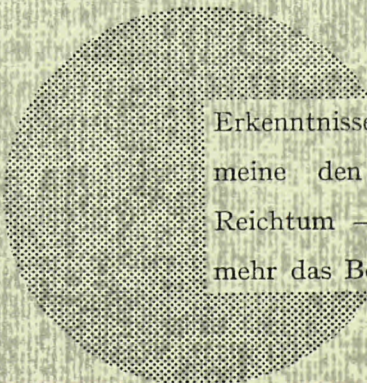
Durch quantitative statische Mikroanalyse wurde die chemische Zusammensetzung der eisenreichen Einschlüsse in Sinteraluminium ermittelt. Entsprechend dem Verhalten der Festigkeitseigenschaften von verformten Halbzeug, konnte eine Verfeinerung von SAP-Sinteraluminium bei mittleren Verformungsgraden sowie das Aufbrechen der Aluminiumzellen bei höchsten Querschnittsverringerungen mikroskopisch und besonders durch differentielles Farbabrastern qualitativ verfolgt werden. Die Dispersion der Eisenaluminide in der Al $_2$ O $_3$ -reichen heterogenen Matrix wurde gemessen und der Abfall des mittleren Zellendurchmessers mit steigendem Verformungsgrad quantitativ verfolgt.

Summary

Application of the Microprobe for the Investigations of the Banded Structure of Sintered Aluminium.

The chemical composition of the iron-rich inclusions in sintered aluminium products (SAP) has been determined by quantitative static electron probe microanalysis. Similar to the change in mechanical characteristics of cold worked SAP, a successive refinement of the banded structure at medium deformation and the breaking up of the homogeneous aluminium lines at highest amounts of deformation degrees was observed by metallographic observation and the differential scanning technique. The dispersion of FeAl $_3$ inclusions in the Al $_2$ O $_3$ rich heterogeneous matrix was analysed and the drop in the mean particle diameter with increasing degree of deformation was followed quantitatively by an automatic and selective working attachment.

(Eingegangen am 21. Juni 1963)



Erkenntnisse verbreiten ist soviel wie Wohlstand verbreiten — ich meine den allgemeinen Wohlstand, nicht den individuellen Reichtum — denn mit dem Wohlstand verschwindet mehr und mehr das Böse, das uns aus dunkler Zeit vererbt ist.

Alfred Nobel

CDNA00774DEC