



# Der Einfluss unterschiedlicher Präparationsmethoden auf verschiedene Materialien

**Till Freieck**

**Auszubildender in der Werkstoffprüfung beim Max-Planck-Institut  
für Eisenforschung in Düsseldorf**



- **Aufgabenstellung**
- **Materialien**
- **Präparationsmethoden**
  - **Mechanische- und Vibropolitur**
  - **Elektrolytische Politur**
- **Nanoindentation**
- **Vergleich der Nano-Werte**
- **Schichtdicke aus Belastungskurve**
- **Fazit**
- **Ausblick**



- **Welchen Einfluss hat die Präparation auf die Nanohärte?**
- **Wann und wie entstehen Kontaminationsschichten?**
- **Wie dick sind die Kontaminationsschichten?**



- **Fe+2%\*Al [110]**
- **Cu Einkristall [100]**
- **Reinst-Al Einkristall**
- **Reinst-Mg Polykristall**

**\*Massenprozent**



## Schleifen

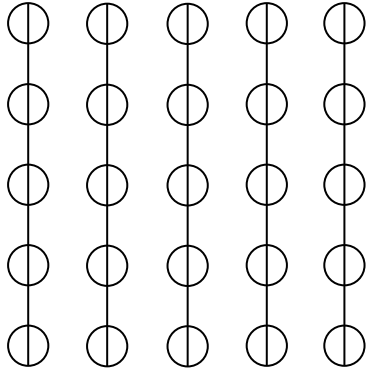
Element	Kühlmittel/ Schmiermittel	Schleifmittel	Körnung
Al, FeAl, Cu	Wasser	SiC-Schleifpapier	220-1000
Mg	Iso-Propanol	SiC-Schleifpapier	220-1000

## Polieren

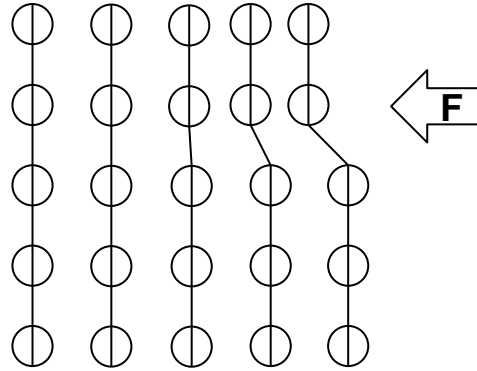
Element	Schmiermittel	Poliermittel
Al, FeAl, Cu	1. Lubricant Blau alk. Basis	1. Diamantsuspension (3 $\mu$ ,1 $\mu$ m) 2. Siliziumoxid (OPS) 3. MasterMet 2 (Vibro)
Mg	1. Lubricant Blau alk. Basis	1. Diamantsuspension (3 $\mu$ ,1 $\mu$ m) 2. Siliziumoxid wasserfrei (OPS)



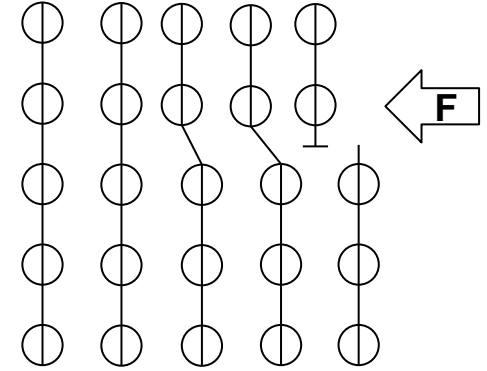
1



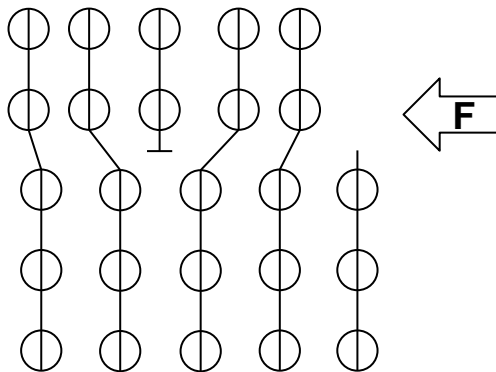
2



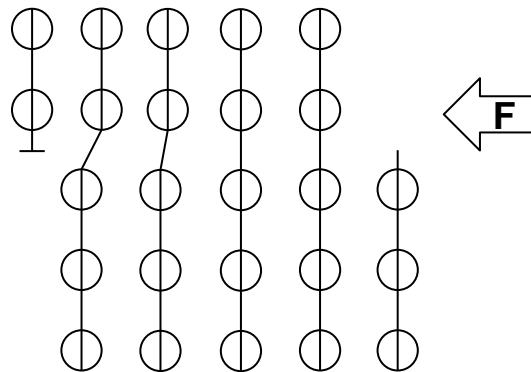
3



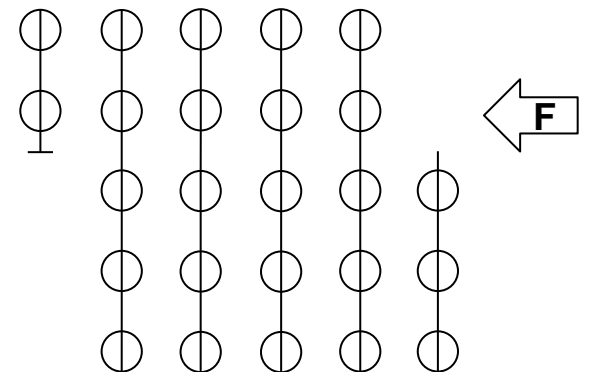
4



5



6



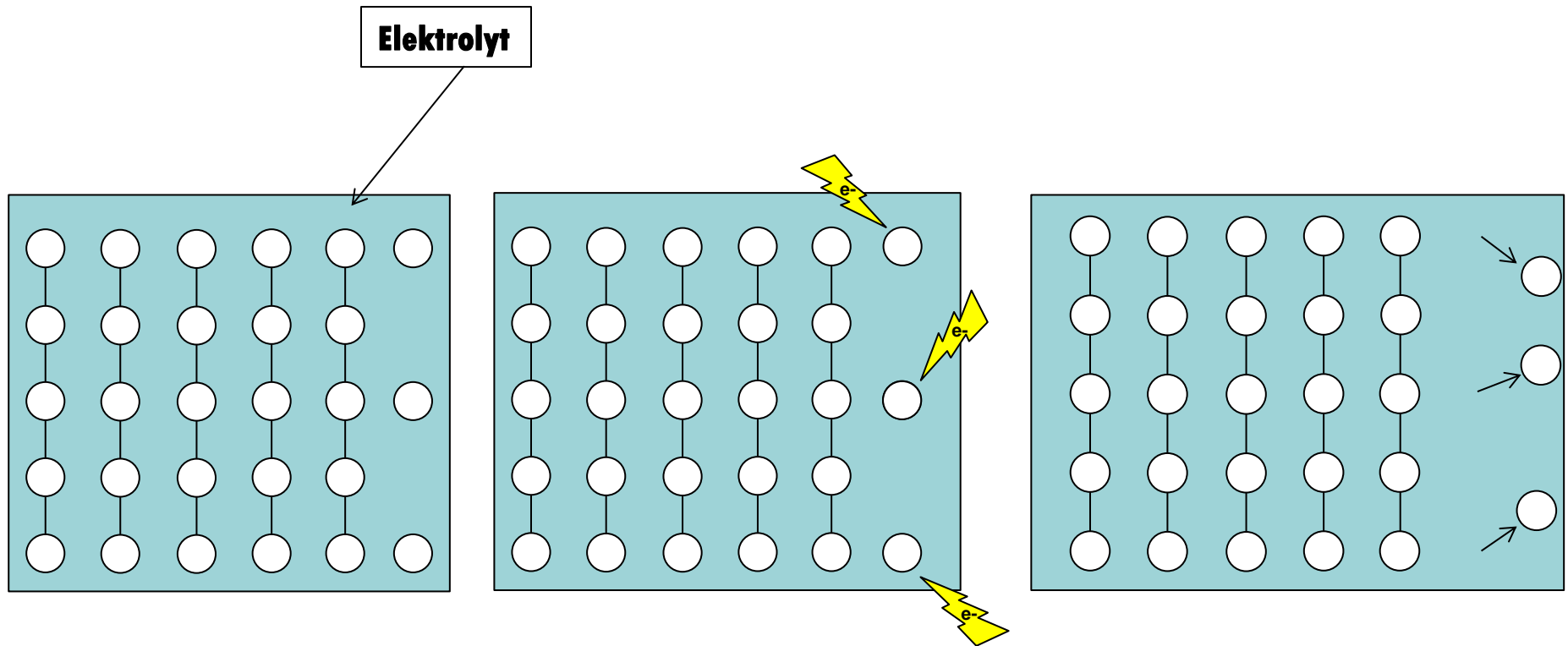


- **Bildung einer elektrochemischen Zelle mit der Probe als Anode**
- **Elektrochemische Entfernung von Material**
- **Rauheit → größere Oberfläche → Mehr Abtrag**



**Poliergerät: Struers Lectropol 6**

<b>Material</b>	<b>Elektrolyt</b>	<b>Spannung [V]</b>	<b>Flow rate</b>	<b>Zeit [s]</b>	<b>T [°C]</b>
<b>Fe-Al</b>	<b>A2</b>	<b>20</b>	<b>11</b>	<b>60</b>	<b>RT</b>
<b>Al</b>	<b>A2</b>	<b>48</b>	<b>9</b>	<b>35</b>	<b>RT</b>
<b>Cu</b>	<b>D2</b>	<b>20</b>	<b>13</b>	<b>15</b>	<b>RT</b>
<b>Mg</b>	<b>AC2</b>	<b>50</b>	<b>15</b>	<b>60</b>	<b>4-6</b>





**Verformung führt zu Härteerhöhung**



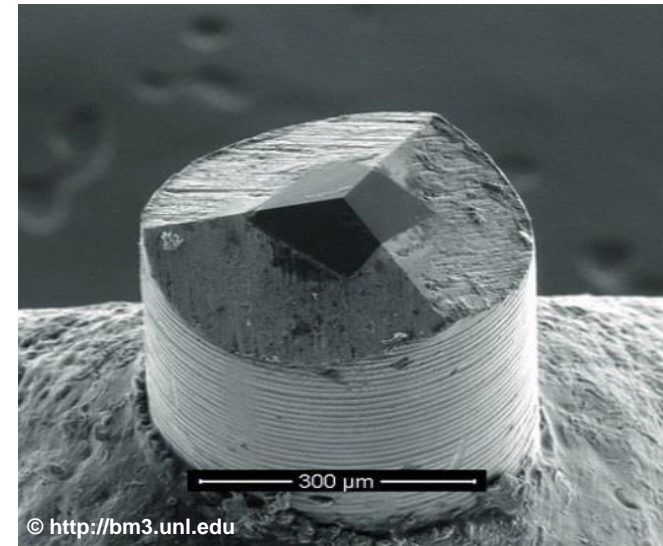
**Elektrolytische Politur resultiert in  
geringerer Härte**



**Nanoindentation ermöglicht die Bestimmung der Härte und des reduzierten E-Moduls einzelner Phasen und dünner Oberflächenschichten.**

## Eindringkörper:

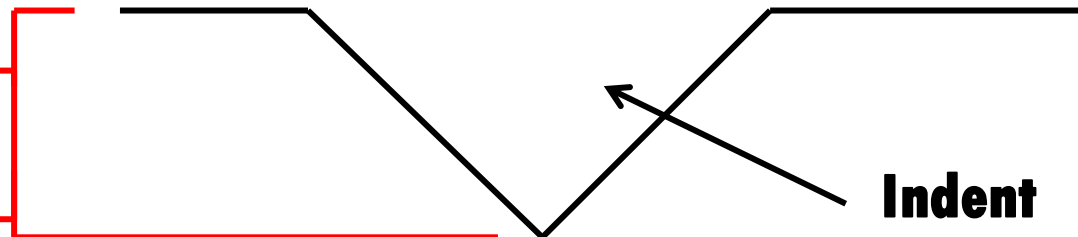
- **Berkovich-Eindringkörper**
- **Spitzenwinkel  $142,3^\circ$**



## Vergleichseindringtiefe:

(Kalibrierung gemessen an Quarz)

**0,6nm-197,5nm**  
**2,6nm-157,5nm**



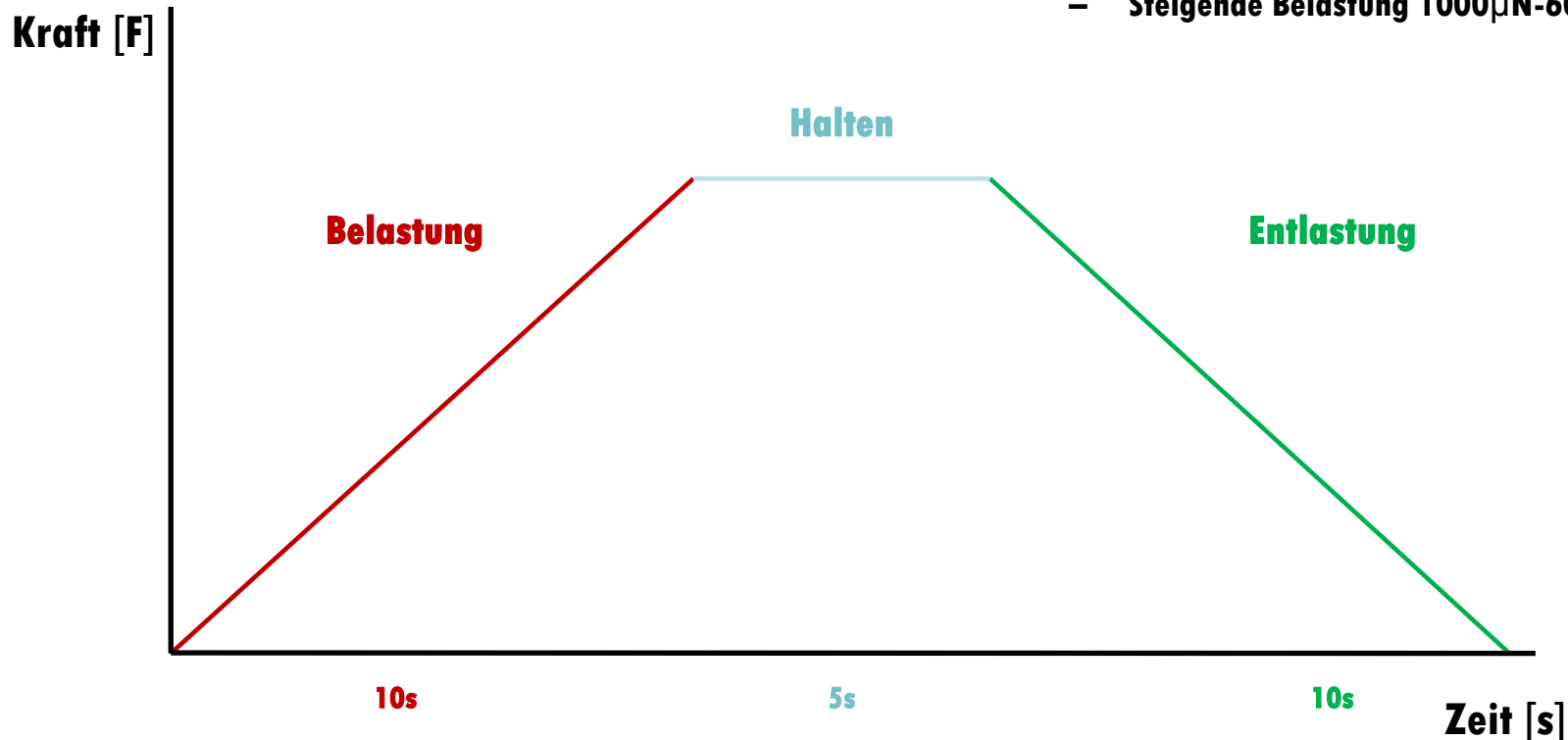


## Steuerungsart: LC (Load Control)

*Lastaufbringung bis definierte Kraft [F] erreicht ist*

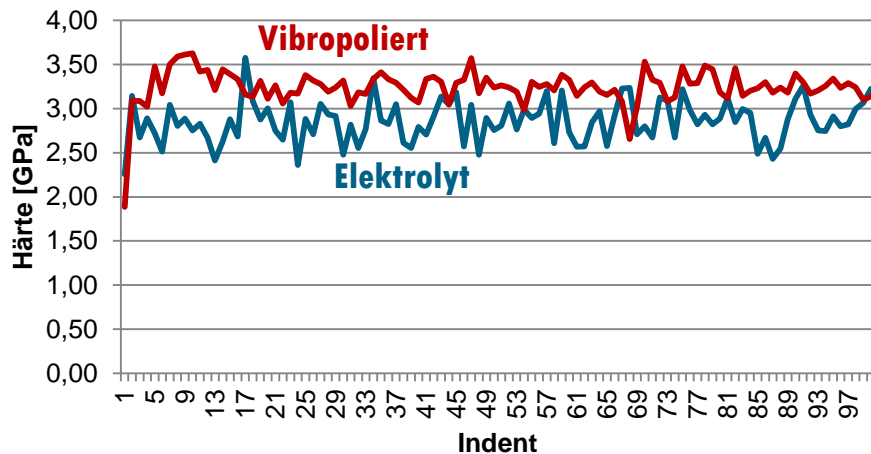
**LC: 10s -5s-10s**

- 10x10 Eindrücke mit (5  $\mu\text{m}$ ) Abstand
- 2 Pattern gefahren
  - Konstante Belastung 1000 $\mu\text{N}$
  - Steigende Belastung 1000 $\mu\text{N}$ -6000 $\mu\text{N}$

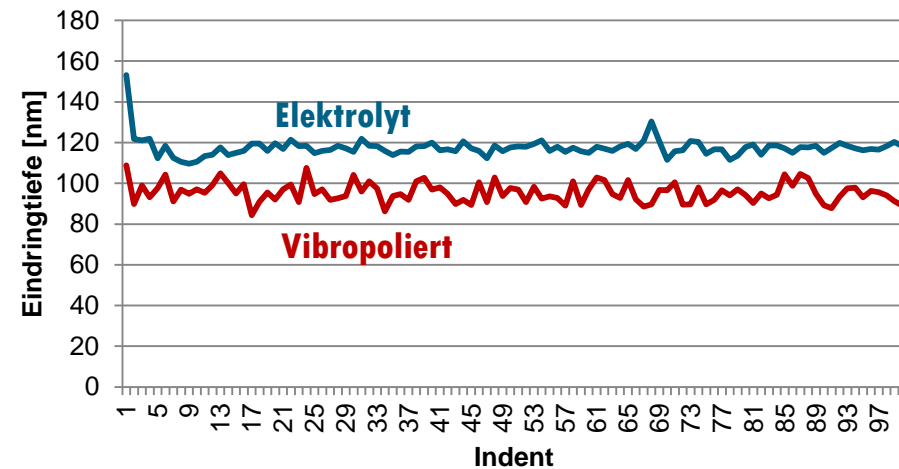




## Härte [GPa]



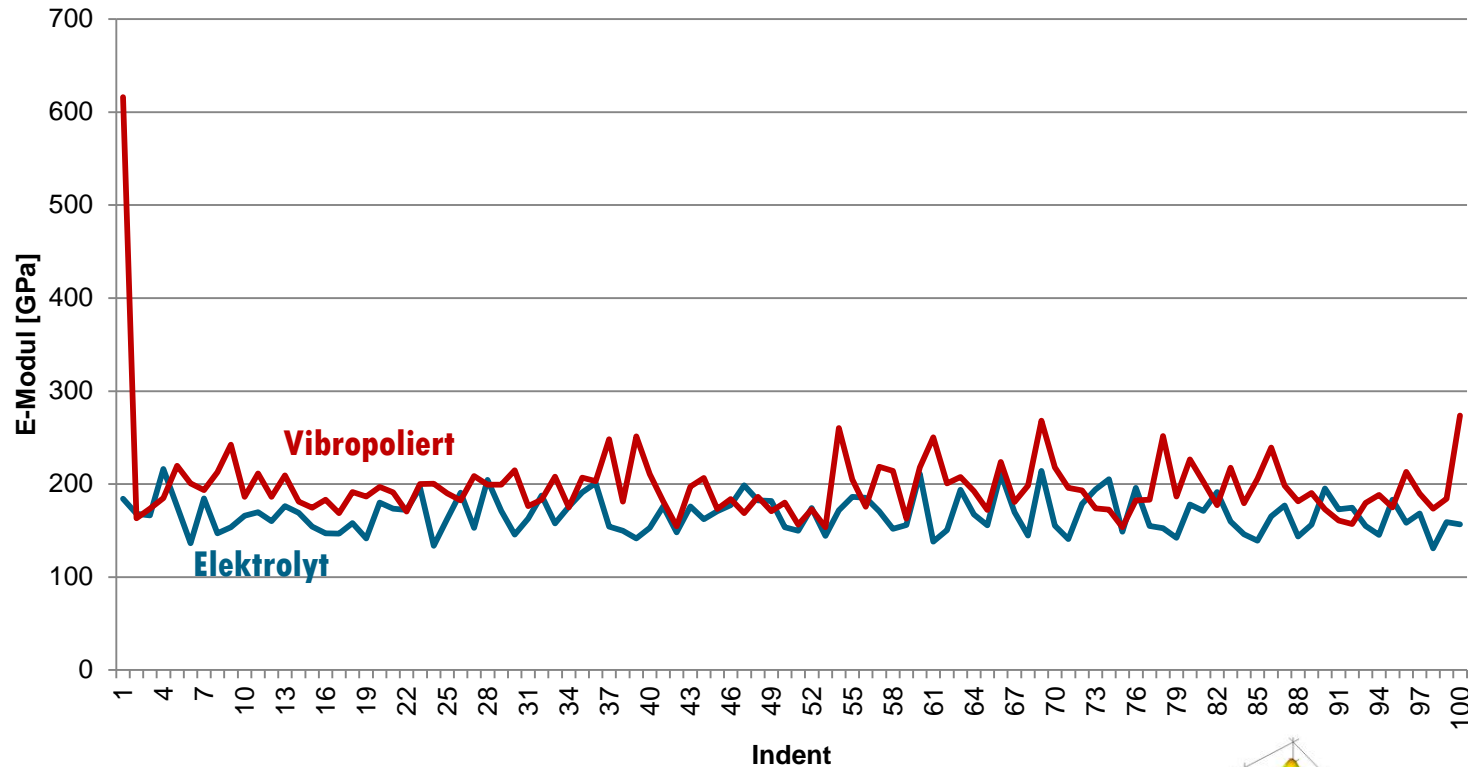
## Eindringtiefe



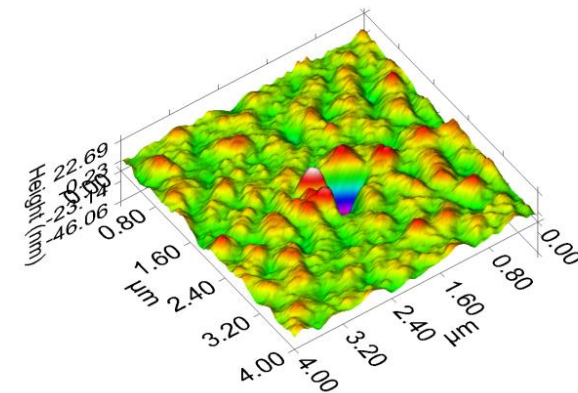
Probe	Härte [GPa]	Eindringtiefe [nm]
<b>Vibropoliert</b>	<b>3,26</b>	<b>95</b>
<b>Elektrolyt</b>	<b>2,85</b>	<b>117</b>



## Reduzierter E-Modul

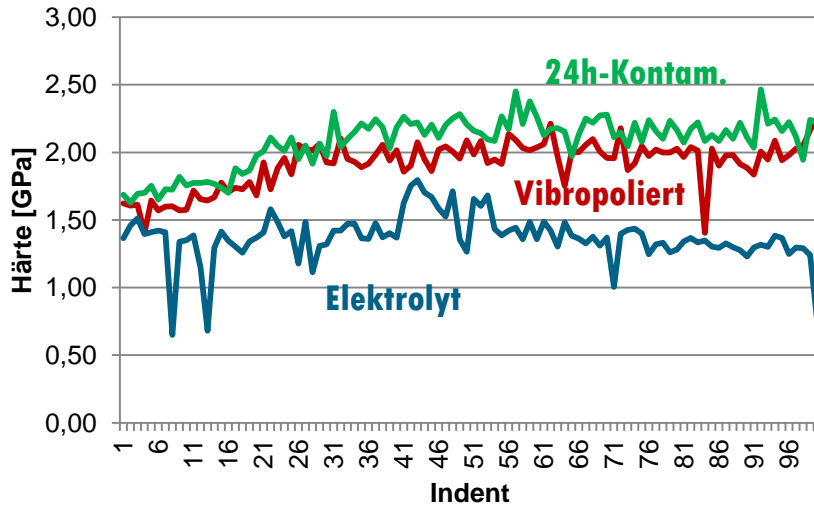


Probe	E-Modul [GPa]
<b>Vibropoliert</b>	<b>194</b>
<b>Elektrolyt</b>	<b>167</b>

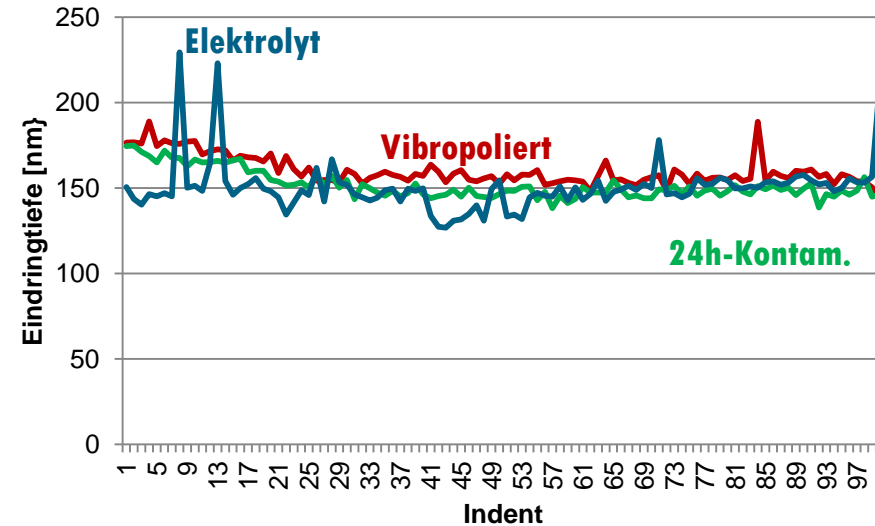




## Härte [GPa]



## Maximale Eindringtiefe



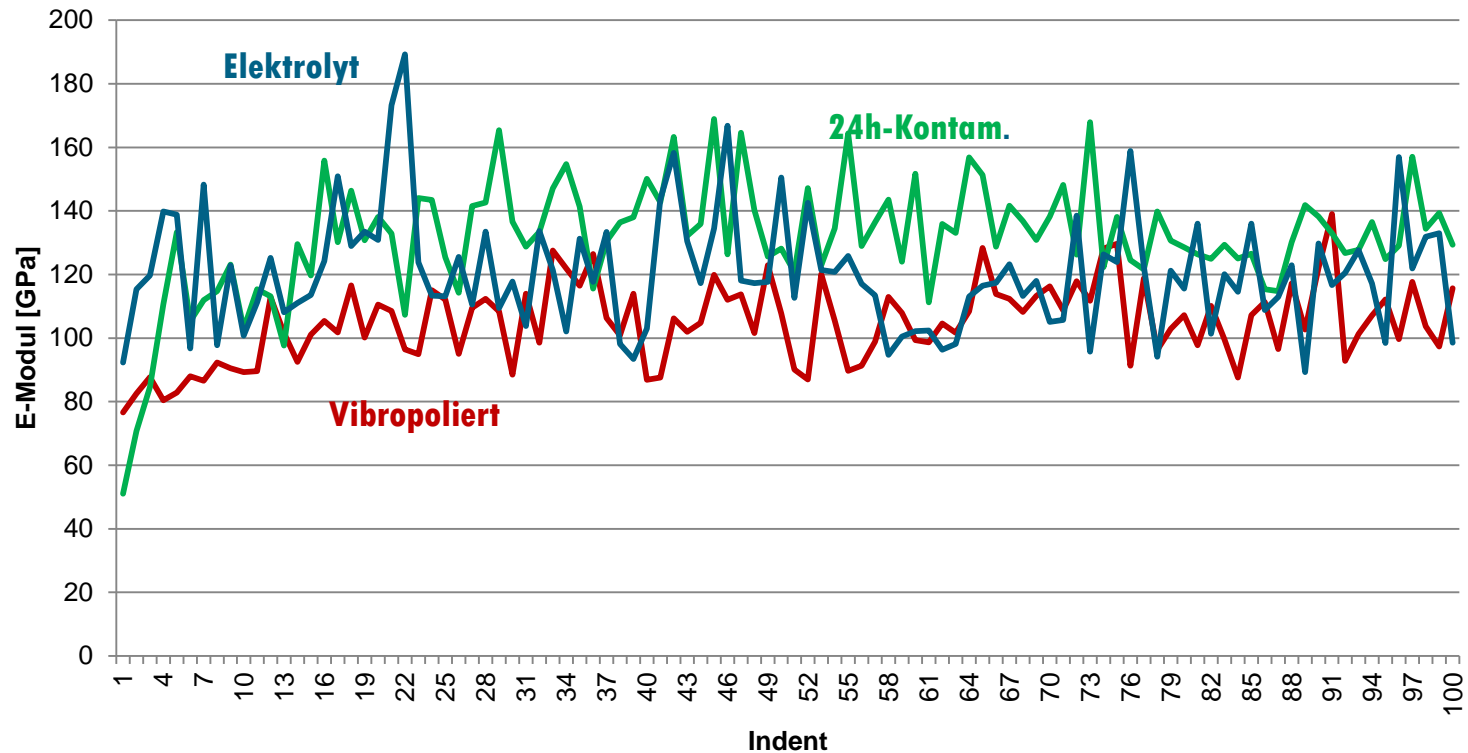
Probe	Härte [GPa]	Eindringtiefe [nm]
Vibropoliert	1,91	160
24h-Kontam.	2,08	151
Elektrolyt	1,37	150

↓  
! Verringerung der Härte !

↓  
Gleiche Eindringtiefe



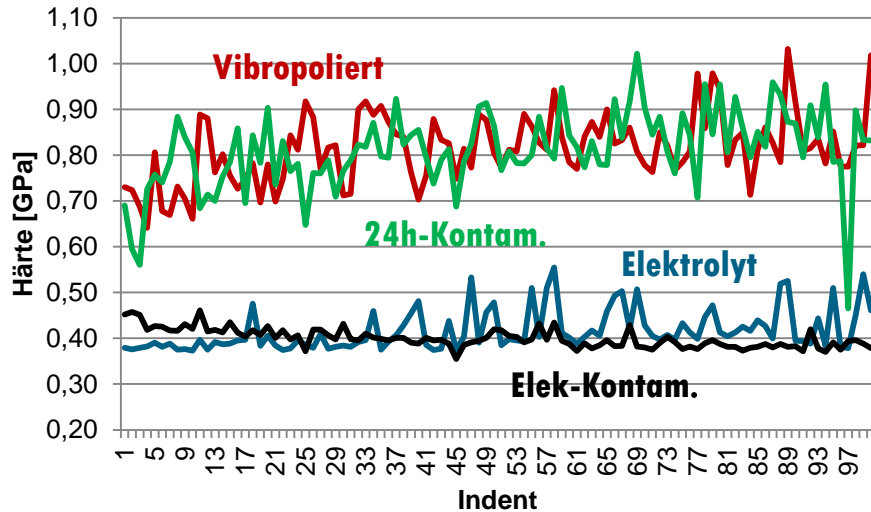
## Reduzierter E-Modul ( $E_r$ )



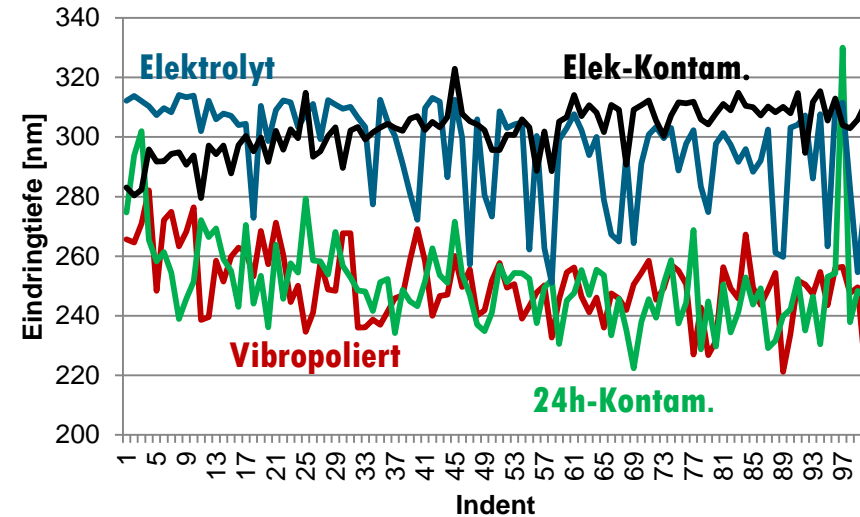
Probe	E-Modul [GPa]
<b>Vibropoliert</b>	<b>104</b>
<b>24h-Kontam.</b>	<b>131</b>
<b>Elektrolyt</b>	<b>120</b>



## Härte [GPa]



## Maximale Eindringtiefe [nm]

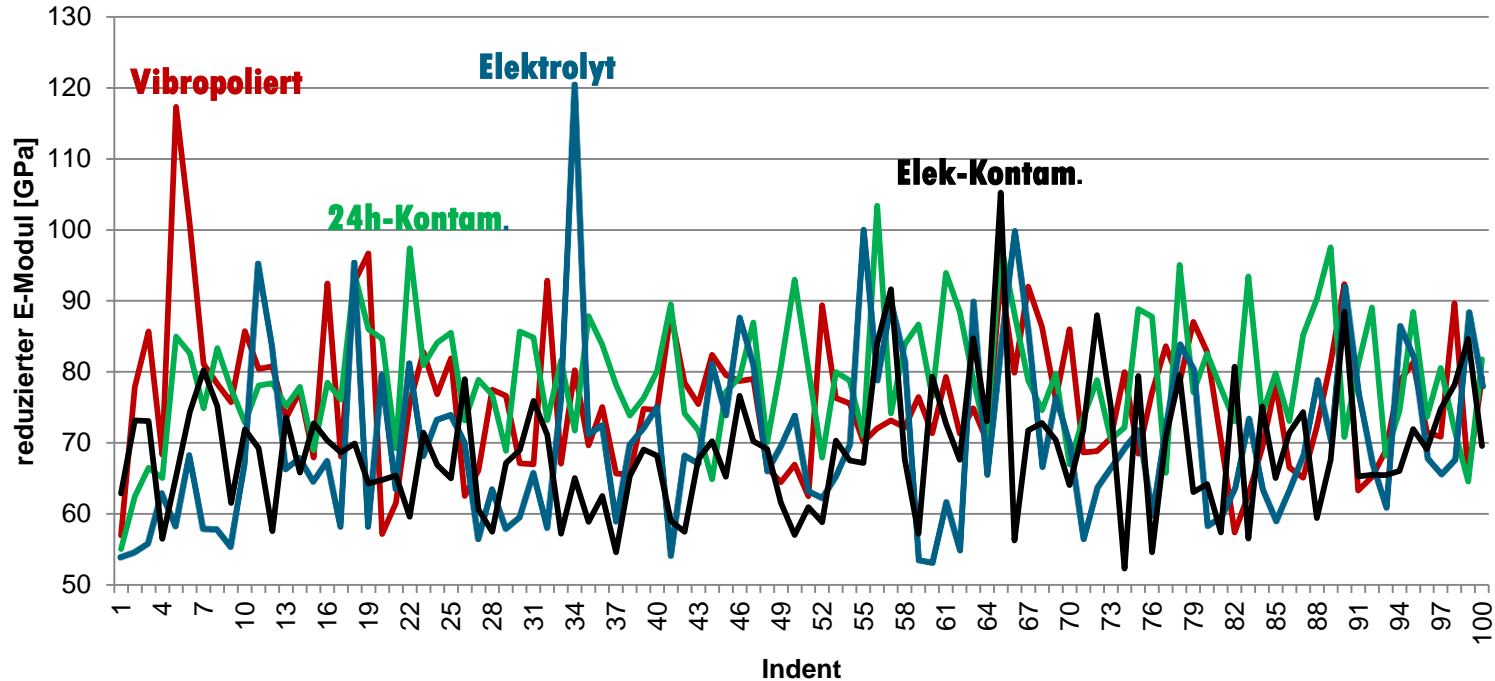


Probe	Härte [GPa]	Eindringtiefe [nm]
Vibropoliert	0,81	250
24h-Kontam.	0,81	250
Elektrolyt	0,42	296
Elek-Kontam.	0,40	310

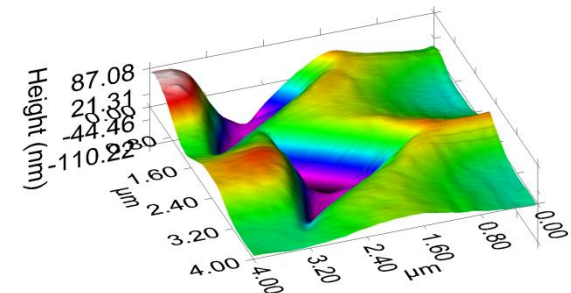
!Erhöhung der Eindringtiefe und Verringerung der Härte aufgrund von Schichtbildung!



## Reduzierter E-Modul (Er)



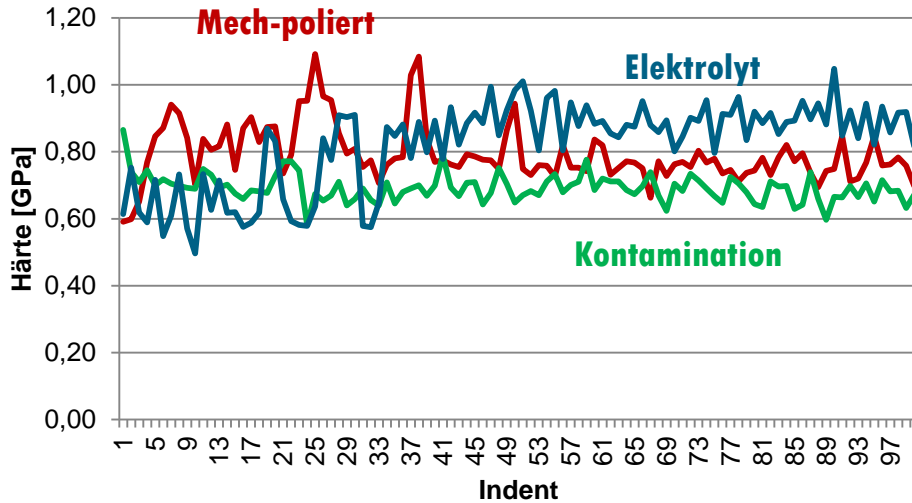
Probe	E-Modul [GPa]
Vibropoliert	75,99
24h-Kontam.	79,04
Elektrolyt	70,69
Elek-Kontam.	68,83



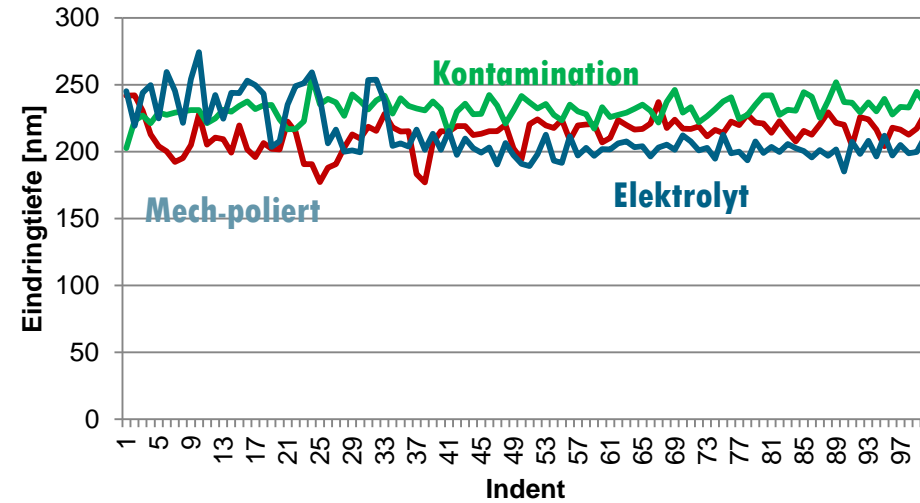
Nano-Eindruck 3D-Plot



### Härte [GPa]



### Eindringtiefe

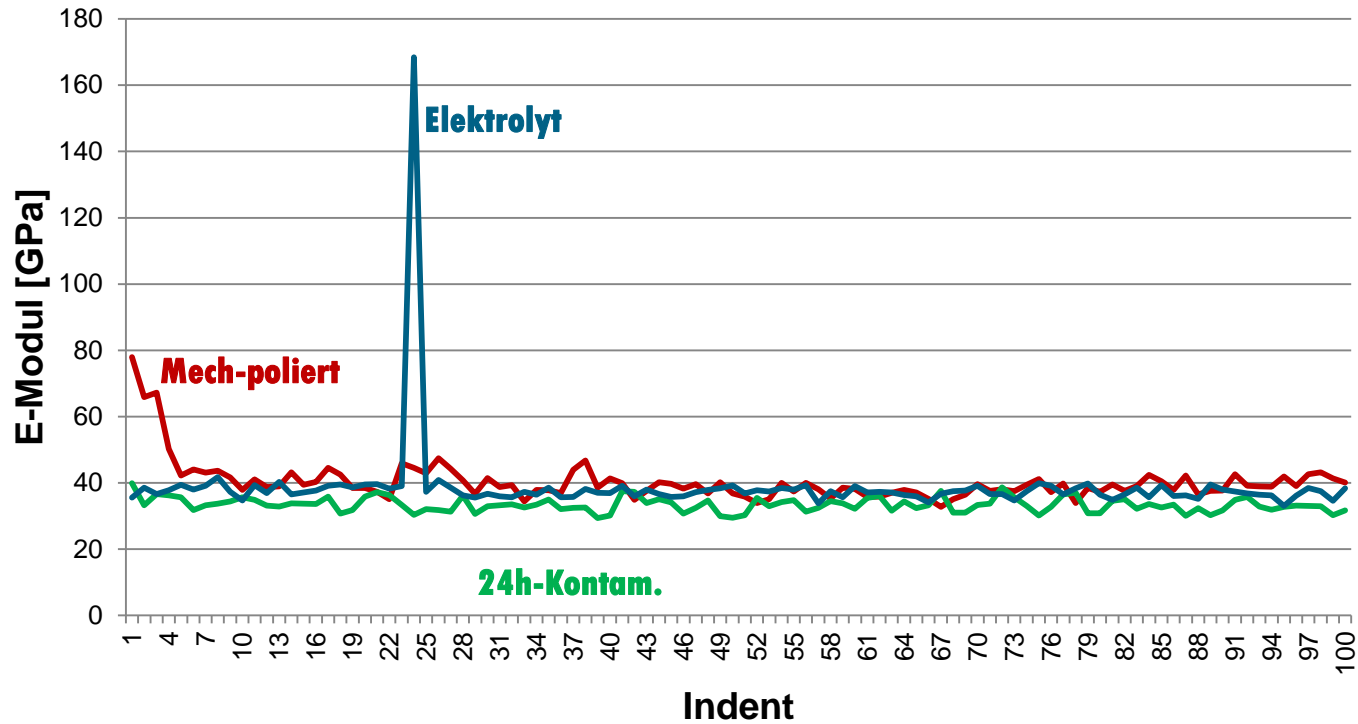


Probe	Härte [GPa]	Eindringtiefe [nm]
<b>Mech-poliert</b>	<b>0,79</b>	<b>214</b>
<b>Kontamination</b>	<b>0,69</b>	<b>231</b>
<b>Elektrolyt</b>	<b>0,82</b>	<b>213</b>

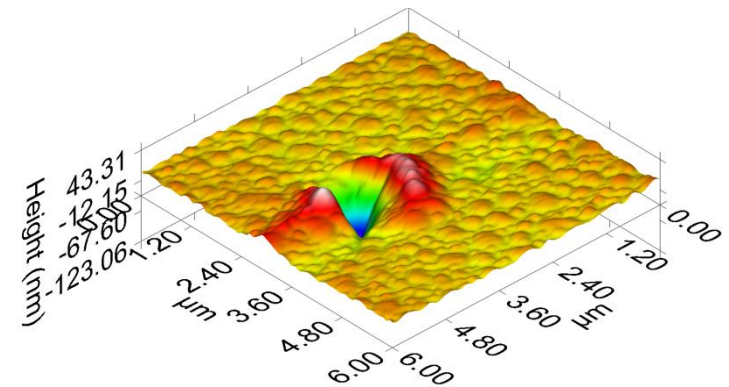
!Verringerung der Härte und Erhöhung der Eindringtiefe!

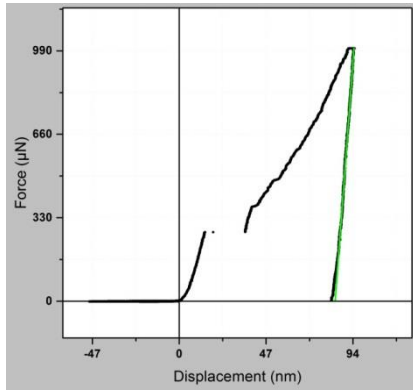


## Reduzierter E-Modul (Er)

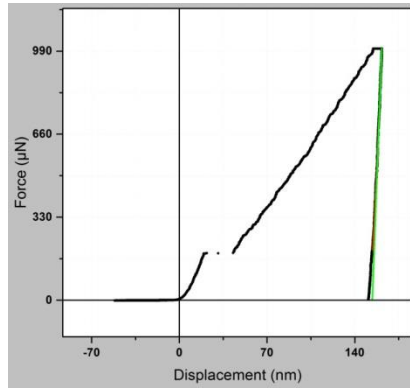


Probe	E-Modul [GPa]
<b>Mech-poliert</b>	<b>40</b>
<b>24h-Kontam.</b>	<b>33</b>
<b>Elektrolyt</b>	<b>38</b>

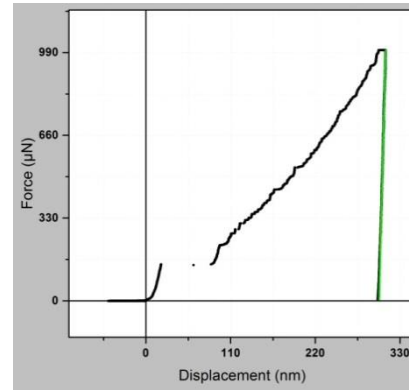




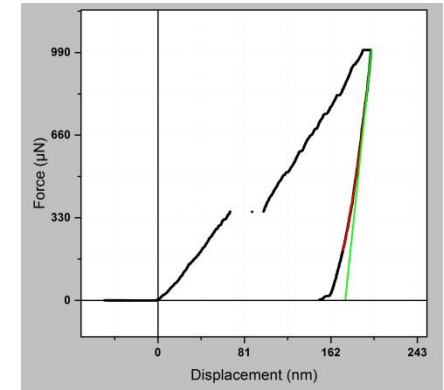
**FeAl Elek**



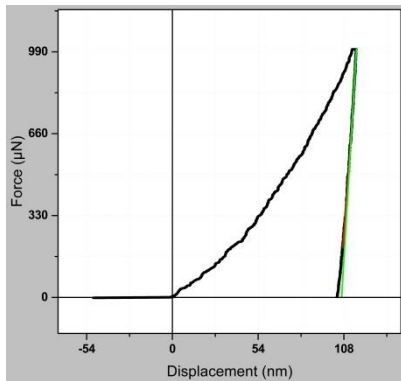
**Cu Elek**



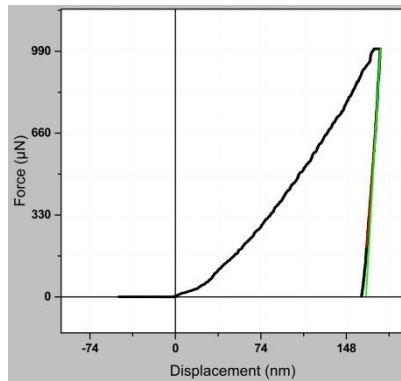
**Alu Elek**



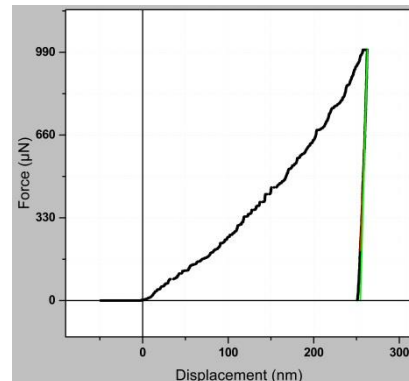
**Mg Elek**



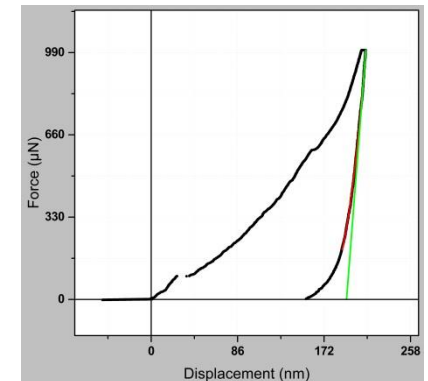
**FeAl Vibro**



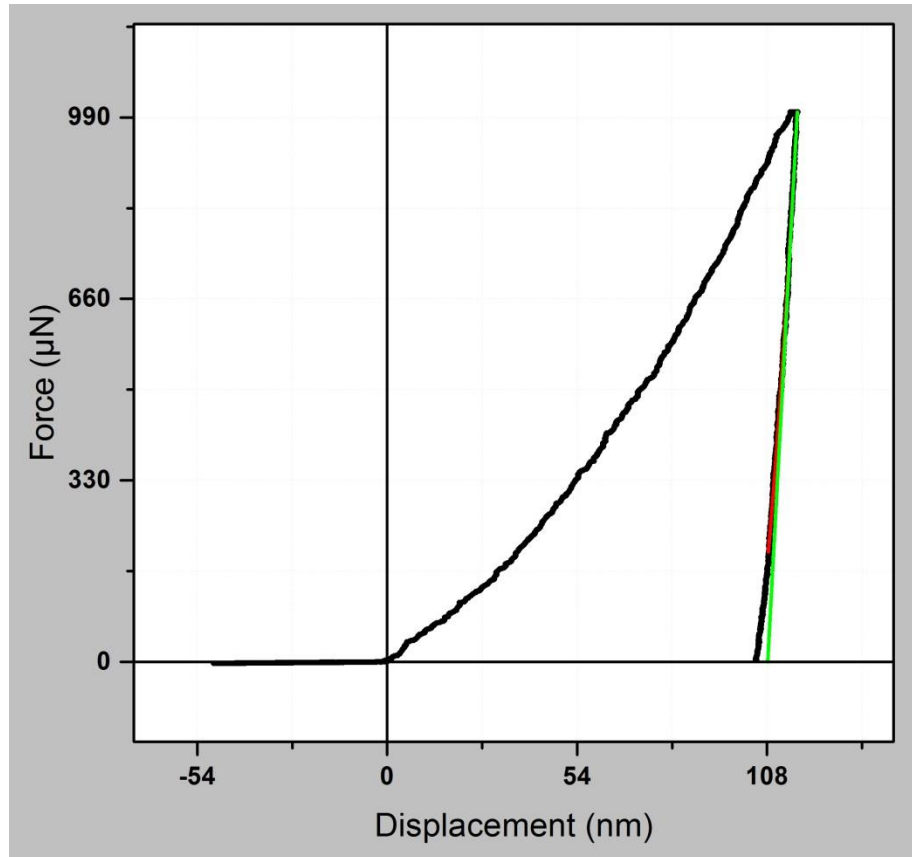
**Cu Vibro**



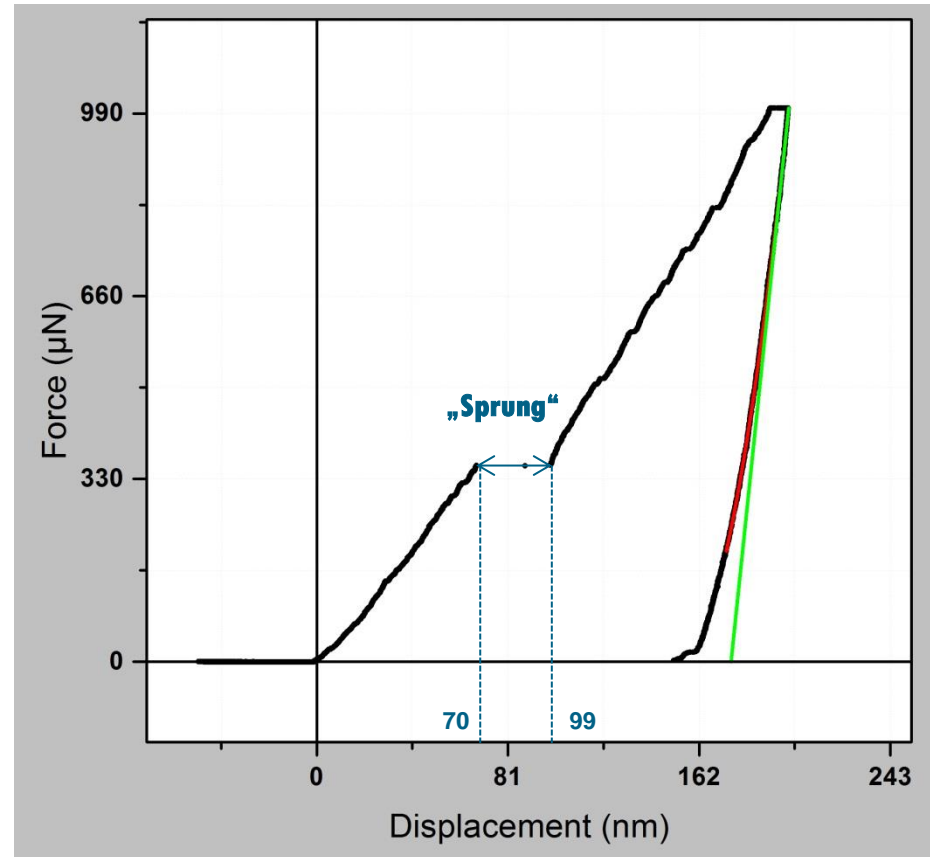
**Alu Vibro**



**Mg OPS**



**Vergleichskurve**



**Mg Elek**



- **Nanohärte erhöht bei mech. Präparation; verringert bei elek. Präparation**  
**!Alu bis zu 50% Abweichung der Härte!**
- **Härte von Oxidschichten materialabhängig**
- **Kontaminationsschichten verstärkt bei elektrolytischer Politur**
- **Kontamination → „Sprünge“ in Belastungskurven**



- **Versuch einer Entfernung der Oberflächenschichten; evtl. durch Plasmacleaning**
- **Erneuter Vergleich mit Nanohärte**

# Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!



Foto: © Lukas Roth, Köln

[t.freieck@mpie.de](mailto:t.freieck@mpie.de)