

# ARBEITSANLEITUNG ZUR HERSTELLUNG VON DÜNNSCHLIFFEN

**Diese folgende Anleitung dient der manuellen Herstellung von Dünnschliffen für die Durchlichtmikroskopie nichtmetallischer Werkstoffe.**

**Sie wurde für den Lette Verein Berlin, Abt. Metallographie-Werkstoffanalyse entwickelt und dient der Ausbildung für das Praktikum der nichtmetallischen Werkstoffe.**

**Materialien:** Mineralische Werkstoffe (z.B. Beton), Kunststoffe (z.B. Thermoplaste), Keramiken (z.B. Porzellan) und Verbunde (GfK, CfK, Metall-Kunststoff Verbund).

**Einführung:** Ein Dünnschliff ist, allgemein ausgedrückt, ein zweiseitiger Anschliff definierter Dicke, der auf einem Glasobjektträger aufgebracht wird. Ein Dünnschliff ist die Voraussetzung für die Anwendung der Durchlichtmikroskopie und eignet sich daher für Werkstoffe, die durchstrahlbar sind. Die Arbeitsschritte, die grundsätzlichen Zusammenhänge und der Arbeitsablauf entsprechen weitgehend der Anschliffherstellung. Zusätzliche Parameter sind zu beachten und werden in dieser Anleitung bei den jeweiligen Punkten beschrieben. Es ist zu betonen, dass diese Anleitung in ihrer Ausführlichkeit auf wenige genannte Werkstoffe reduziert ist. Gerade bei Verbundwerkstoffen kann das Rezept in den einzelnen Schritten abweichen. Dies ist vor allem dann zu beachten, wenn große Härteunterschiede vorliegen, chemische und thermische Störungen zu erwarten sind u.v.w. Auch die Frage ob Auflichtuntersuchungen durchgeführt werden sollen ist zu berücksichtigen.

Die zu erzielende oder geforderte Qualität der Schriffe ist in den einzelnen Schritten anzupassen. Je nach Anwendungen, können Arbeitsschritte verkürzt oder vermieden werden.

## **Anmerkung:**

Müssen definierte und/oder reproduzierbare Schliffdicken hergestellt und/oder ein sehr hoher Probendurchsatz erreicht werden, eignet sich diese Anleitung nur sehr eingeschränkt. Für diese Fälle sind spezielle Geräte für die Probentrennung und des Schleifvorgangs notwendig.

## **Notwendige Arbeits- und Verbrauchsmaterialien:**

- ◆ Einbettformen maximaler Größe von  $\varnothing$  25 mm oder Fläche 40x25 mm.
- ◆ Glasklares Einbettmedium, z.B. Methacrylate sind zu empfehlen. Von einer Warmeinbettung wird abgeraten (thermische Schädigung, Volumenänderung usw.).
- ◆ Glasobjektträger, mit Format 48x28 mm und 1,5-1,6 mm Dicke. Die Oberfläche sollte angeraut (mattiert) sein.
- ◆ Deckgläser mit 0,17 mm Dicke und einer Größe von 24x24 mm oder 24x40 mm je nach Probengröße.
- ◆ Eindeckmedium, als Kleber für die Deckgläser. Dieses Medium sollte möglichst schnell aushärten (10-20 sec.). Spielt Zeit keine Rolle können auch andere klare Medien, z.B. das Einbettmedium verwendet werden.
- ◆ Glas-Objektträgerhalter für das Einspannen an einer Trennmaschine.

- ◆ Objektträgerhalter für das manuelle Schleifen und Polieren. Es sind verschiedene Varianten verfügbar, die je nach Zielstellung auch eine genaue Schliffdickeneinstellung zu lassen. Diese sind jedoch mit einem größeren apparativen Aufwand verbunden.
- ◆ Ggf. spezielle Halter für den Objektführer an Ihrem Mikroskop.

**1. Schritt:** Die Probe ist vorzubereiten (trennen, sägen, schneiden). Da sie auf Glasobjektträger (48x28 mm) aufgebracht werden, ist es sinnvoll die Proben auf eine maximale Größe von 40x25mm vorzubereiten.

**Beachten:** Temperaturempfindlichkeit und Deformationsverhalten prüfen. Auf der Trennmaschine ist eine gute Kühlung einzustellen, geringer Andruck und geringer Vorschub (< 250U/min., 250 mm Scheibe) ist ebenfalls zu achten. Einige Werkstoffe nehmen Wasser (Kühlung) auf, z.B. Polyamide, Cellulose.

**2. Schritt:** Die Probe ist einzubetten.

**Bitte beachten:** Wie bei unterschiedlich harten Metallen (Zinn – Nickel) ist das richtige Einbettmedium (Härte, Spaltbildung usw.) zu wählen. Das Medium sollte glasklar sein. Gerade bei Kunststoffen darf die Aushärtetemperatur 80°C nicht überschreiten (Kalteinbettmedium), in vielen Fällen 60°C. Bei anderen Werkstoffen und Verbunden ist auf die Porosität zu achten. Die Probe sollte dabei möglichst „tief“ infiltriert werden (siehe Schritt 4), ggf. durch andere Einbettmedien (Viskosität) und/oder Vakuum zu unterstützen. Auf Vermeidung von Lufteinschlüssen achten. Wir empfehlen lichthärtende Medien oder Epoxidharze.

**3. Schritt:** Die Probe ist plan und fein zu schleifen.

**Beachten:** Je nach Material kann mit einer 180 (75 µm) bis 220 (65 µm) Körnung begonnen werden. Das Feinschleifen ist mit 800 (22µm) bis 1000 (18 µm) Körnung abzuschließen. Hier ist ein geringer Andruck, geringe Drehzahl und gute Kühlung (Achtung: Wasseraufnahme) einzustellen. Dies sollte stets mikroskopisch überprüft werden. Gerade bei gefüllten oder verstärkten Kunststoffen ist die Kratzerbildung problematisch. Hier ist eine Feinschleifstufe bis 4000 (5 µm) Körnung sinnvoll.

Je nach Werkstoff und Anwendung kann meist auf eine Politur verzichtet werden. Die Schritte sind wie bei Metallen abzustimmen. Polierte Proben haben zudem eine geringere Klebekraft für die Glasobjektträger. Hier besteht die Gefahr, dass beim Dünnschleifen die Probe abreißt (s. Schritt 5).

**4. Schritt beim Arbeiten mit Objektträger:** Die Probe wird nun nach dem Trocknen mit der bearbeiteten Fläche auf den Glasobjektträger (48x28x1,5 mm) mit der angerauten Seite aufgeklebt. Dazu eignen sich transparente Spezialkleber (Loctite), Epoxidharze oder Methacrylate (kurze Zeit). Die Probe sollte mit einem Gewicht beschwert werden, um eine Ablösung und Luftblasenbildung zu verhindern.

**Beachten:** Den Andruck nicht zu groß halten um Probenbruch zu verhindern. Nicht zu viel Kleber benutzen.

**5. Schritt:** Das Abtrennen einer dünnen Probenscheibe. Beim Einspannen in den Probenhalter muss vorsichtig gearbeitet werden, um die bearbeitete Anschlifffläche nicht zu beschädigen. Es ist auf eine gute Planparallelität zu achten um einen möglichst gleichmäßigen Schnitt zu erzielen. Eine gute Trennmaschine mit möglichst schmalen Trennblatt ist von Vorteil.

Beim Arbeiten mit einer Trennmaschine mit Vakuumhalterung wird die Probe zunächst mit der bearbeiteten Fläche aufgeklebt. Das Einspannen der Probe erfolgt dann über den Glasobjektträger mit Vakuum. Diese Einrichtung steht aber vielen Kunden nicht zur Verfügung. Deshalb kann die Probe auch direkt eingespannt werden, um einen ca. 500-700 µm Schnitt zu erzielen.

**Seit Juni 2015:** Um auch ohne Vakuumhalterung arbeiten zu können, steht ab diesem Zeitpunkt eine Halterung zur Verfügung, die den Objektträger 28x48 mm direkt aufnimmt. Damit ist zum einen die Planparallelität gewährleistet. Zum anderen sind dünnere Schnitte zwischen 300-400 µm möglich.

**Beachten:** Die gleichen Parameter wie Schritt 1 berücksichtigen. Die erzielbare Dicke hängt vom Material, der Einbettung und der Trennmaschine ab. Die Probe darf nicht auseinanderfallen (zu dünn oder schlecht infiltriert, siehe Schritt 2).

**6. Schritt beim Arbeiten ohne Objektträger:** Die Probe wird nun nach dem Trocknen mit der bearbeiteten Fläche auf den Glasobjektträger (48x28x1,5 mm) mit der angerauten Seite aufgeklebt. Dazu eignen sich transparente Spezialkleber (Loctite), Epoxidharze oder Methacrylate (kurze Zeit). Die Probe sollte mit einem Gewicht beschwert werden, um eine Ablösung und Luftblasenbildung zu verhindern.

**Beachten:** Den Andruck nicht zu groß halten um Probenbruch zu verhindern. Nicht zu viel Kleber benutzen.

**7. Schritt:** Die Probe ist nun mit der „Dünnschliffhalterung“ (Objektträgerhalter) für die manuelle Bearbeitung auf die notwendige bzw. gewünschte Dicke herunter zu schleifen. **Dieser Schritt stellt die eigentliche „Kunst“ der Dünnschliffherstellung dar.**

**Achtung:** Im Gegensatz zum Anschliff muss beim Schleifen der Abtrag „geplant“ werden, da eine Enddicke zwischen 15-30µm erzielt werden soll. Wird zu viel beim Grobschleifen abgetragen, so bleibt zu wenig Material übrig um alle weiteren notwendigen Bearbeitungsstufen durchzuführen.

**Bitte beachten:** Zunächst ist zu überprüfen, ob offene Poren oder Spalte vorhanden sind, die sich nach dem Trennen geöffnet haben. Diese sind ggf. durch Kleber oder Einbettmedium (s. Schritt 5) zu verschließen.

**Es** ist zu überprüfen wie plan der Schnitt, der mit der Trennmaschine gemacht wurde, wirklich ist. Oft ergibt sich eine leichte Keilbildung. Nach „Gefühl“ ist beim Schleifen der Druck auf diese dickeren Stellen zu erhöhen um diese Differenz auszugleichen. Dabei ist ein nicht zu grobes Korn zu verwenden (Körnung 400, 35µm). Umgekehrt ist darauf zu achten, den Druck möglichst gleichmäßig auszuüben um eine Keilbildung zu verhindern.

**Tipp:** Ist die optimale Dicke oder das Bearbeitungsrezept unbekannt, so kann auch gezielt ein Keil geschliffen werden. So erhält man einen Eindruck welchen Abtrag man erzielen muss, bzw. wie das Ergebnis aussehen kann.

**Ist** der Schnitt sehr dick kann dann durchaus nochmals auf eine 180 (75µm) bis 220 (65µm) Körnung zurückgegangen werden. Auch hier sind die Parameter vom Schritt 3 zu beachten. Im Gegensatz zu den Gepflogenheiten ist es hier sinnvoll die Probe immer wieder zu drehen, um die Planität zu erhalten.

**Wie** dünn ein Schliff sein muss/darf hängt vom Material und der Aufgabenstellung ab, zum Beispiel der Eigenfarbe des Werkstoffes (Transparenz) und liegt im Mittel um die 20µm. Dünnere Schliffe werden sehr schwierig, da immer mit einer Ablösung zu rechnen ist. Mit geeigneten Hilfsmitteln kann die Dicke auch direkt gemessen und eingestellt werden.

**Für** viele Zwecke ist jene Dicke „richtig“, wenn die zu erwartenden Strukturen bzw. Gefügen sichtbar werden (noch nicht optimal).

**Wie** beim Anschliff (s. Schritt 3) kann auch hier mit einer 1000 (18µm) Körnung der Dünnschliff abgeschlossen werden. Muss der Schliff jedoch auch für die Auflichtmikroskopie genutzt werden, z.B. wenn metallische Verbunde vorliegen, ist die Polierreihe wie beim Anschliff durchzuführen.

**Achtung:** Das Polierrezept bei Verbunden ist in der Regel ein Kompromiss, da die unterschiedlichen Werkstoffe verschieden reagieren. Im Extremfall müssen zwei Schliffe hergestellt werden, die auf das jeweilige Optimum abzielen. Es ist daher oft sinnvoll aus dem „Restblock“ auch gleich einen Anschliff anzufertigen.

**7. Schritt:** Um die Probe vor mechanischer Beschädigung oder Korrosion zu schützen wird der Schliff mit einem dünnen Deckglas abgedeckt. Zunächst wird ausreichend Eindeckmedium (selbst aushärtend) auf den Schliff gebracht. Anschließend das Deckglas vorsichtig auflegen und mit einem Glasstab leicht andrücken. Das Medium muss gleichmäßig verteilt sein, Luftpinschlüsse sind durch das leichte andrücken auszutreiben. Bei dickeren Proben >25µm besteht die Gefahr des Ablösens vom Deckglas. Auch hier ist ein Beschweren bis zum Aushärten sinnvoll. Für eine sehr lange Haltbarkeit des Dünnschliffs ist die Kante zwischen Objektträger und Deckglas mit dem Eindeckmedium

oder anderem Klarlack (z.B. Nagellack) zu versiegeln.

**Bitte beachten:** Die Objektive für die Durchlichtmikroskopie sind auf diese Deckgläser optisch korrigiert. Die optimale Bildqualität ist daher nur mit diesen zu realisieren. Diese sogenannte Deckglaskorrektur ist durch eine Gravur 0.17 auf dem Objektiv erkennbar. Nicht Deckglas korrigierte, also Auflichtobjektive sind durch eine Null (0) oder ein Minus (-) gekennzeichnet.

Ist der Schliff auch für Auflichtuntersuchungen zu nutzen, muss dabei auf das Deckglas verzichtet werden.

Für Fragen und weiteren Informationen steht Ihnen das Lette-Team gern zur Verfügung.



Lette Verein Berlin

**LETTEVEREINBERLIN**

---

berufsausbildung seit 1866