

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

Februar 1968

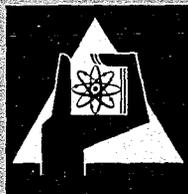
KFK 740

Institut für Material- und Festkörperforschung

Quantitative Schliffpräparation bei Metall-Keramik-Kombinationen

Quantitative Metallography of Metal-Ceramic Composites

G. Ondracek, B. Leder, C. Politis



**GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.  
KARLSRUHE**

1  
2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22  
23  
24  
25  
26  
27  
28  
29  
30  
31  
32  
33  
34  
35  
36  
37  
38  
39  
40  
41  
42  
43  
44  
45  
46  
47  
48  
49  
50  
51  
52  
53  
54  
55  
56  
57  
58  
59  
60  
61  
62  
63  
64  
65  
66  
67  
68  
69  
70  
71  
72  
73  
74  
75  
76  
77  
78  
79  
80  
81  
82  
83  
84  
85  
86  
87  
88  
89  
90  
91  
92  
93  
94  
95  
96  
97  
98  
99  
100

Sonderdruck aus der Zeitschrift „Praktische Metallographie“  
5. Jg. (1968), Heft 2, Seite 71–84  
DR. RIEDERER-VERLAG, STUTT GART

---

**Quantitative Schliffpräparation  
bei Metall-Keramik-Kombinationen**

**Quantitative Metallography of Metal-Ceramic Composites**

GERHARD ONDRACEK, BRIGITTE LEDER und CONSTANTIN POLITIS in Karlsruhe  
(Institut für Material- und Festkörperforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe)

1. The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions and activities. It emphasizes that this is crucial for ensuring transparency and accountability in the organization's operations.

2. The second part of the document outlines the various methods and tools used to collect and analyze data. It highlights the need for consistent and reliable data collection processes to support effective decision-making.

3. The third part of the document focuses on the role of technology in modern data management. It discusses how advanced software solutions can streamline data collection, storage, and analysis, leading to more efficient and accurate results.

4. The fourth part of the document addresses the challenges associated with data security and privacy. It provides insights into best practices for protecting sensitive information and ensuring compliance with relevant regulations and standards.

5. The fifth part of the document explores the importance of data quality and its impact on the overall reliability of the information used for analysis. It offers strategies for identifying and addressing data quality issues to ensure the integrity of the data.

6. The sixth part of the document discusses the role of data in driving innovation and growth within an organization. It highlights how data-driven insights can identify new opportunities and inform strategic decision-making.

7. The seventh part of the document focuses on the importance of data literacy and training for all employees. It emphasizes that having a data-driven mindset and the skills to work with data is essential for success in today's data-centric environment.

8. The eighth part of the document provides a summary of the key points discussed and offers final thoughts on the future of data management. It encourages organizations to continue to invest in data capabilities and to embrace a data-driven culture to achieve long-term success.

# Quantitative Schliﬀpräparation bei Metall-Keramik-Kombinationen

## Quantitative Metallography of Metal-Ceramic Composites

GERHARD ONDRACEK, BRIGITTE LEDER\* und CONSTANTIN POLITIS in Karlsruhe  
(Institut für Material- und Festkörperforschung, Kernforschungszentrum Karlsruhe)

### 1. Einleitung

Die Eigenschaften von Verbundwerkstoffen mit metallischen und keramischen Phasen (Cermets) hängen maßgeblich von ihrem Aufbau ab. Es ist zweckmäßig, dabei zwischen dem materialbedingten Aufbau und dem geometrischen Aufbau zu unterscheiden.

Wechselwirkungen zwischen den Cermetphasen, d. h. Reaktionen oder Löslichkeiten zwischen ihnen, bestimmen ihre „Verträglichkeit“. Zusammen mit temperatur- oder druckabhängigen Veränderungen einzelner Phasen (Phasenwechsel) sind diese Wechselwirkungen auch entscheidend für die Klassifizierung einer Cermetkombination<sup>1)</sup>. Löslichkeiten, Reaktionen, Phasenwechsel, Rekristallisation und Bindungsverhältnisse an den Phasengrenzen sind die wichtigsten Punkte für den materialbedingten Aufbau von Cermets.

Lagert man z. B. Kugeln einer keramischen Phase in ein Kontinuum (Matrix) einer metallischen Phase ein, so spricht man von einem Dispersions- oder Einlagerungssystem<sup>2)</sup>. Für die Eigenschaften solcher Systeme sind der „Verteilungsgrad“ und die Gestalt der eingelagerten Teilchen wichtig. Sie bestimmen mit der Konzentration den „Matrixwechsel“. Tränkt man dagegen z. B. ein poröses keramisches „Skelett“ mit einem benetzenden Metall, so erhält man Durchdringungscermets. In ihnen bilden beide Phasen Netzstrukturen, so daß über einen sehr großen Konzentrationsbereich zwei Kontinua im Probekörper vorliegen. Matrix und Matrixwechsel, Partikelgestalt und Partikelgröße und ganz allgemein die Porosität sind Faktoren, die den geometrischen Aufbau von Cermets bestimmen.

\* jetzt Frau SCHAFF  
(now Mrs. SCHAFF)

### 1. Introduction

The properties of composite materials containing metallic and ceramic phases (cermets) depend decisively on their structure. It is useful to distinguish between material-dependent structure and geometric structure. Interactions between the cermet phases, i. e. mutual reactions or solubility, determine their „compatibility“. The classification of a cermet combination<sup>1)</sup> is based on these interactions together with temperature- or pressure-dependent changes in individual phases (phase changes). Solubilities, reactions, phase changes, recrystallisation and bonding conditions at the phase boundaries are the most important factors determining the material-dependent structure of cermets.

If, for example, spherical particles of a ceramic phase are incorporated in a continuum (matrix) of a metallic phase, the system is described as a dispersion system<sup>2)</sup>. The properties of such systems depend on the „degree of dispersion“ and the shape of the dispersed particles. Together with the concentration they determine the „matrix change“. If, on the other hand, a porous ceramic „skeleton“, for example, is impregnated with a wetting metal, a penetration cermet is produced. In these, both phases form networks so that over a very large concentration range two continua are present in the specimen. The geometric structure of cermets is determined by the matrix, matrix change, shape and size of particles and, in general, porosity.

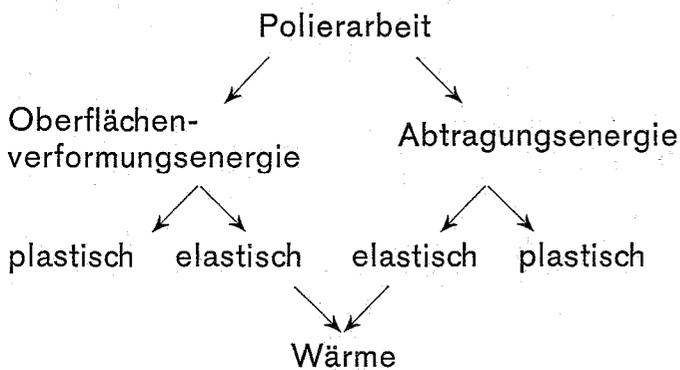
<sup>1)</sup> G. ONDRACEK und E. PATRASSI,  $U_3O_8$ -Al-Kombinationen, Beispiel eines instabilen Cermetsystems, Berichte DKG (1968) demnächst

<sup>2)</sup> H. SCHREINER, Pulvermetallurgie elektrischer Kontakte, Springer-Verlag, Berlin - Göttingen - Heidelberg (1964) 17

## 2. Poliervorgang und Schliffgüte

Sowohl der materialbedingte wie auch der geometrische Aufbau können metallographisch untersucht werden. Die einzelnen Arbeitsvorgänge zur Schliffherstellung bei Cermets wurden in der Literatur besprochen<sup>3) 4)</sup>. Ein für die Schliffqualität ausschlaggebender Präparationsteil ist der Poliervorgang. Es wird deshalb nachfolgend versucht, ihn quantitativ zu verfolgen.

Man muß sich zuerst ganz allgemein fragen, was den Poliermechanismus charakterisiert. Er wird hervorgerufen durch die aufgewendete Polierarbeit, die sich in verschiedene Anteile aufgliedern läßt:



Es ist an NaCl-Proben gemessen worden, welche Beträge auf die elastischen bzw. plastischen Anteile der Polierarbeit entfallen<sup>5)</sup>. Die in Wärme übergehenden elastischen Anteile machten dabei den größten Teil (70 bis 84 Prozent) aus. Dagegen wird nur ein sehr geringer Teil ( $< 10^{-4}$  Prozent) der plastischen Verformung (30 bis 16 Prozent) zur Steigerung der Oberflächenenergie verwendet.

Die Polierarbeit ist physikalisch definiert durch

$$A = K_R \cdot 2\pi \cdot r \cdot \nu \cdot t$$

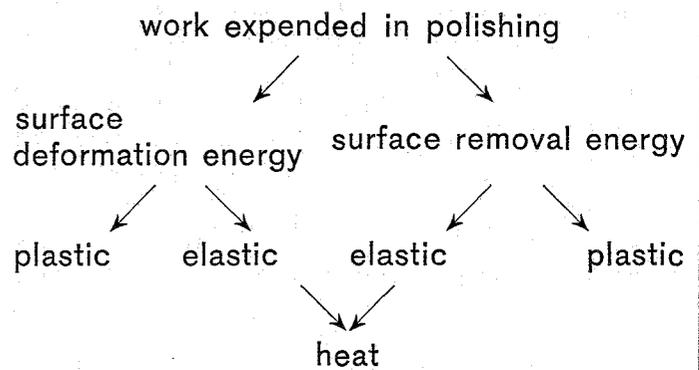
( $K_R$  = Reibungskraft zwischen Probe und Polierscheibe;  $r$  = Entfernung der Probe vom Polierscheibenzentrum;  $\nu$  = Polierscheibenfrequenz;  $t$  = Polierdauer).

Probenbelastung, Schliffflächen­größe, Probenmaterial (einschließlich Einbettmasse), Poliermittel und Poliertuch sind Faktoren, die die Reibungskraft bestimmen. Ihr Einfluß ist — im Gegensatz zu den Variablen Polierdauer und Polierscheibenfrequenz — nicht ohne weiteres separat meßbar.

## 2. Polishing process and quality of specimens

Both the material-dependent and the geometric structures can be investigated metallographically. The individual stages in the preparation of polished sections of cermets have been discussed in the literature<sup>3) 4)</sup>. The polishing stage is decisive for the quality of the specimen. An attempt will therefore be made to follow this process quantitatively.

The question must first be posed quite generally: what characterises the polishing mechanism? It is brought about by the expended work of polishing, which can be broken down into its components as follows:



The proportion of work expended elastically or plastically has been measured on NaCl-specimens<sup>5)</sup>. The elastic component, which is transformed into heat, is the larger, comprising 70 to 84 %. Only an extremely small proportion ( $< 10^{-4}$  %) of the plastic deformation (30 to 16 %) goes to increase the surface energy.

The polishing work is defined physically by:

$$A = K_R 2\pi r \cdot \nu \cdot t$$

where  $K_R$  = frictional force between specimen and polishing disc

$r$  = distance of specimen from centre of polishing disc

$\nu$  = frequency of polishing disc

$t$  = polishing time.

<sup>3)</sup> C. HAUSSER und G. ONDRACEK, Metallographische Untersuchungen an Metall-Keramik-Schichten, Praktische Metallographie 3 (1966) 112

<sup>4)</sup> G. ONDRACEK, Anwendung metallographischer Methoden auf Keramiken, Cermets und Sintermetalle Teil I + II, Praktische Metallographie 1 (1964) 113 und 152

<sup>5)</sup> W. D. KUSNEZOW, Einfluß der Oberflächenenergie auf das Verhalten fester Körper, Akademie Verlag, Berlin (1961)

Die Besonderheit beim Polieren von Cermets ist nun die im allgemeinen unterschiedliche Verschleißfestigkeit der metallischen und der keramischen Phasen. Bei gleicher spezifischer Polierarbeit wird daher unterschiedliche Abtragung eintreten. Selbst bei einem polykristallinen einphasigen Stoff ist diese unterschiedliche Abtragung bereits wirksam, wenn nämlich verschieden dicht besetzte, d. h. unterschiedlich verschleißfeste Kristallebenen in der Schlißfläche liegen. Für Steinsalz haben solche Messungen ergeben, daß bei gleicher spezifischer Polierarbeit die abgetragenen Massen (M) für 3 Kristallebenen folgendes Verhältnis bilden<sup>5)</sup>:

$$M(100) : M(110) : M(111) = \sqrt{3} : \sqrt{2} : 1$$

Viel krasser müssen solche Abtragungsunterschiede bei Metall-Keramik-Kombinationen zwischen ihren Phasen zum Ausdruck kommen. Um das Polieren von Cermets zu analysieren, muß man also eine Beziehung zwischen ihrer Schlißgüte und ihrer mittleren Verschleißfestigkeit suchen. Dazu braucht man quantitativ meßbare Kriterien für diese beiden Begriffe.

Für die Schlißgüte findet man ein solches Kriterium in dem gleichmäßig polierten Anteil der Schlißfläche. Kratzer, Ausbrüche und andere Unregelmäßigkeiten heben sich von dieser Fläche durch Helligkeitsunterschiede ab. Sie können prozentual durch Linearanalyse oder – z. B. mit Hilfe des Quantimet – durch Flächenanalyse erfaßt werden. Die gegebene Definition erfaßt nicht alle Faktoren, welche die Schlißgüte bestimmen. Sie ist beispielsweise unzureichend, wenn Reliefbildung auftritt. Wie und unter welchen Bedingungen sie auf weitere Faktoren ausgedehnt werden muß, ist in zukünftigen Arbeiten zu entscheiden.

Als Kriterium für die Verschleißfestigkeit kann man in bestimmten Fällen die Härte benutzen<sup>6) 7)</sup>. Allerdings gilt eine Proportionalität zwischen Härte und Verschleiß nicht allgemein<sup>7) 8)</sup>.

Sie muß also nachgewiesen sein. Für einige hier verwendete Cermetkomponenten wurde dieser Zusammenhang geprüft.

Alle verwendeten Proben waren durch Kaltpressen und Sintern hergestellt worden. Die Dichten der Ba<sub>2</sub>CaWO<sub>6</sub>-W-Probe und der

The frictional force is determined by specimen load, area of polished specimen, specimen material (including mounting medium), polishing medium and cloth. The separate influence of these, in contrast to the variables polishing time and disc frequency, is not readily measurable.

The particular feature of polishing cermets is the generally observed difference between resistance to abrasion of the metallic and ceramic phases. For the same work expended in polishing, different quantities of material are removed. This phenomenon occurs even in the case of a polycrystalline single phase material when variably densely occupied crystal planes i. e. with variable resistance to abrasion, lie in the plane of section. Measurements on rock salt have shown that for the same polishing work, the mass of material removed (M) for three crystal planes was in the ratio

$$M(100) : M(110) : M(111) = \sqrt{3} : \sqrt{2} : 1$$

The difference in removal for the phases of a metal-ceramic combination must be much crasser. In order to analyse the polishing of cermets, a relationship must be sought between the quality of the section and its average resistance to wear. For this, quantitatively measurable criteria are required. A criterion of surface quality is found in an evenly polished region of the specimen surface. Scratches, broken out pieces and other irregularities can be distinguished by differences in reflecting power. A percentage assessment can be made by lineal analysis or, for example, by areal analysis using the Quantimet. The definition given above does not include all the factors which influence surface quality. It is, for example, insufficient in the case of relief formation. How and under what conditions it must be extended to include other factors will be the object of future work.

A criterion for the resistance to abrasion appropriate in certain cases is the hard-

<sup>6)</sup> A. G. GUY, Elements of Physical Metallurgy, Addison-Wesley Publ. Co., Reading, Mass., USA (1959) 354

<sup>7)</sup> R. KIEFFER und F. BENESOVSKY, Hartmetalle, Springer-Verlag, Wien – New York (1965) 261

<sup>8)</sup> W. DORMANN und E. MANZ in K. NITZSCHE, Werkstoffprüfung von Metallen, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1963) Bd. I

UO<sub>2</sub>-Cu-Probe waren niedriger (≈ 80 Prozent TD) als diejenigen der anderen Formkörper (≈ 90 Prozent TD). Durchgeführt wurden die Versuche ähnlich wie bei der Schleiftellerprüfung, da es sich beim Polieren um Korngleitverschleiß handelt<sup>8) 9)</sup>. Eine dabei wichtige Fehlerursache sind Unterschiede in der Oberflächenrauigkeit der Proben. Diese Oberflächenbeschaffenheit bestimmt den tragenden und verschleißenden Oberflächenanteil. Es wurde versucht, solche Unterschiede im vorliegenden Fall dadurch abzuschwächen, daß die Polierarbeit konstant gehalten wurde. Dies ist z. B. durch Veränderung der Polierscheibenfrequenz beim DPU-Poliergerät der Firma Struers/Grubbs möglich. Die Versuche ergaben, daß bei Proben geringer Mikrohärtigkeit hoher Verschleiß eintritt. Bariumkalziumwolframat (Mikrohärtigkeit ≈ 200 kp · mm<sup>-2</sup>) liefert z. B. bei gleichen Polierbedingungen die 17-fache Abriebmenge verglichen mit Molybdän (Mikrohärtigkeit ≈ 600 kp mm<sup>-2</sup>). Kupfer (Mikrohärtigkeit ≈ 120 kp mm<sup>-2</sup>) wird nahezu doppelt so schnell abgetragen wie Uranoxid (Mikrohärtigkeit ≈ 680 kp mm<sup>-2</sup>). Es ist danach hier zulässig, näherungsweise die Mikrohärtigkeit als Verschleißkriterium zu benutzen.

Da die Phasen in Cermets kombiniert vorliegen, ist die Definition einer „mittleren“ Mikrohärtigkeit erforderlich. Man erhält sie dadurch, daß man die Mikrohärtigkeiten der Phasen mit ihren Volumenanteilen multipliziert und die Produkte addiert. Die Multiplikation mit den Volumenanteilen ist sinnvoll, da das Verhältnis der Flächenanteile der Phasen in der Schlißfläche ihrem Volumenverhältnis in der Probe entspricht. Es gilt nämlich für „homogene“ Verteilung der dispergierten Komponente (zylindrische Probe):

$$\frac{F_D}{F_M} = C_1$$

$$\frac{V_D}{V_M} = C_2$$

$$V = \int_0^h (F_D + F_M) dx = \int_0^h (F_M + C_1 \cdot F_M) dx$$

$$V = (1 + C_1) \int_0^h F_M \cdot dx = (1 + C_1) \cdot V_M$$

ness<sup>6) 7)</sup>. A proportionality between hardness and wear is not generally valid<sup>7) 8)</sup> and must be demonstrated. The relationship was tested for certain cermet components used here.

All the specimens were produced by cold pressing and sintering. The densities of the Ba<sub>2</sub>CaWO<sub>6</sub>-W and UO<sub>2</sub>-Cu specimens were less (≈ 80 % theoretical density) than those of the other materials (≈ 90 % theoretical density). The experiments were similar to those used for grinding plate tests since the polishing involves grain slip wear<sup>8) 9)</sup>. An important source of error is the variation in the surface finish of the specimens. The topography determines the load carrying and hence wearing parts of the surface. An attempt was made to minimise such discrepancies in the present case by maintaining constant polishing treatment. This is possible, for example, with the Struers/Grubbs DPU polishing machine by varying the speed of rotation to compensate for different specimen-wheel friction. The experiments showed that specimens with low microhardness values exhibited rapid wear. Barium calcium tungstate (microhardness 200 kgf/mm<sup>2</sup>) wears 17 times as much as molybdenum (microhardness 600 kgf/mm<sup>2</sup>). Copper (microhardness ≈ 120 kgf/mm<sup>2</sup>) wears twice as rapidly as uranium dioxide (microhardness 680 kgf/mm<sup>2</sup>). It is thus permissible to use microhardness values approximately as a criterion of wear.

Since the phases in cermets are present in combination, it is necessary to define an "average" microhardness. This is obtained by multiplying the microhardness of the phases by their proportion by volume and adding the products. This multiplication is meaningful because the surface proportion of a phase in the area of section is the same as its volume proportion in the whole sample. For a "homogeneous" distribution of dispersed components (cylindrical specimen)

$$\frac{F_D}{F_M} = C_1$$

$$\frac{V_D}{V_M} = C_2$$

$$V = \int_0^h (F_D + F_M) dx = \int_0^h (F_M + C_1 \cdot F_M) dx$$

<sup>9)</sup> D. NIEBERDING, Dissertation TH Berlin (1929)

$$V = V_D + V_M \quad V_D = C_2 V_M$$

$$V_D + V_M = (1 + C_1) V_M$$

Daraus folgt:  $C_2 = C_1$

( $F_D$  = Flächenanteil des Dispergenten;  $F_M$  = Flächenanteil der Matrix;  $V_D$  = Volumenanteil des Dispergenten;  $V_M$  = Volumenanteil der Matrix;  $h$  = Höhe der zylindrischen Probe;  $V$  = Volumen der zylindrischen Probe).

Die Versuche zur Ermittlung der Beziehung zwischen der Schliffgüte und der mittleren Mikrohärtigkeit wurden mit Proben durchgeführt, deren geometrischer Aufbau sehr ähnlich war. Die dispergierten Phasen hatten z. B. vergleichbare Partikelgrößen, und es handelte sich stets um Kombinationen, die aus mechanischen Pulvermischungen hervorgegangen waren. Außerdem wurden reine keramische und metallische Proben mit verschiedener Mikrohärtigkeit untersucht. Extrem hohe Polierfrequenzen ( $> 1200$  U/min) oder Polierzeiten ( $> 60$  min) wurden nicht gewählt, um Reliefbildung auszuschließen. Diese ist nämlich mit dem hier verwendeten Begriff der Schliffgüte nicht erfassbar.

In Bild 1 und Bild 2 sind die Kurven der Funktion Schliffgüte =  $f$  (mittlere Mikrohärtigkeit) bei sonst gleichen Polierbedingungen wiedergegeben. Beim Vergleich der mittleren Mikrohärtigkeiten in Cermets (Bild 1) mit den Mikrohärtigkeiten ihrer Phasen (Bild 2) ist zu beachten, daß bei verschiedenen Lasten gemessen wurde. Wären die Meßlasten für die Mikrohärtigkeit gleich, so würde die mittlere Mi-

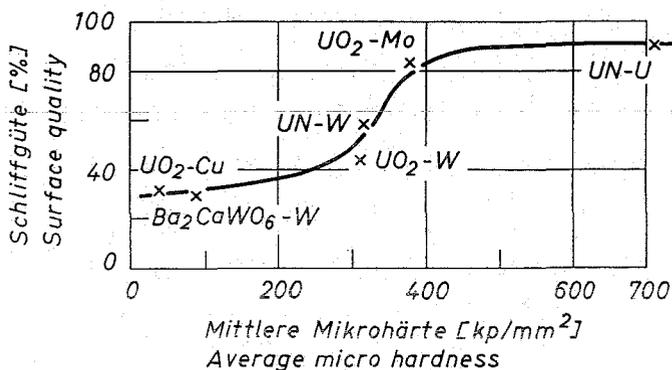


Bild 1. Abhängigkeit der Schliffgüte von der mittleren Mikrohärtigkeit bei verschiedenen Cermetkombinationen (Polierfrequenz = 1200 U/min; Polierdauer = 20 min; Meßlast der Mikrohärtigkeit = 20 p)

Fig. 1. Dependence of the surface quality on the average microhardness for various cermet combinations (polishing speed 1200 rpm, polishing time 20 min. Load for microhardness 20 gf)

$$V = (1 + C_1) \int_0^h F_M \cdot dx = (1 + C_1) \cdot V_M$$

$$V = V_D + V_M \quad V_D = C_2 V_M$$

$$V_D + V_M = (1 + C_1) V_M$$

Hence  $C_2 = C_1$

$F_D$  = Surface proportion of dispersed phase;  $F_M$  = surface proportion of matrix;  $V_D$  = volume proportion of dispersed phase;  $V_M$  = volume proportion of matrix;  $h$  = height of cylindrical specimen;  $V$  = volume of cylindrical specimen.

Experiments to deduce a relationship between surface quality and average microhardness were made on specimens with very similar geometric structure. For example, the particle sizes of the dispersed phases were comparable and all the combinations were made from mechanically mixed powders. Pure ceramic and pure metal specimens with different microhardnesses were also investigated. Extremely high polishing frequencies ( $> 1200$  rpm) and times ( $> 60$  min) were not chosen to avoid the formation of reliefs which are incompatible with the concept of surface quality as defined here.

Figs. 1 and 2 show the curves of surface quality as function of the average microhardness for constant polishing conditions. When comparing the average microhardness of cermets (Fig. 1) with the microhard-

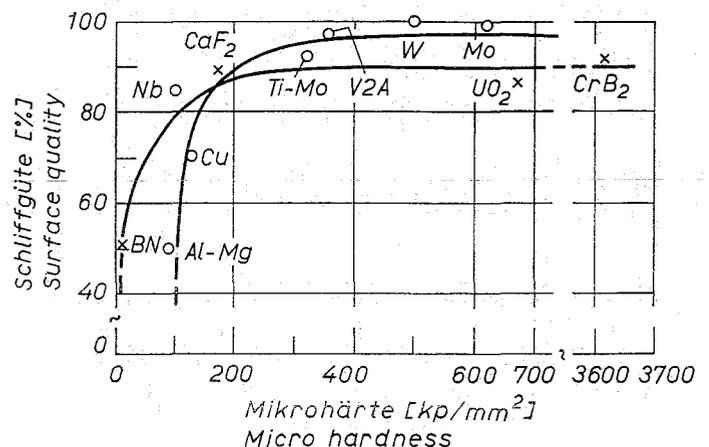


Bild 2. Abhängigkeit der Schliffgüte von der Mikrohärtigkeit bei keramischen Stoffen und Metallen (Poliergeschwindigkeit = 1200 U/min; Polierdauer = 20 min; Meßlast der Mikrohärtigkeit = 50 p)

Fig. 2. Dependence of the surface quality on the microhardness for ceramic materials and metals (polishing speed 1200 rpm, polishing time 20 min, load for microhardness 50 gf)

krohärte einer stabilen Cermetkombination zwischen denen ihrer Phasen liegen. Ein Beispiel soll diesen Fall demonstrieren:

Vickers-Mikrohärte  $UO_2$  bei 20 p Belastung =  $534 \text{ kp} \cdot \text{mm}^{-2}$

Vickers-Mikrohärte Mo bei 20 p Belastung =  $273 \text{ kp} \cdot \text{mm}^{-2}$

mittlere Vickers-Mikrohärte  $UO_2$ -Mo bei 20 p Belastung (Bild 1) =  $380 \text{ kp} \cdot \text{mm}^{-2}$

Da sich die folgenden Betrachtungen auf Relationen beziehen, nicht auf Absolutwerte, ist für sie die Lastabhängigkeit der Mikrohärte ohne Bedeutung.

Obwohl die Meßwerte teilweise stark streuen, zeigen sie für Metalle und keramische Stoffe einen ganz ähnlichen Verlauf mit einem Steilanstieg bei kleinen Mikrohärtewerten (Bild 2). Für Cermets dagegen ergibt sich eine Kurve mit Wendepunkt (Bild 1). Das läßt sich wie folgt deuten: Die hier verwendeten Kombinationen mit geringer mittlerer Mikrohärte bestehen aus Phasen, die sich in ihrer Mikrohärte stark unterscheiden. Ihrem geometrischen Aufbau entsprechend zeigt die kleine mittlere Mikrohärte daher an, daß die weichere Phase in größerer Konzentration vorliegt, also die Matrix bildet. Bei gleicher spezifischer Polierarbeit wird sie rascher abgetragen als die eingelagerten Teilchen. Diese bilden Vorsprünge und werden herausgebrochen. Demzufolge ist die Schliffgüte solcher Proben mäßig.

Steigende mittlere Mikrohärte zeigt im vorliegenden Fall entweder, daß die Differenz zwischen den Mikrohärten beider Phasen geringer wird oder daß die härtere Phase die Matrixbildung übernimmt. Die eingelagerten Partikeln und die Matrix unterliegen entweder dann gleich starkem Verschleiß, oder die Matrix wird langsamer abgetragen. Es bilden sich keine Vorsprünge und damit keine Ausbrüche. Die Schliffgüte steigt über einen Wendepunkt zu hohen Werten an.

Bei diesen Untersuchungen ist die Konzentrationsabhängigkeit der mittleren Mikrohärte nicht getrennt von ihrer Materialabhängigkeit zu beobachten. Mit unterschiedlichen Zusammensetzungen der Cermets gehen aber auch die Unterschiede in der Proportionalität zwischen Mikrohärte und Verschleißfestigkeit in

nesses of their phases (Fig. 2) it must be noted that the measurements were made at different loads. If the loads were the same, the average microhardness of a stable cermet combination would lie between those of its phases, for example,

Vickers microhardness  $UO_2$  at 20 gf load =  $534 \text{ kgf/mm}^2$

Vickers microhardness Mo at 20 gf load =  $273 \text{ kgf/mm}^2$

Mean Vickers microhardness  $UO_2$ -Mo at 20 gf load (Fig. 1) =  $380 \text{ kgf/mm}^2$

As the following considerations are based on relative rather than absolute values, the load dependence of the microhardness is without importance.

Although the scatter of the measured values is to some extent quite large, they follow a similar pattern for both metals and ceramics with a steep rise at small microhardness values (Fig. 2). The curve for cermets in contrast shows a point of inflection (Fig. 1), which can be interpreted as follows. The combinations with a low average microhardness are composed of phases with widely different microhardnesses, the softer phase being present in the greater concentration, i. e. forming the matrix. For the same polishing work this is removed more rapidly than the embedded particles. These form projections and break out. The surface quality is correspondingly mediocre. Increasing average microhardness indicates either that the difference in microhardness between the two phases is less or that the hard phase is beginning to form the matrix. Then either the embedded particles and the matrix are subjected to equal wear or the matrix is removed more slowly. No projections are formed and no pieces break out. The surface quality increases over a point of inflection to high values. In these investigations the dependence of the average microhardness on concentration and on the nature of the material cannot be distinguished. As the compositions of the cermets vary, also the differences in the proportionality between microhardness and wear resistance are involved in the measurement. To eliminate this uncertainty, corresponding experiments were made on  $Al_2O_3$ -Mo cer-

die Messung ein. Um diese Unsicherheit zu eliminieren, werden entsprechende Versuche an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Mo-Cermet-Kombinationen mit Zusammensetzungen über den gesamten Konzentrationsbereich durchgeführt. Über sie wird später berichtet.

Als nächster Schritt wäre zu ermitteln, welchen Einfluß die einzelnen Faktoren der Polierarbeit auf die Schliffgüte haben. Am einfachsten ist dies für die Poliergeschwindigkeit und die Polierdauer möglich. Das Ergebnis erster Versuche ist in Bild 3 für metallische und in Bild 4 für keramische Proben wiedergegeben. In beiden Fällen scheint die Steigerung der Polierdauer nur bei kleinen Poliergeschwindigkeiten zu einer nennenswerten Verbesserung der Schliffgüte zu führen. Bei keramischen Substanzen hoher Mikrohärtigkeit fällt die Schliffgüte ab (Bild 4). Dies hängt mit einer sogenannten Tieflage des Verschleißes zusammen<sup>8)</sup>. Sie tritt ein, wenn

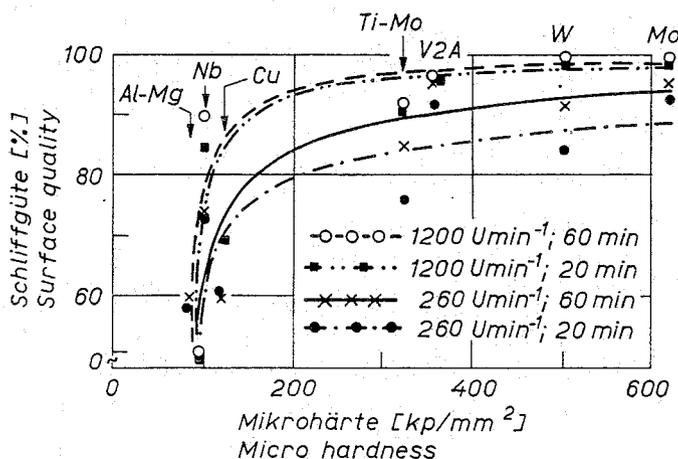


Bild 3. Einfluß verschiedener Polierbedingungen auf die Schliffgüte von metallischen Proben unterschiedlicher Mikrohärtigkeit (Meßlast der Mikrohärtigkeit = 50 p)  
Fig. 3. Influence of various polishing conditions on the surface quality of metallic specimens of different hardness (load for microhardness 50 gf)

die Härte des Poliermittels in der Größenordnung der Probenhärtigkeit liegt oder kleiner ist. Eine gleichmäßige Abtragung und damit Beseitigung von Kratzern und anderen Störungen der Schlifffläche ist dann nicht mehr gewährleistet.

Um einen optischen Eindruck über den Einfluß der Polierbedingungen bei Cermeten zu vermitteln, deren Matrixphase die härtere ist, sind in Bild 5 unterschiedlich präparierte  $\text{UO}_2$ -Mo- und UN-W-Gefüge zusammen-

met combinations over the whole concentration range. These will be discussed later.

The next step would be to determine the influence of the individual factors making up the polishing work on the surface quality. This is simplest for the polishing speed and time. The results of the first experiment are given in Fig. 3 for metallic and in Fig. 4 for ceramic specimens. In both cases increasing the polishing time leads to an appreciable improvement in surface quality only at low polishing speeds. The surface quality is poorer for hard ceramic materials (Fig. 4). This is connected with a so-called depressed wearing<sup>8)</sup>, which is observed when the hardness of the polishing medium is of the same order as that of the specimen or less. A uniform removal of material and hence of scratches and other surface defects is no longer obtained.

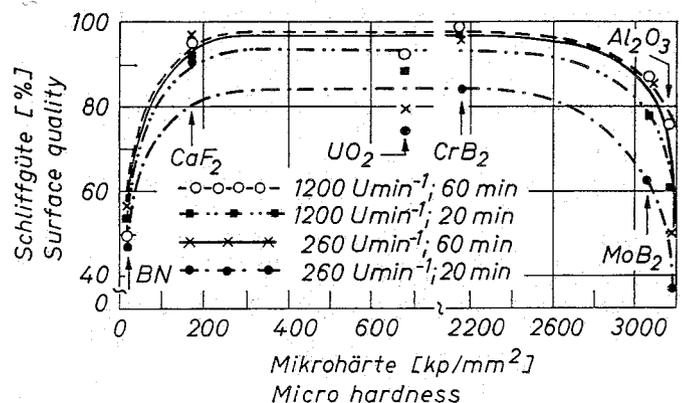


Bild 4. Einfluß verschiedener Polierbedingungen auf die Schliffgüte von keramischen Proben unterschiedlicher Mikrohärtigkeit (Meßlast der Mikrohärtigkeit = 50 p)  
Fig. 4. Influence of various polishing conditions on the surface quality of ceramic specimens of different microhardness (load for microhardness 50 gf)

Fig. 5 illustrates the influence of polishing conditions in cermetes where the matrix phase is the harder with examples of differently prepared  $\text{UO}_2$ -Mo and UN-W structures. If the pictures are evaluated quantitatively the diagram shown in Fig. 6 is obtained. The measurement is described in detail in another article<sup>12)</sup>. It is easily recognised that

<sup>12)</sup> A. JESSE und G. ONDRACEK, Application of Quantitative Area Analysis in the Case of Composite Materials, The Microscope, demnächst (1968)

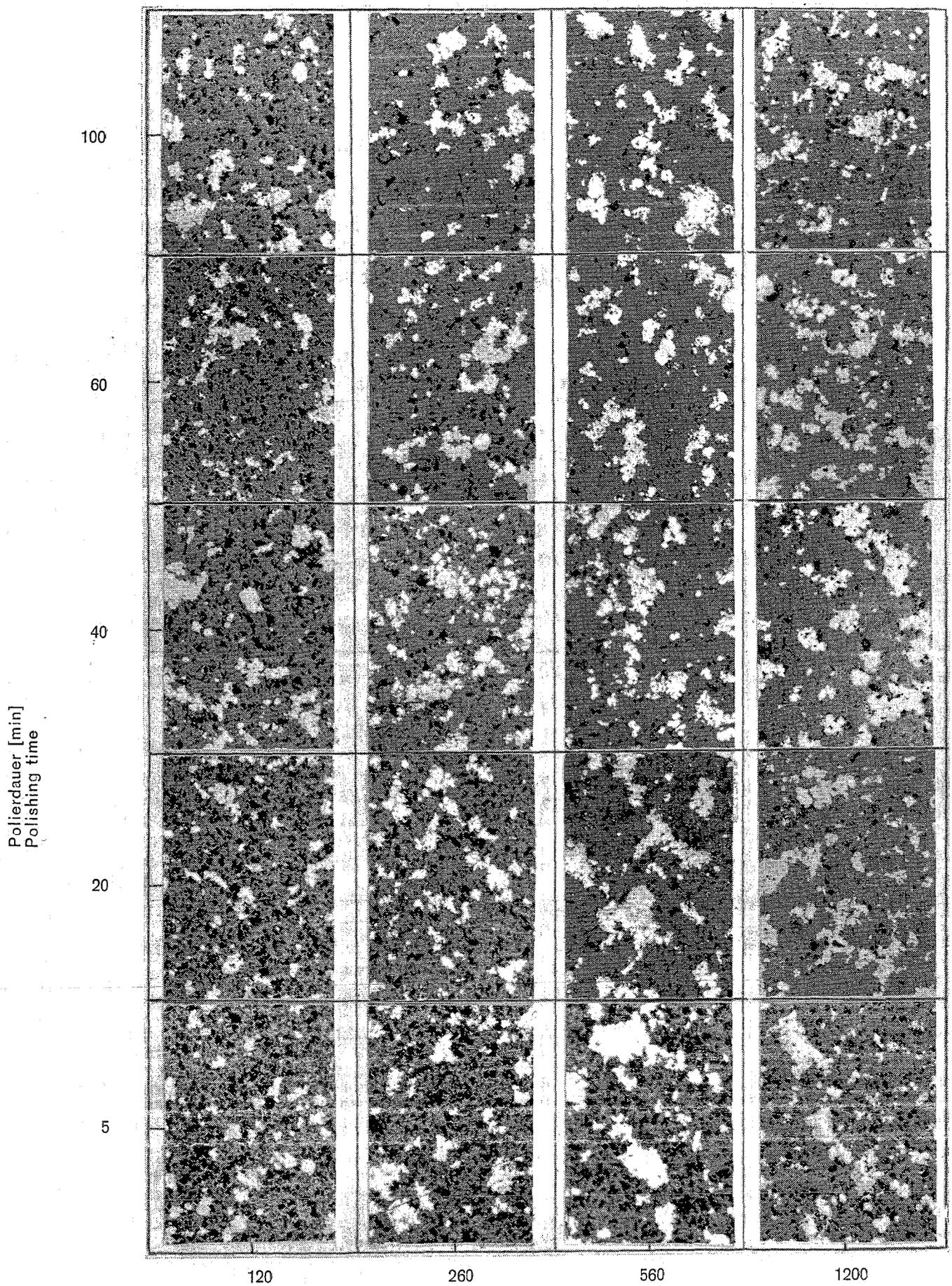


Bild 5 a.  $\text{UO}_2\text{-Mo}$   
 Fig. 5 a.  $\text{UO}_2\text{-Mo}$

Poliergeschwindigkeit [U/min]  
 Polishing speed

Polierdauer [min]  
Polishing time

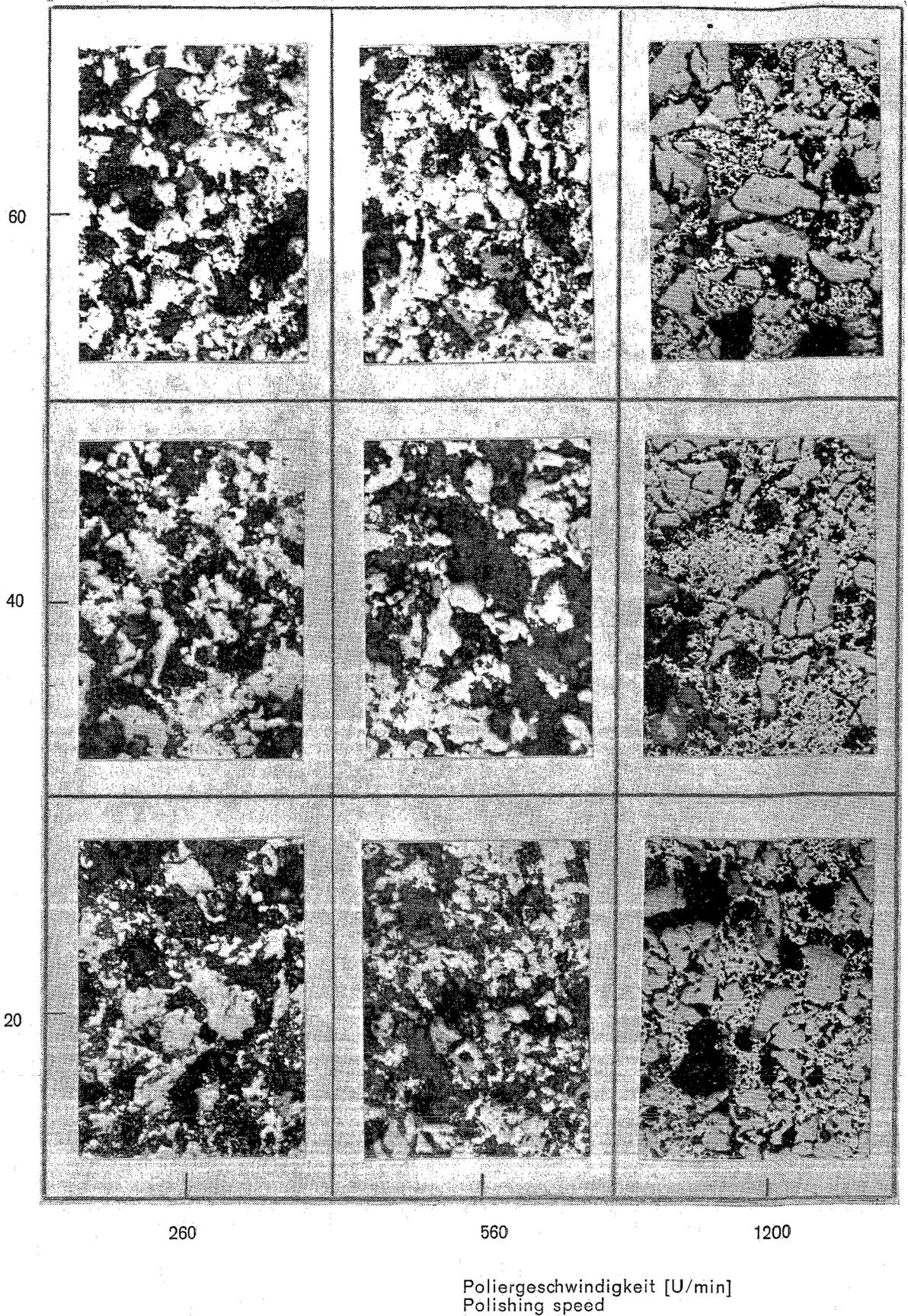


Bild 5 b. UN-W (graue Flächen =  $UO_2$ )  
Fig. 5 b. UN-W (gray surface features  $UO_2$ )

Bild 5 a und b. Cermet-Gefüge nach unterschiedlicher Polierdauer und -geschwindigkeit, ungeätzt. 250 x  
Figs. 5 a and b. Cermet microstructure after different polishing time and speed, unetched. 250 x

gestellt. Wertet man die Gefügebilder quantitativ aus, so ergibt sich das Diagramm in Bild 6. Die Messung ist in einer anderen Arbeit eingehend beschrieben<sup>12)</sup>. Es ist eindeutig zu erkennen, daß die Schliffgüte solcher Cermets mit steigender Polierfrequenz und -dauer wesentlich verbessert wird.

### 3. Beispiele zur Gefügedeutung

Wie bereits einleitend erwähnt, gibt es eine Reihe von speziellen Problemen bei Metall-Keramik-Verbundstoffen, über die das Gefüge Aufschluß geben kann. Bild 7 zeigt die fortschreitende Reaktion in dem instabilen Cermet Uran-dioxid-Aluminium. Von den  $UO_2$ -Korngrenzen ausgehend setzt sich das Uran-dioxid mit der Al-Matrix zu Aluminiumoxid und Uranaluminid um. Ein anderes Beispiel im Rahmen des materialbedingten Aufbaus ist in Bild 8 gezeigt. Zwischen der  $ZrO_2$ -Phase und der metallischen Phase (V-Ni-Legierung) hat sich eine Reaktionszone gebildet. Das System ist vermutlich metastabil. Schließlich sind in Bild 9 Gefügauf-

the surface quality becomes increasingly better the higher the polishing speed and the longer the polish.

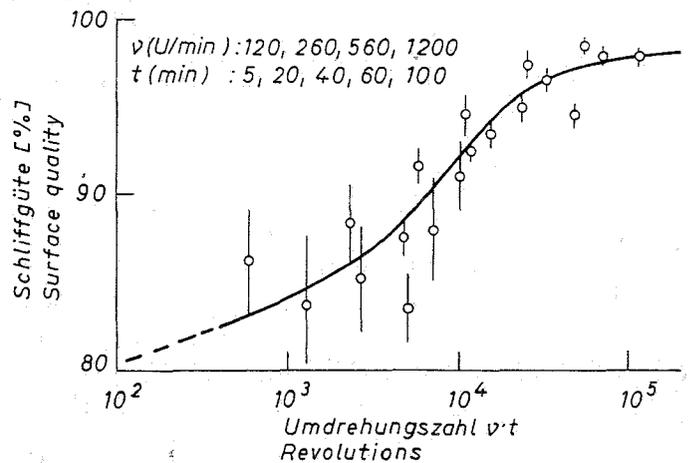


Bild 6. Schliffgüte von  $UO_2$ -Mo-Cermets in Abhängigkeit von der Umdrehungszahl (Polierfrequenz  $\times$  Polierdauer) nach Quantimetmessungen<sup>12)</sup>  
 Fig. 6. Dependence of surface quality of  $UO_2$ -Mo cer-mets on the total number of revolutions (rpm  $\times$  time) from Quantimet measurements<sup>12)</sup>

### 3. Examples of interpretation of structure

As was mentioned in the introduction there is a series of special problems with metal ceramic composites, where structural in-



Bild 7 a. Anfangsstadium  
 Fig. 7 a. initial stage



Bild 7 b. Fortgeschrittenes Stadium  
 Fig. 7 b. advanced stage

Bild 7 a und b. Reaktionserscheinungen zwischen Uran-dioxid und Al-Matrix; Ätzung:  $H_2O-HCl-HNO_3-HF$  (100 : 6 : 2 : 5) 10 sec, 50 ° C,  $HNO_3-H_2O$  (1 : 1), 3 min, 25 ° C. 500 x  
 Figs. 7 a and b. Reaction phenomena between  $UO_2$  and aluminium matrix. Etched in  $H_2O-HCl-HNO_3-HF$  (100:6:2:5), 10 sec, 50 ° C,  $HNO_3-H_2O$  (1:1), 3 min, 25 ° C. 500 x



Bild 8. Wechselwirkung zwischen Zirkoniumdioxid (dunkelgrau) und einer V-Ni-Legierung (weiß), ungeätzt. 250 x  
 Fig. 8. Interaction between zirconium dioxide (dark gray) and a V-Ni alloy (white), unetched. 250 x

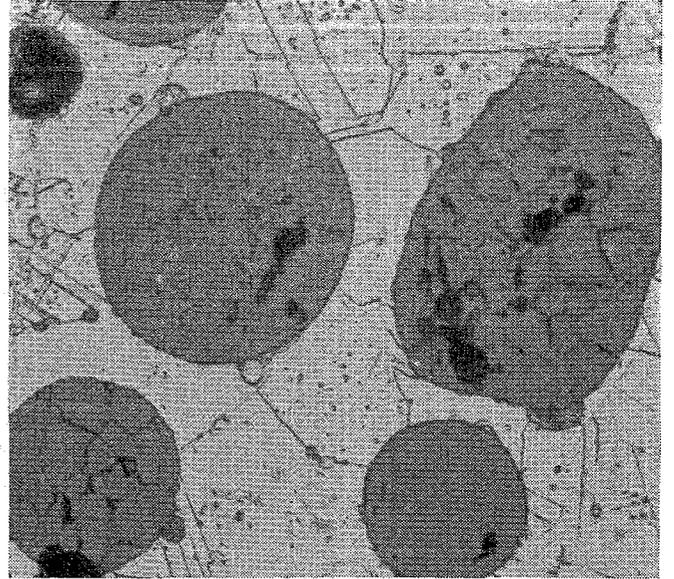


Bild 9 a. thermisch geätzt, Vakuum. 200 x  
 Fig. 9 a. thermally etched in vacuum. 200 x

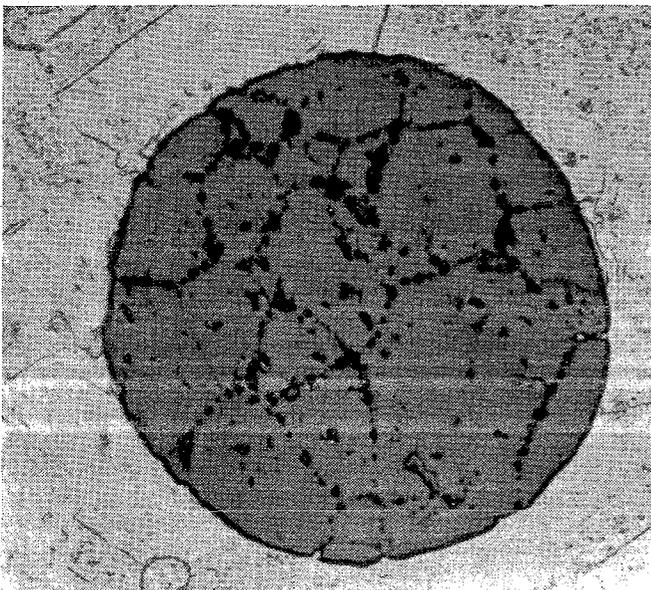


Bild 9 b. thermisch geätzt, Vakuum. 500 x  
 Fig. 9 b. similarly etched. 500 x

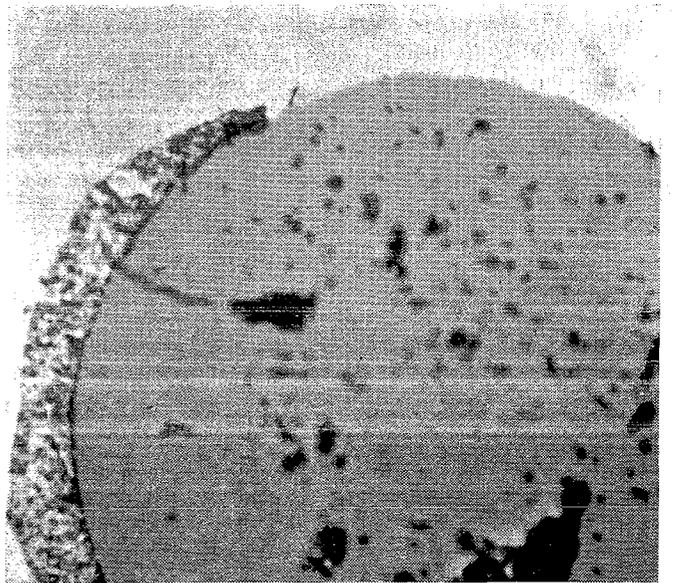


Bild 9 c. Ungeätzt. 500 x  
 Fig. 9 c. unetched. 500 x

Bild 9 a bis c. UO<sub>2</sub>-Cu-Gefüge  
 Figs. 9 a to c. UO<sub>2</sub>-Cu microstructure

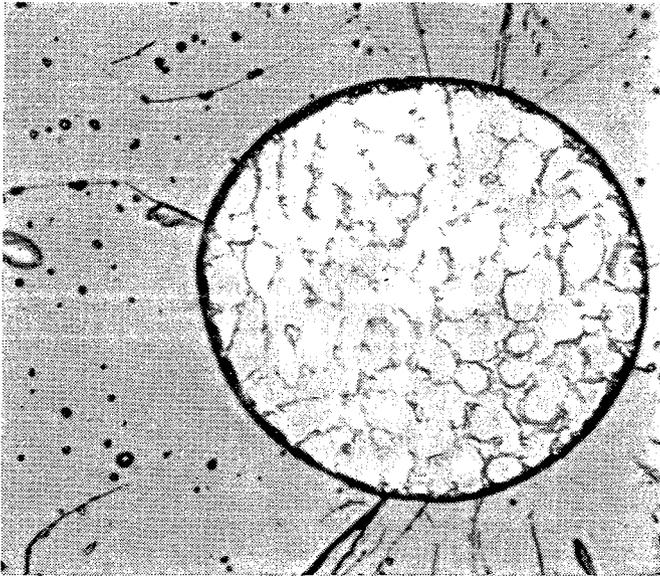


Bild 10 a.  $\text{UO}_2$ -Mo-Gefüge; Ätzung: Alkohol +  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (86%ig) +  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%ig) +  $\text{H}_2\text{O}$ , (10 : 20 : 4 : 2); Ätzdauer 1 bis 2 min; Raumtemperatur  
 Fig. 10 a.  $\text{UO}_2$ -Mo microstructure, etched in alcohol + 86%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  + 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  +  $\text{H}_2\text{O}$ , (10 : 20 : 4 : 2), 1 to 2 min at R.T.

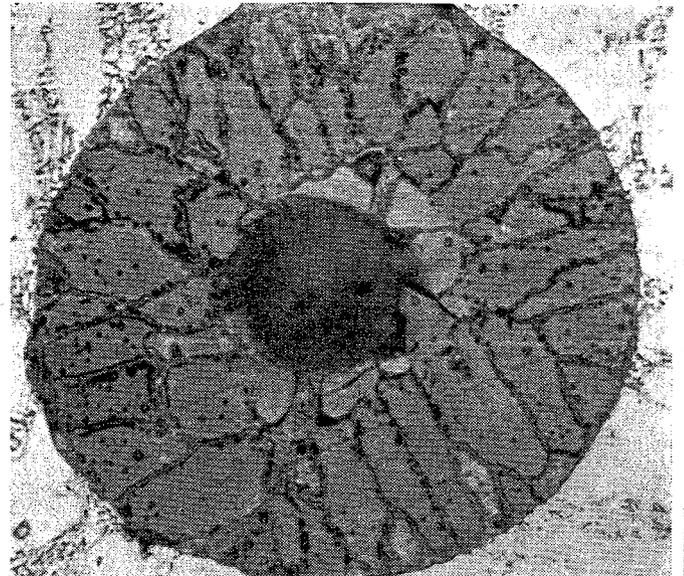


Bild 10 b.  $\text{ZrO}_2$ -Stahl-Gefüge; 1. Ätzfolge  $\text{H}_2\text{SO}_4$  +  $\text{H}_2\text{O}$  plus HF (20 : 10 : 5), 1,5 min, 120 ° C; 2. Ätzfolge: HCl plus Glycerin plus  $\text{HNO}_3$  (10 : 10 : 6), 20 sec. 80 ° C; 3. Ätzfolge:  $\text{H}_2\text{O}_2$  + Alkohol (1 : 1), 20 sec, Raumtemperatur  
 Fig. 10 b.  $\text{ZrO}_2$ -steel microstructure successively etched:  
 $\text{H}_2\text{SO}_4$  +  $\text{H}_2\text{O}$  + HF (20 : 10 : 5), 1,5 min at 120 ° C;  
 HCl + glycerine +  $\text{HNO}_3$  (10 : 10 : 6), 20 sec at 80 ° C;  
 $\text{H}_2\text{O}_2$  + alcohol (1 : 1), 20 sec at R.T.

Bild 10 a und b. Phasenübergänge in Cermets. 500 x  
 Figs. 10 a and b. Phase transitions in cermets. 500 x

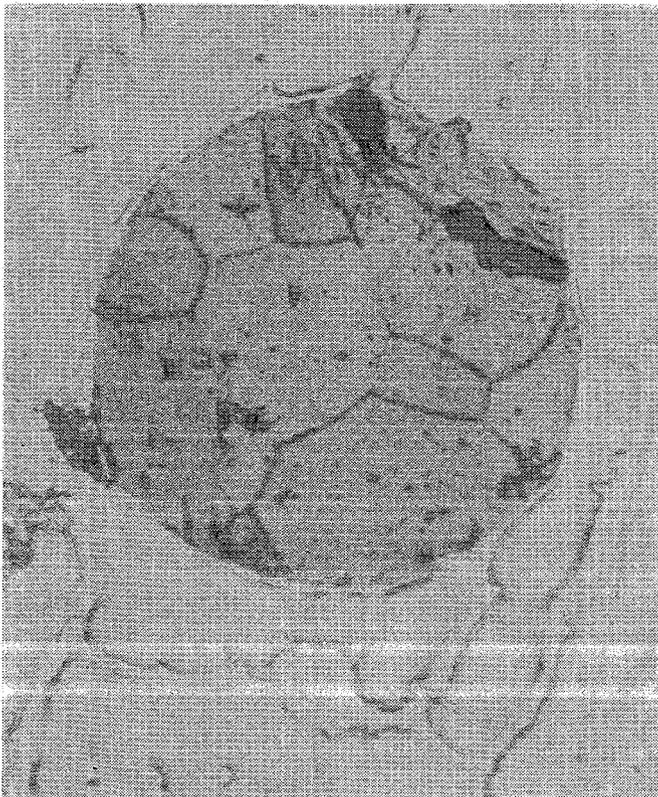


Bild 11 a. Ohne Sintereffekt  
 Fig. 11 a. without sintering effect



Bild 11 b. Mit Sintereffekt  
 Fig. 11 b. with sintering effect

Bild 11 a und b. Urandioxid in Stahlmatrix. 1. Ätzfolge:  $\text{HNO}_3$ , 45 sec, Raumtemperatur; 2. Ätzfolge: Glycerin plus HCl +  $\text{HNO}_3$  (2 : 2 : 1), 45 sec, Raumtemperatur. 500 x  
 Figs. 11 a and b. Uranium dioxide in a steel matrix. Successively etched:  $\text{HNO}_3$ , 45 sec at R.T., Glycerine + HCl +  $\text{HNO}_3$  (2:2:1), 45 sec at R.T. 500 x

nahmen der stabilen Kombination Uranoxid-Kupfer gezeigt. Die  $\text{UO}_2$ -Kugeln sind in einer Kupfermatrix eingebettet. Wechselwirkungen an den Phasengrenzen sind nicht sichtbar. Diese Ergebnisse decken sich mit anderen Untersuchungen<sup>10)</sup>. Die Randzone in Bild 9 c besteht aus einem beim Polieren entstandenen, verschmierten  $\text{Cu-Cu}_2\text{O}$ -Gemenge, was durch Mikrosondenuntersuchungen bestätigt wurde (vgl. auch<sup>11)</sup>).

Bei stabilen Cermets hängt die Berührung der Phasen an ihren Grenzflächen maßgeblich von der Differenz ihrer Ausdehnungskoeffizienten ab. Dies gilt insbesondere dann, wenn die eingelagerten Partikeln sphärisch bzw. ihre Oberflächen glatt sind. Es kommt dann nicht zu mechanischer Verklammerung an den Phasengrenzen. In Bild 10 sind diese Verhältnisse demonstriert. Beim  $\text{UO}_2$ -Mo-Gefüge (Bild 10 a) hat das eingelagerte sphärische  $\text{UO}_2$ -Teilchen einen größeren Ausdehnungskoeffizienten als die Mo-Matrix. Während der Abkühlung von der Herstellungstemperatur zieht es sich daher stärker zusammen. Erreichen die dadurch entstehenden Spannungen den Wert der Adhäsionsfestigkeit der Phasengrenze, so entsteht an dieser ein Spalt. Die Ausdehnungskoeffizienten der Kombination Zirkoniumdioxid-Stahl (Bild 10 b) sind dagegen sehr ähnlich. Bei Abkühlung von der Sinter-temperatur bleibt die Berührung der Phasen daher erhalten.

Abschließend wird ein Beispiel dafür gegeben, was bei schlechtem Verteilungsgrad eintreten kann. In Bild 11 a ist eine in Stahlmatrix eingelagerte  $\text{UO}_2$ -Kugel gezeigt. Gerät durch mangelhafte Verteilung eine zweite solche Kugel in ihre Nachbarschaft, so kann zwischen den  $\text{UO}_2$ -Teilchen ein unerwünschter Sintereffekt eintreten. Dies ist in Bild 11 b der Fall.

Die Verfasser danken Fr. U. Ludwig und Herrn Dipl.-Phys. A. Jesse für ihre Mitwirkung an dieser Arbeit.

<sup>10)</sup> G. ONDRACEK und B. KANELLAKOPOULOS, Planseeberichte (1968), demnächst

<sup>11)</sup> E. KAUCZOR, Angewandte Metallographie, Springer-Werkstattheft 64 (1962) 44

vestigations are helpful. Fig. 7 shows the proceeding reaction in the instable cermet uranium dioxide-aluminium. Starting from the  $\text{UO}_2$  grain boundaries the  $\text{UO}_2$  reacts with the Al-matrix to form aluminium oxide and uranium aluminide. Another case exemplifying material-determined structure is shown in Fig. 8. A reaction zone has formed between the  $\text{ZrO}_2$  phase and the metallic phase (V-Ni alloy). The system is presumably metastable. Finally, Fig. 9 shows the stable combination uranium dioxide-copper. The  $\text{UO}_2$  spheres are embedded in a copper matrix. Interactions at the grain boundaries are not visible. These results are in agreement with other investigations<sup>10)</sup>. The edge zone in Fig. 9 c consists of a smeared mixture  $\text{Cu-Cu}_2\text{O}$  which formed on polishing. This was confirmed by microprobe investigations (cf. also<sup>11)</sup>).

For stable cermets the contact of phases at their boundaries depends mainly on the difference in their coefficients of expansion. This is particularly so if the enclosed particles are spherical or if their surfaces are smooth. No mechanical interlocking then takes place at the phase boundary. Fig. 10 shows these conditions. In the  $\text{UO}_2$ -Mo structure (Fig. 10 a) the enclosed spherical  $\text{UO}_2$  particles have a larger coefficient of expansion than the Mo matrix. During cooling from the production temperature they contract more. If the strains, caused by this difference in thermal expansion, reach a value larger than the adhesion strength of the phase boundary, a crack appears there. The coefficients of expansion of the combination zirconium dioxide-steel (Fig. 10 b) are, on the other hand, very similar. On cooling from the sintering temperature the phases remain in contact.

Finally, an example is given showing what can occur for bad distribution of particles. Fig. 11 shows a  $\text{UO}_2$  spherical particle enclosed in a steel matrix. If, due to poor distribution, a second sphere comes too close then undesirable sintering effects between the particles can take place. This is shown in Fig. 11 b.

The authors wish to thank Miss U. Ludwig and Dipl.-Phys. A. Jesse for their assistance with this work.

## Zusammenfassung

An Cermetproben mehrerer Kombinationen ( $\text{UO}_2\text{-Cu}$ ,  $\text{Ba}_2\text{CaWO}_6\text{-W}$ ,  $\text{UO}_2\text{-W}$ ,  $\text{UN-W}$ ,  $\text{UO}_2\text{-Mo}$ ,  $\text{UN-U}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Mo}$ ) wird die Schliffgüte in Abhängigkeit von der Verschleißfestigkeit beim Poliervorgang untersucht. Es wird ein Kriterium zur quantitativen Erfassung der Schliffgüte und ein solches für die Verschleißfestigkeit definiert. Die Untersuchungen zeigen, daß Einlagerungscermets einen grundsätzlich anderen Zusammenhang zwischen Schliffgüte und Verschleißfestigkeit zeigen, als keramische Stoffe ( $\text{BN}$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{UO}_2$ ,  $\text{CrB}_2$ ,  $\text{MoB}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) oder Metalle ( $\text{Nb}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Al-Mg}$ ,  $\text{Ti-Mo}$ ,  $\text{V}_2\text{A}$ ,  $\text{W}$ ,  $\text{Mo}$ ). Diese Erscheinung wird an Hand des spezifischen Aufbaus von Dispersions-Cermets gedeutet. Außerdem wird gezeigt, wie sich der Einfluß von Poliergeschwindigkeit und -dauer auf die Schliffgüte bemerkbar macht. Bei Cermets, wie sie hier untersucht werden, sind hohe Poliergeschwindigkeiten (1200 U/min) vorteilhaft. Die Untersuchungen wurden mit einem stufenlos regelbaren Poliergerät mit Leistungskontrollmöglichkeit (konstante Polierarbeit) durchgeführt.

An Hand von Gefügebildern werden Erscheinungen in instabilen, metastabilen und stabilen Cermetgefügen gedeutet.

## Summary

The surface quality of various polished cermets ( $\text{UO}_2 - \text{Cu}$ ,  $\text{Ba}_2 \text{CaWO}_6 - \text{W}$ ,  $\text{UO}_2 - \text{W}$ ,  $\text{UN} - \text{W}$ ,  $\text{UO}_2 - \text{Mo}$ ,  $\text{UN} - \text{U}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Mo}$ ) is studied in relation to their wear resistance.

Quantitative criteria for surface quality and wear resistance are defined. The investigation demonstrates that dispersion cermets show a completely different relationship between surface quality and wear resistance from ceramic materials ( $\text{BN}$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{UO}_2$ ,  $\text{CrB}_2$ ,  $\text{MoB}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) or metals ( $\text{Nb}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Al-Mg}$ ,  $\text{Ti}$ ,  $\text{Mo}$ ,  $\text{W}$ ,  $\text{Mo}$ ). This is interpreted in terms of the specific structural nature of dispersion cermets.

In addition, the influence of polishing speed and time on the surface quality is demonstrated. For the cermets investigated in the present work, high speeds (1200 rpm) were found advantageous. The study was made using a polishing machine with a continuously variable speed and thus with the possibility of maintaining the polishing work constant.

Metastable and stable cermet structures are illustrated and interpreted.