

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

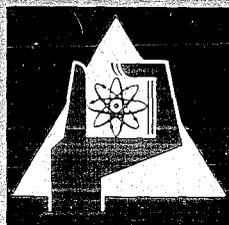
März 1970

KFK 1129

Institut für Material- und Festkörperforschung

Beitrag zur Untersuchung des Einflusses der Verdichtungsmethode  
auf das Sintergefüge von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Probekörpern

R. Groß



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

März 1970

KFK 1129

Institut für Material- und Festkörperforschung

Beitrag zur Untersuchung des Einflusses der Verdichtungs-  
methode auf das Sintergefüge von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Probekörpern.

von

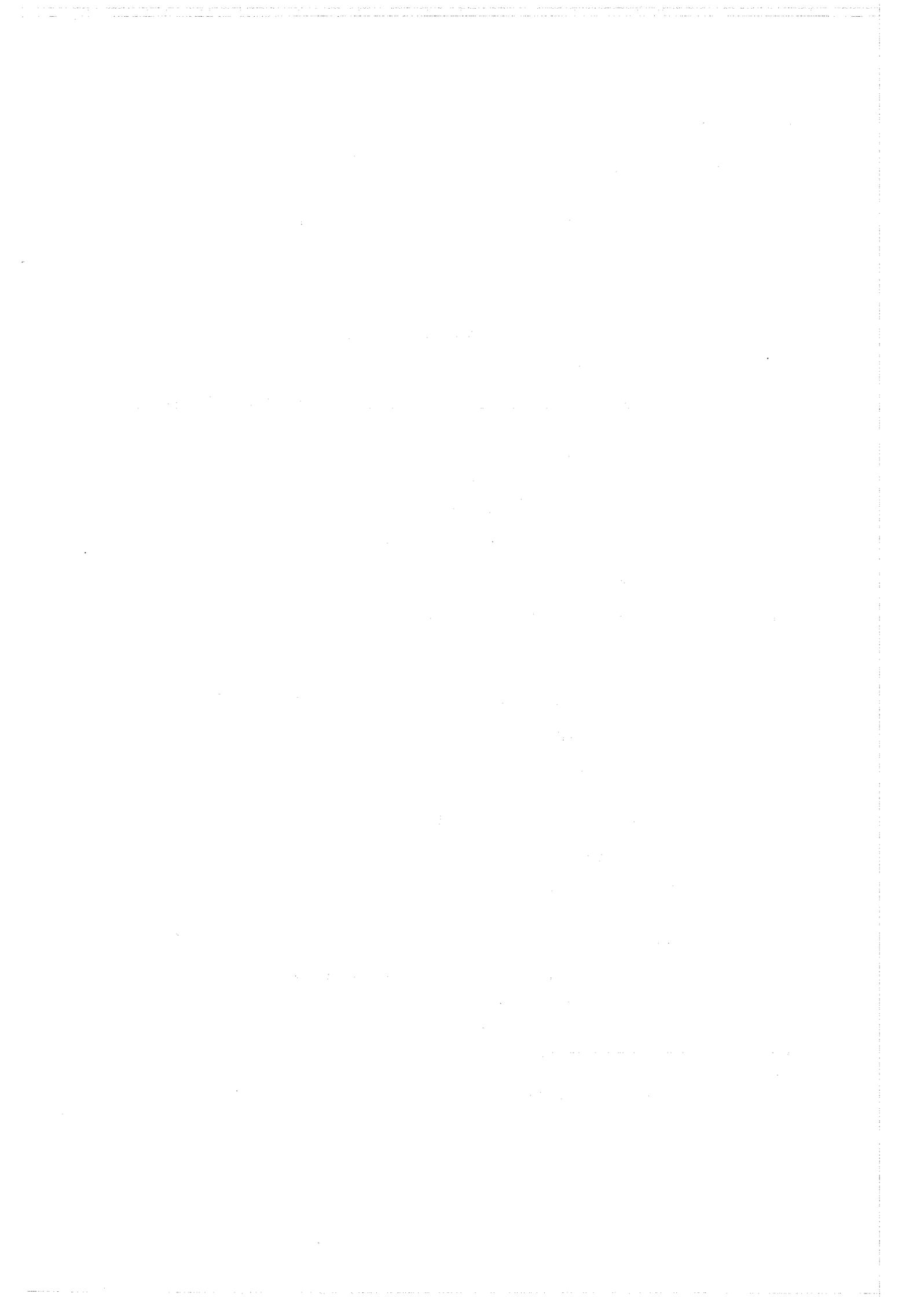
R. Groß

Gesellschaft für Kernforschung mbH., Karlsruhe



## Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung
  2. Zur Bestimmung der Korngrößenverteilung
  3. Das Probenmaterial
    - 3.1 Die Herstellung der Proben
    - 3.2 Die Vorbereitung der Proben für die Abdruckpräparation
    - 3.3 Die Abdruckpräparation für die elektronenmikroskopische Abbildung
  4. Die Ergebnisse aus den Abbildungen und den Korngrößenverteilungskurven
    - 4.1 Die isostatisch gepreßte Probe
      - 4.1.1 Das Bruchgefüge
      - 4.1.2 Die zylindrische Oberfläche
      - 4.1.3 Der Spannungsriß
    - 4.2 Die durch Impulsbeschleunigung verdichtete Probe
      - 4.2.1 Das Bruchgefüge
      - 4.2.2 Die zylindrische Oberfläche
  5. Die Folgerungen aus den Ergebnissen
    - 5.1 Das Probeninnere
    - 5.2 Die Oberflächenschicht
- Anhang
6. Kritische Betrachtung zur Teilchengrößenverteilungsbestimmung
  7. Zusammenfassung
  8. Literaturhinweise



## 1. Einleitung

In der Pulvermetallurgie werden die physikalischen Eigenschaften des fertigen Werkstückes u. a. auch durch die Art der Formgebung bei der Herstellung des Grünlings bestimmt. Es ist daher nicht gleichgültig, in welcher Weise das Pulver verdichtet wird. Insbesondere spielt das Problem einer gleichmäßigen hohen Dichte des Materials über den ganzen Formkörper eine Rolle; durch isostatisches Pressen erhält man z. B. Preßlinge sehr gleichmäßiger Dichte. Das am häufigsten in der Praxis der Pulvermetallurgie angewandte Matrizenpressen ist gegenüber dieser Forderung, besonders bei feinen Pulvern, unbefriedigend wegen der gegenseitigen Reibung der Pulverteilchen aneinander und der Wandreibung, wodurch auch die Oberflächengüte beeinträchtigt wird.

In der vorliegenden Arbeit werden zwei Verdichtungsmethoden in ihrer Auswirkung auf das Gefüge von Formkörpern verglichen, von denen die eine, das isostatische Pressen, bereits vielfach industriell angewandt wird, die andere aber im Institut für Materialforschung und Festkörperphysik des Kernforschungszentrums Karlsruhe entwickelt <sup>3)</sup> wurde. Beide Methoden haben eine gleichmäßige, hohe Verdichtung des Pulvers zum Ziel.

Besondere Aufmerksamkeit wird nun mutmaßlichen Zerkleinerungsvorgängen beim Verdichten gewidmet, die anhand von Veränderungen der Korngrößenverteilungskurven beurteilt werden.

## 2. Zur Bestimmung der Korngrößenverteilung <sup>1)4)14)</sup>

### 2.1 Allgemeines

Eine Teilchengrößenverteilungskurve an einem beliebigen Partikelkollektiv kann sehr unregelmäßig sein. Im allgemeinen Fall wird es sich um ein Teilchengrößenspektrum handeln; man ist daher auf die empirische Ermittlung der Kurven angewiesen.

Die einfachste Weise ein Partikelgemenge nach seiner Größe zu ordnen, ist die Auszählung der Teilchen nach Größenintervallen  $\Delta D_i$ . Die Anzahl der in das Intervall  $\Delta D_i$  fallenden Teilchen

ist  $\Delta Z_i$ . Um die Vergleichbarkeit mit anderen Partikelkollektiven herzustellen, dividiert man  $\Delta Z_i$  durch die Summe aller in dem Partikelkollektiv vermessenen Teilchen und erhält als Bruchteil des Ganzen

$$\frac{\Delta Z_i}{\sum_{i=1}^m \Delta Z_i} = \frac{\Delta Z_i}{Z}$$

Die generelle Vergleichbarkeit verschiedener Teilchengrößenspektren erreicht man, indem man auch noch auf das Größenintervall  $\Delta D_i$  normiert:

$$\frac{\Delta Z_i}{Z \cdot \Delta D_i} = \frac{N}{Z}$$

Diese Normierung ist nur anwendbar, wenn die Gesamtzahl  $Z$  der vermessenen Teilchen groß genug und die Größenintervalle  $\Delta D_i$  klein genug sind. Im Grenzübergang  $\Delta D_i \rightarrow 0$  ergibt sich dann eine Funktion  $f(D)$ , die den relativen Anteil der Partikeln an der Gesamtmenge wiedergibt. Die Verteilungskurve ist also ein Differentialquotient

$$\lim_{\Delta D_i \rightarrow 0} \frac{\Delta Z_i}{Z \cdot \Delta D_i} = \frac{dZ}{Z \cdot dD} = \frac{N}{Z} = f(D).$$

Die Integration der Verteilungskurve ergibt die relative Summenkurve

$$F(D) = \int_{-\infty}^D f(D) dD = \frac{1}{Z_0} \int_{-\infty}^D dZ = Z_x$$

$Z_x$  gibt an, welcher Bruchteil der gesamten Partikelmenge kleiner als  $D$  ist. Für Integration über das gesamte Teilchenspektrum gilt entsprechend

$$Z = \frac{1}{Z_0} \int_{-\infty}^{+\infty} dZ = 1$$

In der Praxis führt man statt der Integration eine Summation durch:

$$F_D = \sum_{i=1}^D \frac{Z_i}{Z_0}$$

Aus der Summenkurve kann man bei  $Z_1 = 0,5$  (oder 50%) die mittlere Teilchengröße  $\bar{D}$  entnehmen.

## 2.2 Die Normalverteilung

Sind die Teilchen bei ihrer Entstehung den gleichen Gesetzmäßigkeiten unterworfen, so ist es wahrscheinlich, daß die Verteilungskurve durch eine mathematische Verteilungsfunktion angenähert werden kann. Im einfachsten Fall, wenn die Teilchen alle dieselbe Größe haben, entsteht ein enges Spektrum lediglich durch die Meßfehler, welches mit der Gaußschen Fehlerverteilungsfunktion wiedergegeben werden kann:

$$\frac{dZ}{Z dD} = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} e^{-\frac{(D-\bar{D})^2}{2\sigma^2}},$$

$\bar{D}$  = Mittelwert = Zentralwert = häufigste Teilchengröße;  $\sigma$  = Standardabweichung, ein Maß für die Spektrumsbreite;

$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^D \frac{Z_i}{Z} (D-\bar{D})^2} = \frac{1}{2} (D_2 - D_1),$$

wobei sich die  $D_1$  und  $D_2$  aus dem Gaußschen Fehlerintegral

$$G(x') = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{x'} e^{-\frac{x'^2}{2}} dx \quad \text{mit } x' = \frac{D-\bar{D}}{\sigma} = 1$$

zu 84,1% und 15,9% ergeben.

Die Normalverteilungsfunktion ist aber nur dann anwendbar, wenn ein enges Teilchenspektrum zu erwarten ist. Außerdem liefert sie für physikalisch irrelevante negative Werte von  $D$  relative Teilchenhäufigkeiten. Eine Verteilungsfunktion, die nur positive Argumente ihrer unabhängigen Variablen zuläßt, dürfte einem ziemlich breiten gemessenen Teilchengrößenspektrum gerechter werden.

## 2.3 Die logarithmische Normalverteilung

Eine für viele Zwecke geeignetere Funktion ist die logarithmische Normalverteilung. Man erhält sie, indem man in die Normalverteilungs-

funktion ein logarithmisches Argument einführt:

$$\frac{dZ}{Z \, d \ln D} = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \sigma} e^{-\frac{(\ln D - \ln \bar{D})^2}{2\sigma^2}}$$

Hierbei ist zu beachten, daß  $\bar{D}$  nicht den Mittelwert und nicht die häufigste Teilchengröße, sondern den Zentralwert darstellt. Die Standardabweichung  $\sigma$  errechnet sich in gleicher Weise wie bei der Normalverteilung und ist, wie bei dieser, verhältnismäßig einfach auf graphischem Wege aus dem Wahrscheinlichkeitsnetz zu ermitteln:

$$\sigma = \sqrt{\sum_{i=1}^D \frac{Z_i}{Z} (\ln D_i - \ln \bar{D})^2} = \frac{1}{2} \ln \frac{D_2}{D_1} .$$

Die Intervalle der Merkmalsgröße sind jetzt logarithmisch äquidistant, d. h., alle von der Breite  $\Delta \ln D$ .

Dieser Gegebenheit entspricht die eine von beiden Durchmesserintervall-Einteilungen am Teilchengrößenanalysator TGZ 3 nach Endter. Dort gilt

$$D = c e^{rP+s} .$$

$D$  = Teilchendurchmesser;  $P$  = Intervallnummer;  $c, r, s$  sind Konstanten.

$$\ln D = \ln c + rP + s$$

$$\Delta \ln D = r \cdot \Delta P = \text{const.}$$

weil  $\Delta P$  konstant und üblicherweise gleich 1 ist.

## 2.4 Die Anwendung

Da viele Partikelkollektive, insbesondere gemahlene Pulver, ein logarithmisch-normales Teilchengrößenspektrum aufweisen, liegt es nahe, auch im vorliegenden Fall die Teilchenzählung mit logarithmisch äquidistanten Merkmalsintervallen zu versuchen. In der Tat ergab die Überprüfung einer Windsichtkurve des Ausgangsmaterials,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Pulver mit Korngrößen unter  $20 \mu\text{m}$ , nach entsprechender Umrechnung eine gute Annäherung an eine logarithmische Normalverteilung.

Wir haben daher die Auszählung der Teilchen nach logarithmisch äquidistanten Durchmesserintervallen als Standardmethode gewählt. Abweichungen von der logarithmischen Normalverteilung sind bei den Sinterkörpern möglich; sie gestatten Rückschlüsse auf die Gesetzmäßigkeit der Korngrößenveränderung während des Verdichtens und Sinterns.

Der besseren Anschaulichkeit halber sind die Teilchengrößenspektren im linearen Koordinatensystem dargestellt.

Da zu Beginn der Arbeit ein Teilchengrößenanalysator TGZ 3 nach Endter noch nicht zur Verfügung stand, wurde die Auszählung in direkter Anlehnung an das Verfahren nach Endter, das die Durchmesser flächengleicher Kreise zählt, manuell durchgeführt.

Auf den elektronenmikroskopischen Abbildungen in 1800 facher Vergrößerung wurden je Korn zwei nahezu im rechten Winkel liegende Durchmesser gemessen und getrennt gezählt. Die Korndurchmesser konnten auf etwa 0,5  $\mu\text{m}$  genau bestimmt werden. Später sind an einigen Proben Kontrollzählungen mit dem Teilchengrößenanalysator TGZ 3 vorgenommen worden. Sie ergaben nur unbedeutende Abweichungen gegenüber den manuell vermessenen Verteilungskurven. Doch in beiden Fällen erwies sich die Anzahl der vermessenen Teilchen als zu gering, so daß erst durch Zusammenfassen von jeweils vier Größenintervallen Verteilungskurven mit stetigem Verlauf zustande kamen. Einige Kurven weisen trotzdem noch Unregelmäßigkeiten auf (z. B. Diagramm 8). Für weitere Untersuchungen dieser Art müssen daher bedeutend mehr Teilchen vermessen werden.

### 3. Das Probenmaterial

#### 3.1 Die Herstellung der Proben

Das Ausgangsmaterial für die Proben beider Verdichtungsarten war  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Pulver der Qualität MA von der Fa. DEGUSSA. Die Korngröße lag unter 20  $\mu\text{m}$  und ihre Verteilung entsprach einer logarithmischen Normalverteilung (Diagramm 11).

Aus diesem Pulver wurden unter Beimengung von 5 Gewichtsprozent einer gesättigten wässrigen Lösung von Polyäthylenglycol als Preßhilfe zy-

lindrische Proben von etwa 2 cm Durchmesser und 2 cm Höhe nach zwei verschiedenen Verdichtungsarten hergestellt:

I. Isostatisch gepreßt mit einem Druck von 1000 atü.

Das mit der Preßhilfe granuliertes Pulver wurde in einem Schlauch aus flexiblem Kunststoff einvibriert und unter allseitiger Einwirkung des Öldruckes bei Raumtemperatur gepreßt; nach dem Entfernen der Kunststoffhülle wurde die Probe "entwacht"; durch langsames Aufheizen in Luft bis zu 1000°C, wobei die Preßhilfe allmählich verdampfte.

II. Verdichtet mit Hilfe eines elektromechanischen Impulsgebers unter Ausnutzung der Beschleunigung der einzelnen Pulverteilchen - im weiteren kurz als "Impulsbeschleunigung" bezeichnet <sup>3)</sup>.

Für diese Verdichtungsmethode wurde ein ähnlicher Impulsgeber verwendet, wie der, der im Kernforschungszentrum Karlsruhe zum Einschleusen von Abschaltstäben für die Schnelle Nullenergie Anordnung Karlsruhe (SNEAK) entwickelt worden war. <sup>4)</sup>

Bei diesem Verfahren wird die Gesamtmasse kurzzeitig sehr stark beschleunigt. Die der beschleunigenden Kraft entgegenwirkende Trägheitskraft des einzelnen Pulverteilchens bewirkt eine gleichmäßige Verdichtung über den ganzen Probekörper. Die aufgewendete Energie betrug etwa 200 kpm; auch bei dieser Art der Verdichtung ist das Pulver mit 5 Gew.% Preßhilfe vermengt worden, die nach dem Verdichten genau so entfernt wurde, wie bei den isostatisch gepreßten Proben.

Aus einer größeren Anzahl Proben beider Verdichtungsarten wurden je eine mit etwa gleicher Grünlingsdichte (Tabelle 1) für die Untersuchungen ausgewählt und denselben Sinterbedingungen unterworfen; Temperatur: 1650°C, Zeit: 1h; Atmosphäre: Hochvakuum  $2 \cdot 10^{-5}$  Torr.

---

+ ) Verfahren und Vorrichtung zum Verdichten pulverförmiger Werkstoffe durch elektrodynamischen Impulsgeber. Zum Patent angemeldet.

### 3.2 Die Vorbereitung der Proben für die Abdruckpräparation

Die gesinterten Proben wurden gewaltsam durch Zerdrücken zerstört. Dabei entstanden genügend große Bruchstücke, deren Bruchflächen sich für die Untersuchung eigneten. Bevorzugt wurde eine Fläche, die nahezu parallel zur Zylinderachse und fast in der Probenmitte verläuft. Bei den Präparaten wurde grundsätzlich zwischen solchen aus der Randzone (etwa 2 - 4 mm von der Zylinderfläche entfernt) und aus der Probenmitte unterschieden.

Die isostatisch gepreßte Probe hatte nach dem Sintern einen radial verlaufenden Riß, der gesondert untersucht wurde, um evtl. die Ursache für die Rißbildung feststellen zu können.

### 3.3 Die Abdruckpräparation für die elektronenmikroskopische Abbildung

Sowohl für die Bruchflächen wie für die zylindrischen Oberflächen wurde das Kohle-Doppelabdruck-Verfahren angewandt, mit Triafol als Matrizenwerkstoff. Zur Hebung des Kontrastes ist die Matrize vor dem Bedampfen mit Kohle unter einem Winkel von  $60^\circ$  mit Palladium beschattet worden. Um die starken Unebenheiten der Bruchflächen besser abbilden zu können, wurde die Matrizenfolie nicht, wie üblich, mit dem reinen Lösungsmittel, sondern mit einer zähflüssigen Lösung des Triafols im Lösungsmittel benetzt.

## 4 Die aus den Abbildungen und den Korngrößenverteilungskurven gewonnenen Ergebnisse

Weder in den Abbildungen noch in den Korngrößenverteilungskurven ist ein wesentlicher Bruchgefügeunterschied zwischen den Randzonen und der Probenmitte festzustellen. Eine Ausnahme macht lediglich der radiale Riß in der isostatisch gepreßten Probe. Dagegen weisen die zylindrischen Oberflächen ein verändertes Gefügebild auf.

Das Gefüge der beiden Verdichtungsarten jedoch unterscheidet sich wesentlich.

#### 4.1 Die isostatisch gepreßte Probe

Die isostatisch gepreßte Probe erscheint im Bruchgefüge feinkörnig und "aufgelockert" (Bild 1 bis 3). Zwischen den Körnern befinden sich zahlreiche kleine Zwischenräume, die in den elektronenmikroskopischen Abbildungen als dunkle, unregelmäßig geformte Zungen auftreten. Die Korngrenzen sind gut erkennbar. Die Körner sind noch nicht vollständig eingeformt und häufig durch Polygone begrenzt. Die freien Oberflächen, Poren zwischen den Körnern (Bild 2), sind meist terrassenförmig ausgebildet. Polygone und Terrassen zeugen von merklichem Kornwachstum. Das Vorhandensein einzelner großer Körner in Kleinkorngebieten (Bild 3) deutet aber darauf hin, daß sich der Sintervorgang erst im Anfangsstadium befand. An einigen Körnern finden sich transkristalline Bruchstellen. Da das ganze Bruchflächenbild aber auf einen interkristallinen Verlauf des Bruches hinweist, und die transkristallinen Bruchflächen niemals den ganzen Kornquerschnitt bedecken, muß es sich um Restbruchflächen von der Kornzerkleinerung her handeln, die vom beginnenden Kornwachstum noch nicht verändert wurden. Auf neu gebildeten Kornflächen sind Mikroporen von etwa  $0,02 \mu\text{m}$  Durchmesser zu finden (Bild 2).

Zwischen der Randzone und der Probenmitte besteht im Bruchgefüge kein grundsätzlicher Unterschied. In der Mitte ist der Anteil der kleinen Körner größer als in der Randzone; Polygone und terrassenförmige Flächen sind nicht so häufig. Das Kornwachstum scheint also in der Probenmitte hinter dem der Randzone zurückgeblieben zu sein.

Die Kornverteilungskurven, Diagramm 4 und 5, verlaufen beide ähnlich. Sie entsprechen einer logarithmischen Normalverteilung und haben ihren häufigsten Korndurchmesser bei  $2 \mu\text{m}$ ; die Standardabweichung beträgt bei beiden Kurven 0,56. Für die Probenmitte liegt das Maximum etwas höher als für die Randzone. Die Verteilungskurven lassen also auch ein etwas stärkeres Kornwachstum in der Randzone erkennen.

Auf den Abbildungen der zylindrischen Oberfläche (Bild 5) sind die Korngrenzen so gut wie gar nicht erkennbar. Daher konnten diese Bilder auch nicht für eine Korngrößenanalyse herangezogen werden. Neben völlig unregelmäßigen Formen treten polygone Flächen und Terrassenstrukturen auf.

In den Abbildungen von dem radialen Riß ist zu beobachten, daß in der Randzone (Bild 4) der Anteil an Körnern mittlerer Größe geringer ist als in den Gewaltbruchflächen. Die Verteilungskurve (Diagramm 2) zeigt dies ebenso deutlich. Ihre Standardabweichung ist geringer und ihr zentraler Korndurchmesser bedeutend größer. Große Körner in Kleinkorngebieten sind nicht zu finden. Polygone, Terrassenstrukturen und transkristalline Bruchflächen treten hier genau so auf wie auf den Gewaltbruchflächen.

In der Probenmitte unterscheidet sich die Bruchfläche des Risses nicht von der des Gewaltbruches. Auch die Korngrößenverteilungskurve verläuft in der selben Weise.

#### 4.2 Die durch Impulsbeschleunigung verdichtete Probe

Der Bruch der durch Impulsbeschleunigung verdichteten Probe verläuft nicht vollständig interkristallin. Einzelne Körner in der Randzone weisen einen ausgesprochen transkristallinen Bruch auf (Bild 10). Das Gefüge ist grobkörnig und "fest" bis auf wenige, meist trichterförmige, Poren. Es sieht aus, als ob der Bruch zum größten Teil entlang noch nicht ganz ausgeheilter Korngrenzen verläuft. Die zahlreichen Mikroporen legen diese Vermutung nahe. An eindeutig interkristallin gebrochenen Stellen sind Terrassenstruktur und Polygonflächen zu finden (Bild 8). Vereinzelt treten Negativkristalle (Poren in Kristallform) auf.

In der Probenmitte ist der Gefügeanteil mit rein interkristallinem Bruchverlauf größer (Bild 9). Die Körner erscheinen abgerundeter und weisen häufig polygone Flächen aber selten Terrassenstruktur auf. Transkristallin gebrochene Körner sind eindeutiger an ihren schieferrigen Bruchflächen zu erkennen. Brüche entlang noch nicht ausgeheilte Korngrenzen sind auch in der Probenmitte vorhanden, aber mit weniger Mikroporen als am Probenrand.

Prinzipielle Unterschiede im Bruchgefüge zwischen Probenmitte und Randzone sind nicht festzustellen. Die beiden Kornverteilungskurven (Diagramm 7 und 8) verlaufen gleichartig, entsprechen aber weder einer Normalverteilung noch einer logarithmischen Normalverteilung, sondern einer Verteilungsform, die dazwischen liegt. Die versuchsweise

Interpretation nach Rosin-Rammler-Sperling versagte hier ebenfalls. Dabei hat die Kurve aus der Randzone eine Tendenz zur logarithmischen Normalverteilung und die aus der Probenmitte eine solche zur Normalverteilung. Das Maximum beider Kurven liegt bei etwa 5  $\mu\text{m}$  Korndurchmesser. Für die Probenmitte ist es etwas höher als für die Randzone. Der höhere Anteil größerer Körner in der Randzone deutet auf ein fortgeschritteneres Sinterstadium hin.

Das Gefüge der zylindrischen Oberfläche (Bild 11) der durch Impulsbeschleunigung verdichteten Probe hat große Ähnlichkeit mit dem Bruchgefüge der isostatisch gepreßten Probe. Die Verteilungskurve entspricht jedoch genau wie die der Bruchgefüge weder einer Normal- noch einer logarithmischen Normalverteilung.

Die Körner liegen gut unterscheidbar mit vielen Zwischenräumen im Gefüge. Sie haben häufig Terrassenstruktur und polygone Begrenzungsflächen. Mikroporen treten oft in Verbindung mit terrassenförmigen Kornflächen auf. In Kleinkorngebieten finden sich mehrfach einzelne Großkörner.

#### 5 Folgerungen aus den Ergebnissen 8) bis 12) 15)

Zwischen den Gefügen (Bruch- und Oberfläche) der Proben mit verschiedener Verdichtungsart bestehen wesentliche Unterschiede. Da die beiden Proben den gleichen Sinterbedingungen unterworfen wurden und das Ausgangsmaterial ebenfalls das gleiche war, ist die Ursache der Gefügeunterschiede in den Verdichtungsmethoden zu suchen.

Die Verteilungskurven der isostatisch gepreßten Probe entsprechen ebenso wie die des Ausgangsmaterials einer logarithmischen Normalverteilung. Die Korngrößenänderung beim Pressen plus Sintern gehorcht also einer linearen Funktion. Bei der durch Impulsbeschleunigung verdichteten Probe befinden sich die Verteilungskurven im Übergang von der logarithmisch-normalen zur Normalverteilung. Die Korngrößenänderung beim Dichten plus Sintern muß also einem Exponentialgesetz folgen. Aus der Kenntnis des Anfangs- und Endzustandes beider Proben sind über den Zwischenzustand nach dem Verdichten keine sicheren Schlüsse zu ziehen. Es sind lediglich Maß-  
maßungen möglich:

Das stärkere Kornwachstum in der durch Impulsbeschleunigung verdichteten Probe erfordert eine größere Aktivierungsenergie. Diese kann von der größeren spezifischen Oberfläche des Pulvers im Grünling herühren. Es ist denkbar, daß durch die plötzliche ( $10^{-3}$  sec) Krafteinwirkung in nur einer Richtung die neu entstehenden Kornflächen unebener, ausgezackter, sind als bei der, relativ lange andauernden, Krafteinwirkung in drei Dimensionen beim isostatischen Pressen, wo die Körner bevorzugt in Gleitebenen brechen (Bild 6) und dann glattere Kornflächen haben. Dabei kann die durchschnittliche Korngröße in beiden Fällen gleich sein. Dazu dürfte beim Verdichten durch Impulsbeschleunigung ein sehr feiner Abrieb in bedeutenden Mengen entstehen, der das Kornwachstum beim Sintern ebenfalls begünstigt.

Eine grobe Abschätzung der Energie pro Volumeneinheit, die beim Verdichten des Grünlings aufgewendet wurde, ergab ein Verhältnis

isostat. gepr.: Impulsbeschl. = 1 : 1,7 .

Die Energiebilanz erhärtet also die Annahme, daß die Körner der durch Impulsbeschleunigung verdichteten Probe im Grünling eine größere spezifische Oberfläche haben als die in der isostatisch gepreßten Probe.

Der geringe Gefügeunterschied zwischen Probenmitte und Randzone bei beiden Proben ist sicher auf das Temperaturgefälle innerhalb der Proben beim Aufheizen des Sinterofens zurückzuführen. Dabei erreicht die Randzone eine längere effektive Sinterzeit als die Probenmitte.

In einer dünnen Schicht an der zylindrischen Oberfläche müssen aufgrund der Gefügeunterschiede andere Kräfteverhältnisse beim Verdichten vorausgesetzt werden.

So scheint beim Verdichten durch Impulsbeschleunigung die Formwand die Kornzerkleinerung und die Verdichtung durch Reibung zu behindern, wodurch ein weniger dichtes und etwas feinkörnigeres Gefüge nach dem Sintern entsteht.

Bei der isostatisch gepreßten Probe ist die zylindrische Oberfläche dichter gesintert als das Probeninnere. Es muß also in einer dünnen Schicht eine relativ höhere Aktivierungsenergie vorhanden gewesen

sein als in der übrigen Probe. Zu erklären wäre sie mit stärkerer Kornzerkleinerung, bzw. einer Kornzerkleinerung mit größerer spezifischer Oberfläche. Beides ist möglich, wenn in einer Richtung eine größere verdichtende Kraft auftritt. Der von außen auf die Probe wirkende Druck ist zwar allseitig gleich, aber das einvibrierte Pulver in der Kunststoff-Form verhält sich nicht wie eine Flüssigkeit. Durch Reibung der Körner aneinander wird die Druckkraft zum Probeninnern hin abgebaut; dadurch wirkt in einer dünnen Oberflächenschicht die stärkste Kraftkomponente senkrecht zur Oberfläche. Hierdurch erfolgt örtlich eine stärkere Kornzerkleinerung und eine bessere Verdichtung des Grünlings; beides führt dann beim Sintern zum dichteren und feinkörnigeren Gefüge.

Der radiale Riß in der isostatisch gepreßten Probe scheint ursprünglich nicht bis in die Probenmitte vorgedrungen zu sein; denn sein Bruchgefüge erscheint in der Mitte normal und weist nur in der Randzone Abweichungen auf. Er ist vermutlich durch die abwegige Kornverteilung mit örtlichen Spannungen entstanden, die dann beim Abkühlen zum Riß führten.

Ich danke Herrn Dr. Bumm für die Anregung zu dieser Arbeit und Herrn Liepelt für die Herstellung der Probekörper.

Tabelle 1

Probe			Dichte in			Anz. d. vermess. Körner	ausgew. Fläche in $\mu\text{m}^2$	Korndurchmesser in $\mu\text{m}$				Standardabweichung
			$\text{g}/\text{cm}^3$	% TD.	% TD. grün			Halbwerts-	größter	kleinster	häufigster	
Pulver						aus Windsichtkurve umgerechnet	1,7	20	0,06 errechn.	<1,7	0,70	
isost. gepr. bei $10^3$ at	Gewaltbruch	Randzone	3,34	84	65	269	7500	3,9	19,5	1,7	2	0,59
		Probenmitte				293	6250	3,2	19,5	1,1	2	0,56
	Spannungsriß	Randzone				206	11250	5,6	20,0	1,7	4	0,51
		Probenmitte				390	11250	3,5	19,5	1,1	2	0,56
durch Impulsbeschl. verdichtet (3 kV; 200 $\mu\text{F}$ ; 80 Wind.)	Gewaltbruch	Randzone	3,5	88	66	124	11250	7,4	31,1	2,2	5	
		Probenmitte				127	7500	7,2	25,0	2,2	5	
	zylindrische Oberfläche	256				7500	4,4	17,8	1,1	2		

## 6. Anhang

### Kritische Betrachtung zur Korngrößenverteilungsbestimmung

Anlässlich der Untersuchung des Einflusses der Verdichtungsmethode auf das Sintergefüge von  $Al_2O_3$  ergab sich die Frage nach der geeignetsten und gleichzeitig rationellsten Methode zur Bestimmung der Korngrößenverteilung aus den elektronenmikroskopischen Aufnahmen der Abdruckfolien.

Da es sich beim zu untersuchenden Material um kompakte Proben handelte, wurden nur die direkten Methoden der Korngrößenbestimmung berücksichtigt.

#### 6.1 Die möglichen Methoden <sup>2)5)6)7)13</sup>

##### 6.1.1 Lineare Methoden

Die Zählung einer Anzahl von Körnern längs einer bestimmten Strecke kann nur Mittelwerte der Korndurchmesser liefern, aber keine Größenverteilung. Bei der Punktzählmethode werden die in jedes Bild des Kornes fallenden, linear angeordneten Punkte gleichen Abstands gezählt. Sie gestattet eine Unterteilung in Korndurchmesser verschiedener Größe. Als Zusatzgerät zum Lichtmikroskop, mit elektronischen Zählwerken versehen, verwendet das Gerät "ELTINOR" von VEB Jena diese Arbeitsweise. Es liegt in der Natur der Methode, daß große Toleranzen in Kauf genommen werden müssen, die den relativen Fehler bei kleinen Körnern bedeutend vergrößern. Für Gefüge mit einem weit gefächerten Durchmesserspektrum der Körner, wie es bei dem zu untersuchenden Material vorlag, scheidet diese Methode daher aus.

##### 6.1.2 Flächenmethoden

Die üblichen Vergleichstafeln für Korngrößenbestimmungen sind für Gefüge mit einheitlichen Korndurchmessern gedacht; sie liefern nur Mittelwerte; ebenso die Auszählung der Körner innerhalb einer Fläche von bestimmter Größe.

Die Punktzählmethode, auf Flächen ausgedehnt, liefert eine gewisse Verteilung der Korngrößen, arbeitet aber mit einer großen Toleranz, ebenso wie die lineare Punktzählmethode.

Sie scheidet aus dem selben Grunde für die Korngrößenverteilungsbestimmung von Sinterkörpern aus.

### 6.1.3 Automatische Methoden, die auf Hell-Dunkel-Effekte ansprechen.

In einer Übersicht aus dem Jahre 1954 führt H. Nassenstein u. a. verschiedene Methoden dieser Art an, die alle mit einem Lichtstrahl ein photographisches Negativ einer Teilchenverteilung abtasten; doch werden sie immer nur auf isolierte Teilchen angewandt, nie auf Körner im kompakten Material. Durch verschiedene Formen des abtastenden Lichtstrahls und der Registrierung ergeben sich unterschiedliche Beziehungen zur wirklichen Teilchengrößenverteilung.

Ausführlich wird auf die Sehnenlängenmethode eingegangen, die heute in dem Gerät "QUANTIMET" der Fa. Metals Research, Cambridge, England, ihre apparative Verfeinerung gefunden hat.

Das Gerät vereinigt lineare und Flächenmethoden in seinen Meßverfahren. Vom Objekt (photographisches Negativ oder Positiv, oder die Probenfläche selbst) wird ein Bild auf dem Monitor entworfen und elektronisch abgetastet. Je nach Einstellung werden dunkle oder helle Objektmerkmale registriert. Voraussetzung für den Erfolg ist ein kontrastreiches Objekt mit eindeutigen Merkmalen.

Es ist eine einzeilige Abtastung möglich, die Mittelwerte liefert, oder eine einzeilige "Projektion" (entspricht der linearen Punktzählmethode), mit der eine gewisse Verteilung von Korngrößen in einem linearen Probenbereich bestimmt werden kann.

Mit einer vielzeiligen Abtastung wird eine Bestimmung der Sehnenlängenverteilung erreicht. Hierbei werden beliebige Sehnenlängen registriert, ganz gleich, ob sie zu dem selben oder zu verschiedenen Körnern gehören. Der Formfaktor der Körner geht also sehr stark in die Messung ein.

Aus der Verteilung der Sehnenlängen ist kaum eine klare Beziehung zur Korngröße herzustellen, es sei denn die Körner hätten einfache geometrische Gestalt. In der Praxis ist dies aber sehr selten der Fall. Somit ist ein Vergleich mit anderen Bestimmungsarten nicht möglich.

Das Zählverfahren sondert von der sogenannten Totalprojektion (Erfassung aller Sehnenlängen = Summenwert) bei jedem Meßschritt alle Sehnen unterhalb einer einstellbaren Länge aus bis der Wert "0" erscheint. Für eine graphische Darstellung muß also noch ein Rechenprozeß eingeschaltet werden (Differenzbildung).

Die kleinsten und größten Sehnenlängen werden weitgehend durch die angewendete Vergrößerung bestimmt. Bei 2,9-facher Gesamtvergrößerung wird ein Gesichtsfeld von 80 mm x 110 mm auf dem Monitor abgebildet. Sehnenlängen im Bereich von 0 bis 25 mm auf dem Objekt werden erfaßt. Das kleinste, noch registrierbare Merkmal darf 0,3 mm nicht unterschreiten. Weitere Vergrößerungen sind 7:1 und 14:1. Dabei betragen die Gesichtsfeldgrößen 39 mm x 52 mm bzw. 20 mm x 26 mm; die Auflösungsgrenze liegt bei 0,15 mm bzw. 0,09 mm und der erfaßbare Sehnenlängenbereich bei 0 bis 13 mm.

#### 6.1.4 Halbautomatische Methode mit visueller Auswahl der Merkmale.

Der Teilchengrößenanalysator nach Endter, TGZ 3, der von der Firma Carl Zeiss, Oberkochen, gebaut wird, bildet mit einer von Hand einzustellenden Kreisblende die im Schattenriß erscheinende Kornfläche (photographisches Negativ oder Positiv) in ihrer Flächengröße nach; durch ein Zählwerk wird der zugehörige Durchmesser registriert. Während eines Meßganges können bis zu 48 Durchmessergruppen registriert werden. Außerdem wird auf einem Summenzählwerk die Gesamtzahl der registrierten Werte festgehalten. Die graphische Darstellung ist durch einfaches Übertragen der auf den Zählwerken abzulesenden Werte möglich. Die zu erfassenden Durchmesser sind nach oben und unten durch die mechanische Blende begrenzt. Der erfaßbare Größenbereich liegt zwischen 1,0 und 9,2 mm oder zwischen 1,2 und 27,7 mm. Die Messung kann nur an Abbildungen, die genügend transparent sein müssen, erfolgen. Die Merkmale (Korngrenzen) werden bei jeder einzelnen Messung visuell bestimmt, daher gehen individuelle Fehler in die Messung ein, aber Fehlinterpretationen der Bildinhalte können vermieden werden.

#### 6.2 Eignung der verschiedenen Methoden für die Bestimmung der Korngrößenverteilung an Abbildungen vom kompakten Material.

Die Methoden, die nur Mittelwerte liefern, scheiden von vornherein für die Bestimmung einer Verteilungsfunktion aus. Von den anderen ist die Punktzählmethode wegen ihrer großen Toleranzen ebenfalls auszuschließen. Aus der Aufzählung bleiben also nur die automatischen und die halbautomatischen Methoden übrig, die mit den zur Verfügung stehenden Geräten ;QUANTIMET" und "TGZ 3" ausgeführt werden können.

Die Objekte liegen als photographische Negative oder Positive der elektronenmikroskopischen Aufnahmen von Abdrücken vor, die von Bruch- oder Oberflächen der Probekörper angefertigt wurden. Die Bilder sind nicht sehr kontrastreich, insbesondere sind oft andere Bilddetails stärker kontrastiert als die Korngrenzen, die die Merkmale darstellen.

Das Gerät "QUANTIMET" kennt nur helle und dunkle Merkmale, für die es wahlweise eingestellt werden kann. Es vermag z. B. nicht zwischen dunklen Korngrenzen und anderen, ebenso dunklen Bilddetails zu unterscheiden. Will man dieses Gerät zur Bestimmung einer Verteilung heranziehen, muß man die photographischen Aufnahmen in reine Schwarz-Weiß-Objekte umwandeln.

Mit dem Teilchengrößenanalysator "TGZ 3" kann man direkt das photographische Negativ auswerten. Nun wird aber jedes gemessene Korn durch ein kleines Loch gekennzeichnet, so daß das Negativ nicht mehr weiter verwendbar ist. Daher empfiehlt es sich, eine Kopie in Form eines genügend transparenten Abzugs herzustellen, wobei auch die anfallenden Korndurchmesser durch photographische Vergrößerung oder Verkleinerung den beiden Meßbereichen des Gerätes angepaßt werden können. Die praktische Anwendung hat gezeigt, daß übliche photographische Positive geeignet sind.

### 6.3 Vergleich der Bestimmung der Sehnenlängenverteilung ("QUANTIMET") mit der Bestimmung der Korndurchmesserverteilung ("TGZ 3")

#### 6.3.1 Zeitaufwand

Die Vermessung der Körner erfolgt an ihren zweidimensionalen Bildern. Für eine statistische Auswertung müssen je Präparat 20 bis 30 Aufnahmen vermessen werden.

Bei Benutzung des "QUANTIMET" kann eine Aufnahme bei einem Meßgang nicht vollständig vermessen werden. Es sind je Aufnahme mindestens zwei (bei Nachvergrößerung auch mehr) Meßgänge nötig oder die Anzahl der Aufnahmen muß um ca. 50% vermehrt werden. Das bedeutet aber 30 bis 60 Meßgänge je Präparat und 30 bis 60 mal die Potentiometereinstellung von der kleinsten bis zur größten Sehnenlänge durchspielen.

Ob die Einstellung so oft reproduzierbar gelingt, ist fraglich. Die Differenzenbildung muß für jeden Meßgang *e i n z e l n* durchgeführt werden: Aus den Meßwerten  $S_0$  = Gesamtsumme der Sehnen im vermessenen Bildausschnitt und  $S_1 \dots S_n$  = Summe der Sehnen oberhalb einer bestimmten Sehnenlänge  $L_1 \dots L_n$ , die mit dem Potentiometer eingestellt wird, müssen die Anzahl der Sehnen in einem bestimmten Längenintervall  $I_1 \dots I_n$  60 bis 120 mal ermittelt werden.

$$I_1 = S_0 - S_1; \quad I_2 = S_1 - S_2; \quad \dots; \quad I_n = S_{n-1} - S_n.$$

Erst dann kann man die Werte als Sehnenlängenverteilung in eine graphische Darstellung übertragen.

Da die Potentiometereinstellung kontinuierlich verläuft, kann die Aufteilung in sehr viele Intervalle erfolgen. Die Grenze ist in der elektronischen Auflösung und in der Feinheit der Potentiometereinstellung zu suchen. Leider sind in der Gebrauchsanweisung keine Angaben darüber zu finden. Da der Gang des Potentiometers nicht linear ist, muß die in 100 Einheiten geteilte Skala vor der Messung geeicht werden. Das Eichobjekt muß den Meßobjekten entsprechen und von Fall zu Fall angefertigt werden.

Bei Benutzung des Teilchengrößenanalysators "TGZ 3" können laut Prospekt bei einiger Übung ca. 1000 Körner in 15 min vermessen werden. Diese Anzahl würde bei 20 bis 30 Aufnahmen je Präparat etwa vorliegen. Zusätzliche Rechengänge erübrigen sich, weil die Anzahl der Teilchen pro Durchmesserintervall und die Gesamtzahl direkt von den Zählwerken ablesbar sind.

Da die Herstellung der speziellen Objekte für beide Geräte als gleich angesehen werden kann, dürfte der Arbeitsaufwand am Teilchengrößenanalysator geringer sein als am "QUANTIMET".

### 6.3.2 Die Art der gemessenen Verteilung

Das Gerät "QUANTIMET" gibt eine Verteilung der Sehnenlängen in beliebiger Richtung, der Teilchengrößenanalysator die Verteilung der Korn-durchmesser an. Beide lassen sich nur dann miteinander in Beziehung bringen, wenn es sich um Körner von einfacher geometrischer Gestalt handelt.

Für die einfachste Kornform, die Kugelgestalt, haben Adler, Mark, Marshall und Parent eine Rechnung durchgeführt, die die Sehnenlängenverteilung in eine Teilchengrößenverteilung überführen und die H. Nassenstein <sup>7)</sup> in seiner Übersicht ausführlich zitiert: Unter der Voraussetzung, daß innerhalb einer Größenklasse die als Kreise erscheinenden Kugelquerschnitte gleichmäßig verteilt sind, kommen die Autoren zu einem Gleichungssystem von N Gleichungen mit N Unbekannten, wobei die  $N_i$  die Gesamtzahl der Kreise in der i-ten Größenklasse darstellen. Es ist also ein enormer Rechenaufwand nötig, um für eine einfache geometrische Gestalt eine Teilchengrößenverteilung aus einer Sehnenlängenverteilung zu erhalten. Die wirklichen Körner haben aber unregelmäßige Formen, so daß dafür keine exakte Umrechnung möglich ist.

Bei beiden Arten der Teilchenvermessung wird, wie bei allen anderen aufgezählten, nur die zweidimensionale Darstellung der Teilchen berücksichtigt. Man muß also immer eine statistische Orientierung der Teilchen zu ihrer Unterlage bzw. der Körner im Festkörper voraussetzen. Für die  $Al_2O_3$ -Sinterkörper ist diese Voraussetzung erfüllt.

Aus diesem Vergleich geht hervor, daß die Korngrößenanalyse nach Endter mit dem "TGZ 3" die geeignetste und rationellste Methode zur Bestimmung einer Korngrößenverteilung an Sinterkörpern ist.

## 7. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird am Modellwerkstoff  $Al_2O_3$  der Einfluß zweier Verdichtungsmethoden auf das Sintergefüge gezeigt. Die elektronenmikroskopischen Abbildungen von Bruch- und Oberflächen der Probekörper dienen der Gefüge- und Bruchbeurteilung sowie der Bestimmung der Korngrößenverteilung. Aus der Veränderung der Korngrößenverteilungskurven und der Gefügebeschaffenheit wird auf die Art der Kornzerkleinerung beim Verdichten geschlossen.

Auf die Theorie der Verteilungsfunktionen wird kurz eingegangen.

Im Anhang werden verschiedene Methoden zur Messung von Korngrößen an kompakten Sinterkörpern erörtert und auf ihre Eignung zur Bestimmung der Korngrößenverteilung geprüft.

Die Sehnenlängenverteilung und die Korngrößenanalyse nach Endter werden näher untersucht. Hinsichtlich der Ergebnisse, des Zeitaufwandes und der Eignung im speziellen Fall werden zwischen diesen beiden Methoden Vergleiche angestellt. Darin sind die Möglichkeiten, die die Geräte "QUANTIMET" der Fa. Metals Research, Cambridge, England, und "TGZ 3" der Fa. Carl Zeiss, Oberkochen, bieten, berücksichtigt.

## 7. Résumé

Il est écrit sur l'influence de deux méthodes de compaction sur la microstructure d'  $Al_2O_3$  après frittage.

Les images des surfaces des éprouvettes intactes et rampues sont pris pour le jugement de la microstructure, de la rupture et pour la détermination de la distribution des grains. Du changement des courbes de distribution des grains et de l'état de la microstructure il est conclu sur le concassage des particules pendant la compaction.

La théorie des fonctions de distribution est discutée.

Dans l'appendice plusieurs méthodes du mesurement de la distribution des grains avec des éprouvettes frittés sont comparées.

La distribution de longueur des tendons et l'analyse de grandeur des grains par Endter sont recherche. Les deux methodes sont comparees congermont les resultat, les dépenses de temps et la qualification en cas speciale. Les possibilités des appareils "Quantimet" de Metals Research, Cambridge, Angleterre et "TGZ 3" der Carl Zeiss, Oberkochen, Allemagne sont considérées.

## 7. Conclusion

In this work there is shown the influence of two methodes of densification on the sintering-structure at  $Al_2O_3$  as a model-material. The electronmicrographs of the fractures and surfaces of the specimens are used to investigate the structure, and to determine the distribution of the grain-size. The change of the distribution-curves of the grain size, and the change in structure give information on the way of disintegration of the grains due to densification.

The theory of the distribution-function is discussed.

Several Methodes to measure grain-sizes of compacts are discussed in detail in the appendix. There qualification to determine the distribution of the grain-sizes is investigated.

The distribution of the sinew-lengths, and the analysis of grain-size are tested in detail. Both methodes are compared with each other with regard to the results, the expense if time, and the qualification for this special case. The possibilities of measure, given by "QUANTIMET" from the METALS RESEARCH, Cambridge, and "TGZ 3" from CARL ZEISS, Oberkochen, are considered.

8. Literaturhinweise

- ( 1) W. Batel Einführung in die Korngrößenmeßtechnik  
Springer, 1964, 2. Aufl.
- ( 2) H. Bonnke Feingerätetechnik 1  
H.G. Schepnitz (1958) S. 28 - 33
- ( 3) H. Bumm Formen und Verdichten von Pulvern durch  
H. Liepelt Beschleunigung mit Hochenergieimpulsen.  
2. Europäisches Symposium über Pulver-  
metallurgie, Stuttgart, 8. - 10. Mai 1968,  
Bd. I, Bericht Nr. 4.14
- ( 4) P. Endter Optik 13  
H. Gebauer (1956) S. 97 - 101
- ( 5) H.F. Fischmeister Z. Metallkunde 50 (1959) S. 478 - 480
- ( 6) Metals Research, Cambridge, England  
Quantimet - Gebrauchsanleitung
- ( 7) H. Nassenstein Chemie-Ing.-Technik 26 (1954) S. 661 - 667
- ( 8) F.A. Nichols Theory of Grain Growth in Porous Compacts.  
J. Appl. Physics 37 (1966) S. 4599 - 4602
- ( 9) H. Pfisterer Elektronenmikroskopische Bruchgefügeunter-  
suchungen an Sinterwerkstoffen.  
Siemens Zeitschrift 29 (1955) S. 199 - 205
- (10) W. Schatt Elektronenmikroskopische Bruchgefügeunter-  
D. Schulze suchungen an Sinterkörpern aus .....  
Silikattechnik 8 (1957) S. 524 - 532
- (11) W. Schatt Einige elektronenmikroskopische Beobachtungen  
D. Schulze an freien Sinterkorundoberflächen  
Ber. DKG 36 (1959) S. 364 - 367

- (12) D. Schulze           Elektronenmikroskopische Bruchstruktur-  
analyse  
Silikattechnik 10 (1959) S. 212
- (13) G. Schneider       Z. Metallkunde 51 (1960) S. 414 - 420
- (14) W. Stöber           Teilchengrößenmessungen an anorganischen  
H.J. Witt              und biologischen Partikeln  
M. Arnold              Zeiss Mitteilungen 2 (1962) S. 281 - 308
- (15) C.A. Zapffe         Fraktographie  
Z. Metallkunde 44 (1953) S. 72



Isostatisch gepreßt mit 1000 atü,  
Spannungsriß

Kurven zur Bestimmung  
der Durchmesserintervalle  $dD$   
für eine Korngrößenverteilung

$$\frac{N}{Z} \cdot 100 \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$$

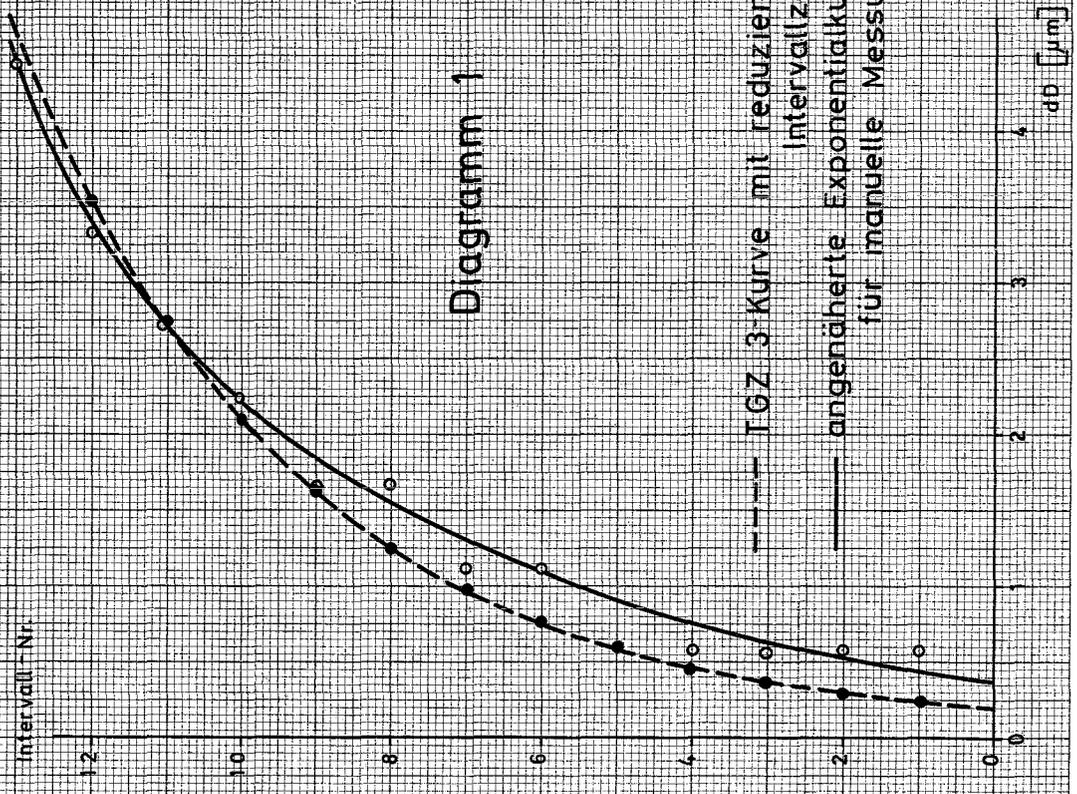
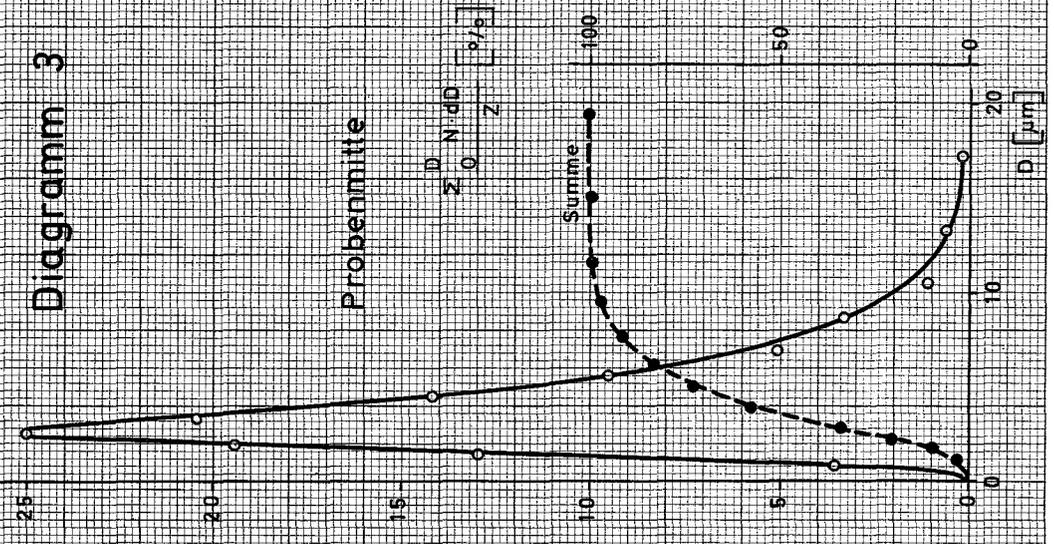


Diagramm 1

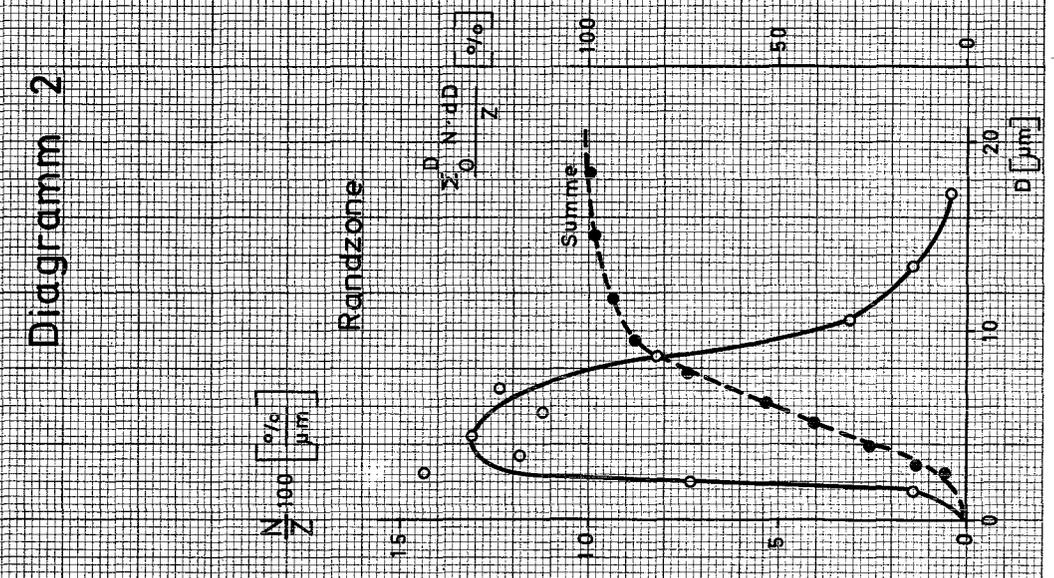
--- TGZ 3-Kurve mit reduzierter  
Intervallzahl  
— angenäherte Exponentialeurve  
für manuelle Messung

Diagramm 3



Probenmitte

Diagramm 2



Randzone

# Isostatisch gepreßt mit 1000 atü, Gewaltbruch

$\frac{N}{Z} 100 \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$

Diagramm 4

Randzone

$\frac{D}{Z} \frac{N \cdot dD}{Z} \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$

Summe

D [ $\mu\text{m}$ ]

$\frac{N}{Z} 100 \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$

Diagramm 5

Probenmitte

$\frac{D}{Z} \frac{N \cdot dD}{Z} \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$

Summe

D [ $\mu\text{m}$ ]

$\frac{N}{Z} 100 \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$

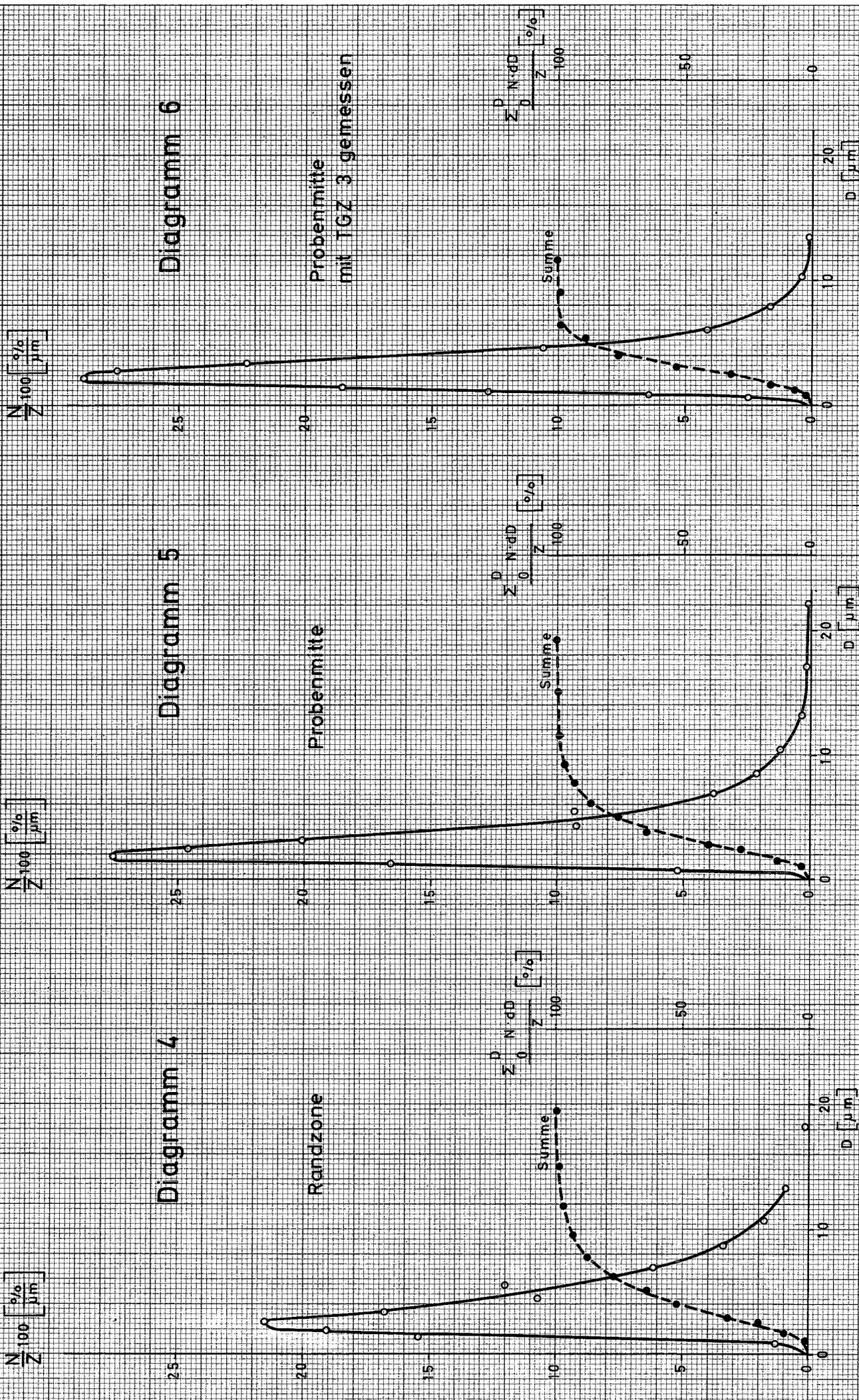
Diagramm 6

Probenmitte  
mit TGZ 3 gemessen

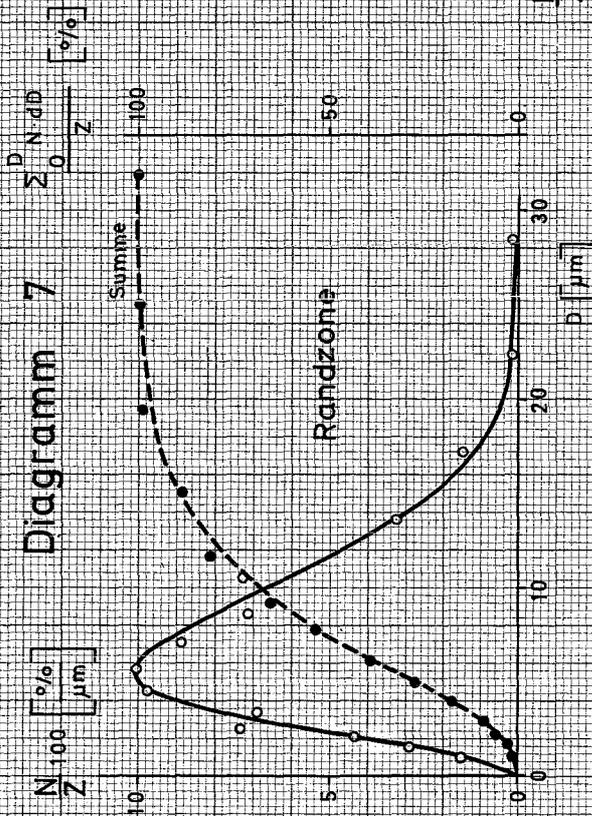
$\frac{D}{Z} \frac{N \cdot dD}{Z} \left[ \frac{\%}{\mu\text{m}} \right]$

Summe

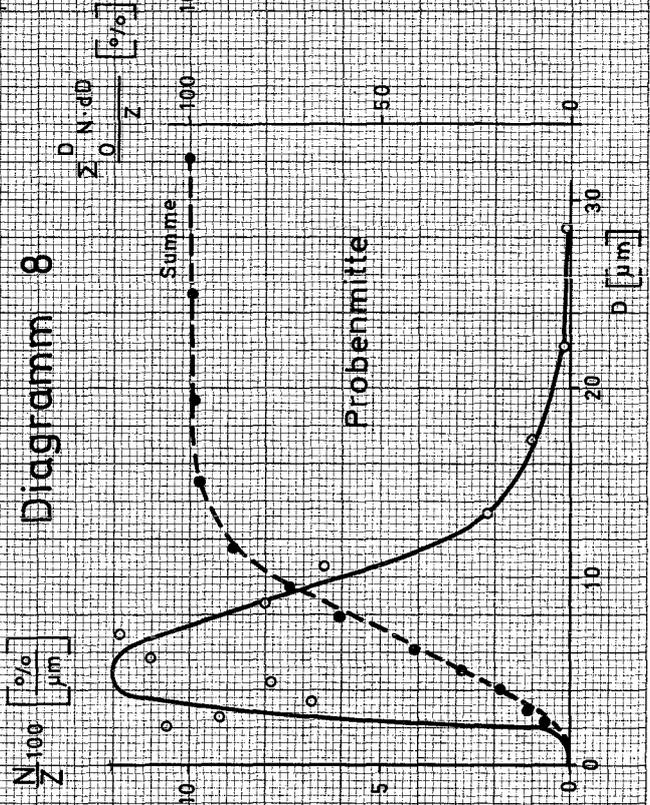
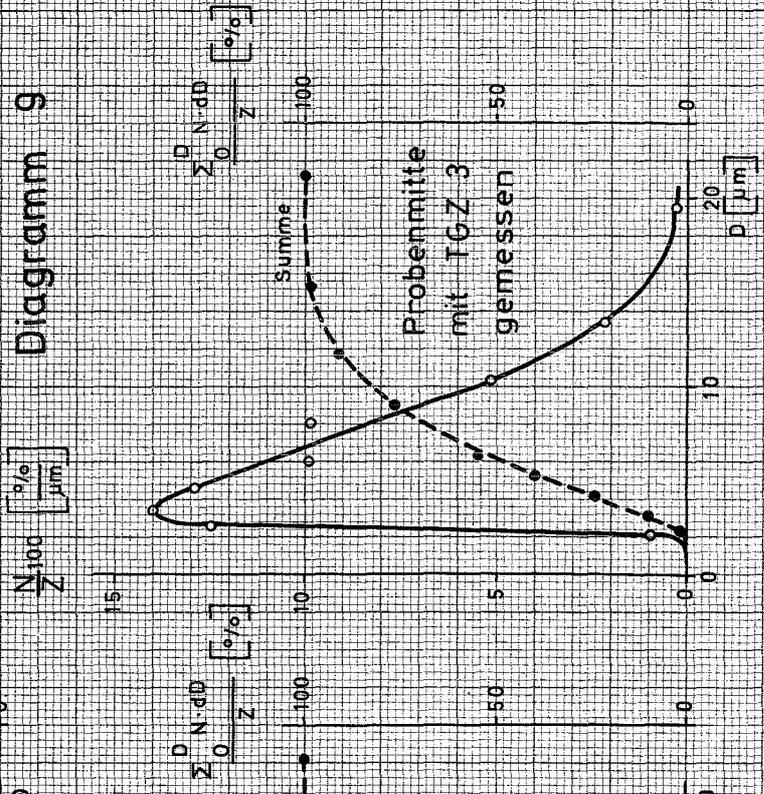
D [ $\mu\text{m}$ ]



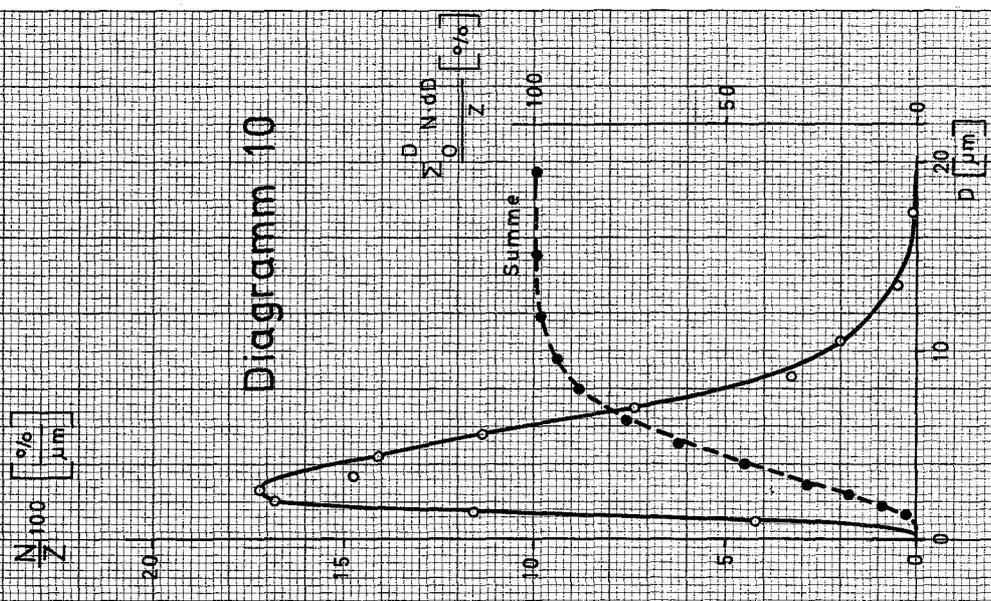
# Verdichtet durch Impulsbeschleunigung



## Gewaltbruch

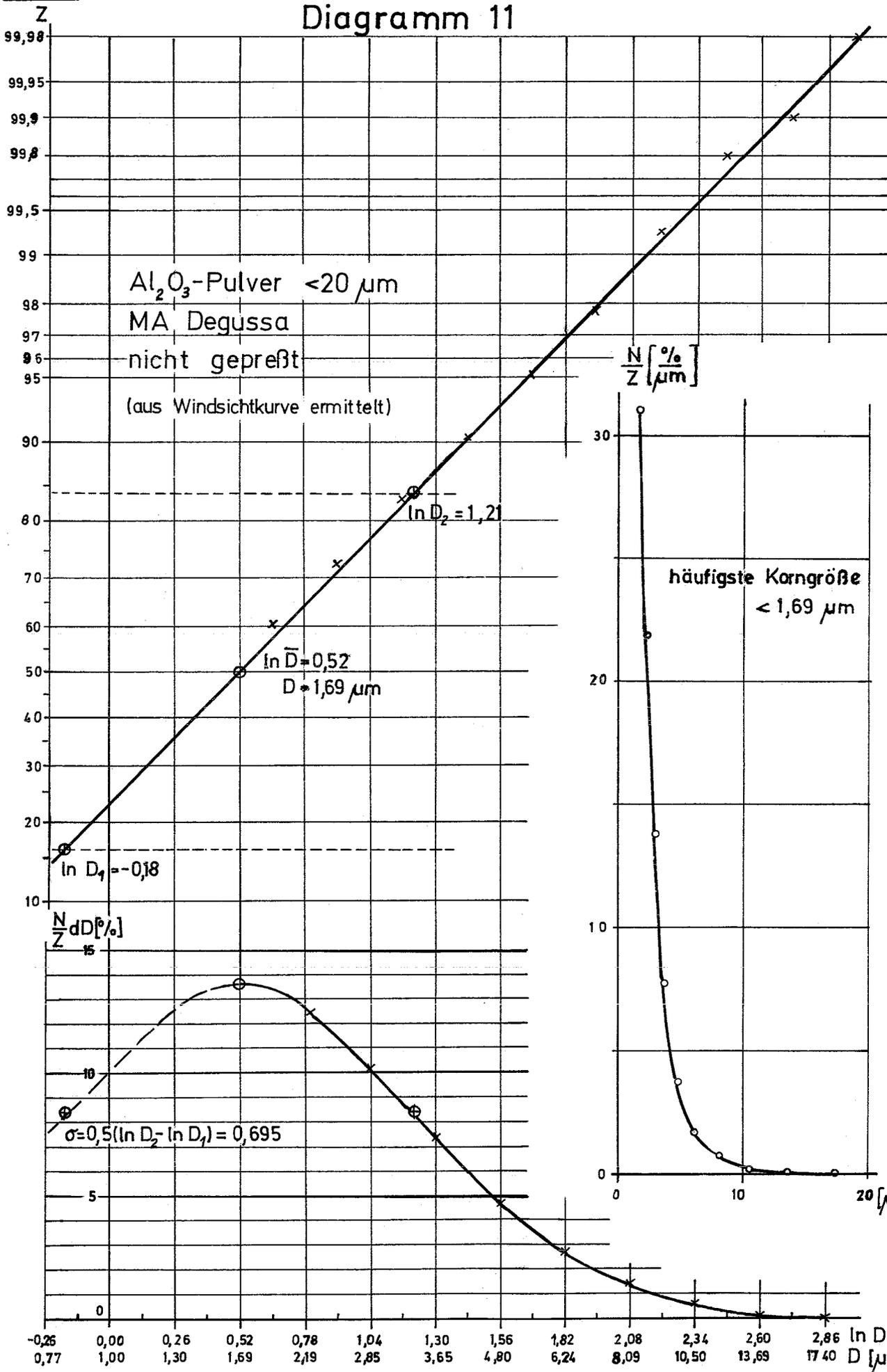


## zylindrische Oberfläche



$$\frac{\sum_0^D N dD}{Z}$$

# Diagramm 11



isostatisch gepreßt

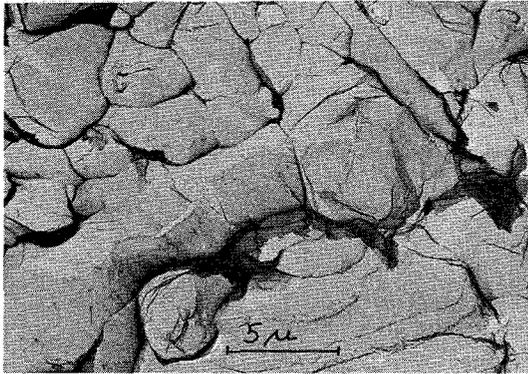


Bild 1 3000 : 1  
Bruchfläche in der Randzone  
des Gewaltbruchs.

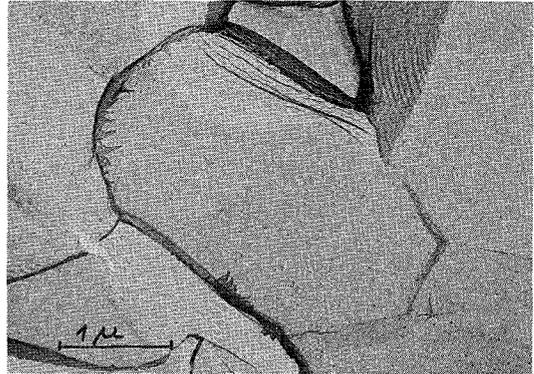


Bild 2 15 000 : 1  
freie Oberflächen, beginnende  
Kornverschmelzung mit noch  
nicht ausgeheilten Korn-  
grenzen. Bruchfläche, Randzone,  
Gewaltbruch.

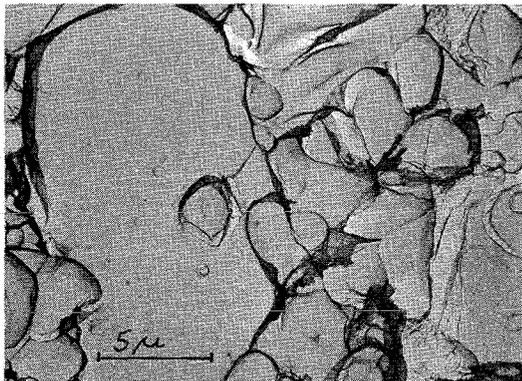


Bild 3 3000 : 1  
Bruchfläche in der Proben-  
mitte des Gewaltbruchs.

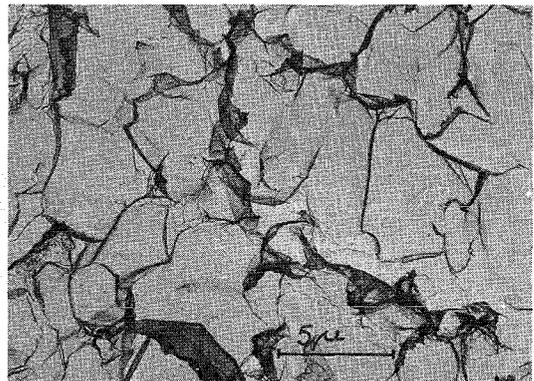


Bild 4 3000 : 1  
Bruchfläche in der Randzone  
des Spannungsrisses.

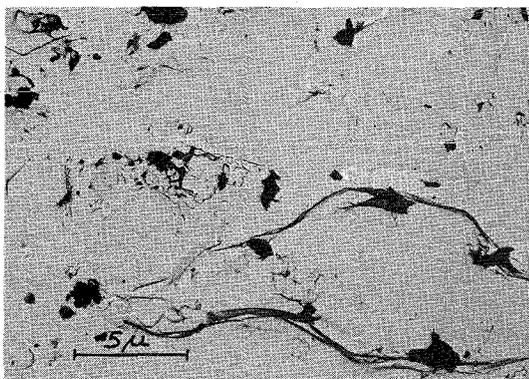


Bild 5 3000 : 1  
Zylindrische Oberfläche,  
Korngrenzen nicht erkennbar.

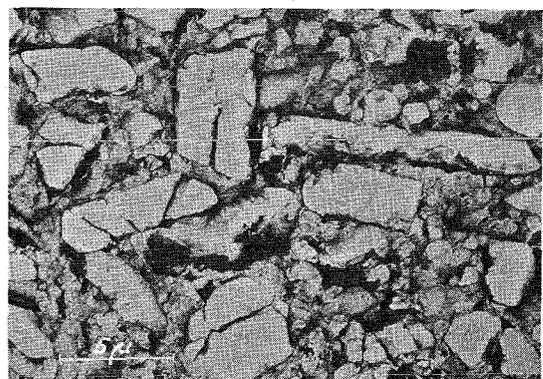


Bild 6 3000 : 1  
Kornzerkleinerung beim Pres-  
sen, Schliff eines Grünlings  
mit 10% Araldit verpreßt.

verdichtet durch Impulsbeschleunigung

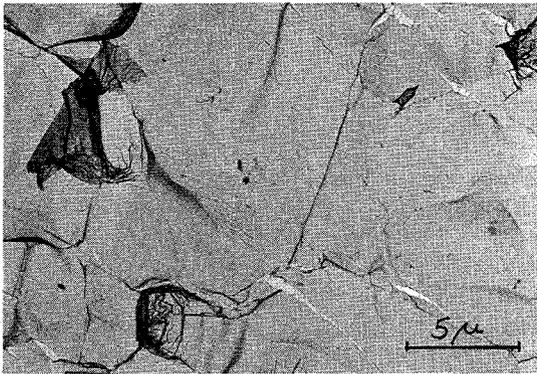


Bild 7 3000 : 1  
Bruchfläche in der Randzone,  
Mischbruch.

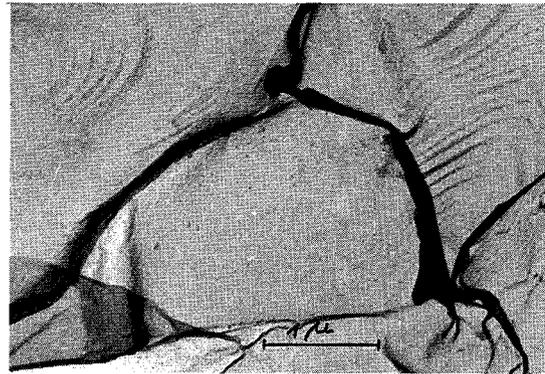


Bild 8 15 000 : 1  
Bruchfläche in der Randzone,  
interkristalliner Bruch.

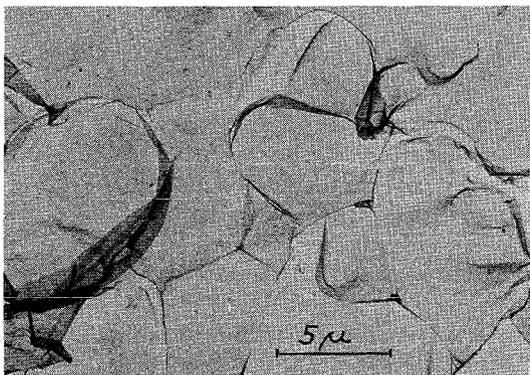


Bild 9 3000 : 1  
Bruchfläche in der Proben-  
mitte, interkristalliner Bruch.

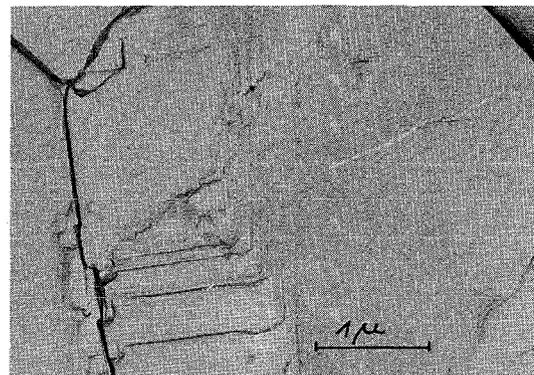


Bild 10 15 000 : 1  
Bruchfläche in der Proben-  
mitte, transkristalliner Bruch.

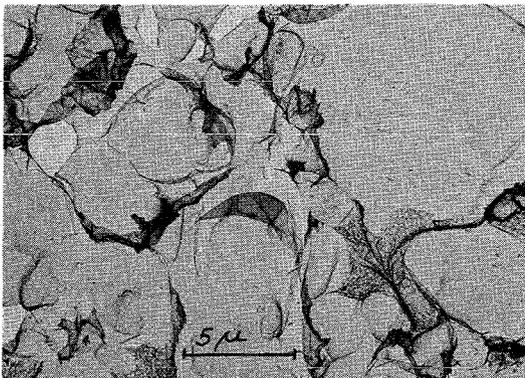


Bild 11 3000 : 1  
Zylindrische Oberfläche.