

KERNFORSCHUNGSZENTRUM

KARLSRUHE

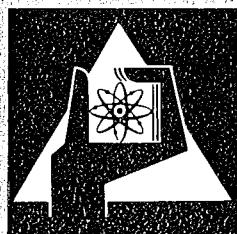
Juli 1974

KFK 2009

Institut für Material- und Festkörperforschung
Projekt Schneller Brüter

Über die spektralanalytische Untersuchung von
Korrosions- bzw. Diffusionszonen korrodierter
Hüllmaterialwerkstoffe unter Verwendung
einer Glimmentladungslampe

H. Schneider, H. Schumann



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

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 2009

Institut für Material- und Festkörperforschung

Projekt Schneller Brüter

Über die spektralanalytische Untersuchung von Korrosions- bzw.
Diffusionszonen korrodierter Hüllmaterialwerkstoffe unter Ver-
wendung einer Glimmentladungslampe

H.Schneider

H.Schumann

Gesellschaft für Kernforschung mbH., Karlsruhe

Zusammenfassung

Es wird eine spektralanalytische Methode zur Bestimmung des Verlaufs der Konzentration verschiedener Elemente in Korrosions- bzw. Diffusionszonen beschrieben, bei der die Anregung und der Abtrag mit Hilfe einer Glimmentladungslampe (RSV) über eine kreisrunde Fläche von 8 mm Durchmesser erfolgt. Mit dieser Methode wurden Hüllrohrproben der Werkstoffsorten 1.4970, 1.4988 und 1.4981 nach Korrosionsversuchen in Natrium untersucht. Die ersten Untersuchungen wurden mit einem Quarzspektrographen 110 M (Fa. Fuess) durchgeführt und der Verlauf der Elementkonzentrationen von Cr, Ni und Mn in den oberflächennahen Zonen bestimmt. Die weiteren Untersuchungen erfolgten unter Verwendung eines Vakuumspektrometers mit festeingestellten Spalten für ca. 10 Elemente (Fe, Cr, Mn, Ni, Mo, Nb, Ti, V, Co, B, C) und automatischer Messung der Intensitäten. Die genaue Arbeitsweise wird beschrieben und diskutiert. Die Konzentrationsprofile der Elemente in den Diffusionszonen von Korrosionsproben nach Einsatz in Natrium von 700°C werden in Diagrammen wiedergegeben.

On the spectrochemical investigation of corrosion- or diffusion zones of corroded cladding materials using a glow discharge lamp

Abstract

A spectrochemical method is described for the analysis of corrosion- or diffusion zones. The excitation and the removal are effected by a glow discharge lamp (Fa. RSV) over a spherical area of 8 mm diameter. Using this method cladding tube samples of stainless steel Nr.1.4970, 1.4988 and 1.4981 were analyzed after corrosion in sodium. Preliminary investigations were made by a quartz-spectrograph 110 M (Fa.Fuess) and the concentration levels of Cr, Ni and Mn in the surface layers were determined. Further investigations were carried out using a vacuum spectrometer with stationary slits for about 10 elements (Fe, Cr, Ni, Mn, Co, Nb, Ti, Mo, V, B and C) and automatic measurement of the intensities. Precise working instructions are described and discussed. The concentration profiles of the elements in the diffusion zones of corrosion samples after exposure in sodium at 700°C are plotted.

<u>Inhaltsverzeichnis</u>	Seite
1. Problemstellung und Auswahl der Methode	1
2. Eigene Versuche	2
2.1 Bestimmung der Konzentrationsprofile von Cr, Ni und Mn in korrodierten Hüllmaterialproben aus Versuch Seibersdorf 1.4 mit Hilfe eines Quarzspektrographen 110 M der Fa. Fuess in Verbindung mit einer Glimmentladungslampe	2
2.1.1 Verwendete Apparatur	2
2.1.2 Vorbereitung der Proben für die Messung	4
2.1.3 Messbedingungen	5
2.1.4 Aufstellung der Eichkurven	6
2.1.5 Ergebnisse	6
2.2 Bestimmung der Konzentrationsprofile von Cr, Ni, Mn, Nb, Mo, Ti, V, Co, B und C in korrodierten Hüllmaterialproben aus Versuch HT 0 - HT 2.2 mit Hilfe eines Vakuumspektrometers in Verbindung mit einer Glimmentladungslampe	7
2.2.1 Verwendete Apparatur	7
2.2.2 Messbedingungen	8
2.2.3 Aufstellung der Eichkurven	8
2.2.4 Die spektralanalytische Bestimmung der Elementkonzentrationen in den Korrosions- bzw. Diffusionszonen	10
2.2.5 Ergebnisse	13
3. Diskussion der Ergebnisse	17
Literatur	18
Abbildungen, Diagramme	

1. Problemstellung und Auswahl der Methode

Im Rahmen des bauzugehörigen SNR 300-Versuchsprogrammes werden Korrosionsversuche an den für die Hüllmaterialauswahl zur Diskussion stehenden Stahlsorten 1.4970, 1.4981 und 1.4988 in Natrium-Versuchskreisläufen durchgeführt. Bei diesen Korrosionsuntersuchungen interessieren neben den Korrosionsraten auch die Veränderungen des Gefüges und der Oberfläche. Neben den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen der Oberfläche werden energiedisperse Röntgenspektren aufgenommen [1], die Hinweise auf die Zusammensetzung der Oberfläche geben. Diese Informationen stammen aus einer Schicht von ca. 1 μm Tiefe, da der Elektronenstrahl eine Eindringtiefe von ca. 1 μm hat. Die metallographischen Gefügeuntersuchungen vermitteln ein Bild von den vorliegenden Strukturen und Phasen ohne jedoch Auskunft über die in bestimmten Tiefen vorliegenden Elementkonzentrationen geben zu können. Um Aussagen über die Konzentration der verschiedenen Elemente in Tiefen grösser 1 μm zu erhalten, wurden verschiedene Methoden angewandt. So werden diese Zonen vielfach mit Hilfe einer Mikrosonde untersucht, wobei man vorteilhafterweise mit einem Schrägschliff arbeitet [2]. Etwas problematisch ist die Bestimmung der Elementkonzentrationen in den oberflächennahen Zonen, da ein Elektronenstrahl von 1 μm Durchmesser Fluoreszenzstrahlung aus einer Halbkugel von 3 μm Durchmesser erzeugt. Eine andere Möglichkeit der Bestimmung der Konzentrationsprofile ist die Methode des sogenannten "Chemical Milling" [3]. Bei diesem Verfahren wird die Korrosions- bzw. Diffusionszone stufenweise mit Brom-Methanol gelöst und in der Lösung werden die Gehalte der interessierenden Elemente bestimmt. Diese Methode ist mitunter mit einem wenig gleichmässigen Abtrag über die Fläche verbunden und ausserdem sehr zeitaufwendig. Ein weiteres von Westinghouse angewandtes Verfahren ist die spektralanalytische Bestimmung der oberflächennahen Zonen während des Abtrags mit Hilfe einer Glimmentladungslampe [4].

Vergleicht man die drei geschilderten Methoden miteinander, so kann man folgendes feststellen: Die Untersuchungen mit der Mikrosonde liefern den Konzentrationsverlauf der verschiedenen Elemente von einem örtlich sehr begrenzten Bereich und erfordern Korrekturrechnungen für die Oberflächenkante der Probe. Die Methode des "Chemical Milling" liefert Informationen über den durchschnittlichen Konzentrationsverlauf der einzelnen Elemente über eine relativ grosse Fläche, der chemische Angriff erfolgt jedoch nicht ganz gleichmässig über der Fläche. Es muss ausserdem darauf

hingewiesen werden, dass mit Brom-Methanol nur metallische Matrix gelöst wird. Die Ausscheidungen bleiben ungelöst und werden daher nicht mitanalysiert (s. Abb. 1). Bei der spektralanalytischen schrittweisen Oberflächenanalyse unter Verwendung einer Glimmentladungslampe erfolgt der kathodische Abtrag auf einer Fläche von 8 mm Durchmesser überaus gleichmässig. Bei diesem Verfahren werden die Ausscheidungen miterfasst (s. Abb. 2). Da man bei laufendem Abtrag die in bestimmten Zeitabständen abgetragenen Elemente bestimmen kann, ist der Zeit- und Arbeitsaufwand für diese Methode, verglichen zu dem des "Chemical Milling" relativ gering.

Aus diesen Gründen haben wir uns entschieden, für die Untersuchung der Korrosions- bzw. Diffusionszonen der im Rahmen des SNR 300-Versuchsprogrammes anfallenden Korrosionsproben, das spektralanalytische Bestimmungsverfahren unter Verwendung einer Glimmentladungslampe einzusetzen.

2. Eigene Versuche

2.1 Bestimmung der Konzentrationsprofile von Cr, Ni und Mn in korrodierten Hüllmaterialproben aus Versuch Seibersdorf 1.4 mit Hilfe eines Quarzspektrographen 110 M der Fa. Fuess in Verbindung mit einer Glimmentladungslampe

In Versuch Seibersdorf 1.4 wurden Hüllrohrproben aus den Stahlsorten 1.4970, 1.4988 und 1.4981 auf ihr Verhalten in Natrium von 700°C nach 5 oostündigem Einsatz untersucht [5]. Proben aus diesem Versuch wurden auf ihre Gehalte an Cr, Ni und Mn in den Korrosions- bzw. Diffusions-schichten untersucht.

2.1.1 Verwendete Apparatur

Für diese ersten Arbeiten stand ein Quarzspektrograph 110 M der Fa. Fuess zur Verfügung. Als Anregung wurde eine Glimmentladungslampe von RSV im rechten Winkel zur optischen Achse des Spektrographen installiert und das Bild der Glimmentladung über einen Spiegel und ein Linsensystem auf dem Spalt des Spektrographen abgebildet. Die von der Firma RSV herge-

stellte Glimmentladungslampe wurde von W.Grimm [6] entwickelt. In Abb.3 ist eine schematische Darstellung wiedergegeben. Die Probe hat Kontakt mit der Kathode. Die Anode ist ringförmig ausgebildet (Durchmesser ca. 8 mm) und hat einen Abstand von der kathodisch geschalteten Probe von 0,2 mm. Sie arbeitet im abnormalen Bereich der Glimmentladung, in dem sich bei konstantem Strom der Gasdruck (Argon) und die Spannung gegenläufig ändern. Bei dem von der Fa. RSV gelieferten Gerät kann der Strom in festen Stufen eingestellt werden (z.B. 25, 50, 100, 150 mA) während die Spannung mit Hilfe des Gasdrucks einreguliert wird. Bei den angelegten Spannungen von ca. 500 - 1000 V sind die Argonionen so energiereich, dass sie beim Aufprall auf der Probenoberfläche Atome heraus schleudern, die in der Kathodenglimmschicht angeregt werden. Der Abtrag ist sehr gleichmässig über einer Fläche von 8 mm Durchmesser und kann durch Änderung der elektrischen Parameter variiert werden. Er ist materialabhängig und muss für jede untersuchte Materialsorte gesondert bestimmt werden.

Die Glimmlampe wurde von uns insofern abgeändert, als wir die Probe nicht mittels des Stempels direkt an die Lampe anpressten, sondern noch ein wassergekühltes Kupferteil dazwischenschalteten, um bei den von uns untersuchten Blechproben eine gute Wärmeabfuhr zu erzielen. Ausserdem wurde für die Dosierung des Argon-Gasstromes ein Feindosierventil der Fa. Air-Liquide eingebaut, da bei den über längere Zeiträume sich erstreckenden Messungen die Konstanz des Argondrucks nicht garantiert war. Hingewiesen muss noch darauf werden, dass für den Betrieb der Glimmentladungslampe hochreines Argon verwendet werden muss. Dies ist sehr wesentlich für die Bestimmung oxidationsempfindlicher Elemente in den rostfreien Stählen: Bei Verwendung eines nicht genügend sauerstoffarmen und nicht vollkommen trockenen Argons für den Betrieb der Glimmlampe erhält man erniedrigte Intensitäten. Ausserdem darf nach beendeter Untersuchung einer Probe diese nicht einfach abgezogen werden, so dass Luft in das Innere der Lampe gelangt. Es muss über eine separate Argonleitung die Kammer der Lampe mit Argon geflutet werden, um ein Eindringen von Luft und Feuchtigkeit zu verhindern.

Die Spektren der Glimmschicht wurden auf Platten aufgenommen. Es wurden Agfa-Gevaert SCIENTA-Platten 23 D 50 verwendet. Die Auswertung der Plat-

ten erfolgte mit Hilfe eines Doppelprojektors mit Photometriereinrichtung der Fa. Fuess.

2.1.2 Vorbereitung der Proben für die Messung

Die zu untersuchenden Korrosionsproben lagen in Form von Blechen und in Form von Röhrchen mit einem Durchmesser von ca. 5 mm vor. Bei Blechproben stellten wir fest, dass Bleche bis zu einer Dicke von ca. 0,4 mm eingesetzt werden können. Bei zu geringen Wandstärken erfolgte ein Ausbeulen des Bleches infolge der Erhitzung beim Abtrag und des unterschiedlichen Druckgefälles Atmosphäre - <5 Torr und dadurch eine Berührung des Anodenstutzens, so dass ein Kurzschluss entsteht. Die Rohrproben haben bei einem Durchmesser von ca. 5 mm eine Wandstärke von ca. 0,375 mm. Da der Grossteil der Korrosionsproben in Form von Rohrproben vorliegt, war es erforderlich, einen Weg zu finden, auch diese Proben mit Hilfe der Glimmentladungslampe untersuchen zu können.

Zu diesem Zweck wurden die Röhrchen vorsichtig aufgeschnitten und unter allerlei Vorsichtsmassnahmen zur Vermeidung einer Veränderung bzw. Verunreinigung der Probenoberfläche glattgewalzt. Da zur Abdichtung gegen die Atmosphäre die Probe einen Durchmesser von ca. 25 mm haben muss (Durchmesser Dichtring 20 mm), wurden aus dem vorliegenden Blechstreifen mit einem speziell angefertigten Werkzeug kreisrunde Ausschnitte von ca. 10 mm Durchmesser ausgestanzt. Der Durchmesser wird anschliessend auf das gewünschte Mass überdreht, dabei wird dem Metallplättchen eine konische Form mit breiterer Grund- als Oberfläche gegeben (s. Abb. 3). Diese Plättchen werden nun in Aussparungen kreisförmiger Kupferblöcke von ca. 30 mm Durchmesser und 5 mm Höhe genau eingepasst. In einem weiteren Arbeitsgang wurde der Cu-Block einem Pressdruck von 4 t/cm^2 ausgesetzt, wobei sich das weichere Cu über den konischen Probenrand schiebt und so das Plättchen fest in dem Cu-Block verankert. Während des Abtrags mit Hilfe der Glimmentladungslampe kann die Probe nun nicht mehr herausfallen.⁺)

⁺) Für diese Arbeiten und die Entwicklung dieser Arbeitsmethode sei dem Werkstattleiter der IMF-Werkstatt, Herrn Volk, herzlich gedankt.

2.1.3 Messbedingungen

Bei der Auswahl der Anregungsbedingungen für die Untersuchung von Stählen galten die Gleichmässigkeit des Abtrags und Vermeidung zu hoher Temperaturen als Kriterien. Versuche ergaben, dass mit Stromstärken von 100 mA ein länger andauernder Abtrag nicht möglich ist, da die Probe zu sehr überhitzt wird. J.D.Johnson und C.J.Bell [4] arbeiteten bei der Untersuchung von rostfreien Stählen mit 150 mA bei 500 V im Pulsbetrieb. Auch M.Dogan u.A. [7] empfehlen, bei der Untersuchung von Stählen im Pulsbetrieb zu arbeiten. Uns erschien es günstiger, mit kontinuierlicher Anregung, jedoch mit wesentlich niedrigerer Stromstärke zu arbeiten. Wir wählten eine Stromstärke von 50 mA und regelten mit Hilfe des Argondrucks die Spannung auf 1 kV ein. Unter diesen Bedingungen erhielten wir einen einwandfreien Brennfleck und konnten im Dauerbetrieb arbeiten. Eine Überprüfung des Abtrags, einerseits durch Wägung der abgetragenen Metallmenge, andererseits durch Messung der Schichtdicke mit Hilfe einer speziell angefertigten Mikrometerschraube, ergab bei wiederholten Messungen eine gleichmässige Abtragsrate von ca. 1 $\mu\text{m}/\text{min}$. auch bei relativ langen Abtragzeiten (60 min.).

Für die spektralanalytische Bestimmung der Elemente Cr, Ni, Mn erwies sich eine Belichtungszeit von 20 sec. als günstig. Bei Verwendung dieser Belichtungszeit lagen die Schwärzungen der zur Messung verwendeten Spektrallinien in einem günstigen Bereich. Es wurde mit einer Spaltbreite von 15 μm am Spektrograph und unter Verwendung des 3-Stufenfilters gearbeitet. Bei kontinuierlichem Abtrag wurde die Plattenposition alle 20 sec. um eine Spektrenhöhe verschoben, so dass praktisch der Konzentrationsverlauf in Schritten von jeweils ca. 0,33 μm festgehalten wurde.

Bei der nachfolgenden photometrischen Auswertung wurden folgende Spektrallinien als Messlinien verwendet:

Ni	341,4 nm
Mn	404,1 nm
Cr	430,0 nm

Die Chromintensität wurde als solche in die Eichkurve eingesetzt, während die Intensitäten des Nickels und Mangans auf die Intensität be-

nachbarter Eisenlinien bezogen und die entsprechenden Faktoren in den Eichkurven eingesetzt wurden.

2.1.4 Aufstellung der Eichkurven

Für die Aufstellung der Eichkurven wurden Bleche der Stahlsorten: 1.4970, 1.4981, 1.4988, 1.4541, 1.4301 und AGR 20/25 mit nasschemisch analysierten Werten verwandt. Die Spektren wurden nach einer Einbrennzeit von 10 min. aufgenommen. Da auch die unkorrodierten Proben Konzentrationsänderungen in den oberflächennahen Schichten aufweisen, wurde eine längere Einbrennzeit gewählt, um sicher in der Matrix zu sein. Die photometrisch bestimmten Schwärzungswerte bzw. Faktoren Schwärzung Element/Schwärzung Fe wurden gegen die Konzentration aufgetragen und im beobachteten Konzentrationsbereich lineare Eichkurven gefunden.

2.1.5 Ergebnisse

In den Diagrammen I - II sind die Konzentrationsverläufe der Elemente Cr, Ni und Mn in den Korrosionsproben aus dem Versuch Seibersdorf 1.4 zusammengestellt. Parallel zu den korrodierten Proben wurden die Ausgangsmaterialien in gleicher Weise analysiert, um festzustellen, ob schon auf Grund von Vorbehandlungen Konzentrationsänderungen bei einzelnen Elementen auftreten. In den Diagrammen ist der Verlauf der jeweiligen Elemente in der korrodierten Probe und im Ausgangsmaterial stets mit dem gleichen Symbol, jedoch im Ausgangsmaterial kleiner und mit geringerer Strichstärke gekennzeichnet.

Wie die Diagramme zeigen, treten nur bis in wenige μm Tiefe Konzentrationsänderungen auf:

Beim Werkstoff 1.4970 erreicht Chrom in 6 - 7 μm Tiefe die Matrixkonzentration, nachdem auf eine starke Verarmung bis in ca. 2 μm Tiefe eine Zone geringer Verarmung folgt. Nickel ist bis ca. 6 μm Tiefe verarmt. Mangan ist bis 2 μm Tiefe deutlich abgereichert. Hierauf wird nach ziemlich gleichmäßigem Anstieg in 6 μm Tiefe die Matrixkonzentration erreicht.

Beim Werkstoff 1.4988 ist Chrom bis 2 μm Tiefe stark verarmt und erreicht dann nach gleichmäßigem Anstieg in 5 - 6 μm Tiefe den Matrixwert. Nickel ist auch deutlich bis in ca. 6 μm Tiefe abgereichert.

Mangan zeigt auch hier eine deutliche Abreicherung bis 2 μm Tiefe, es folgt eine Zone geringer Verarmung bis in ca. 8 μm Tiefe.

Beim Werkstoff 1.4981 ist bei Chrom bereits in 2 μm Tiefe und bei Nickel in 4 μm Tiefe das Matrixniveau erreicht. Mangan ist bis 2 μm Tiefe deutlich abgereichert.

2.2 Bestimmung der Konzentrationsprofile von Cr, Ni, Mn, Nb, Mo, Ti, V, Co, B und C in korrodierten Hüllmaterialproben aus Versuch HT 0 - HT 2.2 mit Hilfe eines Vakuumspektrometers in Verbindung mit einer Glimmentladungslampe

Im Hochtemperaturversuchskreislauf der GfK wurden Hüllrohrproben der Werkstoffsorten 1.4970, 1.4981 und 1.4988 bei einer Na-Temperatur von 700°C getestet. Durch unterschiedliche, in den Hüllrohrproben eingeschlossene Helium-Mengen sollten verschiedene Spaltgasdrucke simuliert werden. Für die Untersuchung der Korrosions- bzw. Diffusionszonen standen Proben nach 335 h (HT 0), 2.500 h (HT 1), 3.750 h (HT 2.1) und nach 5.000 h (HT 2.2) Na-Einsatz zur Verfügung. In diesen Proben wurde der Konzentrationsverlauf der verschiedenen Elemente bestimmt.

2.2.1 Verwendete Apparatur

Für diese Arbeiten wurde ein Vakuumspektrometer, Typ SPV 1, der Fa. RSV in Verbindung mit einer Glimmentladungslampe verwendet. Der Vakuumspektrograph hat einen Spektralbereich von 110,0 - 400,0 nm in der 1.Ordnung und ist mit einem Konkavgitter in Paschen-Runge Aufstellung ausgerüstet. Der Spektrenausschnitt beträgt 800 mm. Es wurden Spalte und entsprechende Multiplier für die verschiedenen Elemente bei folgenden Spektrallinien gesetzt:

Fe	371,9 nm	Nb	313,0 nm
Cr	267,7 "	V	318,3 "
Ni	361,9 "	Ti	337,2 "
Mo	386,4 "	Co	340,5 "
B	182,589" 182,587"	C	165,7 "

Der Spektrograph ist gekoppelt mit einem Lichtelektrometer, Type Spektroprint, die Werte werden auf einem Kienzle-Springwagendrucker D 44 mit 450 mm Wagenbreite ausgedruckt.

Der Spektroprint erlaubt Messungen mit variabler Einbrennzeit und Messzeit. Darüber hinaus wurde für unsere besonderen Erfordernisse eine Schaltung eingebaut, die es ermöglicht, trotz Abnahme und Ausdrucks der Werte ohne Unterbrechung der Anregung zu arbeiten. Es ist also möglich, bei konstantem Betrieb der Glimmentladungslampe und damit konstantem Probenabtrag alle 20 sec. die auf den einzelnen Multipliern aufgelaufenen Werte nacheinander abzufragen und auszudrucken. Es ergibt sich somit ein zeitlicher Unterschied zwischen der Abnahme des ersten Wertes und des letzten Wertes von ca. 12 sec.

In Hinblick auf die Glimmentladungslampe gilt das unter 2.1.1 Gesagte.

2.2.2 Messbedingungen

Die Anregungsbedingungen für den Betrieb der Glimmentladungslampe waren die gleichen wie unter 2.1.2 beschrieben. Es ergaben sich unter diesen Bedingungen bei Verwendung der neuen Glimmentladungslampe Abtragsraten von ca. 1,4 $\mu\text{m}/\text{min}$. Die Einstellungen der Potentiometer am Spektroprint wurden für jeden Elementkanal so gewählt, dass der zur Verfügung stehende Messbereich durch die zu erwartende Konzentrationsspanne des betreffenden Elementes in den verschiedenen Legierungen ausgefüllt wurde. Diese Einstellungen sind naturgemäss sehr verschieden, da die Gehalte der zu bestimmenden Elemente vom ppm-Bereich bis in den 70%-Bereich variieren.

2.2.3 Aufstellung der Eichkurven

Die Aufstellung der Eichkurven erfolgte für die verschiedenen Legierungselemente ähnlich wie unter 2.1.4 beschrieben, unter Verwendung von Blechen der gleichen dort aufgeführten Stahlsorten. Die untersuchten Stahlsorten haben in der Matrix normalerweise Gehalte $<0,1\%$ C. Da jedoch in den oberflächennahen Zonen oft wesentlich höhere C-Gehalte auftreten, erfolgte die Aufstellung der Eichkurve für höhere Gehalte mit Hilfe von Eichproben der BAM (Spektraleichproben, Stahlreihe IV).

Die Elementkonzentrationen wurden wiederum nach einer mehrminütigen Einbrennzeit gemessen und die für die einzelnen Elemente erhaltenen Faktoren: I_E/I_{Fe} bzw. die Intensitäten direkt gegen die Konzentration aufgetragen.

Bei der Bestimmung des Bors ist es infolge der sehr niedrigen Konzentration erforderlich, mit sehr hoher Verstärkung zu arbeiten. Dadurch wird automatisch auch der Untergrund sehr erhöht, der jedoch infolge der geringen Elementkonzentration nicht ganz unterdrückt werden kann. Dieser hohe Untergrund macht eine Bestimmung über den Faktor unmöglich. Die über die Bor-Intensitäten direkt aufgestellte Eichkurve wurde durch photometrische Vergleichswerte auf ihre Richtigkeit überprüft:

Probe 24/74 1.4970 Charge 78419
spektralanalytisch: 31 ppm B
photometrisch: 31-32 ppm B.

Bei Proben, die in Cu-Blöcke eingepasst sind, kann es passieren, dass bei nicht völlig zentrischem Aufsetzen der Probe der Brennfleck das Kupfer berührt. Dadurch kann eine zu hohe Bor-Intensität vorgetäuscht werden, da die Bor-Linie 182,597 zur Messung benutzt wird und bei 182,63 eine Kupferlinie liegt. Auf diese Fehlermöglichkeit muss geachtet werden, am besten wäre die gleichzeitige Messung der Kupfer-Intensität.

Bei der Bestimmung des Kohlenstoffs wurden die Intensitäten direkt eingesetzt, da die für die Aufstellung der Eichkurve verwendeten Stahlproben Cr und Ni nur in Konzentrationen kleiner 1% enthielten und daher Fe als Bezugselement nicht sinnvoll war.

Bei der Bestimmung des Chroms ergaben die direkt gemessenen Intensitäten der verschiedenen Eichproben eine Eichkurve geringerer Streuung, als die Faktoren I_{Cr}/I_{Fe} . Auch hier ergaben sich in den betrachteten Konzentrationsbereichen lineare Eichkurven.

Um die Richtigkeit dieser Eichkurven zu überprüfen, wurde ein Stahl der Werkstoffnummer 1.4541 in gleicher Weise analysiert und die spektralanalytisch gefundenen Werte mit den nach konventionellen Methoden gefundenen Werten verglichen:

	RSV-spektralanalytisch	chemisch
C	0,038 %	0,038 / 0,037%
Mn	1,28 %	1,27 / 1,24 %
Ni	10,3 %	10,42 / 10,37 %
Cr	17,4 %	17,2 %
Co	0,135 %	0,12%
Ti	0,38 %	0,43%
B	<5 ppm	1 ppm

2.2.4 Die spektralanalytische Bestimmung der Elementkonzentrationen in den Korrosions- bzw. Diffusionszonen

Bei der Analyse von Korrosions- bzw. Diffusionszonen wird die Probe mit der gleichen Anregung, wie unter 2.1.3 angegeben, abgetragen. Nach Durchbrennen der obersten Oxidschicht wird die Spannung auf 1 kV eingestellt. Im Gegensatz zur Arbeitsweise bei der Aufstellung der Eichkurven wird nun nicht mit einer Einbrennzeit von 10 min. gearbeitet, sondern praktisch ohne Einbrennzeit werden alle 20 sec. Werte der verschiedenen Elemente abgefragt.

An dieser Stelle soll vielleicht kurz darauf eingegangen werden, nach welcher Einbrennzeit die gefundenen Werte als realistisch anzusehen sind. Nach M. Dogan u.A. [7] reicht bei Eisen eine Einbrennzeit von 20 sec. aus. Nach Grimm [6] ist bei Eisen nach einer Einbrennzeit von 90 sec. bei einer Stromstärke von 200 mA und einem Druck von 12 Torr Gleichgewicht erreicht.

Um festlegen zu können, nach welcher Brennzeit die angefallenen Werte zur Auswertung herangezogen werden können, haben wir ein Stahlblech 1.4981 bis zur Erreichung der Matrix abgetragen. Anschliessend wurde der Abtrag unterbrochen und nach erneutem Zünden die Einbrennkurve aufgenommen. Dieser Vorgang wurde mehrfach wiederholt. Es zeigte sich in allen Fällen das gleiche Bild:

sec.	I_C	I_{Cr}	I_{Ni}/I_{Fe}	I_{Mo}/I_{Fe}	I_{Mn}/I_{Fe}
0 - 20	2000	4671	1,245	1,51	1,02
20 - 40	2018	4684	1,26	1,48	1,01
40 - 60	2024	4680	1,26	1,48	1,01
60 - 80	2015	4679	1,26	1,48	1,01
80 - 100	2003	4677	1,26	1,48	1,01

Aus den gemessenen Werten geht hervor, dass nach 20 sec. das Gleichgewicht der Methode erreicht ist. Wir haben daher in der Regel bereits den zweiten Messwert (ca. 0,5 - 1,0 μ m) zur Auswertung herangezogen.

Es sollte vielleicht darauf hingewiesen werden, dass nach längeren Abschaltphasen (z.B. 1 h) erst nach ca. 2 min. konstante Werte bzw. Faktoren gemessen werden. Offensichtlich wird die Oberfläche durch Spuren von Feuchtigkeit, Öldämpfen bzw. Sauerstoff verunreinigt, da bei dem in der Lampe herrschenden Druck von <5 Torr noch ein endlicher Pegel an Verunreinigungen vorhanden ist.

sec.	I_C	I_{Cr}	I_{Ni}/I_{Fe}	I_{Mo}/I_{Fe}	I_{Mn}/I_{Fe}
0 - 20	8900	4264	1,4	1,23	0,82
20 - 40	3400	4595	1,31	1,39	0,92
40 - 60	2700	4653	1,3	1,43	0,95
60 - 80	2518	4646	1,3	1,43	0,96
80 - 100	2384	4642	1,295	1,43	0,97
100 - 120	2300	4629	1,295	1,45	0,97
120 - 140	2260	4625	1,295	1,45	0,97

Ausserdem wurden Überlegungen zur Richtigkeit der Methode nach extrem langem Abtrag angestellt. Bei der Untersuchung von Korrosionsproben zeigte es sich, dass es mitunter notwendig ist, den Konzentrationsverlauf einzelner Elemente bis in grosse Tiefen zu verfolgen. Dies gilt besonders für die Elemente Bor und Kohlenstoff. Bei diesen Elementen ergaben sich mitunter Konzentrationsänderungen bis in 100 μm Bereiche. Bei so hohem Abtrag wird selbstverständlich die Geometrie des Brennflecks verändert. M.Dogan u.A. [7] weisen auch auf die Begrenztheit der störungsfreien Betriebszeit hin. Wir haben nun folgende Vorkehrungen getroffen, um eine Verfälschung der gemessenen Werte zu verhindern:

1. Durch die Veränderung der Geometrie des Brennflecks verändern sich auch die elektrischen Verhältnisse, was sich durch eine Änderung der Spannung bemerkbar macht. Wir haben daher laufend die Spannung mit Hilfe des Argon-Feindosierventils auf den Wert von 1 kV nachreguliert.
2. Bei längerem Betrieb war bei fast allen Elementen ein stetiges, z.T. geringes Anwachsen der Intensitäten zu beobachten. Die Faktoren I_{El}/I_{Fe} bleiben trotzdem praktisch konstant:

μm	I_{Ni}/I_{Fe}	=	% Ni	I_{Mo}/I_{Fe}	=	% Mo
1	0,285		14,8	1,18		1,27
5	0,285		14,8	1,21		1,30
10	0,29		14,85	1,18		1,27
15	0,295		14,9	1,18		1,27
20	0,295		14,9	1,19		1,28
30	0,295		14,9	1,19		1,28
40	0,295		14,9	1,20		1,29
50	0,295		14,9	1,21		1,30

Es ist daher dieser Fehler bei allen Elementen, die über Faktoren bestimmt werden, berücksichtigt. Bei den direkt über die Intensität gemessenen Elementen kann man auch durch Bezug auf Eisen feststellen, ob es sich um einen echten Konzentrationsanstieg handelt oder ob bereits Matrixwerte erreicht sind.

3. Trotz dieser Vorkehrungen ist es nicht möglich, unbegrenzt lange einen Abtrag durchzuführen. Wir haben daher meist nach ca. 50 min. Abtrag die Messung unterbrochen und die Probe in der Werkstatt vorsichtig auf das Niveau des Brennflecks abdrehen lassen. Nach vorheriger Markierung war es möglich, den Abtrag an der gleichen Stelle weiter fortzusetzen:

	F _{Ni}	% Ni	F _{Mo}	% Mo	F _{Mn}	% Mn	F _{Nb}	% Nb
F vor Abtrag in 50 µm	1,3	16,2	0,465	1,66	1,05	1,34	0,95	0,69
F nach Abtrag ab 5 µm	1,28	16,0	0,475	1,68	1,00	1,28	0,95	0,69

Nach Abdrehen der Probe werden erst nach einigen µm Abtrag konstante Werte gemessen, da in diesem Fall zu der Verunreinigung der Oberfläche durch die Atmosphäre noch eine Verunreinigung durch die Bearbeitung hinzukommt.

Bei der Untersuchung von Korrosionsproben stellte es sich heraus, dass das Eisen in den äussersten Schichten oft deutlich an- oder abgereichert ist. Ein Bezug der übrigen Elementkonzentrationen auf eine in dieser Zone gemessene Eisen- Intensität hätte eine Verfälschung der Ergebnisse zur Folge. Es empfiehlt sich in solch einem Fall, die schon konstante Eisen- Intensität in etwas tieferen Zonen für die Faktorbildung heranzuziehen. Bei einer untersuchten Probe mit deutlicher Eisenanreicherung in der Randzone zeigte sich z.B. folgende Differenz beim berechneten Nickelwert, je nachdem welche Eisen-Intensität zur Faktorbildung herangezogen wurde:

	Fe-Int.	Ni-Int.	F	% Ni
1 µm Tiefe	5750	870	0,15	4,0
Matrix	5100		0,17	4,3

Bei dem angeführten Beispiel ist die Differenz zwischen der auf Grund der unterschiedlichen Eisenintensitäten berechneten Gehalte eventuell noch tragbar. Es muss jedoch in jedem Fall auf diese Fehlermöglichkeit geachtet werden.

2.2.5 Ergebnisse

Nach der beschriebenen Methode wurden nun 9 Proben untersucht. In folgender Aufstellung ist eine Übersicht über die untersuchten Materialien mit Chargen-Nummer und Probenposition gegeben:

HTO				HT 1			
A 64	1.4970	Charge	78419	1 B 15	1.4981	Charge	70015 1g
A 6	1.4988	"	70095	1 C 6	1.4981	"	70015 KV
A 48	1.4981	"	70015 KV				

HT 2.1				HT 2.2			
1 C 14	1.4981	"	70015 KV	0 A 20 K	1.4970	"	8-29052
				1 A 18 K	1.4981	"	70703
				8 A 32 K	1.4988	"	25116

In den Diagrammen III - XIV ist der Konzentrationsverlauf der verschiedenen Elemente aufgezeichnet. In allen Fällen wurden auch Proben der entsprechenden Chargen der Ausgangsmaterialien untersucht, da mitunter, z.B. beim Bor auch bei diesen bereits wesentliche Konzentrationsänderungen bis in ziemliche Tiefe im Vergleich zur Matrix auftreten. Auch in diesen Diagrammen ist der Verlauf der Konzentration der jeweiligen Elemente in der korrodierten Probe und im Ausgangsmaterial stets mit dem gleichen Symbol, jedoch im Ausgangsmaterial kleiner und mit geringerer Strichstärke, gekennzeichnet. Es wurden in den Diagrammen stets Elemente in verschiedenen Konzentrationsbereichen zusammengefasst, was verschiedene Masstäbe beim Auftragen der Konzentrationen erforderlich machte. Es sind daher in den meisten Diagrammen links und rechts verschiedene Konzentrationseinteilungen, die sich sinngemäss auf die dargestellten Elemente beziehen. Im einzelnen zeigen die Diagramme folgendes Bild:

Versuch HT 0

Beim Werkstoff 1.4970 ist bei den Elementen Chrom, Nickel, Mangan und Titan eine Abreicherung zu beobachten, die bis in eine Tiefe von 5 - 7 μm reicht. Bei Chrom folgt eine Zone geringer Verarmung, die sich bis in ca. 17 μm Tiefe erstreckt.

Molybdän zeigt eine Anreicherung in den Aussenzonen, die auch bis in ca. 7 μm Tiefe reicht.

Kohlenstoff zeigt ab ca. 8 μm Tiefe eine leichte Anreicherung bis auf 0,16% in ca. 15 μm Tiefe. Es folgt eine ganz allmähliche Erniedrigung, die auch in 60 μm Tiefe noch nicht den Matrixwert erreicht hat.

Bor ist in den Aussenzonen deutlich verarmt bis auf ca. 10 ppm im Vergleich zu einem Matrixwert von ca. 30 ppm. Ab 12 μm Tiefe erfolgt ein Konzentrationsanstieg, der in ca. 60 μm Tiefe das Niveau des Ausgangsmaterials erreicht. Es muss jedoch dabei darauf hingewiesen werden, dass auch das Ausgangsmaterial in dieser Tiefe noch eine Verarmung zeigt.

Beim Werkstoff 1.4988 ist bei Nickel praktisch keine Konzentrationsänderung eingetreten. Bei Chrom, Mangan, Niob und Vanadin ist eine Abreicherung zu beobachten, die bis in eine Tiefe von 6 - 7 μm reicht. Beim Chrom folgt eine Zone geringer Verarmung bis ca. 10 μm Tiefe. Bei Molybdän ist eine Anreicherung bis in eine Tiefe von ca. 6 μm erfolgt. Kohlenstoff weist bis 6 μm Tiefe eine deutliche Verarmung auf, steigt jedoch anschliessend im beobachteten Bereich bis 12 μm Tiefe auf 0,1% an.

Beim Werkstoff 1.4981 zeigt Nickel nur bis ca. 3 μm Tiefe eine nennenswerte Verarmung, der Matrixwert wird in ca. 7 μm Tiefe erreicht. Chrom, Mangan und Niob zeigen bis in 6 - 7 μm Tiefe eine deutliche Verarmung, wobei sich die Chromkonzentration erst in 13 μm Tiefe dem Matrixwert angeglichen hat.

Molybdän zeigt in ca. 3 μm Tiefe ein Konzentrationsmaximum (ca. 0,4% über dem Matrixwert), der Matrixwert wird in 6 - 7 μm Tiefe erreicht. Der Kohlenstoff ist insgesamt angereichert, mit einem Konzentrationsminimum zwischen 3 und 4 μm Tiefe (Matrixwert). Der höchste Wert wird nach relativ gleichmässigem Anstieg in ca. 10 μm Tiefe erreicht. Anschliessend ist eine allmähliche Konzentrationsabnahme zu beobachten, die in ca. 35 μm Tiefe auf den Matrixwert kommt (Dieser Wert ist aus dem Diagramm nicht mehr zu entnehmen.).

Versuch HT 1

Bei den aus Versuch HT 1 stammenden Proben handelt es sich um den Werkstoff 1.4981, einmal im lösungsgeglühten und einmal im kaltverformten Zustand. Dieser Unterschied in der Vorbehandlung macht sich bereits im Verlauf z.B. der Chrom- und Niobkonzentration im Ausgangsmaterial bemerkbar.

Bei den korrodierten Proben fällt auf, dass bei der Probe im kaltverformten Zustand die Metallkonzentrationen bereits in wesentlich geringerer Tiefe die Matrixwerte erreichen. Die Kohlenstoffkonzentration steigt in der kaltverformten Probe in ca. 4 μm Tiefe bis auf 0,1% an und bleibt im beobachteten Bereich bis ca. 22 μm Tiefe auf diesem Niveau.

Im lösungsgeglühten Zustand liegt das Niveau des Kohlenstoffgehaltes in 1 μm Tiefe bei ca. 0,4%, fällt dann bis in 3 μm Tiefe auf ca. 0,16 ab, worauf ein erneuter Anstieg bis auf ca. 0,25% in 6 μm Tiefe folgt. In 13 μm Tiefe ist er bereits auf ca. 0,1% abgesunken und erreicht in ca. 35 μm Tiefe den Matrixwert von 0,06%.

Bei Nickel ist in der kaltverformten Probe nur eine geringfügige Konzentrationsänderung bis ca. 5 μm zu beobachten, während im lösungsgeglühten Zustand eine deutliche Abreicherung bis in eine Tiefe von ca. 12 μm erfolgt ist. Ein ähnlich unterschiedliches Bild zeigt Molybdän. Im kaltverformten Zustand ist es in den obersten Schichten bis 3 μm Tiefe um max. 0,5% abgereichert, während bei der lösungsgeglühten Probe nur in den äussersten Schichten (bis ca. 3 μm Tiefe) eine in Bezug auf den Matrixwert geringfügige Verarmung um ca. 0,3% erfolgt ist. Es folgt eine Anreicherung um max. 0,4% in 4 μm Tiefe, die verlaufend in einer Tiefe von ca. 15 μm den Matrixwert erreicht.

Die Elemente Chrom, Mangan und Niob erreichen nach deutlicher Abreicherung in der Aussenzone in der kaltverformten Probe in ca. 4 - 5 μm Tiefe die Matrixkonzentrationen. Bei der lösungsgeglühten Probe ist bei den Elementen Chrom, Mangan und Niob eine deutliche Abreicherung bis in eine Tiefe von 7 - 8 μm feststellbar, die von einer Zone geringer Verarmung abgelöst wird. Die Matrixwerte werden in einer Tiefe von 20 - 30 μm erreicht.

Versuch HT 2.1

Die aus dem Versuch HT 2.1 stammende kaltverformte Probe zeigt bei den Elementen Chrom, Nickel, Mangan und Niob eine deutliche Abreicherung in den Aussenzonen. Nach gleichmässigem Konzentrationsanstieg werden in ca. 20 μm Tiefe die Matrixkonzentrationen erreicht.

Bei Molybdän zeigt sich eine Abreicherung bis in 3 μm Tiefe um ca. 0,4%, die von einer Anreicherung bis auf ca. 2,1% in 7 μm Tiefe abgelöst wird. Anschliessend wird nach allmählicher Konzentrationserniedrigung der Matrixwert in ca. 18 μm Tiefe erreicht.

Der Kohlenstoff ist in den Aussenzonen auf ca. die Hälfte seiner Matrixkonzentration erniedrigt, nach allmählichem Anstieg erreicht er diese in ca. 15 μm Tiefe.

Versuch HT 2.2

Bei allen drei untersuchten Werkstoffsorten ist in den oberflächennahen Zonen eine starke Ni- und Cr-Verarmung zu beobachten, die bis in einen Bereich von ca. 3 - 7 μm reicht (1.4970 ca. 5 - 6 μm , 1.4981 ca. 3 - 4 μm , 1.4988 ca. 6 - 7 μm). Es folgt eine Zone geringer Verarmung, die beim Ni nach ca. 30 - 40 μm und beim Cr nach ca. 35 - 40 μm die Matrixwerte erreicht. Einen ähnlichen Verlauf zeigen die Elemente Mn, Nb, V und Ti, während Mo bei allen drei Materialien in den oberflächennahen Zonen angereichert ist, wobei beim Material 1.4981 und 1.4988 deutlich ein Konzentrationsmaximum bei ca. 4 - 5 μm Tiefe zu beobachten ist.

Bor ist im Material 1.4970 in der korrodierten Probe und auch im Ausgangsmaterial deutlich abgereichert. Der Matrixwert von ca. 55 ppm ist beim Ausgangsmaterial auch in 35 μm Tiefe noch nicht erreicht. In der korrodierten Probe liegt er in 150 μm Tiefe bei einem Wert von 22 ppm. Photometrisch überprüft, entspricht dieser Wert dem ungefähren Durchschnittswert der korrodierten Probe.

Interessant ist der Verlauf der Kohlenstoffkonzentration. Nach Abreicherung in den ersten μm -Schichten unter der Oberfläche zeigt er bei allen drei Materialien einen Konzentrationsanstieg auf über das Doppelte seines Gehaltes im Ausgangsmaterial, der in einem Bereich von ca. 30 - 35 μm seinen höchsten Wert erreicht. Von da ab wird ein allmählicher, mehr oder weniger gleichmässiger Konzentrationsabfall beobachtet,

der jedoch auch in einer Tiefe von 140 μm noch nicht den Gehalt im Ausgangsmaterial erreicht (s. Abb. 4). Wie parallel bestimmte coulometrische Werte zeigen, liegen die über die Gesamtwandstärke bestimmten Kohlenstoffgehalte in den korrodierten Proben deutlich über den Gehalten in den Ausgangsmaterialien.

Neben den in den Diagrammen aufgeführten Elementen wurde beim Werkstoff 1.4981 und 1.4988 auch der Verlauf der Kobalt-Konzentration bestimmt. Es zeigte sich, dass eine Kobalt-Anreicherung auf ca. das Doppelte des Matrixwertes in den oberflächennahen Zonen erfolgt ist. Beim 1.4981 reicht diese Anreicherung bis in eine Tiefe von ca. 3 μm , beim 1.4988 bis in ca. 7 μm Tiefe. Bei den entsprechenden Ausgangsmaterialien war kein Kobalt-Konzentrationsgefälle zu beobachten.

3. Diskussion der Ergebnisse

Mit der beschriebenen Methode ist es möglich, die Konzentrationen verschiedener Elemente kontinuierlich in Abständen $< 1 \mu\text{m}$ zu bestimmen. Mit relativ geringem apparativen Aufwand wurden nach der unter 2.1 beschriebenen Methode die Elemente Nickel, Chrom und Mangan bestimmt. Die Auswertarbeit ist bei dieser Methode sehr zeitaufwendig und da die Auswertung über die Messung der Schwärzung erfolgt, wohl auch nicht so genau, wie bei der unter 2.2 beschriebenen Methode. Hier werden die Intensitäten über Sekundärelektronenvervielfacher gemessen und über den Spektroprint ausgedruckt. In einem Arbeitsgang werden bis zu 10 Elemente gemessen, wobei auch die Bestimmung von Elementen möglich ist, deren Messlinien soweit im UV-Bereich liegen, dass ihre Messung nur im Vakuum und über SEV erfolgen kann. Dies gilt vor allem für Kohlenstoff und Bor. Speziell für diese Elemente ergaben die vorliegenden Messungen neue und interessante Konzentrationsverläufe.

Wie Vergleiche mit metallographischen Aufnahmen zeigten, entsprechen den Zonen veränderter Struktur die Bereiche unterschiedlicher Elementkonzentrationen in Hinblick auf die Matrixwerte. Dieser Bereich lässt sich metallographisch noch in eine äussere Ferritschicht und in eine Zone veränderter Korngrenzen unterteilen. An folgendem Beispiel soll das deutlich gemacht werden: Das Schliffbild der Probe 8 A K des Werk-

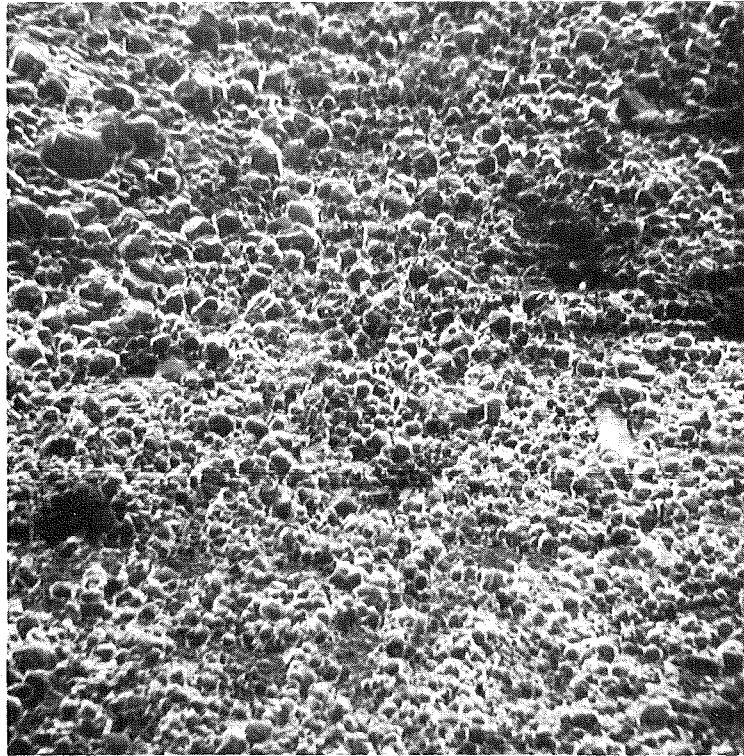
stoffs 1.4988 Ch. 25116 aus Versuch HT 2.2 zeigt eine ferritische Schicht von 5 - 7 μm Dicke. Es folgt eine ca. 30 μm tiefe Zone mit Veränderungen an den Korngrenzen (s. Abb. 4)⁺). Vergleicht man diese Bereiche mit den spektralanalytisch bestimmten Konzentrationsprofilen der verschiedenen Elemente, so sieht man, dass die Bereiche starker Verarmung der Ferritschicht entsprechen und die Zonen geringer Verarmung der Zone veränderter Korngrenzen.

Literatur

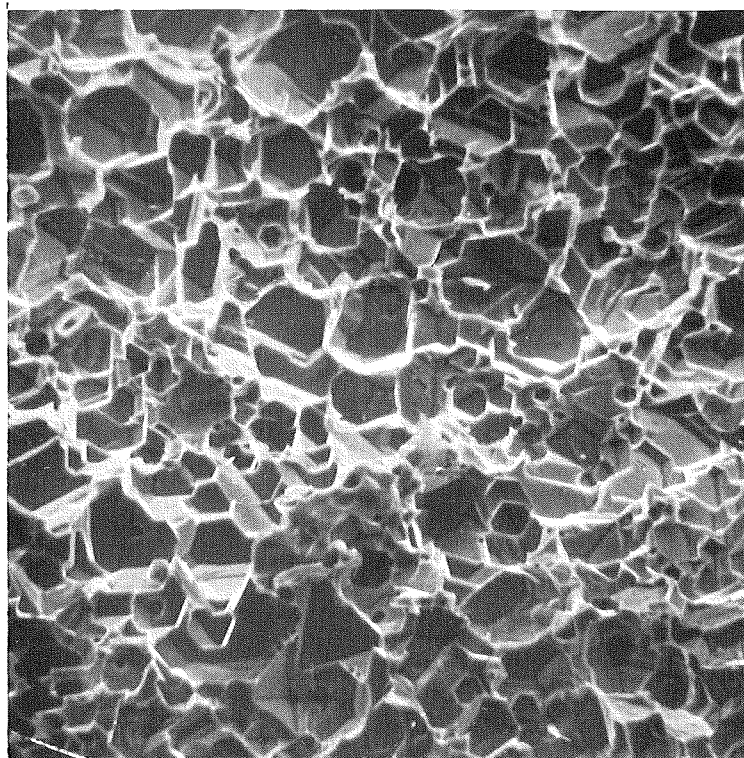
- [1] Berkey E. and Whitlow G.A.,
Chemical Aspects of Corrosion and Mass Transfer in Liquid Sodium.
S.A.Jansson, ed. Metallurgical Society of AIME New York, 1973, 65-100
- [2] Brush E.G.,
GEAP - 4832
- [3] Belle C.J., Johnson J.D.,
Advances in the sequential Surface Analysis of Metal Alloys by
ultrasonic chemical Milling, 21.Pittsburgh Conference on Applied
Spectroscopy 1970
- [4] Johnson J.D., Belle C.J.,
The Sequential Surface Analysis of Metal Alloys by Glow Discharge Emission
Spectrography , 21.Pittsburgh Conference on Applied Spectroscopy 1970
- [5] Borgstedt H.U., Dietz W.,
KFK 1932, 1974
- [6] Grimm W.,
Spectrochimica Acta 23 B, 443, 1968
- [7] Dogan M., Laqua K., und Massmann H.,
Spectrochimica Acta 27 B, 65, 9972

⁺) Für die Überlassung dieser Aufnahme danken wir Herrn
Dr. Borgstedt.

REM - Oberflächenuntersuchung einer Stahlprobe nach „Chemical Milling“



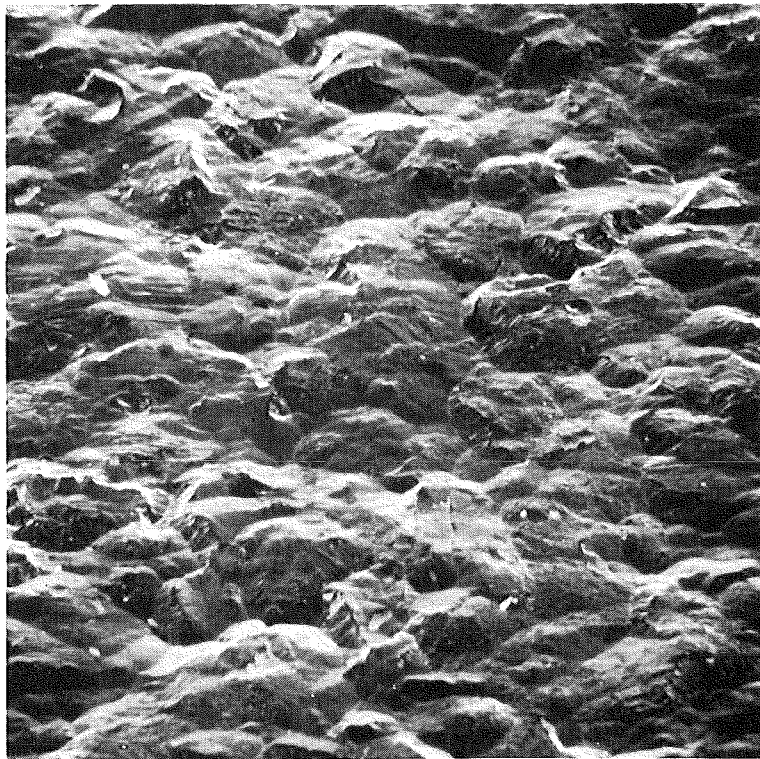
160 : 1



800 : 1

Abb. 1

REM - Oberflächenuntersuchung
einer Stahlprobe nach Abtrag
mit Hilfe der RSV - Glimmentladungslampe



575 : 1

Abb. 2

Maßstab 2:1

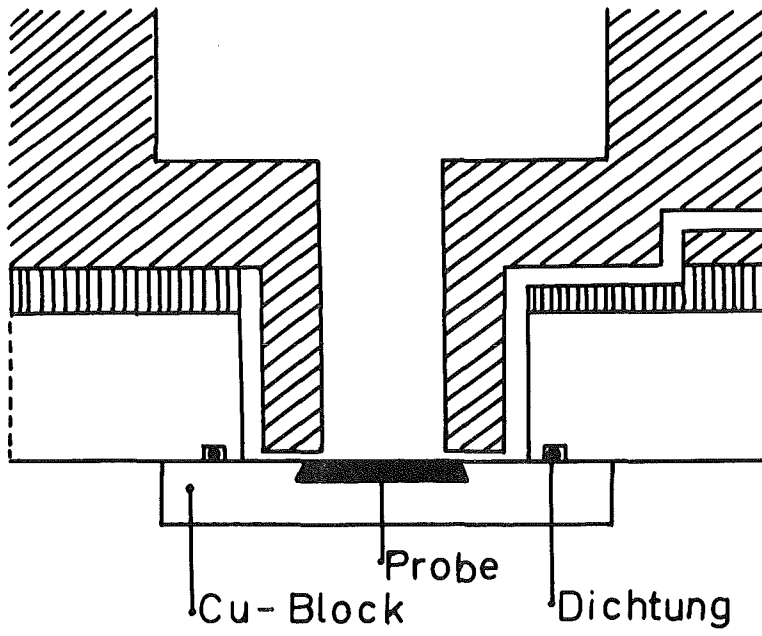
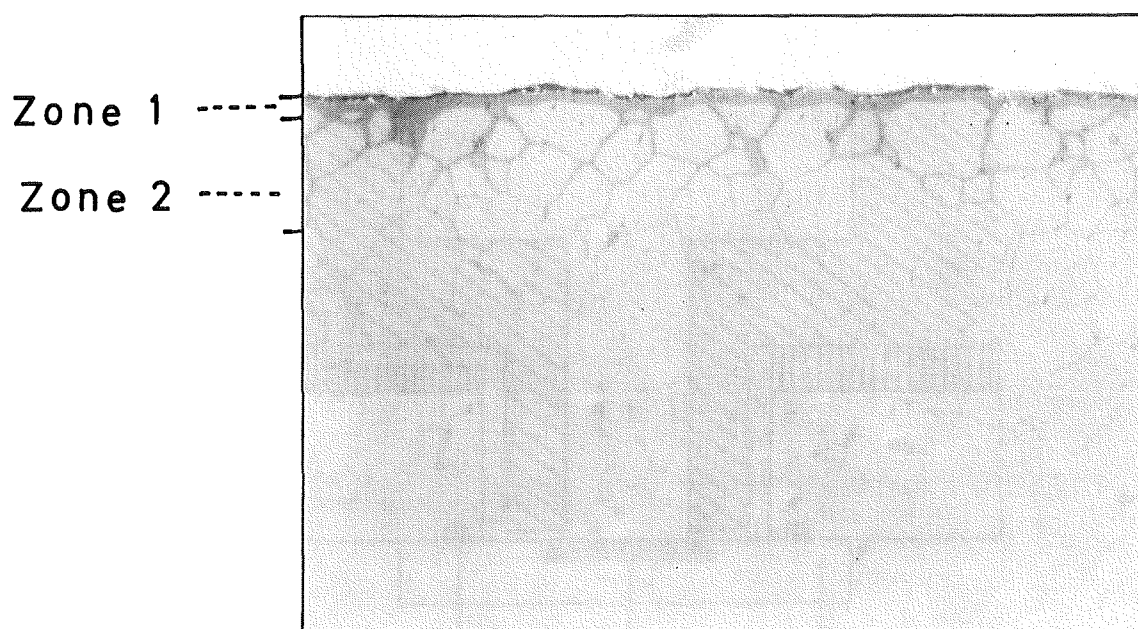


Abb. 3

Schliffbild

HT 2.2 Pr. 8 A 32 K

1.4988 Ch 25116



500 x

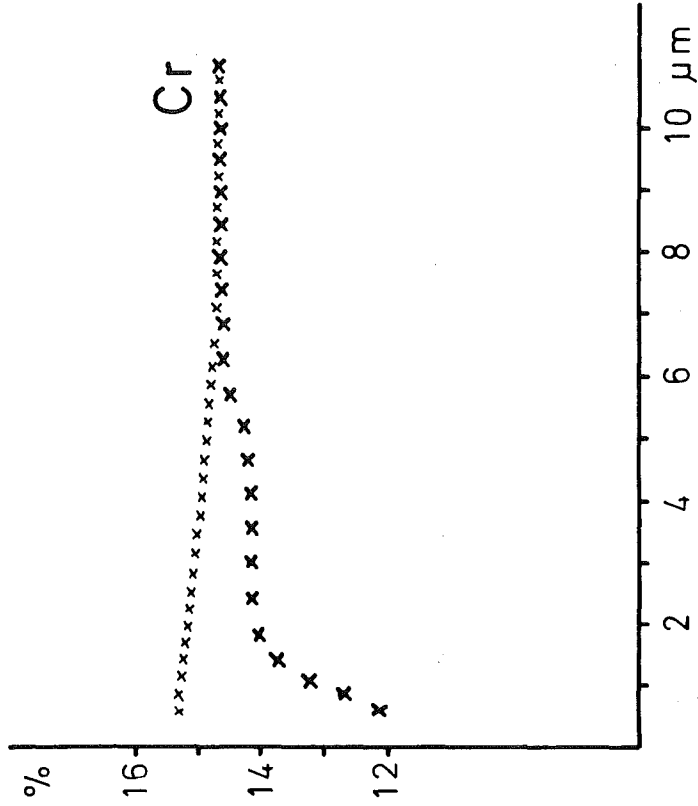
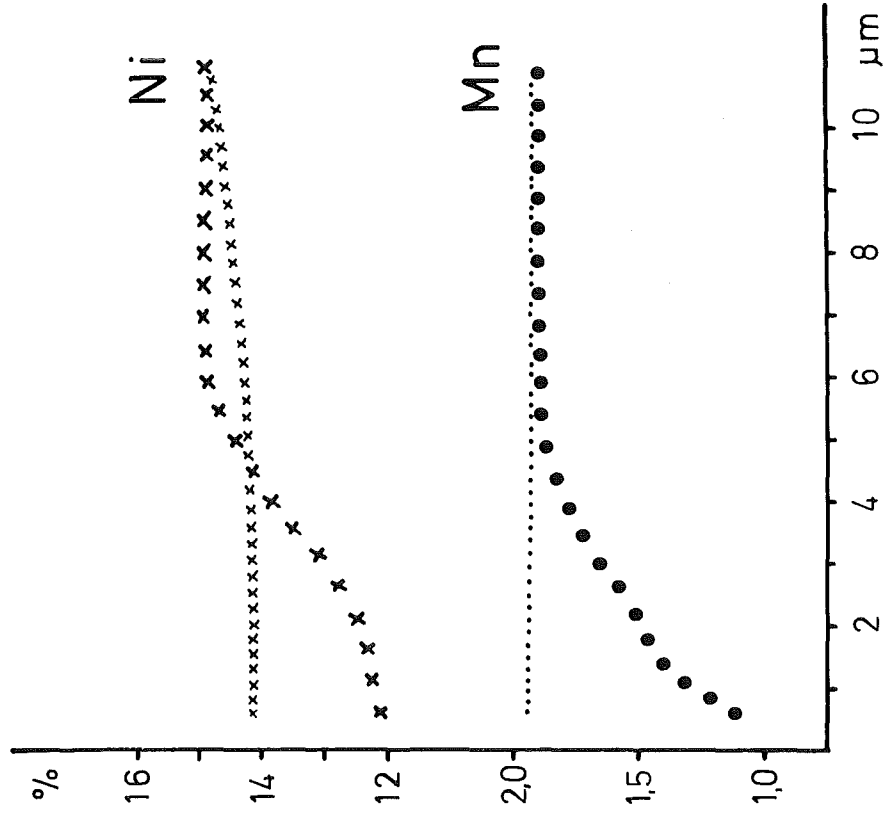
Zone 1 = 5 - 7 mm
Ferritschicht

Zone 2 = ca 30 mm
Zone veränderter Korngrenzen

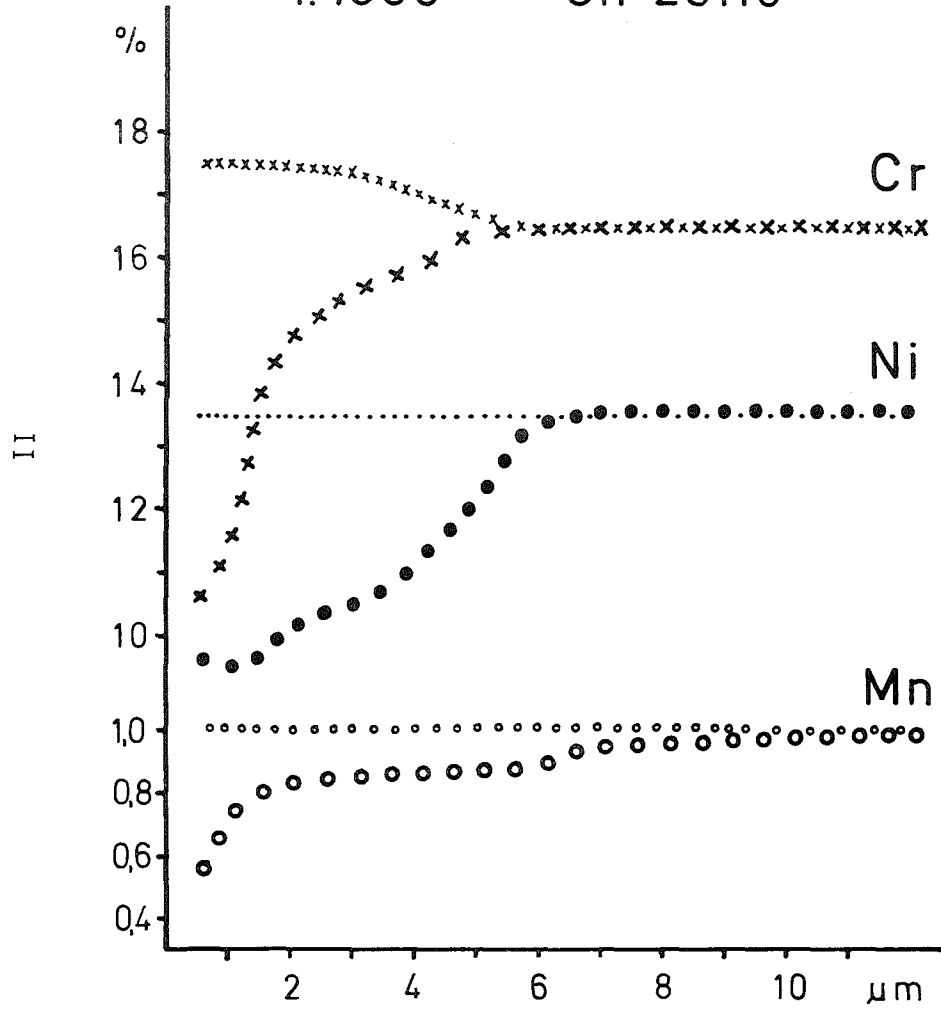
Abb. 4

SGAE 1.4

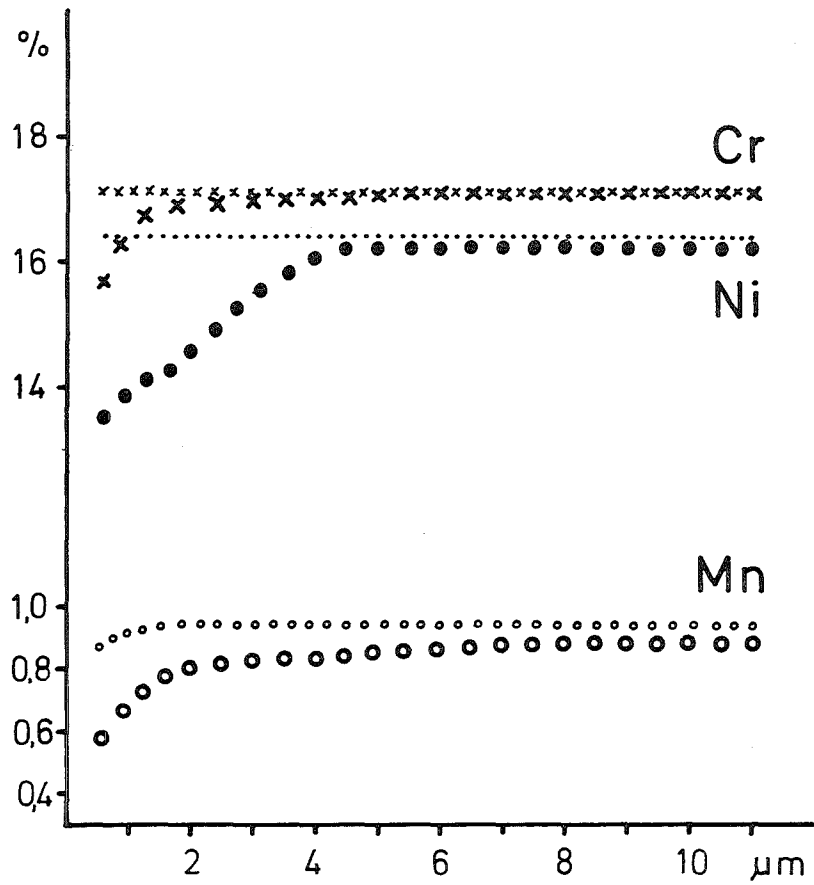
1.4970 Ch 8 - 29052

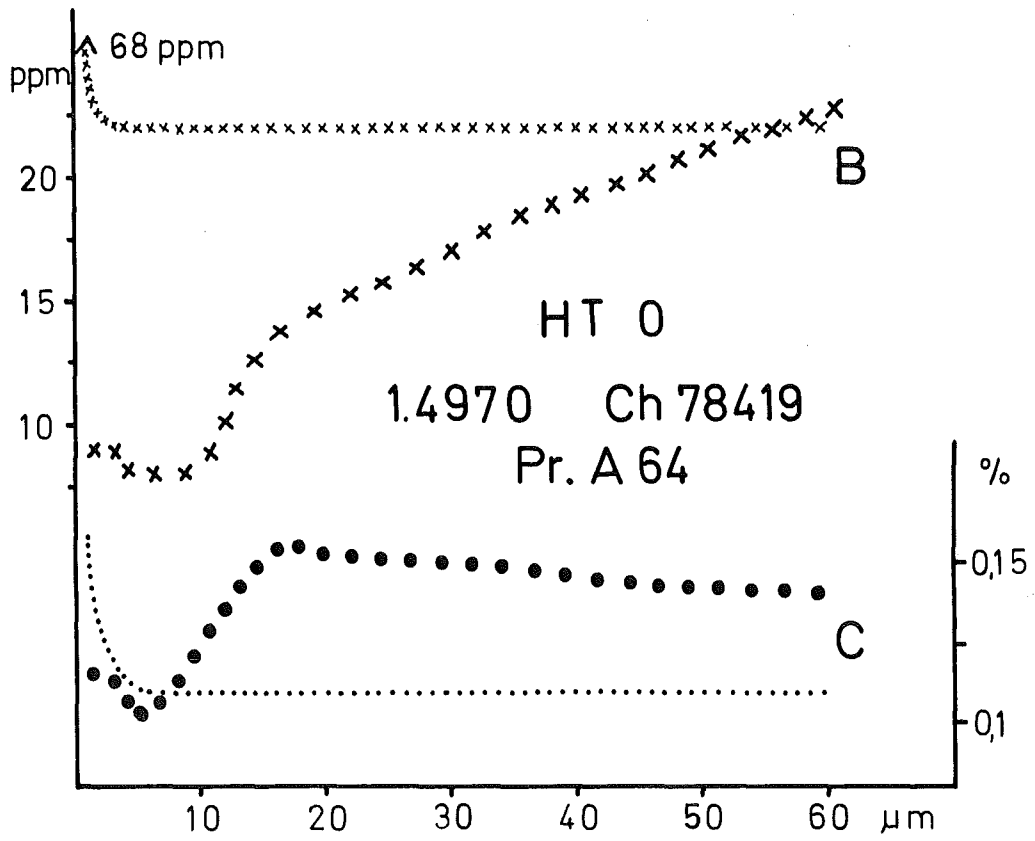


SGAE 1.4
1.4988 Ch 25116

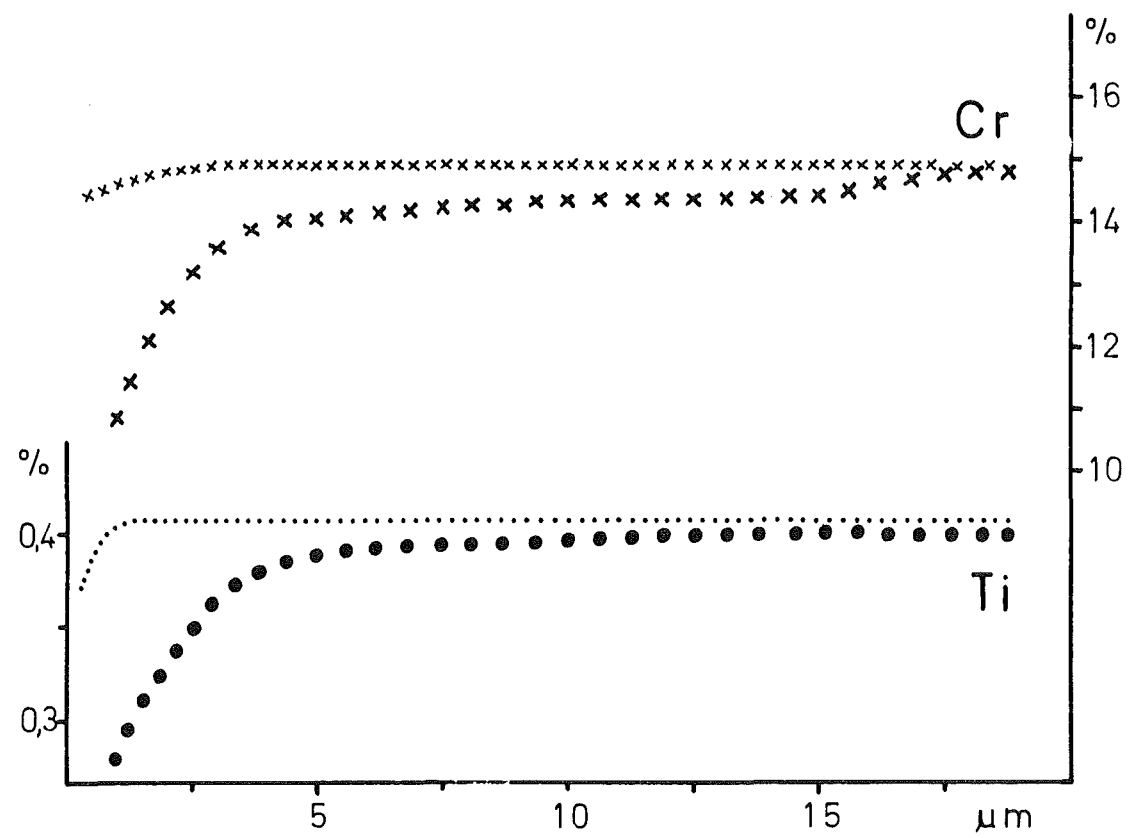
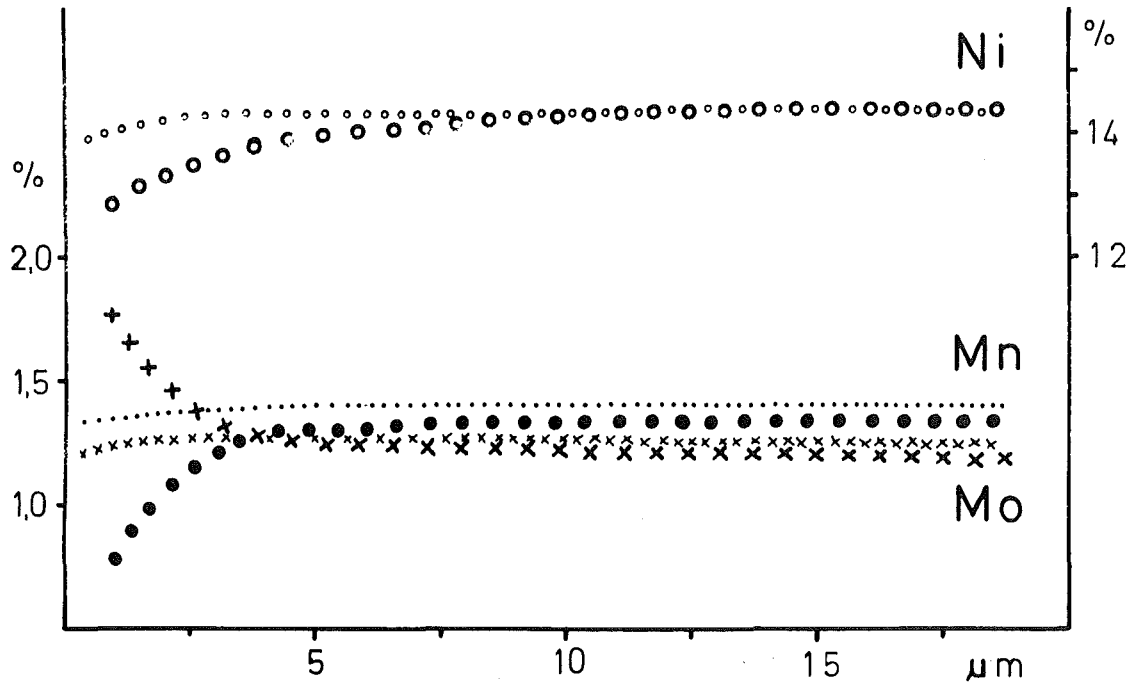


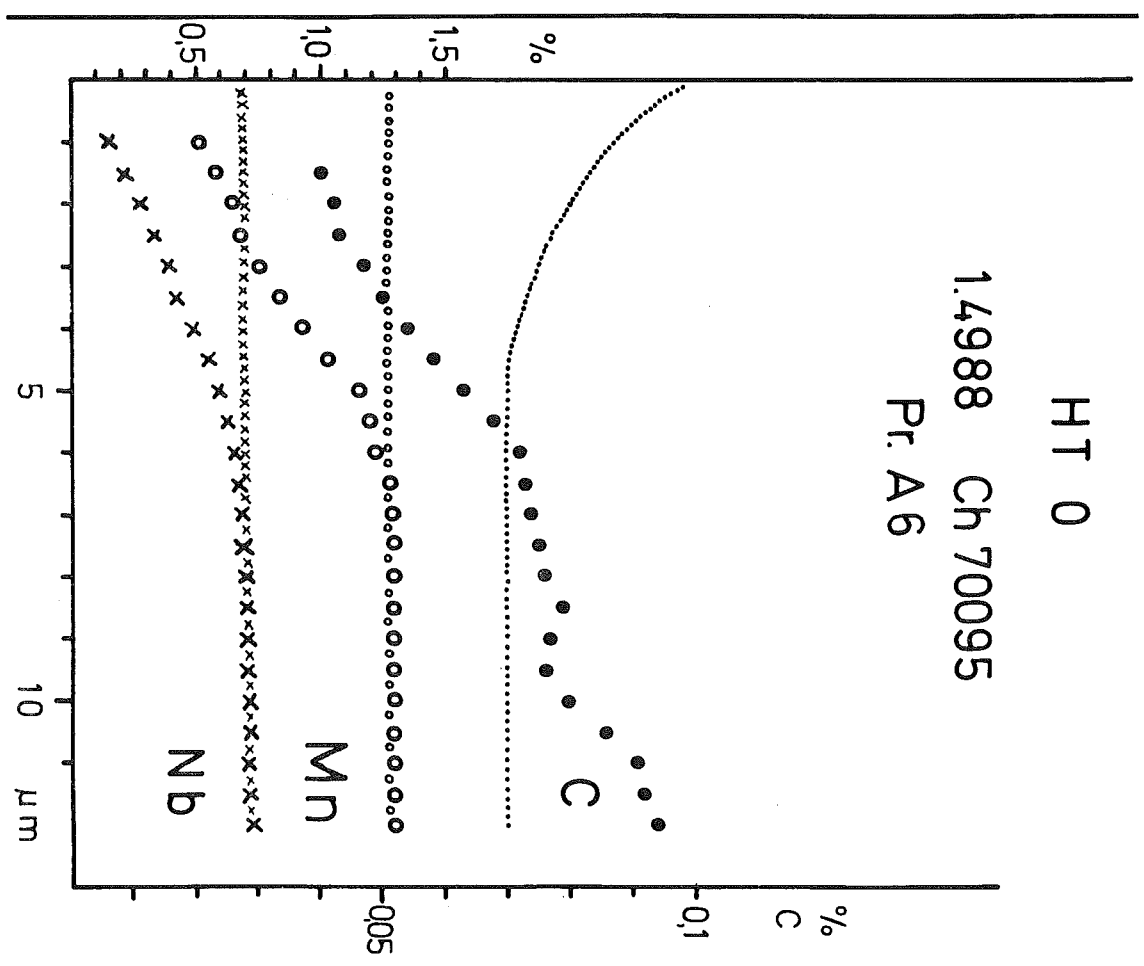
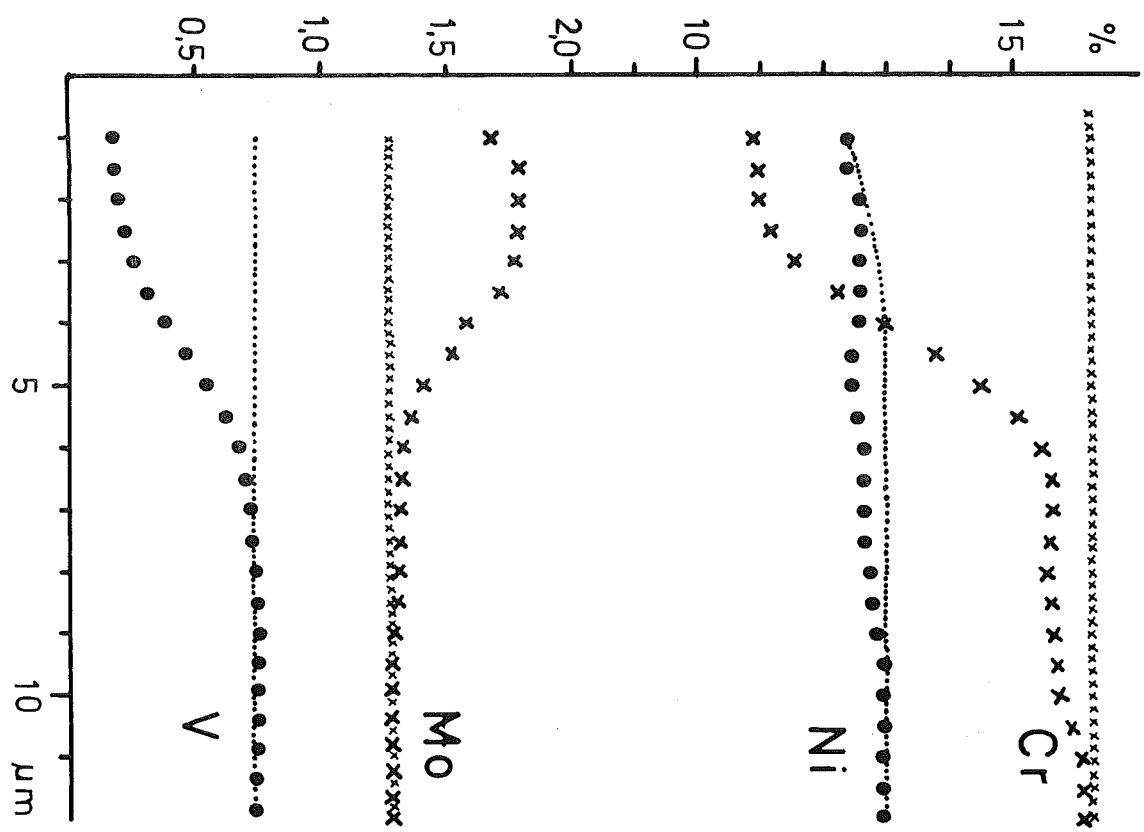
SGAE 1.4
1.4981 Ch 70703

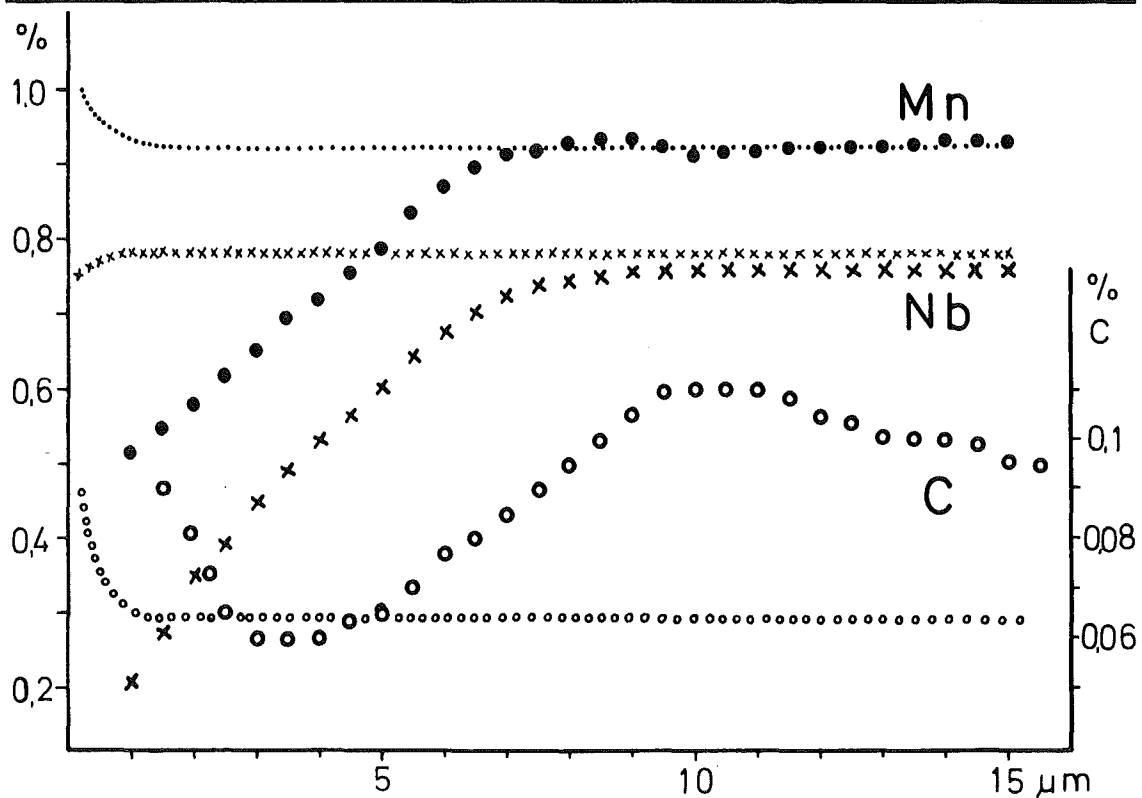
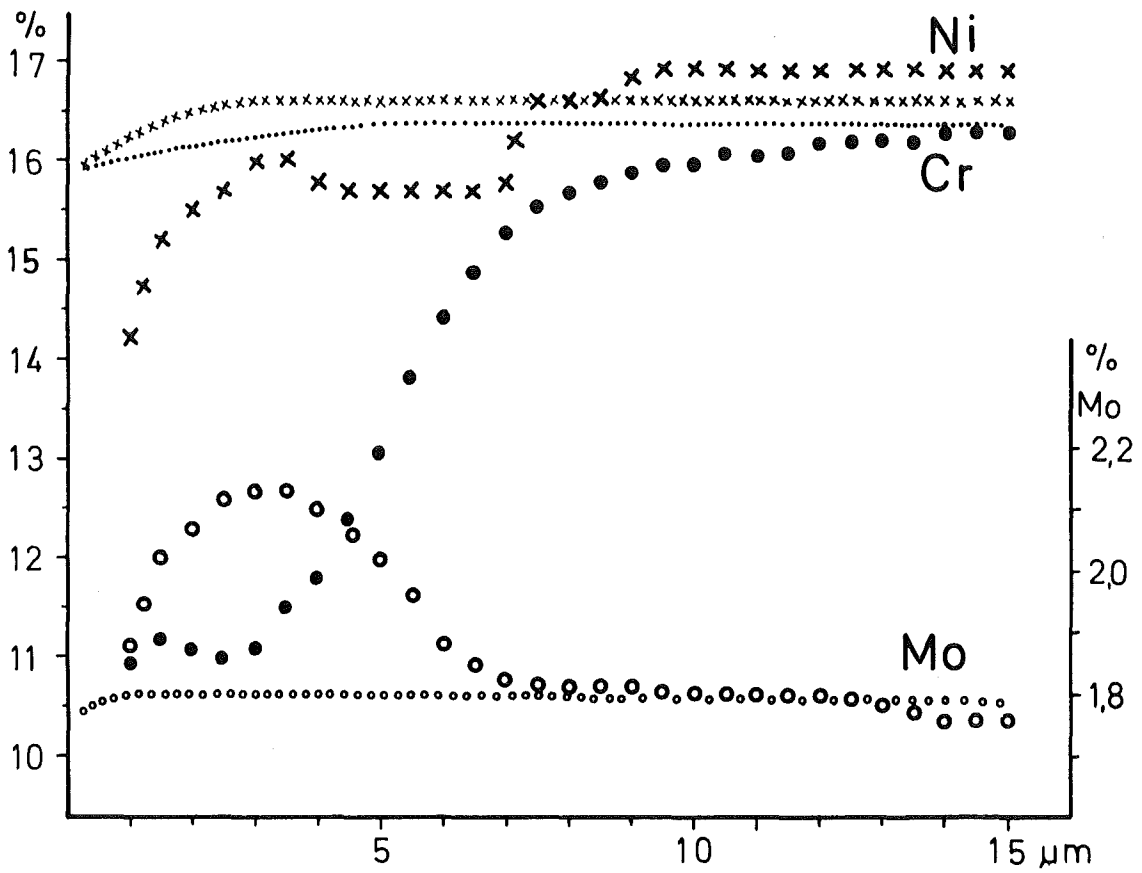




HT 0
1.4970 Ch 78419 Pr. A 64

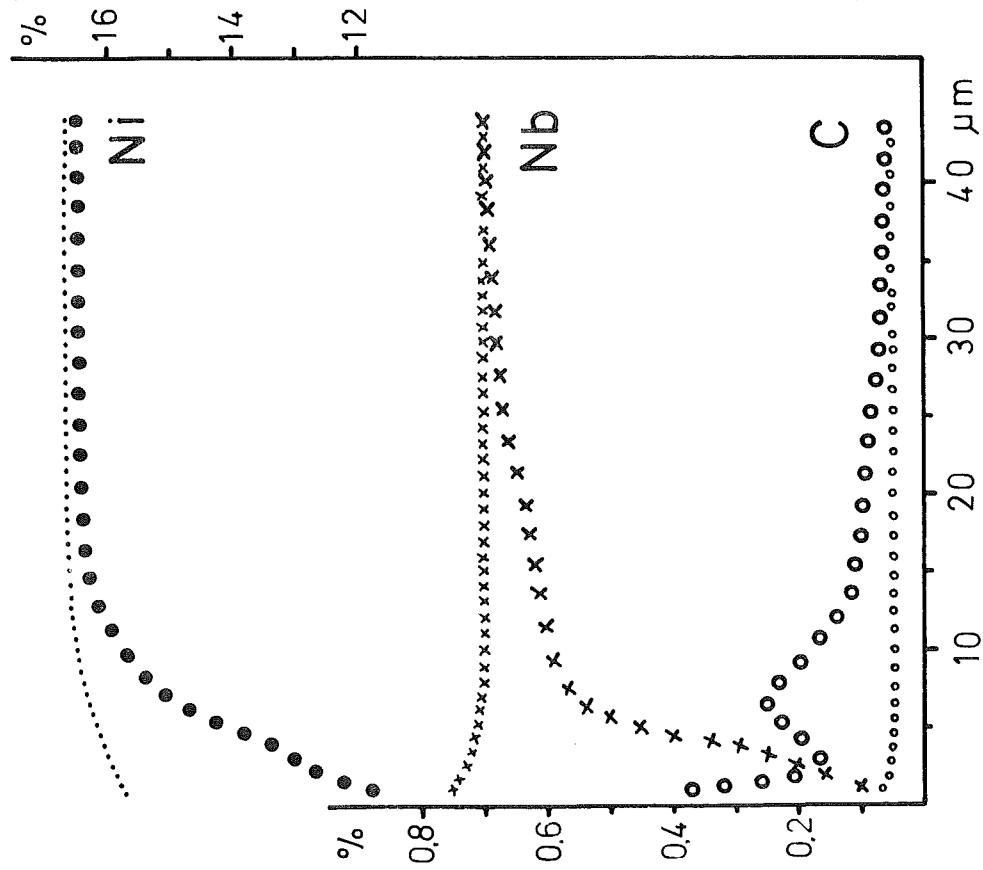
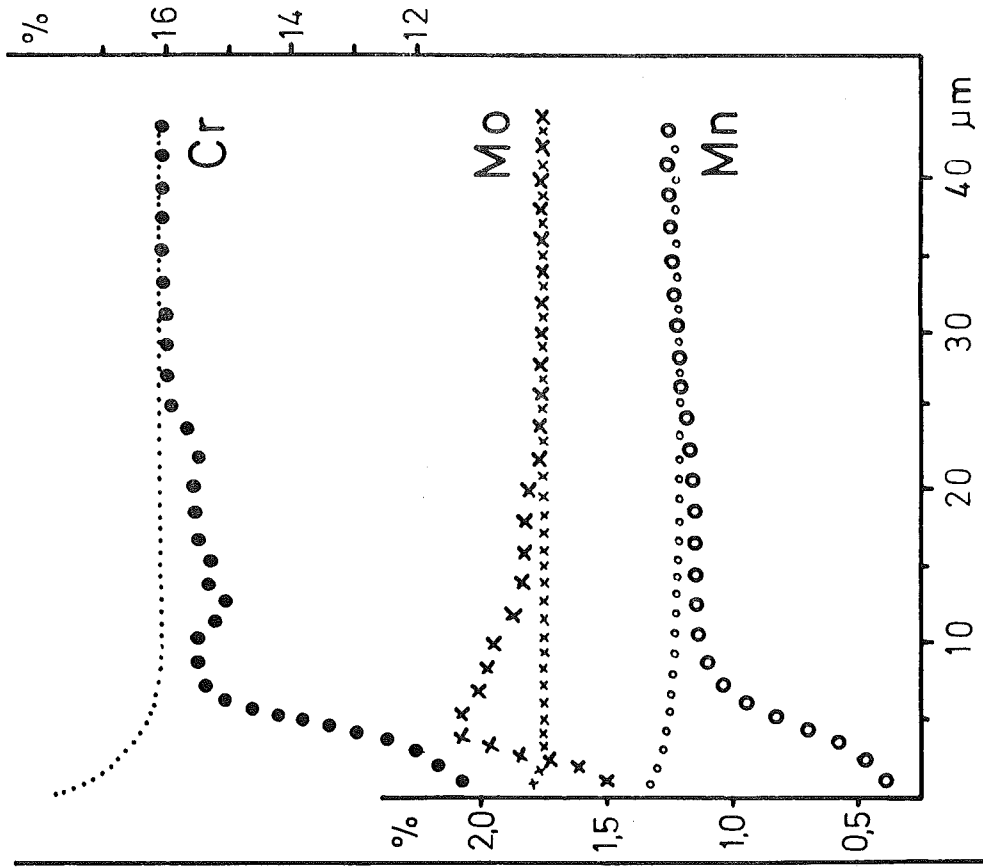






HT 0 1.4981 Ch 70015 KV Pr. A 48

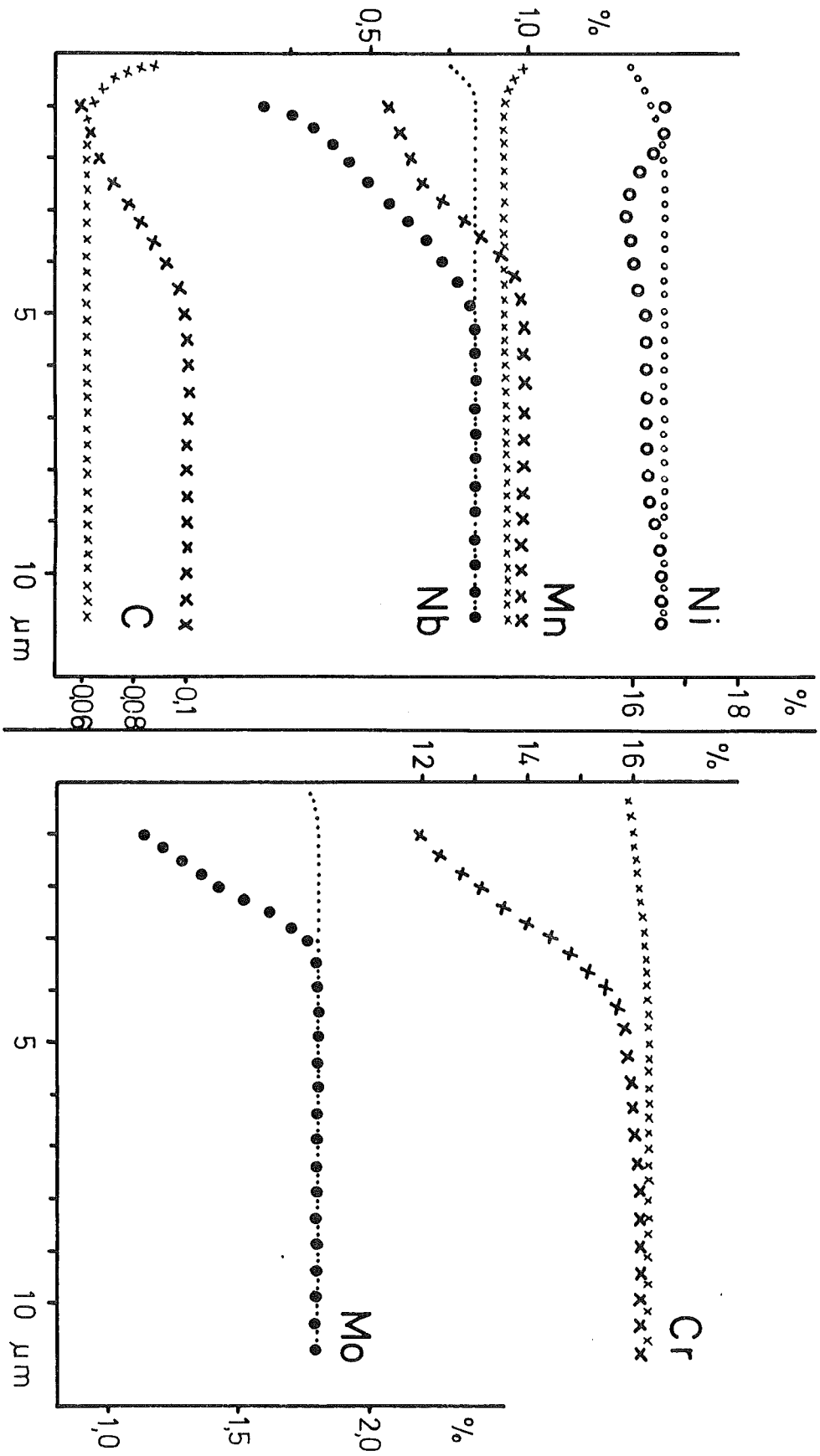
HT 1
1.4981 Ch 70015 lg Pr.1B15



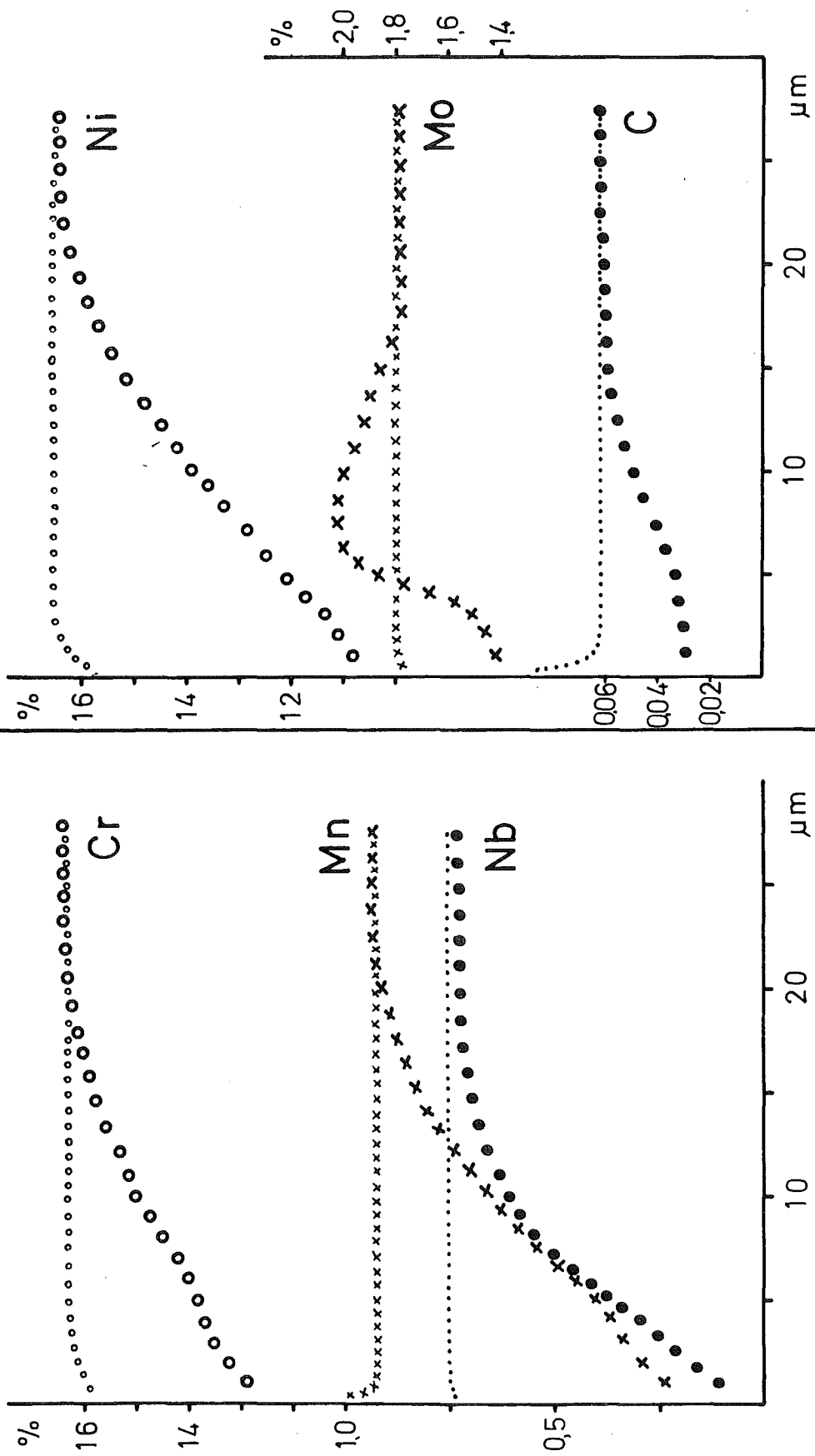
HT 1

14981 Ch 70015 KV Pr 1C6

VIII



HT 2.1
14981 Ch 70015 KV Pr 1C14

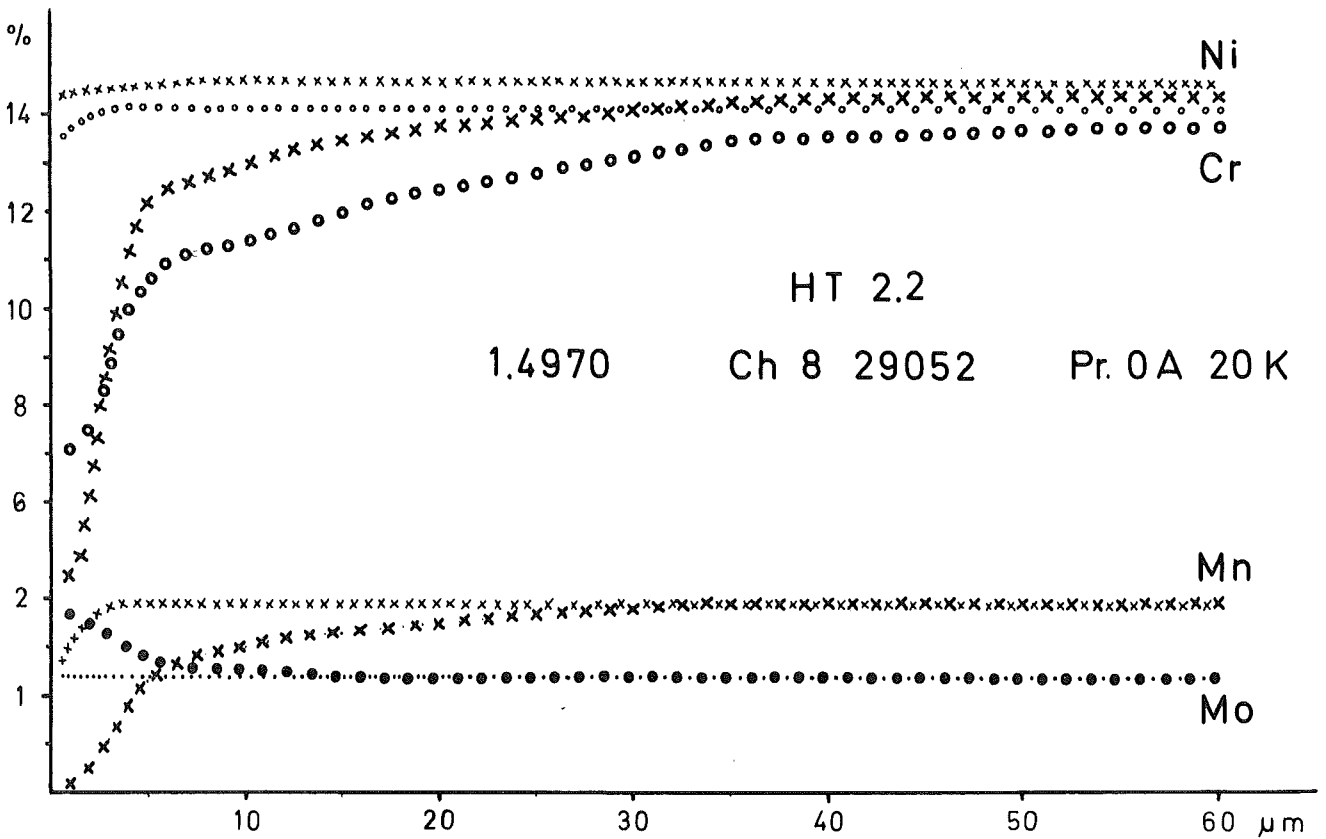
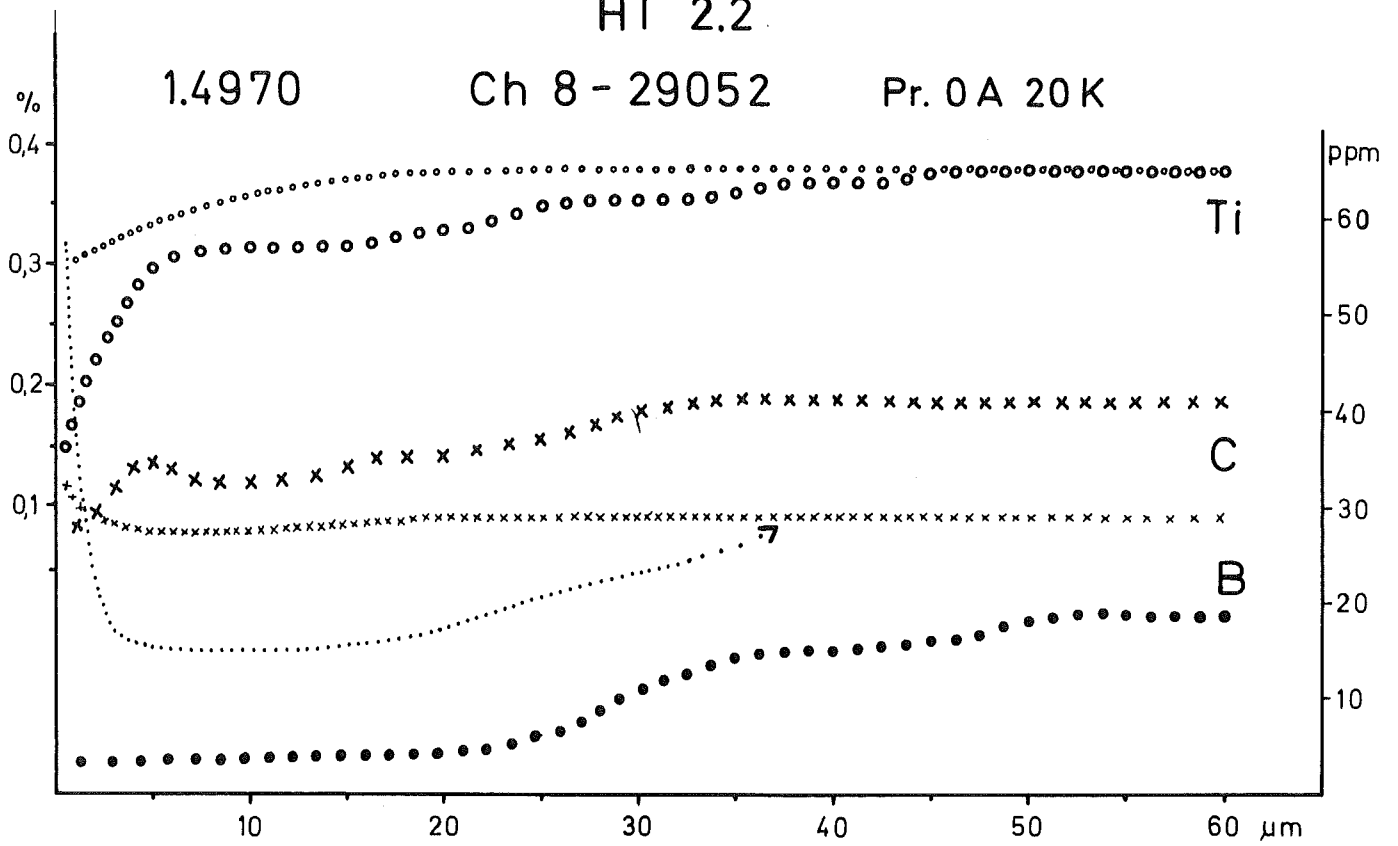


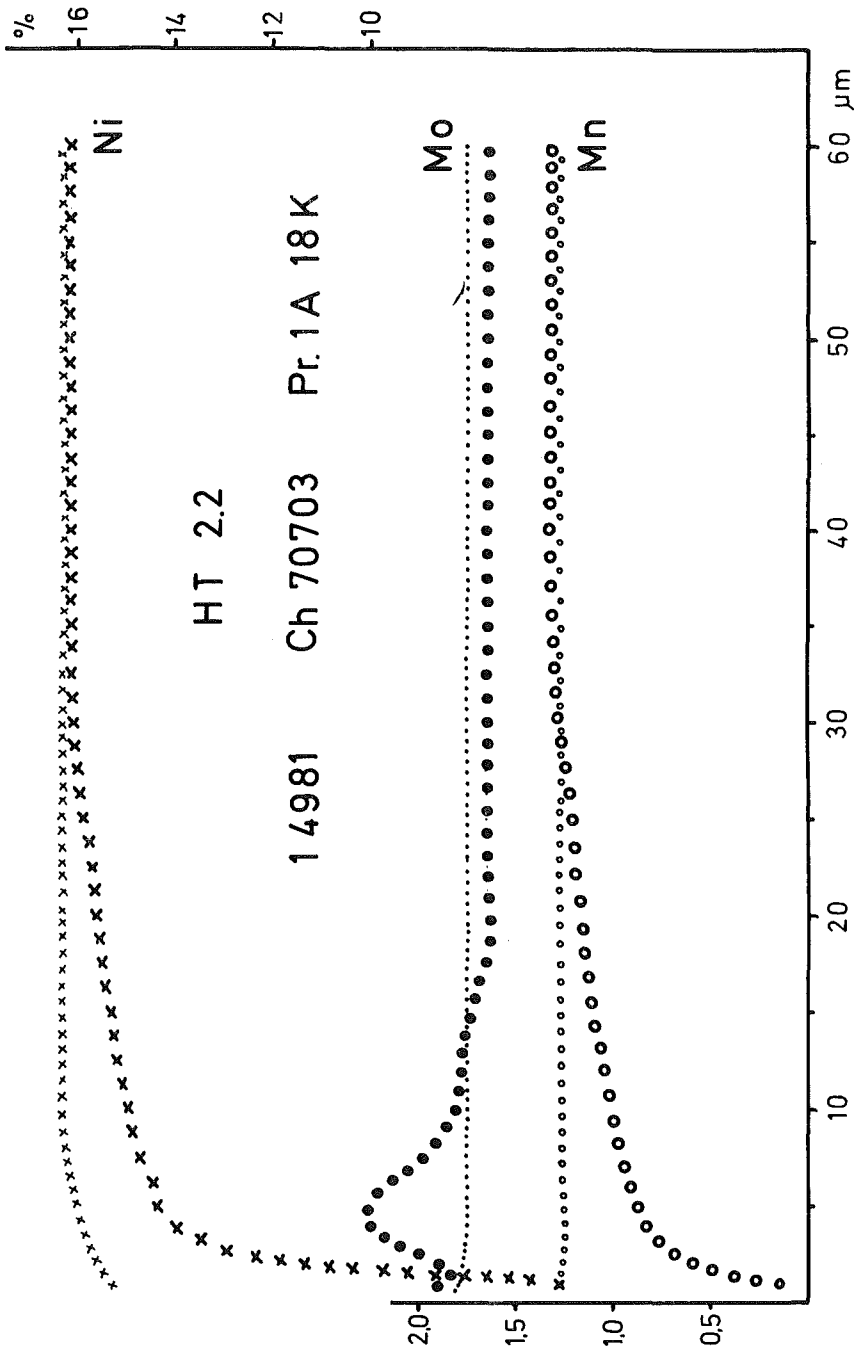
HT 2.2

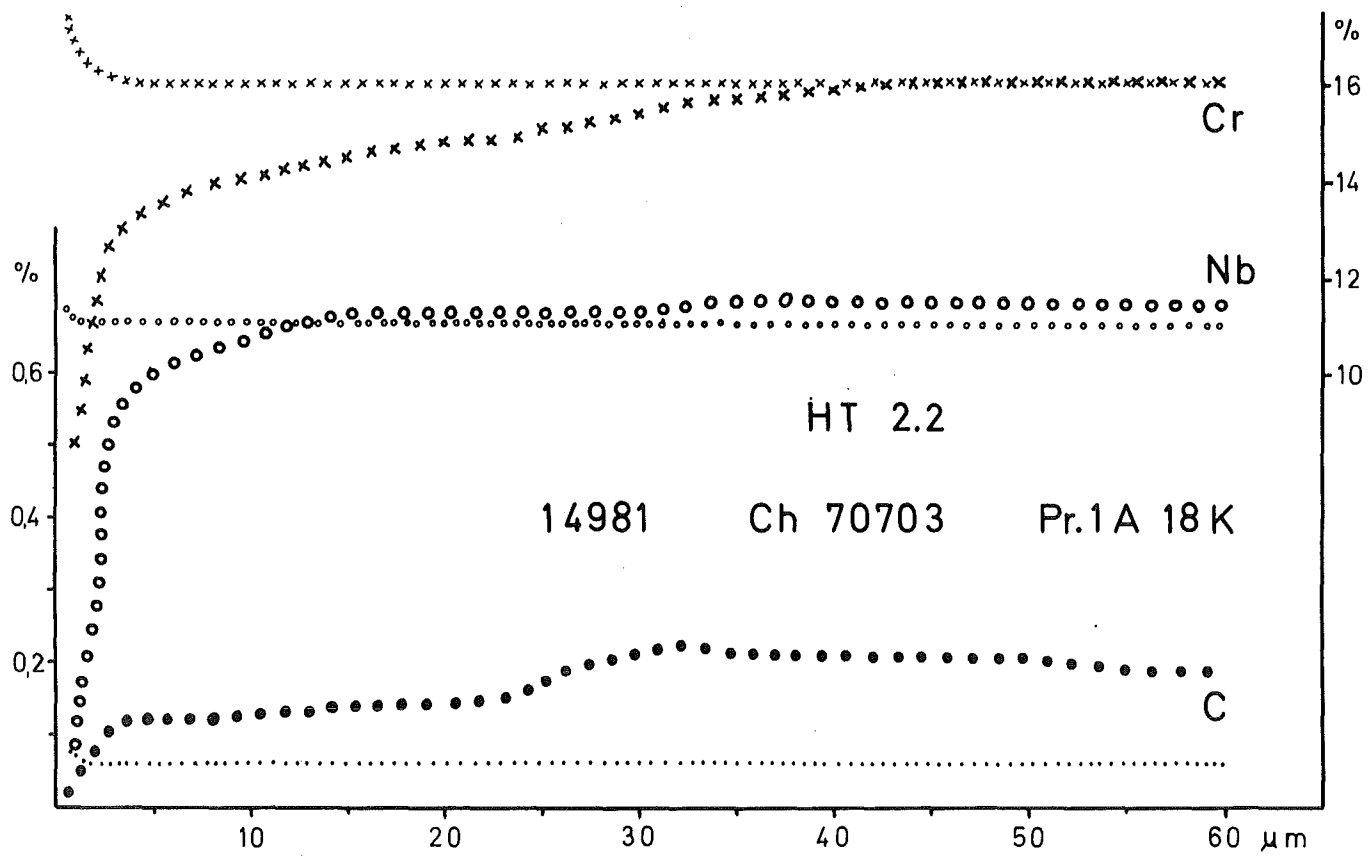
1.4970

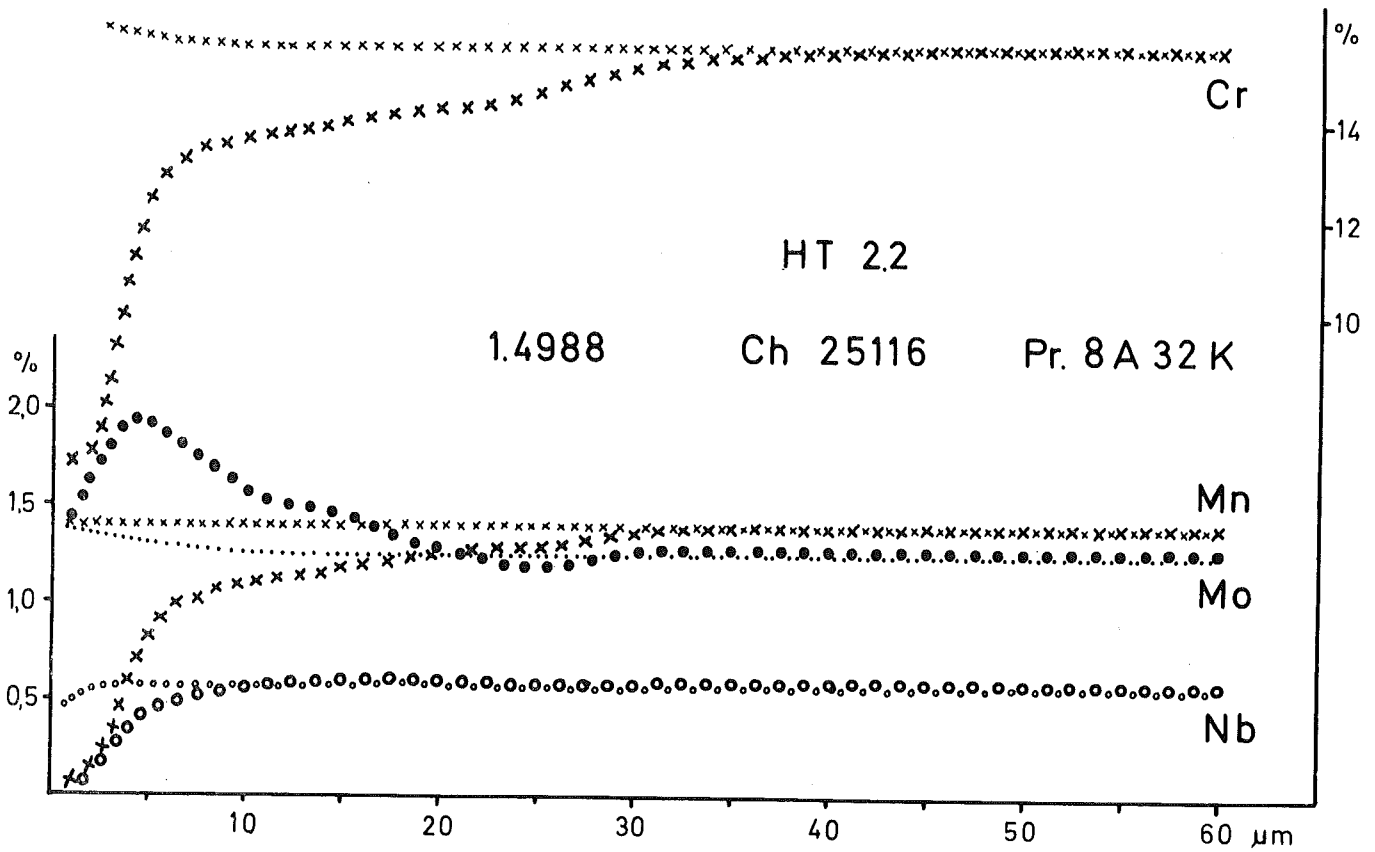
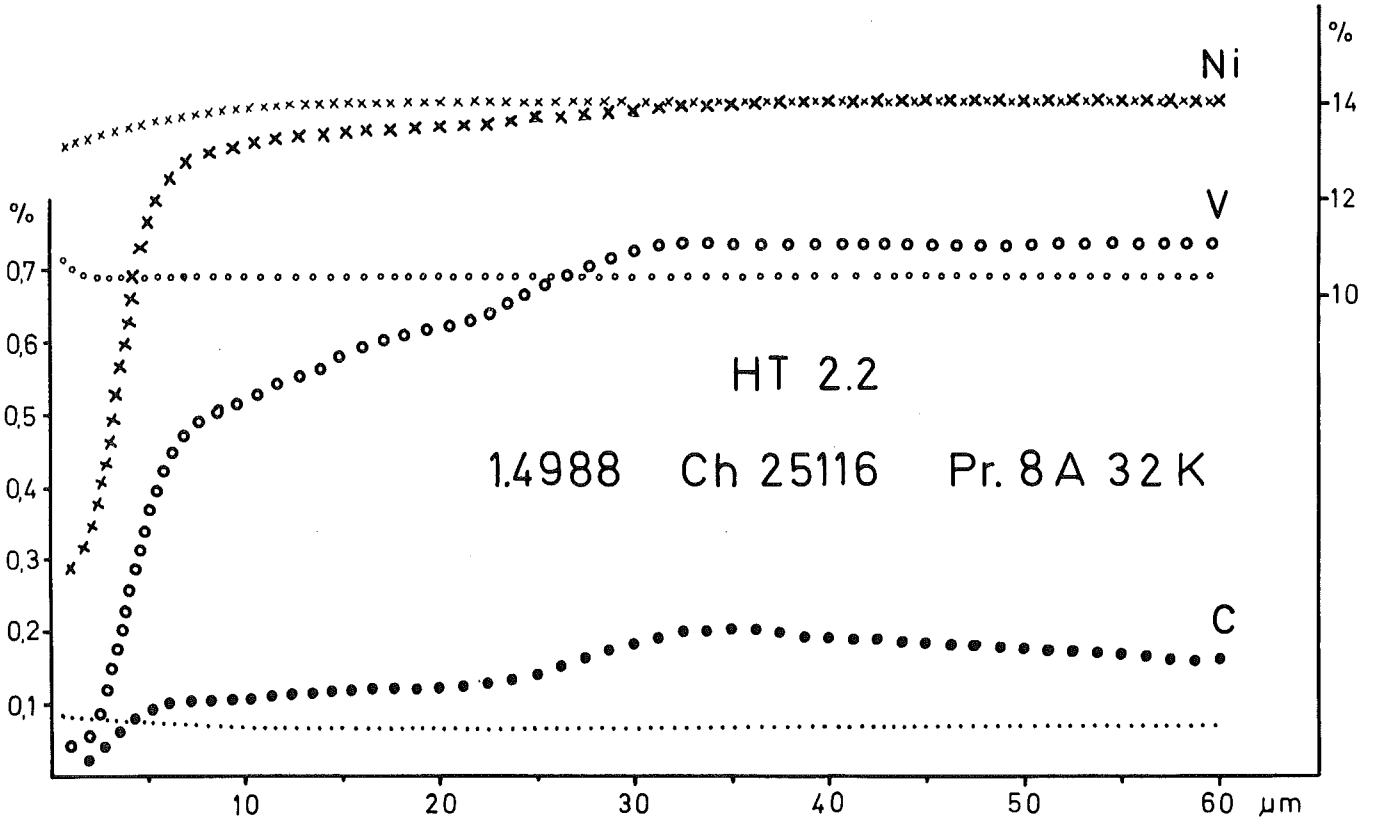
Ch 8 - 29052

Pr. 0 A 20 K









HT 2.2

