

Gottfried W. Ehrenstein



Präparation

Unverstärkte, hochgefüllte und
verstärkte Kunststoffe – Ätzen für
Strukturuntersuchungen



HANSER



Bleiben Sie auf dem Laufenden!

Hanser Newsletter informieren Sie regelmäßig über neue Bücher und Termine aus den verschiedenen Bereichen der Technik. Profitieren Sie auch von Gewinnspielen und exklusiven Leseproben. Gleich anmelden unter

www.hanser-fachbuch.de/newsletter

Die Internet-Plattform für Entscheider!

Exklusiv: Das Online-Archiv der Zeitschrift Kunststoffe!

Richtungsweisend: Fach- und Brancheninformationen
stets top-aktuell!

Informativ: News, wichtige Termine, Bookshop, neue
Produkte und der Stellenmarkt der Kunststoffindustrie

Kunststoffe.de

Gottfried W. Ehrenstein

Präparation

Unverstärkte, hochgefüllte und
verstärkte Kunststoffe – Ätzen für
Strukturuntersuchungen

Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse

HANSER

Der Herausgeber:

Prof. em. Dr.-Ing. habil Dr. h.c. Gottfried Wilhelm Ehrenstein, Universität Erlangen-Nürnberg

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek:

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in diesem Werk berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, dass solche Namen im Sinne der Warenzeichen- und Markenschutzgesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Alle in diesem Buch enthaltenen Verfahren bzw. Daten wurden nach bestem Wissen dargestellt. Dennoch sind Fehler nicht ganz auszuschließen. Aus diesem Grund sind die in diesem Buch enthaltenen Darstellungen und Daten mit keiner Verpflichtung oder Garantie irgendeiner Art verbunden. Autoren und Verlag übernehmen infolgedessen keine Verantwortung und werden keine daraus folgende oder sonstige Haftung übernehmen, die auf irgendeine Art aus der Benutzung dieser Darstellungen oder Daten oder Teilen davon entsteht.

Dieses Werk ist urheberrechtlich geschützt. Alle Rechte, auch die der Übersetzung, des Nachdruckes und der Vervielfältigung des Buches oder Teilen daraus, vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf ohne schriftliche Einwilligung des Verlages in irgendeiner Form (Fotokopie, Mikrofilm oder einem anderen Verfahren), auch nicht für Zwecke der Unterrichtsgestaltung – mit Ausnahme der in den §§ 53, 54 URG genannten Sonderfälle –, reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

© 2019 Carl Hanser Verlag München

www.hanser-fachbuch.de

Herstellung: Jörg Strohbach

Coverconcept: Marc Müller-Bremer, www.rebranding.de, München

Coverrealisierung: Stephan Rönigk

Logo Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse: Tobias Mattner, M.Sc.

Satz: Kösel Media GmbH, Krugzell

Druck und Bindung: Druckerei Hubert & Co GmbH und Co KG BuchPartner, Göttingen

Printed in Germany

ISBN: 978-3-446-40382-6

E-Book-ISBN: 978-3-446-46054-6

FIAT IUSTITIA PEREAT MUNDUS

von Martin Luther und zuvor von Papst Hadrian

Meiner Frau Ute Threde-Ehrenstein in Dankbarkeit!

Der Herausgeber

Prof. em. Dr.-Ing. habil Dr. h.c. Gottfried Wilhelm Ehrenstein wurde 1937 in Danzig geboren und hat nach einem humanistischen Abitur an der Technischen Hochschule Hannover Allgemeinen Maschinenbau studiert. Nach der Promotion (Prof. Matting) arbeitete er 10 Jahre in der Anwendungstechnischen Abteilung Kunststoffe der BASF AG und war gleichzeitig Lehrbeauftragter und nach der Habilitation 1976 Privatdozent der Fakultät für Maschinenbau der Universität Karlsruhe (TH, Prof. Macherauch). Von 1977 bis 1989 war er Inhaber des Lehrstuhls für Werkstoffkunde/Kunststoffe der Universität-Gesamthochschule Kassel. Nach Rufen an die TU Harburg, die Montanuniversität Leoben und die TU Berlin war er ab 1989 Professor für Kunststofftechnik des von ihm neu eingerichteten Lehrstuhls der Universität Erlangen-Nürnberg.

Von 1987 bis 1992 war er nebenamtlich Leiter des Süddeutschen Kunststoffzentrums in Würzburg. 1992 wurde er Honorarprofessor des Chemischen Instituts der Universität Qingdao, China, und 1996 Ehrendoktor der Technischen Universität Budapest. Prof. Ehrenstein ist vereidigter Sachverständiger der IHK Nürnberg für Kunststoffe und Sonderwerkstoffe auf Kunststoffbasis und des Deutschen Instituts für Bautechnik (DIBt), Berlin.



(LKT Erlangen)

Vorwort von Prof. Schmachtenberg zur „Erlanger Kunststoff- Schadensanalyse“

Hier wächst sie also: Die Erlanger Schadensanalyse, ein Kompendium aus 10 Büchern, in dem die Methoden und Erkenntnisse dokumentiert sind, die es erlauben, Schadensbilder bei Bauteilen aus Kunststoffen zu verstehen.

Wie so oft in den Technikwissenschaften gelingt ein umfassendes Verständnis erst, wenn die präzise Beschreibung von naturwissenschaftlichen Grundlagen, hier insbesondere aus der Chemie und Physik mit dem Erfahrungswissen des Technikschaaffenden eine Verbindung eingeht. Denn das meiste, was die Technik erschafft, funktioniert, ohne dass es umfassend, eindeutig und exakt beschrieben ist. Dies mag verwundern, aber es ist der Kern dessen, was gerne als die Intuition des Ingenieurs beschrieben wird.

Grundsätzlich gesehen, wird immer eine neue Technologie zuerst entwickelt und dann, auf den Erfahrungen mit dieser Technologie aufbauend, werden die naturwissenschaftlichen Grundlagen, auf denen eine solche Technologie beruht, verstanden und wissenschaftlich präzise formuliert. Ein schönes Beispiel hierfür liefert James Watt mit der Erfindung der Dampfmaschine, die er erfand bevor dann die Thermodynamik ihre Hauptsätze zur Energiewandlung überhaupt erst formulieren konnte.

Die Vielfältigkeit von Schadensformen an Kunststoffbauteilen erschließt sich aus der gelebten Anwendung: Wieso entstand der Schaden? War es ein Mangel in der Konstruktion? Wurde die Gestalt des Bauteils ungünstig gewählt? Waren die Pflichtenhefte und die hier vermerkten Anforderungen an das Bauteil unzureichend? War es ein ungeeigneter Werkstoff? Oder war es ein Mangel in der Produktion, der die Bauteileigenschaften ungünstig veränderte? Und schließlich: War der Gebrauch bestimmungsgemäß?

Aus jeder dieser Fragen öffnet sich ein Fächer tiefergehender Fragestellungen, etwa zu den thermischen, mechanischen und chemischen Einwirkungen auf das Bauteil und das hieraus resultierende Alterungsverhalten. Die Schadensanalyse erlaubt es, an einem singulären Bauteil aus dem Feld das Alterungsgeschehen im realen Betrieb zu verfolgen. Dabei geht es in der ersten Linie oft gar nicht um die Aufklärung eines bereits eingetretenen Schadens sondern viel öfter um die Frage,

ob ein neues Produkt im laufenden Einsatz auch tatsächlich die geforderte Zuverlässigkeit bietet.

Es ist dem Autor, Professor Ehrenstein und den vielen Zuarbeitern hoch anzurechnen, sich der Mühsal unterworfen zu haben, die umfassenden Methoden und vielfältigen Erkenntnisse der Schadenanalyse der Kunststoffe in dieser Buchreihe zusammengefasst zu haben. Dabei ist es ein Glücksfall, dass gerade am Lehrstuhl für Kunststofftechnik der Universität Erlangen über nun schon nahezu 40 Jahre kontinuierlich an diesem Themenbereich gearbeitet wurde und nun diese Kenntnisse so umfassend zusammengetragen wurden. Ein unentbehrlicher Ratgeber, nicht nur für den Schadenssachverständigen, nein auch für alle, die sich mit der Entwicklung hochwertiger Produkte aus Kunststoffen befassen.

Prof. Dr.-Ing. E. Schmachtenberg, im Januar 2019

Univ.-Prof. Dr.-Ing. Ernst Schmachtenberg, (geb. 1952) studierte an der RWTH Aachen Maschinenbau und promovierte am Institut für Kunststoffverarbeitung (IKV) zum mechanischen Verhalten von Polymerwerkstoffen. Nach verschiedenen Positionen in Wissenschaft und Wirtschaft wurde er 1993 auf den Lehrstuhl für Kunststofftechnik der Universität-GH Essen berufen und zugleich als Geschäftsführer der IKM GmbH in Essen bestellt. 2001 wechselte er auf den Lehrstuhl für Kunststoff-Werkstofftechnik der RWTH Aachen University und 2006 den Lehrstuhl für Kunststofftechnik an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg. Von 2008 bis 2018 war er Rektor der RWTH Aachen University.



(RWTH Aachen)

Er war Präsident der TU9, Vizepräsident des VDI und von CESAER, Vorsitzender des Board of Governors, GÜtech, Oman, im Beirat der Tokyo Institute of Technology und im Vorstand des IGCS, IIT Madras/Chennai und ist Vorsitzender des Hochschulrates der TU Darmstadt.

Ernst Schmachtenberg ist verheiratet und Vater von drei Kindern.

Vorwort von Prof. Ehrenstein zur „Präparation“

Die Schadensanalyse und Qualitätssicherung erfordern in der Kunststofftechnik ungleich differenziertere Analyse-Verfahren als bei den Metallen. Zum einen ergibt sich das aus dem komplizierten Aufbau der organischen Kunststoffe aus die Anisotropie fördernden Makromolekülen mit unterschiedlichen Bindungen, die chemisch, physikalisch und mechanisch sein können, und eine starke Abhängigkeit von der Temperatur und der Höhe der Last haben. Im Gegensatz zu Metallen weisen Kunststoffe zudem drei Zustandsbereiche auf, energie-elastisch, entropie-elastisch und schmelze-/fließförmig statt nur der üblichen Zustände fest und flüssig.

Bauteile aus Kunststoffen werden formgenau hergestellt und integral als Gehäuse-, Verbindungs- und Funktionselemente eingesetzt. Die mechanischen und thermischen Eigenschaften können mit Additiven, Füll- und Verstärkungsstoffen in einem weiten Rahmen variiert werden. Einige werden für spezielle Anwendungen modifiziert. Viele dieser Modifikationen sind dem Anwender nicht bekannt und auch kaum analysierbar.

Für die wichtigsten Kennwerte stehen eine Fülle von Tabellenwerten und Kunststoffdatenbanken zur Verfügung. Trotz dieser Hilfestellung ist für eine kunststoffgerechte Konstruktion eine intensive Auseinandersetzung mit den speziellen Eigenschaften und vielfältigen Erfahrungen im Umgang mit Kunststoffen notwendig.

Inwieweit die Vorgaben durch die Kunststoffeigenschaften in den einzelnen Prozessstufen den Anforderungen genügen, ist häufig schwer zu beurteilen. Es beginnt mit der Bereitstellung des Materials, der konstruktiven Auslegung, der Fertigung von Werkzeugen unterschiedlicher Konstitution und damit im singulären Entwicklungszustand mit dem Ergebnis von Formteilen in unterschiedlichem prototypischen Zustand. Zeitabhängige Strukturentwicklungen, aber auch Abbaureaktionen können einen erheblichen Einfluss haben.

Nicht übersehen werden darf, dass viele Strukturmerkmale noch nicht ausreichend bekannt sind. Selbst selbstverständliche Annahmen wie eine Fließtemperatur bei amorphen Thermoplasten ist bis heute nicht definiert, obwohl fast alle amorphen Thermoplaste über die fließfähige Phase verarbeitet werden.

Andere Beispiele zeigen, dass die zur Charakterisierung des Temperatur-Steifigkeits-Verhaltens von Kunststoffen üblicherweise herangezogenen Methoden alleine nicht in der Lage sind, dem Konstrukteur zuverlässige Unterlagen für seine Konstruktionsrechnung zu liefern. So stellt der führende Kunststofftechniker, Dr.-Ing. Karl Oberbach fest, dass für ein konditioniertes PA Formbeständigkeiten zwischen 40 und 200 °C je nach angewandter genormter Prüfmethode (Schubmodul; Vicat B; ISO 75A; HDT) gemessen werden können. Besonders kritisch sieht er den Biegeversuch.

Alle Schadensuntersuchungen beginnen mit der Präparation der Prüfkörper und so auch diese Reihe der Bücher der Erlanger Kunststoffschadensanalyse. Ihnen liegen jahrzehntelange Erfahrungen in der Großchemie, in zwei Universitätsinstituten und dem Süddeutschen Kunststoffzentrum zugrunde, die zusammenfassend im Lehrstuhl für Kunststofftechnik in Erlangen unter besonderer Mitwirkung von Frau Dipl.-Ing. (FH) Gabriela, Riedel, der Leiterin der Analytik, und ihrer langjährigen exzellenten Vertreterin Pia Trawiel erfolgten. Mein besonderer Dank gilt den Laborleiterinnen Mikroskopie des LKT in Erlangen, Frau Birgit Kaiser, Frau Dipl.-Ing. (FH) Helen Petukhov und Marion Untheim für Ihre vielfältige, fachkundige Hilfe und Herrn Dr.-Ing. Jörg Trempler, Martin Luther Universität, Halle, für die kritische Durchsicht und konstruktive Bemerkungen und Anregungen.

Gedankt sei besonders den über lange Zeit helfenden sorgfältigen Formatierern der komplexen Texte und Bilder, den Studenten Stefan Michaloudis und Benjamin Klevanski aus Erlangen, Engin Erginoglu aus Kassel und Tobias Mattner aus Bremen sowie der Kasseler Schriftstellerin Nicole Zaspel.

Die Zielgruppe dieser Buchreihe sind die Anwender und Praktiker. Hier tritt der Aspekt des wissenschaftlichen Arbeitens zurück hinter den Aspekt der sicheren Beherrschung des aber oft lückenhaften Standes der Technik. Der Stand der Technik kann sich häufig nur auf einzelne Punkte konzentrieren, wobei auch häufig bei der Schadensanalyse nur einzelne Betrachtungspunkte wichtig sind. Da diese Betrachtungspunkte aber häufig nicht zusammengefasst werden können, unter irgendeinen übergeordneten Gesichtspunkt oder einer Sichtweise wie wissenschaftliche Themen; müssen diese anschaulich und leicht auffindbar dargestellt werden.

In diesem komplexen Umfeld ist die sinnvolle Präparation der Prüfkörper für die einzelnen Kunststoffarten vielfältig und muss material- und schadensgerecht sorgfältig durchgeführt werden. Diesem Thema widmet sich der erste Band der „Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse“ mit den Einzelthemen:

- Präparation: Unverstärkte Kunststoffe, Hochgefüllte Kunststoffe, Verstärkte Kunststoffe und Ätzen für Strukturuntersuchungen

Prof. Gottfried W. Ehrenstein, im Januar 2019

Inhalt

Der Herausgeber	VII
Vorwort von Prof. Schmachtenberg zur „Erlanger Kunststoff-Schadensanalyse“	IX
Vorwort von Prof. Ehrenstein zur „Präparation“	XI
1 Präparation unverstärkter Kunststoffe	1
1.1 Einleitung	1
1.2 Probennahme und Probenvorbereitung	4
1.2.1 Probennahme	4
1.2.2 Probenvorbereitung	4
1.3 Einbetten und Vorbereitung der Proben	7
1.3.1 Einbetten	7
1.3.2 Vorbehandlung	12
1.4 Verschiedene Präparationsverfahren	13
1.4.1 Ganzteilpräparation	13
1.4.2 Anschliff	14
1.4.2.1 Schleifen	15
1.4.2.2 Polieren	17
1.4.2.3 Dünnschliff	19
1.4.2.4 Bruchpräparate	23
1.4.3 Mikrotomie	24
1.4.3.1 Mikrotom	24
1.4.3.2 Mikrotommesser für Dünnschnitte	28
1.4.3.3 Mikrotomschnitte	33
1.4.4 Bruch- und Oberflächenpräparate	61
1.4.5 Filmpräparate	62
1.4.6 Körnerpräparate	65

1.5 Zusammenfassung	65
1.6 Normen	67
2 Präparation hochgefüllter Kunststoffe	69
2.1 Einleitung	69
2.1.1 Besonderheiten bei Reaktionsharzen	70
2.1.2 Ultrafräse	71
2.1.3 Mikroskopie-Methoden	76
2.1.4 Probenpräparation	77
2.1.4.1 Frästechnik	81
2.1.4.2 Ätzen	82
2.1.4.3 Bruch	85
2.1.5 Übersicht Füllstoffe im Verbund	86
2.1.6 Füllstoffarten	94
2.1.6.1 Pulverförmige Füllstoffe	94
2.1.6.2 Kugelförmige Füllstoffe	96
2.1.6.3 Faserförmige Füllstoffe	98
2.1.6.4 Plättchenförmige Füllstoffe	100
2.1.6.5 Grießförmige Füllstoffe	102
2.1.6.6 Sonstige Füllstoffe	104
2.2 Normen	105
3 Präparation verstärkter Kunststoffe	107
3.1 Einleitung	107
3.2 Präparationsmethoden	109
3.2.1 Probenentnahme und Einbettung	109
3.3 Kurzglasfaserverstärkte Thermoplaste	111
3.3.1 Dünnschnitte	114
3.3.2 Sägetechnik	117
3.3.3 Dünn- und Anschlifftechnik	118
3.3.4 Verschiedene Kurzfasern	126
3.4 Langfaserverstärkte Kunststoffe	129
3.4.1 Einleitung	129
3.4.2 Glasfaserverstärkte Verbundkunststoffe (GFK)	132
3.4.2.1 Anschnitttechnik	135
3.4.2.2 Schlifftechnik	136
3.4.3 SMC-Formmassen – Rissbildung in SMC	139
3.4.3.1 Poren- und Rissbildung	142
3.4.3.2 Schädigung durch Füllstoffe	144
3.4.4 Kohlenstofffaserverstärkte Kunststoffe (CFK)	147
3.4.5 Aramidfaserverstärkte Kunststoffe (AFK)	153

3.5 Zusammenfassung der Präparationsschritte bei GFK, CFK und AFK ...	157
3.6 Normen	160
4 Ätzen für Strukturuntersuchungen	
mit Dr.-Ing. Jürgen Hinrichsen	163
4.1 Grundlagen	163
4.2 Nasschemisches Ätzen und Plasmaätzen	165
4.2.1 Nasschemisches Ätzen	165
4.2.2 Plasmaätzen	167
4.3 Durchführung des nasschemischen Ätzens	168
4.3.1 Ätzen von PE und PP	170
4.3.1.1 Präparation	170
4.3.1.2 Anleitung	171
4.3.2 Ätzen von POM	172
4.3.2.1 Ätzen mit konzentrierter Salzsäure HCl	173
4.3.2.2 Veranschaulichung	173
4.4 Anwendungsbeispiele nasschemisches Ätzen	174
4.4.1 Extrusionsschweißnaht	174
4.4.2 Vibrationsschweißnaht	176
4.4.3 Verstärkte Kunststoffe	178
4.4.4 Kunststoffdichtungsbahn-Schweißung	179
4.4.4.1 Situation	180
4.4.4.2 Morphologische Untersuchung	180
4.4.4.3 Ätzen der Dichtungsbahnen	181
4.4.5 Einschränkungen bei nasschemischem Ätzen	188
4.5 Durchführung des Plasmaätzens	189
4.6 Anwendungsbeispiele Plasmaätzen	190
4.6.1 Probenpräparation	191
4.6.2 Nachbehandlung	191
4.6.3 Optimale Ätzparameter	191
4.6.4 PE und PP	192
4.6.5 POM	195
4.6.6 PA66	196
4.6.7 PA6	198
4.6.8 Plasmaätzen von Polyamid (ungefüllt, gefüllt)	203
4.7 Anhang: Literatur zur Strukturätzung	206
Index	219

■ 1.1 Einleitung

Neben den Präparationsverfahren klassischer metallischer Werkstoffe erfordern polymere Materialien von dem Bearbeiter neue, bisher oft unbekannte Präparationsmethoden. Zusätzlich zu An- und Dünnschliffen können z.B. noch dünne Schnitte, Filme, Fasern und Körner als Präparate untersucht werden.

Die Beurteilung des Gefüges von Kunststoffen in der Mikroskopie hat sich als Mittel zur Qualitätskontrolle und Schadensanalyse etabliert. Voraussetzung für eine richtige Interpretation eines mikroskopischen Bildes ist die artefaktfreie (= keine durch das Mikroskopieverfahren selbst hervorgerufene Erscheinung) und je nach Material und Untersuchungsziel geeignete Auswahl der Präparation. In diesem Beitrag werden die Methoden zur Präparation unverstärkter Kunststoffe und deren Vorgehen zur Erzielung eines aussagekräftigen Ergebnisses beschrieben.

Der hohe Transmissionsgrad der Kunststoffe erlaubt durch das Betrachten dünner Schnitte im Durchlicht Aussagen über die morphologische Struktur. Da einzelne Moleküle mikroskopisch nicht erkennbar sind, können nur übergeordnete makroskopische Strukturen oder Beeinflussungen von größeren Bereichen identifiziert und beurteilt werden. Aufgrund des Aufbaus der Kunststoffe sind mehrphasige Systeme, wie teilkristalline Thermoplaste, gefüllte und verstärkte Kunststoffe aller Art, einer mikroskopischen Beurteilung im Durch- und Auflicht leichter zugänglich als amorphe, ungefüllte Polymere.

Unter diesen Gesichtspunkten ermöglicht die Mikroskopie Aussagen zu:

- Struktur und Abweichungen von dem idealen Zustand durch Verarbeitungsunregelmäßigkeit und unsachgemäße Verarbeitungsparameter
- Fremdeinschlüsse und Verunreinigungen, nicht aufgeschmolzene Materialpartikel
- Thermische Schädigung während der Verarbeitung
- Verteilung von Füllstoffen und Pigmenten

- Lunker, Fehlstellen, Bindenähte
- Molekül- und Verstärkungsmaterialorientierungen
- Eigenspannungszustände durch innere und äußere Kräfte (sowie Deformationen durch den Schadensablauf)
- Schichtdicken bei Oberflächenveredelung
- Crazes, Sphärolithstrukturen

Die Problemstellungen reichen von der reinen Werkstoffbeurteilung über die Sicherung der Qualität einer Fertigung bis hin zur Beurteilung von Schadensursachen. Die Aussagesicherheit hängt von vielen Faktoren ab, häufig auch von parallel durchgeführten Versuchen nach anderen Untersuchungsverfahren.

Tabelle 1.1 zeigt die wichtigsten Präparationsmethoden für lichtmikroskopische Untersuchungen an Kunststoffen.

Tabelle 1.1 Ausgewählte Präparationsmethoden für die Kunststoffmikroskopie (nach *Trempler*)

Präparat	Herstellung	Anwendung
Totalpräparat	unzerstörtes Probenteil aussuchen, meist Makrobetrachtung	zerstörungsfreie Prüfmethode mit schneller Fehlererkennung, für Automatisierung der Prüfung
Anschliffpräparat	Anschliffe manuell oder automatisch herstellen und kontrastieren	Auflichtmikroskopie an Verbunden, harten und spröden Werkstoffen
Dick- und Dünnschliffpräparat	Anschliff aufkitten und auf gewünschte Dicke bringen, Polierabtrag beachten	Durchlichtmikroskopie an Verbunden, harten sowie spröden Stoffen, wichtig für messende Mikroskopie
Dünnschnittpräparat	Mikrotomschnitt mit Diamant-, Glas- oder Metallmessern. Schnittdicke 1 – 30 µm	Durchlichtmikroskopie an weichen, transparenten bis transluzenten Werkstoffen
Bruch- oder Oberflächenpräparat	unbeeinflusste Oberfläche oder definiert hergestellte Bruchfläche	Auflicht- und Elektronenmikroskopie an Verbunden und gefüllten Werkstoffen
Körnerpräparat	Körner in hochviskoses Immersionsmittel einbringen, Korndrehen durch Deckglasverschiebung möglich	Korngrößenverteilung, Morphologie, Rundheitsgrad, Oberfläche, Verwachsungen
Fasereinbettungspräparat	auf Objektträger kleben, teilweise einbetten für Brechzahlmessung	Faseruntersuchungen, Dickenverteilung, Faseroberfläche, Faser-Enden, Messung optischer Daten
Filmpräparat	Lösung der Probe auf Objektträger verdunsten, Schmelze auf Flüssigkeit erstarren lassen	Wachstumsuntersuchungen, optische Daten, Porosität, Größenverteilung

Bedingt durch die Vielzahl der Präparationsmethoden und der sehr unterschiedlichen Probenmaterialien kommt der klaren Definition des Untersuchungszieles und der Einschätzung der gegebenen Möglichkeiten eine wesentliche Bedeutung zu. Die gegenüber den Metallen beträchtlich größere Vielfalt der Strukturaus-

bildungsmöglichkeiten der Kunststoffe erfordert für deren Darstellung eine beträchtlich größere Vielfalt der mikroskopischen Gerätetechnik. Einschränkungen bei der Charakterisierung ergeben sich daher in gerätetechnischer Begrenzung und der stofflichen Vielfalt. Tabelle 1.2 soll helfen, für die gestellte Untersuchungsaufgabe an einer Kunststoffprobe ein optimales Mikroskopieverfahren auszuwählen.

Tabelle 1.2 Lichtmikroskopische Untersuchungsmöglichkeiten an Kunststoffen (nach *Trempler*)

Werkstoff	Untersuchungsmethode	Bewertungskriterien	Untersuchungsziel Fehlercharakterisierung
Homogene Kunststoffe			
amorphe Kunststoffe	Polarisationsdurchlichtmikroskopie	Gangunterschied, Doppelbrechung, Brechungsindex	Fließnähte, Bindefehler, Anisotropieerscheinungen, Inhomogenitäten
teilkristalline Kunststoffe	Polarisationsdurchlichtmikroskopie geätzte Anschliffe	Ausbildung von Überstrukturen	Temperatureinflüsse, Fließnähte, Bindefehler
Elastomere	Polarisationsdurchlichtmikroskopie	Gangunterschied, Doppelbrechung	Dehnungsverhalten
Heterogene Kunststoffe			
Mischungen	Polarisations- und Phasenkontrastdurchlichtmikroskopie, Anschliffe, Bruchpräparate	Art, Größe und Verteilung der Phasen, Brechzahlmessung, Thermooptische Analyse	Temperatureinflüsse, Fehler bei Art und Verteilung der Phasen, Anisotropieerscheinungen
gefüllte Kunststoffe	Auflicht Hell- und Dunkel-feld, Differentieller Interferenzkontrast, alle Methoden der Durchlichtmikroskopie	Art, Größe und Verteilung der Phasen	Fehler bei Art, Größe und Verteilung der Füllstoffe, Agglomeratbildung, Anisotropieerscheinungen

■ 1.2 Probennahme und Probenvorbereitung

1.2.1 Probennahme

Probennahme und Probenvorbereitung entscheiden als erste Schritte der Präparation bereits ganz erheblich über Erfolg oder Misserfolg der Werkstoffcharakterisierung. Da bei der Probennahme meist die Abtrennung einer repräsentativen Teilmenge aus der Gesamtmenge des interessierenden und zur Verfügung stehenden Materials erfolgt, entscheiden mögliche Fehler in diesem Arbeitsgang ganz wesentlich über die Qualität der gewonnenen Aussagen. Fehler in diesem Arbeitsgang lassen sich später nur schwer oder gar nicht beseitigen. Unter diesem Gesichtspunkt sollten möglichst viele Einzelproben von räumlich unterschiedlichen Bereichen des vorliegenden Materials genommen werden. Von größter Wichtigkeit ist die exakte Kenntnis und Dokumentation der räumlichen Lage und damit der späteren Beobachtungsebene der entnommenen Probe zum gesamten Formteil. Zur Probennahme bei festen polymeren Werkstoffen gehören folgende Schritte:

- Festlegen des Probendurchlaufes im Labor entsprechend dem Qualitätssicherungshandbuch
- Festlegen der Beobachtungsebene (längs, quer, flach, schräg)
- Festlegen des Probenentnahmeortes (möglichst mehrere für Vergleichsuntersuchungen)
- Festlegen der erforderlichen Probenanzahl (Stichprobenplan für statistische Untersuchungen)
- Probenentnahme und unverwechselbare Kennzeichnung
- Festlegung der Bedingungen für die Probenaufbewahrung (Temperatur, Feuchtigkeit, unerwünschte oder erwünschte Chemikalieneinflüsse aus der Umgebung)

1.2.2 Probenvorbereitung

Die Probenvorbereitung umfasst alle Methoden, welche dazu dienen, die gewonnene Urprobe optimal an die Untersuchungsanforderungen anzupassen. Unter anderem zählt dazu z. B. bei Körnerproben die Trocknung, Zerkleinerung, Dispergierung, Korngrößenfraktionierung, Phasentrennung sowie Probenmischung und Homogenisierung. Zur Probenvorbereitung gehören grundsätzlich folgende Überlegungen:

- *Ziel der Untersuchung (Phasen-, Struktur-, Gefüge-, Korn- oder Oberflächenuntersuchung).* Können die Untersuchungen kombiniert werden, Reihenfolge der Methoden, steht die Probe in der ursprünglichen Beschaffenheit nach einer gewählten Methode noch für andere Verfahren zur Verfügung?

- *Beschaffenheit der Probe und Eigenschaften der Substanz.* Wie werden diese bei späteren Präparationen oder Untersuchungen verändert? (Temperatur, Druck, Feuchte, Beständigkeit)
- *Vorgesehene Präparationsmethode und geplante Untersuchungsverfahren.* Welche Fehler können durch die Präparation eingebracht werden? Lassen sich alle vermeiden? Wie? Können die verbleibenden Fehler bei allen vorgesehenen Untersuchungsmethoden toleriert werden?

Tabelle 1.3 zeigt eine Übersicht über wichtige Methoden der Probenvorbereitung.

Tabelle 1.3 Probenvorbereitung

Proben- vorbereitung	Herstellung	Anwendung
Tränken, Verfestigen	Probe unter Vakuum mit meist eingefärbten oder fluoreszierenden kaltaushärtenden Kunststoffen tränken	lockere und poröse Materialien, offenporige Schwämme, Risse und/oder Poren
Trennen	Niedertourensäge, Diamantdrahtsäge, Säuresäge, Skalpell (Temperatur!)	Herstellen einer gut weiterverarbeitbaren Urprobe
Einbetten, Einspannen	Probe in kaltaushärtendes Harz eingießen, Aushärtetemperatur nach Möglichkeit nicht über 10 – 40 °C Einspannen in Platten des gleichen oder ähnlichen Materials wie die Probe	Einbetten für automatische Präparation, sehr empfindliche Proben, unregelmäßige Oberflächen und Pulver. Einspannen bei Platten und einfachen Profilen

Bereits bei diesen vor der eigentlichen Präparation erfolgenden Arbeitsgängen können eine Reihe von Fehlern auftreten. Tabelle 1.4 zeigt einige der wichtigsten Fehlermöglichkeiten und gibt Vorschläge zu deren Behebung. Oftmals sind die Fehler im Rahmen der Probenvorbereitung auf die chemische Unbeständigkeit der Proben gegenüber den Einbett- oder Tränkungsreagentien zurückzuführen. Weitere Fehler treten durch die schon bei geringen Temperaturerhöhungen einsetzenden Probenveränderungen auf.

Tabelle 1.4 Fehler und Vorschläge zu deren Vermeidung, bei der Probenvorbereitung

Aufgetretene Fehler/Fehlerursache	Auswirkung auf die Probe	Vorschläge zur Behebung der Fehlerursache
Fehler beim Tränken der Probe	falsche Viskosität des Tränkmittels verhindert Eindringen in Risse oder /-und Poren, Bildung von Luftblasen	Tränkungsmittel verdünnen, Tränkung unter Vakuum durchführen, anderes Tränkungsmittel verwenden
	Komponenten des Tränkungsmittels lösen die Probe an oder diffundieren in die Probe	anderes Tränkungsmittel verwenden
	lichtaushärtendes Tränkungsmittel kann nicht aushärten	
Fehler beim Trennen der Probe	Temperatur- und /oder Chemikalien- einfluss, Diffusionsschichten, Brechzahl- veränderung, Anisotropieveränderungen, Veränderung der Sphärolithgröße durch zu hohe Temperatur	deutlich geringere Trenngeschwindigkeit, schonenderes Trennverfahren, anderes Kühlmittel, Abkühlpausen einplanen
Fehler durch falsches Einbettmittel	zu hohe Temperatur beim Aushärten kann Strukturveränderungen bewirken, Anisotropieveränderungen durch Einbettmittelschrumpfung, Veränderung der Sphärolithgröße durch zu hohe Polymerisationstemperatur des Einbettmittels	Wärmeabführung durch Metall- einlagerungen in oder um die Einbettung oder anderes Einbettmittel
	Komponenten des Einbettmittels diffundieren in die Probe, Ausbildung von Härteunterschieden, Brechzahl- und Anisotropieveränderungen	Schutzschichten auf die Probe aufbringen oder anderes Einbettmittel
	Einbettmittel schrumpft beim Aushärten, Spaltbildung oder Abreißen von Beschichtungen oder von oberflächennahen Bereichen, Veränderung der Geometrie von Zellstrukturen	anderes Einbettmittel

Die Untersuchung einer belastungsrelevanten oder beschädigten Stelle im Bauteil erfordert eine Probenentnahme nahe dieser. Für Vergleichszwecke sollte immer auch eine Probe an einer unbeschädigten Stelle entnommen werden. Dabei sind mögliche chemische und/oder thermische Einflüsse bei der Entnahme zu berücksichtigen. Zu deren Vermeidung ist sinnvoll, vorerst mit einer geeigneten Säge (z.B. Band-, Bügel- oder Laubsäge) eine größere Probe zu entnehmen und gegebenenfalls anschließend mit einer wassergekühlten Niedertourensäge den relevanten Bereich herauszuarbeiten (Bild 1.1).



Bild 1.1 Handsägen (links) und Nieder-tourensäge (rechts) zur Probenentnahme

■ 1.3 Einbetten und Vorbereitung der Proben

Die wichtigsten Forderungen bei der Präparation sind, dass:

1. die schadens- oder funktionsrelevante Stelle untersucht wird und
2. diese beim Trennen, Einbetten, Herstellen des Schnitts und Präparieren unter dem Mikroskop nicht beeinflusst und damit verfälscht wird.

1.3.1 Einbetten

Die sorgfältige Vorbereitung der zur Verfügung stehenden Proben ist bei allen Analyseverfahren wesentlich für eine aussagefähige Analyse. Da bei der Schadensanalyse oft nur wenige Proben vorhanden sein können (oft liegt nur ein Unikat vor!) und nach der Probenpräparation die Formteile u. U. nicht mehr zuzuordnen sind, ist die genaue Dokumentation und Beschriftung der Proben erste Voraussetzung für die spätere Interpretation der Messergebnisse.

Die Festlegung der Entnahmestelle und fachgerechte Präparation der sehr kleinen Probe ist von großer Bedeutung. Aufgrund der kleinen Probenmengen ist eine sehr selektive Entnahme (z.B. Oberfläche, Kern, Querschnitt, angussnah, angussfern, nahe Schadensbild, in Ecken, an kritischen Kanten usw.) von entscheidender Bedeutung für die spätere Interpretation der Ergebnisse.

Falls Einbettmittel aus Stabilitätsgründen erforderlich sind, ist im Vorfeld die Zielsetzung einer Einbettung einschließlich der Auswahl der richtigen Einbettmittel zu treffen. Alle notwendigen Hilfsmittel sind bereitzustellen.

Chemisch reagierende Einbettmittel können mit ihrer Reaktionswärme die Morphologie der Proben deutlich beeinflussen.

Als Einbettmittel werden normalerweise chemisch reagierende Reaktionsharzsysteme eingesetzt, die zunächst flüssig die Proben einbetten, wobei normalerweise der zu bearbeitende Teil der Probe aus der Einbettmasse herausragt. Die einsetzende chemische Reaktion verfestigt die Einbettmasse, und diese wird für die Fixierung im Mikrotom dann meistens spanend bearbeitet.

Schnell reagierende und härtende Einbettmassen weisen reaktionsbedingt höhere Temperaturen auf. Wegen der schlechten Wärmeableitung und des daraus folgenden Temperaturstaus sind großvolumige Einbettungen zu vermeiden. Zudem ist die Schwindung zu beachten. Diese sollte weitgehend noch im viskosen Zustand erfolgen, um Ablösungen und Risse zu vermeiden. Üblich sind folgende Einbettmassen:

- *Epoxidharze sind Polyaddukte*, die langsam reagieren, da jeweils ein Harz- und ein Härtermolekül miteinander reagieren. Eine langsame Reaktion bedeutet auch eine geringe Temperaturerhöhung, je nach System bei 8 Stunden Reaktionszeit ca. 60 °C, bei 12 Stunden ca. 40 °C. Bei > 50 % der möglichen Reaktionen sind die Harzsysteme noch flüssig, so dass ein großer Teil der Schwindung im flüssigen Zustand ohne Beeinträchtigung abläuft, eine geringe Nachschwindung also für die Fixierung der Proben vorteilhaft ist. Außerdem haben Epoxidharze hervorragende Hafteigenschaften. Sie sind aber auch deutlich teurer als die anderen Harzsysteme.
- *Polyesterharze* sind Polymerisationssysteme: Ist die Reaktion einmal angestoßen, läuft sie schnell ab. Schon bei 10 % der möglichen Reaktionen können die Harzsysteme ihren Gelpunkt erreicht haben, d.h. sie sind nicht mehr flüssig verformbar. Die noch verbleibende Reaktion führt zu einer nicht vermeidbaren Schwindung und damit möglicherweise je nach geometrischen Bedingungen der Proben zu Spalten und Rissen, was allerdings bei Umhüllungen nicht immer kritisch ist. Polyesterharze haften passabel und sind sehr viel billiger als Epoxidharze.
- *Methacrylatharze*: Eine kurze Dauer der Aushärtung verbunden mit großer Wärmeentwicklung ergibt sich beim Methylmethacrylat. Seine Aushärtedauer beträgt 4 bis 10 Minuten. Die während der Aushärtung entstehenden hohen Temperaturen (90 °C bis 110 °C) sind nicht für jede Probe geeignet, außerdem besteht während dieser Zeit die Gefahr, dass sich die Probe stellenweise durch den Reaktionsschwund des Harzes ablöst. Dadurch ist ein fester Sitz des Präparates im Einbettharz nicht mehr gewährleistet. Weiterhin können chemische Prozesse die Probe schädigen.

Eine Reihe von Kunststoffen werden jedoch durch Methacrylate chemisch angegriffen: Daher ist vor dem Einbetten die Verträglichkeit zu überprüfen.

Eine Besonderheit sind die lichtaushärtenden Harze, die den besonderen Vorteil haben, dass der Beginn der Reaktion gezielt gesteuert werden kann. Sie haben weiterhin den großen Vorteil, dass durch gesteuerte Aushärteprogramme die Temperaturbelastung des Systems minimiert werden kann.

Um die Eignung der Einbettharze zu überprüfen, empfiehlt sich folgendes Prüfschema:

- glatte, möglichst glänzende Probenstelle aussuchen, die für die spätere Beurteilung nicht wichtig ist
- die Komponenten und Mischung der Einbettmaterialien als Tropfen auf diese Stelle geben
- einige Minuten einwirken lassen. Das Material sollte solange weitgehend flüssig sein
- vorsichtig mit weichem, fusselfreien Papier abwischen
- Einwirkstelle mit Lupe oder Stereomikroskop bei streifendem Lichteinfall beurteilen
- kein Kleben dieser Stelle an Watte oder Oberflächenbeschädigung durch Aufrauen nachweisbar

Das Einbetten einer Schnitt- oder Schliffprobe muss sorgfältig durchgeführt werden, da viele Proben nicht direkt in die Spannvorrichtung des Mikrotoms eingespannt werden können und durch die Einspannkräfte verfälschende Deformationen hervorgerufen werden können. Um diese Fehlerquelle auszuschließen, werden die Proben in Reaktionsharze eingebettet. Zum Einbetten wird die Probe mit Kleber (z.B. lösungsmittelfreiem Sekundenkleber) in einer kommerziell erhältlichen Einbettform (z.B. aus Silikonkautschuk, Polypropylen, Polyoxymethylen, am besten Polytetrafluorethylen) fixiert, um ein Aufschwimmen der Probe zu verhindern und eine leichte Entformung zu ermöglichen. Eine Alternative zum Fixieren sind lichtbeständige Harze.

Für eine spätere Einspannung ins Mikrotom erweist sich eine Form mit zwei parallelen Seiten als günstig, die bei einer runden Einbettform nach dem Aushärten spannend hergestellt werden müssen (Bild 1.2, unten rechts).

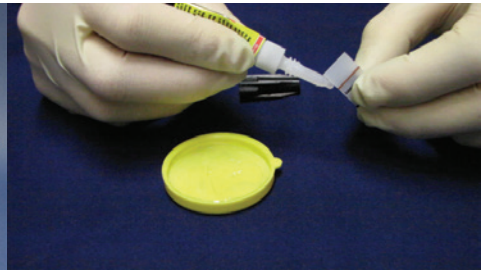
Beim Einbetten ergibt sich folgendes Vorgehen:

- Fixieren der Probe auf dem Boden der Einbettform
- Einfetten der Einbettform mit Vaseline
- Anmischen des Einbettmittels
- Einbetten der Probe in der Einbettform
- Aushärten bei Umgebungstemperatur
- Profilieren der Probe für Einspannung
- Anschleifen der Probe
- Polieren der Probe

Hilfsmittel zum Einbetten



Aufkleben der Probe



Beschichten der Einbettform



Mischen/Anrühren des Einbettharzes



Langsames Eingießen



Einspannen Mikrotom

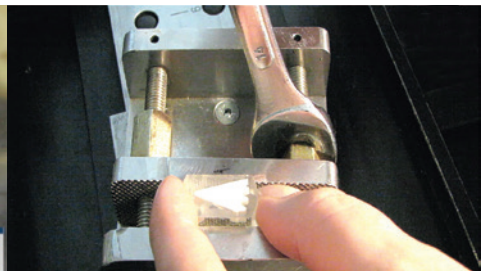


Bild 1.2 Einbetten von Proben in Einbettform

Anschließend wird das langsam und möglichst blasenfrei vorgemischte Harzsystem eingebracht, wobei die Proben je nach Stabilität einige mm herausragen oder vollständig bedeckt sind. Lufteinschlüsse sollten dabei vermieden werden. Bei komplizierten Geometrien kann eine Vakuumeinbettung erfolgen, die die Füllung enger Hohlräume begünstigt und unerwünschte Lufteinschlüsse vermeidet. Weitere Gründe sind:

- der Schutz gegen Kantenausbruch,
- Fehlen von einspannbaren, z. B. parallelen Geometrien,
- Kleinstproben,
- nicht stabile Folien usw. (Bild 1.3).

Das Einbetten kommt vorwiegend bei weichen Werkstoffen oder dünnwandigen Bauteilen zur Anwendung. Eigens hierfür hat die Industrie unterschiedliche Einbettmittel auf den Markt gebracht.

Das Einbettmittel wird jedes Mal kurz vor seiner Verwendung angemischt. Es handelt sich dabei um verschiedene Reaktionsharzmassen. Sie unterscheiden sich in ihrer Wärmeentwicklung während des Aushärtens und in ihrer Aushärtedauer. Gesichtspunkte für die Wahl des Einbettharzes sind – neben der Reaktionstemperatur – der Preis, die Schwindung, die Aushärtezeit sowie Anforderungen durch Folgeuntersuchungen wie Härte und Polierfähigkeit.

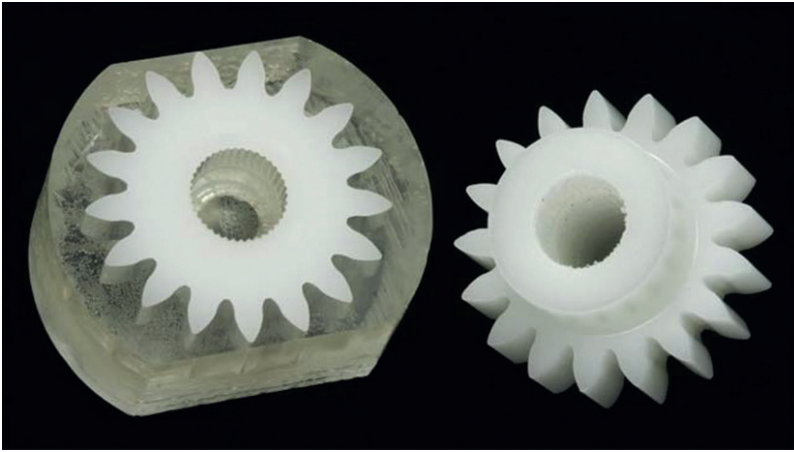


Bild 1.3 Notwendigkeit der Einbettung bei unregelmäßig geformter Probe (POM-Zahnrad)

Eine kurze Dauer der Aushärtung, verbunden mit großer Wärmeentwicklung, ergibt sich beim Methylmethacrylatharz. Seine Aushärtedauer beträgt 4 bis 10 min. Die während der Aushärtung entstehenden hohen Temperaturen (90 °C bis 110 °C) sind nicht für jede Probe geeignet, außerdem besteht während dieser Zeit die Gefahr, dass sich die Probe stellenweise durch den Reaktionsschwind des Harzes ablöst. Dadurch ist ein fester Sitz des Präparats im Einbetttharz nicht mehr gewährleistet. Weiterhin werden viele Kunststoffe durch Methylmethacrylate chemisch geschädigt. Hier ist unbedingt eine Prüfung auf die Verträglichkeit durchzuführen.

Eine geringe Wärmeentwicklung, verbunden mit einer Aushärtezeit um 20 Stunden, ergibt sich bei Epoxidharzen. Das Harz hat nach der Aushärtung eine gelbliche Farbe und ist transparent. Beide Harze härten ohne Wärmezufuhr von außen. Es ist darauf hinzuweisen, dass das Mischungsverhältnis von Epoxidharz zu Härter genau eingehalten werden muss, da das Harz sonst ungenügend aushärtet (Polyadditionsreaktion).

1.3.2 Vorbehandlung

Es gibt einige Vorbehandlungsmethoden die individuell nützlich sein können.

Einfärben

Durch Einfärben werden feine Risse, und in Verbindung mit Wärme, Schweißlinien und Erwärmungsbereiche plastisch sichtbar gemacht.

Heißluftbehandlung

Mit der Heißluftbehandlung werden Formteileigenspannungen plastisch sichtbar. Durch das gleichzeitige Tempern erfolgt zudem eine Reduzierung der Formteileigenspannungen. Um z.B. die Breite einer Heizelementschweißnaht zu erkennen, wird ein Blockschliff mit SIC-Nassschleifpapier, Körnung 1200, durch die Schweißnaht angefertigt und vorsichtig mit einem Heißluftföhn mit 320 °C abgefächelt.

Kältebehandlung

Durch eine Kältebehandlung werden z.B. weiche Kunststoffe (Elastomere) für Dünnschnitte härter, erst dann können sie geschnitten werden. Ein Kältespray reicht dazu nicht aus, weil der Wärmehalt des Mikrotommessers im Vergleich zum entstehenden Dünnschnitt viel zu groß ist. Das gelingt nur mit einer Kryostat-anlage.

Kleben (Aufkleben, Zusammenkleben)

Schwer handhabbare, vielkantige Proben werden zur Untersuchung oder Weiterbearbeitung mit 2K-Klebstoffen auf EP-, UP- und Acrylbasis oder 1K-Cyano-acrylat-Klebstoffen auf Probenhalter oder Glasobjektträger geklebt und danach z.B. geschliffen (1K und 2K = Einkomponenten- und Zweikomponenten-Mischungen).

Klebstreifenmethode

Die Klebstreifenmethode dient überwiegend der Haftfestigkeitsprüfung von Lacken und Beschichtungen. Auf die zu untersuchende Lackschicht wird ein Klebstreifen luftblasenfrei aufgerieben und senkrecht zur Oberfläche ruckartig abgerissen. Je mehr Lackpartikel anhaften, desto schlechter ist die Haftfestigkeit.

Schaben

Schaben ist ein Oberflächenabtrag mit einem Skalpell oder Schaber, um z.B. bei einem lackierten Formteil die Kunststoffoberfläche oder bei Mehrschichtlackierungen einzelne Lackschichten freizulegen.

■ 1.4 Verschiedene Präparationsverfahren

1.4.1 Ganzteilpräparation

Totalpräparate sind im Allgemeinen fertige Formteile, die sofort oder nach einer festgelegten Zeit einer Sichtprüfung mit dem bloßen Auge oder einer Lupe unterzogen werden. Diese kann stichprobenartig an Einzelstücken erfolgen oder automatisiert an allen hergestellten Teilen durch den Einsatz der digitalen Bildauswertung durchgeführt werden. Wichtigste Einflussgröße für eine gute Sichtbarkeit der Fehler ist die optimale Gestaltung der Probenbeleuchtung. Bei transparenten Kunststoffteilen kann man davon ausgehen, dass diese meist aus amorphen, ungefärbten Werkstoffen gefertigt sind. Hier sollte die Fehlerrückmeldung im linear oder zirkular polarisierten Durchlicht erfolgen. Bei dieser Durchlichtbetrachtung lassen sich Fehler im Angussbereich und Fließnähte sehr leicht und schnell erkennen. Bei unvollständig geschlossenem Werkzeug fließt die Formmasse in den Werkzeugschlitz und bildet „Schwimmhäute“ aus (Bild 1.4).

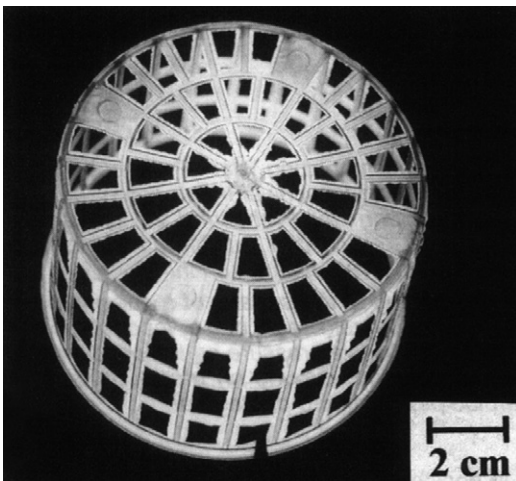


Bild 1.4
Schwimmhäute an Stegen eines aus PP gespritzten Fruchtkörbchens durch unvollständig geschlossenes Werkzeug, Makroaufnahme

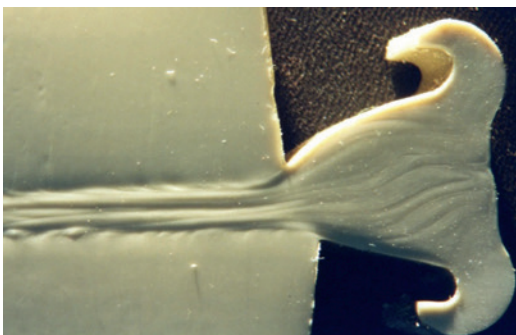


Bild 1.5
Schweißnaht in einer mit Kreide gefüllten Polypropylenprobe, thermisch geätzt, Makroaufnahme

Sind die Formteile opak, wird die Fehlstelle mit schräg einfallendem Licht betrachtet. Hier sind der Einfallswinkel und die Einfallsrichtung von ausschlaggebender Bedeutung für die Kontrastierung. Ohne weitere Bearbeitung lassen sich die durch die thermische Schrumpfung entstandenen Einfallstellen in der Nähe von Massenanhäufungen innerhalb des Formteiles erkennen. Sollen an opaken Formteilen Fließ- oder Schweißnähte nachgewiesen werden, so wird von dem betreffenden Bereich etwa 1 mm (je nach Formteildicke) bis zur Körnung 2400 abgeschliffen. Die Schlifffläche wird in einem Abstand von etwa 1 bis 2 mm über einer Wärmeplatte bis 15 bis 20 °C unterhalb der Schmelztemperatur des betreffenden Kunststoffes für 5 bis maximal 10 Sekunden erhitzt. Durch die Relaxation der oberflächennahen Bereiche kommt es zu einer deutlichen Nahtaufwölbung, die im Schräglicht gut auszuwerten ist (Bild 1.5).

An Totalpräparaten ist die Überprüfung folgender Fehlermöglichkeiten denkbar:

- Einfallstellen durch Schrumpfung des Kunststoffes im Bereich massereicher Formteilstellen
- Einschluss von artfremdem oder meist thermisch geschädigtem arteigenem Material an der Oberfläche der Formteile
- Bindefehler durch falsche Angussgestaltung
- Oberflächenartefakte durch Verarbeitungsfehler (Schmelzenbruch, Schleier, matte Stellen)
- Unvollständige Ausformung der Bauteile durch Materialmangel
- Fließfehler im Angussbereich

1.4.2 Anschliff

Anschliffe können neben der bekannten metallographischen Anschlifftechnologie bei den vorliegenden Polymeren oft auch durch Überschneiden mit einem Mikrotom oder Präparation mit einer Ultrafräse hergestellt werden. Bei diesen Präparationsverfahren sind die Verformungsschichten und damit die Artefakte äußerst gering, damit kann in sehr vielen Fällen nach diesen Präparationsarten sofort mit einer Kontrastierung oder Beobachtung der Probe begonnen werden. Die Zeiterparnis gegenüber einer Anschliffherstellung ist erheblich.

Sind die Werkstoffe jedoch sehr spröde oder enthalten harte Verstärkungsmaterialien oder Füllstoffe, so sollte die klassische Schlifftechnik angewendet werden. Die Bearbeitung kann wie bei den meisten Metallen mit Siliziumkarbid- oder Diamantwerkzeugen erfolgen. Einen wesentlichen Einfluss auf das Präparationsergebnis haben bei allen polymeren Werkstoffen die Kühlrate und Kühlmittelzusammensetzung. Wird besonders bei feineren Schleifmittelkörnungen die Kühlung vernachlässigt, so kommt es sehr leicht zu thermischen Schädigungen der Probenoberfläche (Bild 1.6).

Neben dem Aufschmelzen der oberflächennahen Bereiche können sich durch die Erwärmung und damit verbundene Erweichung in die Probe Schleif- und/oder Poliermittelkörner eindrücken (Bild 1.7).

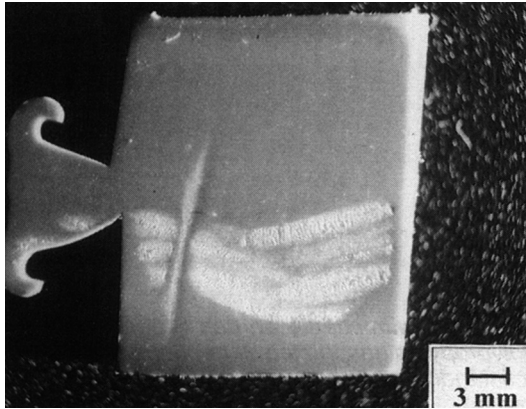


Bild 1.6 Anschmelzung der Probenoberfläche einer Polypropylenschweißnaht durch ungenügende Kühlung der Probe und zu starken Anpressdruck. Geschliffen mit Siliziumkarbidpapier der Körnung 2400, Makroaufnahme

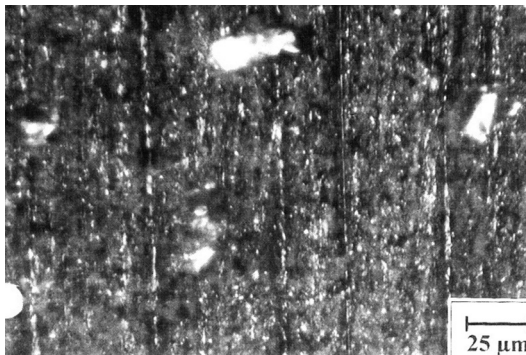


Bild 1.7 Eingedrückte Schleifkörner in einer PP-Probenoberfläche, Auflicht – Hellfeld

1.4.2.1 Schleifen

Schleifziel ist ein Materialabtrag zum Planen und Verfeinern der Probenoberfläche oder auch um in eine bestimmte Ereignistiefe vorzudringen. Das Schleifen ist wie das Polieren ein spanabhebendes Verfahren. Drei Schleifarten sind üblich: der Blockschliff, Dünnschliff und Trennschliff. Für das Schleifen von Thermo- und Duroplasten werden sieben Schleifstufen der Körnung: 180, 220, 320, 500, 800, 1200 und 4000 unterschieden.

Tabelle 1.5 Schleifstufen für Thermo- und Duroplaste

Schleifträger	nassfest						
Kornart	SiC						
Korngröße in μm	80	65	46	30	22	15	5
Körnungs-Nr. *	180	220	320	500	800	1200	4000
Schmiermittel	H_2O						
Drehzahl in min^{-1}	250 [8" ~ 20 cm]						
Gewicht in g **	2000			1500	1000	500	300
Zeit in min	5	6	5	5	8	10	15

* Die Körnungs-Nr. kennzeichnet die Anzahl der Maschen/Zoll eines Siebes, durch das die größten Schleifkörner gerade noch durchfallen. Je nach Hersteller variieren die Bezeichnungen.

** plus zusätzlich aufgebrachtem Druck

Um Zeit zu sparen, ist besonders für „schmierende“ Kunststoffe (PE, PP, PB, PIB) die gröbste Schleifstufe mit Körnung 180 empfehlenswert. Wichtig ist dabei, dass die nachfolgende feinere Körnung die Rautiefe der vorausgehenden abträgt. Das ist bei einer Kornabstufung nach Tabelle 1.5 gewährleistet.

Tabelle 1.6 Arbeitsanleitung 1 – Anschliffherstellung von Kunststoffen

Schleifprozess [Scheiben- $\varnothing$ = 8" ~ 20 cm]
- Wichtig! Auf gute Kühlung achten! Nicht über 250 U/min! Geringer Druck! - Planschleifen mit Siliziumkarbid oder Diamant, Körnung 40 – 60 μm - Schleifen mit Körnung 30 – 40 μm - Feinschleifen mit folgenden Körnungen 13 – 26 μm/10 – 17 μm/3 – 5 μm
Polierprozess
- Wichtig! Auf gute Kühlung achten! - Eine leichte Reliefbildung ist bei gefüllten Proben für die Beobachtung günstig - Schmiermittel Wasser oder in Sonderfällen Glyzerol, harte Tücher - Vorpolieren mit Diamant/Körnung 3 μm/harte Tücher - Feinpolieren Diamant/Körnung 1 μm/harte Tücher - Feinstpolieren mit Aluminiumoxyd oder Diamant, Körnung 0,1 μm/weiche Tücher - Reinigen mit destilliertem Wasser und Trocknen ohne Wärmeeinwirkung

Die Schliffgüte von Körnung 1200 genügt oft zur Erkennung makroskopischer Gefügebestandteile. Zur Untersuchung mikroskopischer Gefügebestandteile muss poliert werden (Rautiefen < 1 μm).

Einige Kunststoffe, wie z.B. Polyamid oder Collagen, ändern die Eigenschaften bereits bei geringen Wasseraufnahmen, andere sind sehr empfindlich gegenüber Alkohol oder ähnlichen organischen Lösungsmitteln. Zur Sicherheit sollte vor dem Verwenden von Schmier- und/-oder Kühlmitteln deren Unbedenklichkeit an einer nicht so wichtigen Probenstelle analog zu den Anleitungen der Lösungsmittel-tabelle überprüft werden. Werden diese speziellen Kunststoffeigenschaften beachtet, so können von fast allen Kunststoffen ohne besondere Vorkenntnisse gut aus-

wertbare Anschliffe angefertigt werden. Die Arbeitsanleitung in Tabelle 1.6 soll dazu nur Anregungen geben. Wie auch in der Metallographie führen andere Arbeitsabläufe durchaus oft ebenfalls zu guten Ergebnissen.

Neben den von der Metallpräparation bekannten Fehlern, wie Schleif- und Polierkratzen und Kantenabrundungen, treten bei Kunststoffen weitere materialspezifische Präparationsfehler auf. Tabelle 1.7 zeigt eine Auswahl dieser Anschliffpräparationsfehler und zeigt Möglichkeiten zu deren Vermeidung.

Tabelle 1.7 Fehler und Vorschläge zu deren Vermeidung bei der Anschliffpräparation von Kunststoffen

Aufgetretene Fehler/Fehlerursache	Auswirkung auf die Probe	Vorschläge zur Behebung der Fehlerursache
Schädigung der geschliffenen Probenoberfläche durch lokale Aufschmelzungen	Oberfläche zeigt mattes, raues Schliffbild ohne die typischen Schleifriefen	intensivere Kühlung durch: ▪ mehr Kühlmittel ▪ Metallscheibe als Unterlage ▪ weniger Druck ▪ geringere Scheibendrehzahl
Eindrücken von Schleifkörnern in die Probenoberfläche	meist erst im Mikroskop erkennbare, blockförmige Einlagerungen, Beobachtung in Hell- oder Dunkelfeld!	bessere Spülung durch mehr Kühlmittel, geringerer Druck, Papierqualität. (Papier mit Blindprobe kurz überschleifen, danach gut spülen und abbürsten), keinen Ultraschall für die Zwischenreinigung anwenden!
Eindrücken von Polierkörnern in die Probenoberfläche	immer erst im Mikroskop erkennbare, sehr kleine Einlagerungen. (Dunkelfeld!)	das Eindrücken beruht in diesem Fall meist auf einer Erwärmung und damit Erweichung der Oberfläche, daher gute Kühlung, geringer Druck, Endpolitur einige Minuten nur mit destilliertem Wasser, kein Ultraschall!
Schleif- und/oder Polierkratzer	gerade und/oder unregelmäßig gebogene feine Linien auf der Probe	möglichst feine Anstufung der Schleif- und Poliermittelkörnungen, sehr sorgfältige Zwischenreinigung, kein Ultraschall! Endpolitur mit sehr weichen Tüchern. Bei den meisten Polymeren sehr schwer vollständig zu vermeiden
Kantenabrundungen	Höhenunterschiede zwischen unterschiedlich harten Phasen oder zwischen Probe und Einbettung/Einspannung	Vorpolitur mit möglichst hartem Tuch und anschließend nur kurz mit weichem Tuch endpolieren

1.4.2.2 Polieren

Das Polieren ist wie das Schleifen eine spanabhebende Bearbeitung und erfolgt ab einer Rautiefe von ca. 15 µm (Körnung 1200) nach dem Schleifen. Übliche Polierkorngrößen sind: 6, 3, 1 und 0,25 µm (Tabelle 3.8). Für mikroskopische Untersu-

chungen genügt eine Endpolitur mit 1 µm. Dies entspricht einer Rautiefe von 0,1 bis ca. 0,05 µm. Zum Polieren werden hauptsächlich Diamant als Pulver, Paste, Spray und Aluminiumoxid (Al₂O₃) als Pulver oder Tonerdesuspension (Al₂O₃ in H₂O) angewandt. Das Polierkorn, üblicherweise auf ein Poliertuch aufgetragen, ist nicht fest eingebunden wie das Schleifkorn beim Nassschleifen (Tabelle 1.8).

Tabelle 1.8 Poliertucharten und Anwendungsbereiche

Poliertuch	Korngrößen in µm	Polierart	Handelsname	Material	Beschaffenheit
hart	1/3/6/7	VP + EP	Pellon Pan-W	Kunstfaser	hart, flach
	7/9/15	VP	Pellon PA-W		
	15/25/45		Pellon PAD-K		
	6/7/9/15/25/45		DP-Dur	Naturseide	
mittelhart	0,25/1/(3)	EP	DP-Mol	Baumwolle	weich, hochflorig
weich			DP-Nap	Kunstfaser	

VP – Vorpolieren, EP – Endpolieren

Als Schmiermittel (außer bei Polyamid) ist Wasser vorzuziehen, weil lösungsmittelhaltige Schmiermittel bei Kunststoffproben die Oberfläche anlösen können. Durch Schneiden und Rollen der Polierkörner wird die Probenoberfläche abgetragen und verdrängt. Oft werden dabei die Riefenränder in die Riefen gedrückt, was eine gute Politur vortäuscht.

Infolge der Schneidwirkung des Schleifmittels, meist Siliziumkarbid (SiC) auf nassfestem Träger, wird Material der Oberfläche spanend abgetragen, wobei Kratzer und plastische Verformung zurückbleiben.

Bei hohem Polierdruck entsteht die Deformationsschicht (Beilby-Schicht) aus stark verformten, amorphen oder teilkristallinen Anteilen, mit Polierkorn durchmischt. Die unvermeidbare Verformungs- und Reibtiefe ist aber bei den Polierstufen: 6, 3, 1 und 0,25 µm so gering, dass ihre Summe, die Deformationsschicht (Bild 1.8), bedeutungslos wird. Voraussetzung ist aber ein möglichst geringer Polierdruck.

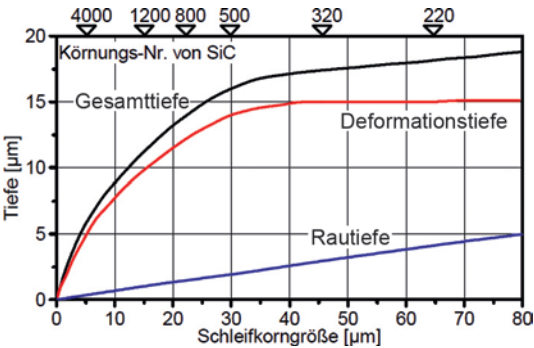


Bild 1.8 Einfluss der Schleifkorngröße auf die Deformationsschicht

Die Dicke der Deformationsschicht ist abhängig von der Kunststoffart, Kühlung, Füllung, Erweichungstemperatur sowie Körnung, Art des Schleifmittels (Härte) und Bindung der Schleifscheibe. Die Gesamttiefe in Bild 1.8 entspricht der Dicke der Deformationsschicht plus Rautiefe. Sie wächst mit der Korngröße des Schleif- bzw. Poliermittels.

Tabelle 1.9 Beispiel für das Polieren von Thermo- und Duroplasten

Polierparameter	Thermoplaste				Duroplaste			
Kornart	Diamant		Al-Oxid		Diamant		Al-Oxid	
Korngröße in μm	6	3	1	0,25	6	3	1	0,25
Kühlmittel	H_2O							
Drehzahl in min^{-1}	250							
Gewicht in g	400			von Hand	300		50	
Zeit in min	10		15	5	10	5	3	

Weiche Poliertücher ergeben wenig Kratzer, aber ein grobes Relief (Topographie) durch stärkeren Abtrag der weichen Phasen (bei z. B. verstärkten Kunststoffen). Sie werden überwiegend zum Endpolieren (EP) ungefüllter Formmassen verwandt. Harte Poliertücher ergeben ein feineres Relief (Topographie), aber mehr Kratzer. Sie werden überwiegend zum Vorpulieren (VP) oder Endpolieren (EP) ungefüllter Formmassen verwandt.

1.4.2.3 Dünnschliff

Dünnschliffe werden immer dann hergestellt, wenn von den Kunststoffen optische Daten im Durchlichtmikroskop gewonnen werden sollen oder die Probe harte Einschlüsse aufweist. Ungefüllte polymere Werkstoffe können dagegen für Gefügeuntersuchungen meist als Dünnschnitt präpariert werden. Bei sorgfältiger Arbeit wird die Probe bei der Dünnschliffpräparation weniger geschädigt, als das bei einem Dünnschnitt der Fall ist. Die Entscheidung, welche Präparation bevorzugt wird, hängt also neben der gerätetechnischen Verfügbarkeit wesentlich von der Zielstellung und der verfügbaren Zeit ab.

Ausgangspunkt für jeden Dünnschliff ist ein planer, randscharfer und möglichst kratzerfreier Anschlag. Poröse, lockere und biologische Materialien sollten, wie das auch bei Anschliffen erforderlich ist, vor der Präparation verfestigt werden. Der Schliff wird mit der polierten, aber im allgemeinen ungeätzten Seite auf einen gut gereinigten, fettfreien Glasobjektträger mit einem handelsüblichen Kittmittel ohne oder mit nur sehr geringer Wärmeentwicklung aufgekittet. Dabei ist darauf zu achten, dass sich zwischen Probe und Glas keine Lufteinschlüsse ausbilden. Von der Glasseite aus gesehen, stellen sich diese makroskopisch im leicht schräg einfallenden Licht als hell leuchtende Flächen dar (Bild 3.9). Werden diese Ein-

schlüsse übersehen, sind im fertigen Dünnschliff feine Linien oder dunkle verschwommene Flecken sichtbar (Bild 1.10).

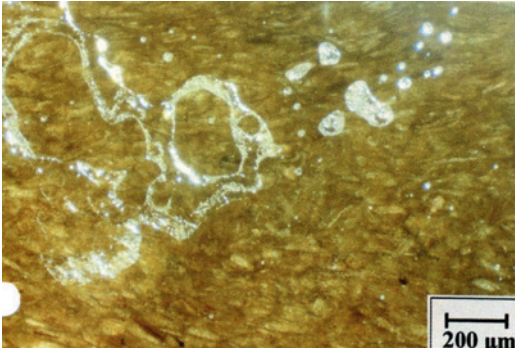


Bild 1.9

Lufteinschlüsse zwischen Probe und Objektträger sofort nach dem Aufkitten von der Glasseite aus, Lupenvergrößerung im Schräglicht

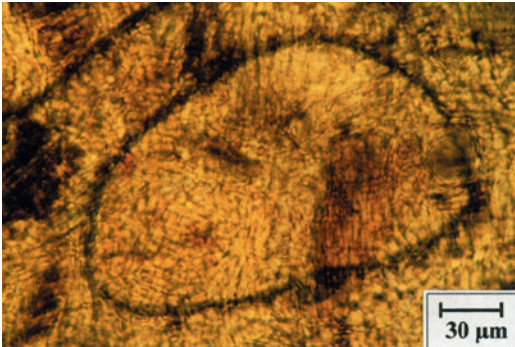


Bild 1.10

Lufteinschlüsse zwischen der Probe von Bild 1.9 und Objektträger nach der Dünnschliffpräparation von der Proben-seite aus, Durchlicht – Hellfeld, immergiert in Silikonöl

Das Kittmittel muss in dünnen Schichten farblos und isotrop sein. Weiterhin darf es keine organischen Lösungsmittel enthalten. Beim Aushärten oder Erstarren des Kittmittels darf keine Phasentrennung durch Entmischung auftreten. Übliche Kittmittel sind kaltaushärtende Epoxidharze (Vorsicht, manche Typen neigen zur Entmischung oder Wärmeentwicklung), Kanadabalsam für temperaturunempfindliche Materialien oder auch ungefärbtes Wachs (vor dem Gebrauch an dünnen Schichten durch Aufkitten eines Deckgläschens ohne Probe im Mikroskop überprüfen).

Nun wird die Probe automatisch oder manuell planparallel auf die erforderliche Dicke präpariert. Die Dicke des Dünnschliffs sollte für die Lichtmikroskopie bei 7 bis 10 µm liegen. Der fertige Dünnschliff wird im Allgemeinen eingebettet, wobei die Brechzahl Differenz zur Probe für eine kontrastreiche Darstellung wie bei allen Durchlichtpräparaten bei 0,1 bis 0,2 liegen sollte. Da die Präparation von Dick- und/oder Dünnschliffen sehr arbeitsaufwendig ist, kann in die Einspannung der Probenhalter für die automatische Anschliffherstellung ein Probenhalter für Dick- oder Dünnschliffherstellung eingesetzt werden (Bild 1.11).

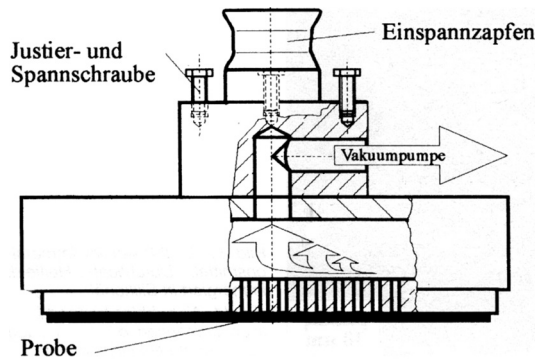


Bild 1.11 Schematische Darstellung des Vakuumproubholders für die automatisierte Dickschliffherstellung

Das erforderliche Vakuum wird mit einer Wasserstrahlpumpe erzeugt. Mit dem Zusatzgerät wurden zahlreiche Schliffe mit unterschiedlicher Dicke und Abmessung hergestellt. Die Dickenabweichung über die Gesamtfläche betrug nur wenige Prozent und konnte im Bedarfsfall leicht durch manuelles Nachschleifen korrigiert werden.

Tabelle 1.10 zeigt die Herstellung von Dünnschliffen an Kunststoffproben.

Tabelle 1.10 Dünnschliffherstellung Kunststoffproben

- randscharfen Anschliff herstellen
- mit Niedertourentrennscheibe bei guter Kühlung möglichst dünne Scheibe an der Schliffseite abtrennen
- Scheibe mit der Schliffseite auf Objektträger kitten
- Kittmittel darf sich beim Polymerisieren nicht über Raumtemperatur erhitzen, auskristallisieren, entmischen oder die Probe angreifen
- manuell oder automatisch mit Körnung 30 μm bis etwa 20 μm vor gewünschter Dicke mit abnehmender Körnungsgröße abschleifen
- auf gute Kühlung achten! Nicht über 150 U/min bei einer 8-Zoll-Schleifscheibe! Geringer Druck!
- Feinschleifen mit den Körnungen 10 bis 17 μm und 3 bis 5 μm bis etwa 5 μm vor gewünschter Dicke
- mit Aluminiumoxyd oder Diamant Körnung 3 μm bis 0,1 μm durch Polieren auf gewünschte Dicke 10 μm – 15 μm bringen
- mit destilliertem Wasser reinigen und ohne Wärmeentwicklung trocknen

für Beobachtungen im Auflichtmikroskop:

- der Dünnschliff ist fertig, er darf nicht abgedeckt werden

für Beobachtungen im Durchlichtmikroskop:

- Immernieren mit Silikonöl eines geeigneten Brechungsindex, mit Deckglas abdecken und mit Nagellack Deckglas sichern

Tabelle 1.11 zeigt die wichtigsten Fehler bei der Dünnschliffherstellung und gibt Anregungen zu deren Vermeidung.

Tabelle 1.11 Fehler und Vorschläge zu deren Vermeidung bei der Dünnschliffpräparation von Kunststoffen

Fehler/Fehler-ursache	Auswirkung auf die Probe	Vorschläge zur Behebung
Lufteinschlüsse zwischen Probe und Objekträger	nach dem Aufkitten sind von der Glas-seite aus hell reflektierende Bereiche sichtbar. Mikroskopische Auswertung ist sehr stark beeinträchtigt bis unmöglich	neu aufkitten mit weniger Druck und/oder mehr Kittmittel, Blasenbildung verhindern durch leichtes Verschieben der Probe beim Aufkitten
Abtrennung der Probe während der Präparation	Objekträger ungenügend gereinigt, falsches Kittmittel für entsprechenden Probenwerkstoff, zu wenig Kittmittel, damit Spaltbildung an den Probenrändern und Ablösung bei mechanischer Belastung	neu aufkitten mit mehr und/oder anderem Kittmittel. Darauf achten, dass Kittmittel an den Probenrändern herausquillt und eine kleine Wulst bildet
Schrägschleifen der Probe durch einseitigen Druck	Probe erhält ein keilförmiges Dickenprofil und ist für optische Messungen unbrauchbar	wenn die Probendicke es zulässt, durch verstärktes Drücken der zu dicken Bereiche gleichmäßige Probendicke herstellen. Sonst neue Probe
Probe zu dick	die Probenstrukturen überlagern sich und das mikroskopische Bild der Probe wird unscharf, flau und löscht im polarisierten Licht nicht vollständig aus	Probendicke so wählen, dass möglichst die Dicke der zu untersuchenden Strukturgröße entspricht Probe weiterbearbeiten
Probe zu dünn	Probe ist unter 1-3 µm dick und schon an einigen Bereichen durchgeschliffen, das mikroskopische Bild der Probe zeigt wenig Kontrast	Dünnschliff neu herstellen
Kittmittel schmilzt auf	das Kittmittel wird bei der Probenbearbeitung über die Probe geschmiert und setzt das Schleifpapier in größeren Bereichen vollständig zu. Auf der Probenoberfläche sind ausgedehnte matte, schlierenartige Bereiche sichtbar, das mikroskopische Bild der Probe wird unscharf, flau und kontrastarm	Probe besser kühlen, weniger Druck, Metallträgerscheibe zur besseren Wärmeabführung

Für die Herstellung der Dünnschnitte stehen unterschiedliche Messer zur Verfügung:

Einmalklingen aus gehärtetem Stahl	weiche Kunststoffe
Einmalklingen aus Hartmetall	harte bis sehr harte Kunststoffe
Metallmesser C-Schliff	weiche Kunststoffe
Metallmesser D-Schliff	harte Kunststoffe
Hartmetallmesser C-Schliff	weiche Kunststoffe
Hartmetallmesser D-Schliff	harte bis sehr harte Kunststoffe
Glasmesser	alle Kunststoffe, sehr gute Schnittqualität, geringe Standzeit, kein Schärfen möglich
Diamantmesser	alle Kunststoffe, sehr gute Schnittqualität, hohe Standzeit, Schärfen möglich

1.4.2.4 Bruchpräparate

Für viele Untersuchungen an Kunststoffen werden Bruch- und Oberflächenpräparate analysiert. Bei der Herstellung der Brüche sollen leicht und sicher zu reproduzierende Methoden angewendet werden. Im Allgemeinen wird die Probe längere Zeit mit Stickstoff gekühlt und gebrochen. Dabei ist darauf zu achten, dass eine der Schadensursache entsprechende Belastung vorgesehen wird bzw. bei prophylaktischen Untersuchungen klare Beanspruchungszustände vorgesehen werden.

Zur Kontrastverbesserung im Auflicht können die für die Lichtmikroskopie vorgesehenen Proben auch mit Aluminium, Kupfer oder Gold bedampft werden. Die Beobachtung erfolgt vorzugsweise bei geringen Vergrößerungen im Stereo- oder Auflichtmikroskop im Hell- und/oder Dunkelfeld. Für viele Proben reichen bereits Beobachtungen im Bereich der Lupenvergrößerung aus. Während der Kunststoffherstellung, z.B. durch Extrusion, kommt es durch eine falsch eingestellte Werkzeugtemperatur im fertigen Formteil oder Halbzeug zum Schmelzenbruch. Die dabei entstehenden typischen Oberflächenstrukturen zeigt Bild 1.12.

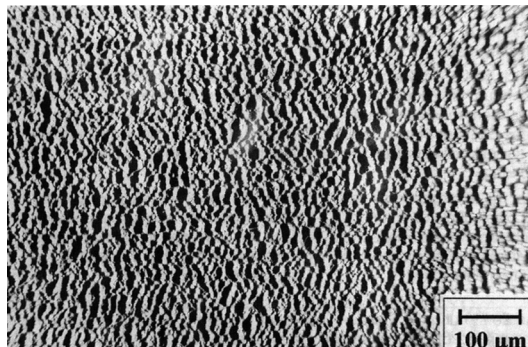


Bild 1.12 Schmelzenbruch durch einseitig stark gekühltes Werkzeug an einer extrudierten Polyethylenplatte, Auflicht – Hellfeld, Schräglicht senkrecht zu den Brüchen, Lupenaufnahme

Tabelle 1.12 Fehler und Vorschläge zu deren Vermeidung, bei der Bruch- und Oberflächenpräparation von Kunststoffen

Fehler/Fehlerursache	Auswirkung auf die Probe	Vorschläge zur Behebung
Probe wird ohne Bruch nur deformiert. Das Probenmaterial ist über den Gesamtquerschnitt nicht genügend gekühlt	keine mikroskopische Probenauswertung möglich	Probe vollständig bis unter die Glastemperatur des Werkstoffes kühlen
die Probe bricht zwar, aber der Kernbereich ist noch nicht genügend gekühlt	die Probe bricht als Verformungsbruch und ist sehr schlecht auswertbar	Probe vollständig bis unter die Glastemperatur des Werkstoffes kühlen
ungenügende Reflexion der Probenoberfläche	das mikroskopische Bild ist flau, kontrastarm und kaum auswertbar	Probe dünn mit Aluminium, Kupfer oder Gold bedampfen

1.4.3 Mikrotomie

1.4.3.1 Mikrotom

Die Mikrotomie bezeichnet die Technik des „Klein-Schneidens“ von Objekten zur Herstellung sogenannter Dünnschnitte. Verschiedene Bauarten von Mikrotomen erlauben unterschiedliche Schnittdicken herzustellen, die für verschiedene Untersuchungsmethoden benötigt werden (Tabelle 1.13). Es dominieren zwei Mikrotomarten:

- das Schlittenmikrotom (Bild 1.13) und
- das Rotationsmikrotom (Bild 1.14).

Beim Schlittenmikrotom ist das Präparat meist auf einem festen Blockträger fixiert, während das Messer auf einem schweren Schlitten hin und her bewegt wird. Der Schlitten befindet sich auf einem auf Rollen gelagerten Band. Das Messer kann bei vielen Schlittenmikrotomen zur Schnittrichtung schräg gestellt werden. Dieser Winkel wird als Deklination bezeichnet. Diese Orientierung reduziert im Vergleich zu einem quergestellten Messer den Druck beim Schneiden.

Eine andere Mikrotomart ist das Rotationsmikrotom, auch als Minotmikrotom bezeichnet. Es wird zwar durch eine Drehbewegung angetrieben, diese wird aber in eine geradlinige Bewegung umgewandelt, so dass die eigentliche Schnittbewegung (die hier vom Objekt ausgeführt wird) in einer einfachen Auf- und Abwärtsbewegung besteht. Beim Rotationsmikrotom ist das Messer typischerweise horizontal und feststehend angeordnet.

Für die Präparation werden handelsübliche oder selbstgebaute Mikrotome verwendet. Bei der Wahl bzw. dem Bau des Mikrotoms ist auf dessen mechanische Stabilität und Präzision zu achten. Eine feinmechanisch präzise Schlittenführung, konstante Antriebsgeschwindigkeit und eine Probenhalterung, die feste Einspannung erlaubt, gewährleisten gleichbleibende Schnittdicken.

Vorteilhaft sind seitlich verschiebbare Messer oder eine verschiebbare Probenhalterung, um die gesamte Messerbreite nutzen zu können. Die Messer selbst müssen stabil gefasst und mit wenig Aufwand wechselbar sein. Auf diese Weise können weniger gute Messer zum Vorschneiden eingesetzt werden. Die Schnittdicke muss sich feinstufig im μm -Bereich einstellen lassen, zusätzlich sollte eine exakte Neigungswinkeleinstellung des Messerhalters zur Schneidebene möglich sein. Der Vortrieb des Schlittens kann von Hand oder mit Motorantrieb erfolgen. Während der Handantrieb feinfühlicher ist, hat der Motorantrieb den großen Vorteil, dass zwei Hände zum Arbeiten frei sind (Bild 1.15).

Tabelle 1.13 Mikrotomvarianten und Funktionsprinzip

Mikrotomart	Funktionsprinzip
Schlittenmikrotom	Das Präparat ist fixiert und das Mikrotommesser auf einem „Schlitten“ beweglich angebracht. Die Schnittabnahme erfolgt über die Bewegung des Messers über die Probe.
Rotationsmikrotom	Das Messer ist fixiert und die Probe in einem beweglichen Probenhalter eingespannt. Durch Vorschub und Auf- und Abwärtsbewegungen der Probe werden Schnitte durch das Messer abgenommen. Durch Installation einer Kryokammer auch als Gefriermikrotom verwendbar. Kühlung der Kryokammer mit Flüssigstickstoff ($T_{\text{Nflüssig, p0}} = -197\text{ °C}$).
Ultramikrotom	Funktionsprinzip gleicht dem des Rotationsmikrotoms. Für die Dünnschnittpräparation sehr kleiner Materialien. Einbettung erforderlich. Schnittdicken bis 10 nm möglich.
Vibratom	Schnitt über Vibration der Klinge. Für Schnittdicken über 30 µm.
Laser-Mikrotom	Die Probe wird mit einem Ultrakurzpuls laser berührungslos geschnitten. Zu beachten ist die mögliche thermische Belastung an der Interaktionszone.

**Bild 1.13** Schlittenmikrotom mit fixierter Probe und bewegtem Messer

Beim Sägen mit einer Innenlochsäge lassen sich Probekörper (Durchmesser ca. 30 mm) schnell auf Arbeitsmaße (Schnitt von ca. 70 µm Dicke, planparallele Flächen) dimensionieren. So lassen sich Proben für die Computertomographie, für Temperaturleitfähigkeitsmessungen und weitere Präparationsverfahren (Dünnschliffe) vorbereiten. Die erzielte Oberflächenqualität reicht für eine unmittelbare Auflichtmikroskopie nicht aus.

**Bild 1.14**

Rotationsmikrotom mit fixiertem
Messer und bewegter Probe

oben: komplettes Gerät

unten: Rotationskopf und Messerhalter

**Bild 1.15**

Sägemikrotom

Schnittdicke: $> 50 \mu\text{m}$;

Präparationen für z. B. Computertomographie
oder als Vorpräparation für weiterführende
Präparationen

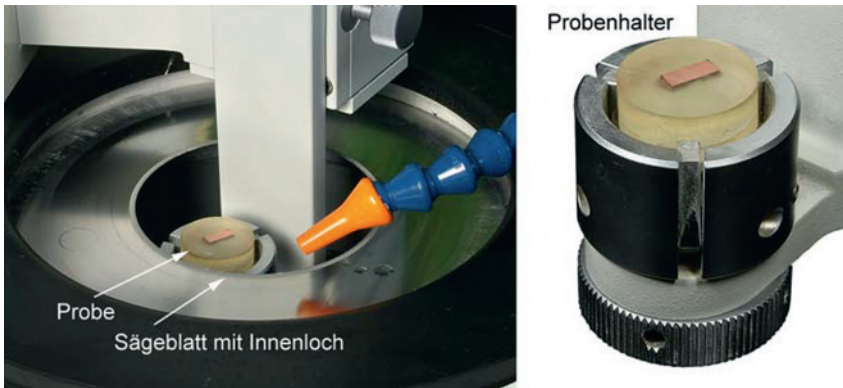


Bild 1.16 Innenlochsäge



Bild 1.17 Ultramikrotom
Schnittdicke: 0,01 bis 0,5 μm ;
Präparationen für Transmissionselektronenmikroskopie

Eine einfache, für die Präparation unverstärkter amorpher und teilkristalliner Thermoplaste gängige Technik stellt die Präparation eines Dünnschnitts und die Betrachtung des Gefüges im Durchlicht des Lichtmikroskops dar. Je nach Eigenschaften des zu präparierenden Materials bei Raumtemperatur wird zwischen einer Präparation bei Raumtemperatur, z.B. Polyamid, Polyethylen oder Polyoxymethylen, und einer Präparation bei tiefen Temperaturen, z.B. thermoplastische oder vernetzte Elastomere, unterschieden.

1.4.3.2 Mikrotommesser für Dünnschnitte

Von wesentlicher Bedeutung für das Gelingen guter Mikrotomschnitte ist die Verwendung des richtigen Messertyps, wobei im Folgenden unter Mikrotommesser nur die in der allgemeinen Mikrotomie verwendeten Stahlmesser verstanden werden sollen. Glas- oder auch vereinzelt anzutreffende Diamantmesser werden wegen ihrer aufwendigen Technik und geringen Schneidbreite für die Untersuchung von Kunststoffteilen kaum benutzt. Bei Glasmessern kommt noch die geringe Standzeit und Festigkeit als negativ hinzu. Stahlmesser werden in vier Schliffarten hergestellt (Bild 1.18) wobei das hobelförmige Messer klar dominiert.

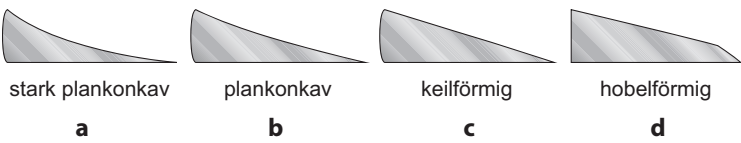


Bild 1.18 Schliffarten für Mikrotommesser

Das Mikrotommesser muss fest, d.h. ohne Spiel, eingespannt sein. Ebenso muss die Probe, die längs zur Schnittrichtung ausgerichtet wird, fest in der Probenhalterung eingespannt sein.

Zur Herstellung von Dünnschnitten von Kunststoffen sind Messer der Schliffart c und d gebräuchlich. Grundsätzlich ist das Hartmetallmesser (HM) Schliffart d vorzuziehen.

Tabelle 1.14 Messerarten für Dünnschnitte

Messerart	Material	Anwendungsbereiche
Einwegmesser	HM	Universalmesser
Einwegmesser Schliffart a	HSS	histologische Schnitte, sehr weiche Kunststoffe
Einwegmesser Schliffart b	HSS	histologische Schnitte, keine Kunststoffe
Einwegmesser Schliffart c	HSS	weiche Kunststoffe
Einwegmesser Schliffart d	HM + HSS	für nahezu alle Kunststoffe

HM – Hartmetall, HSS – Hochleistungs-Schnell-Stahl

Um die Belastung der Messer klein zu halten und gute Schneidergebnisse zu erzielen, sollten Freiwinkel von 3° bis 5° eingestellt werden. Verringert man den Freiwinkel, indem man das Messer flacher stellt, wird das von oben zusammenge-drückte Präparat zurückfedern und von unten am Messer längsschleifen. Zudem wird der Schnitt stärker gestaucht. Es besteht die Gefahr abwechselnd dicker und dünner Schnitte. Das Messer gleitet teilweise über die Schnittprobe.

Wird der Freiwinkel vergrößert, indem das Messer steiler gestellt wird, wirkt die Schneide hobelartig und kann in die Probe dringen. Vor allem bei schlank ausgeschliffenen Schneiden kommt es dann durch Schwingungen zu Querwellen im Schnitt. Sie werden deshalb für Kunststoffe selten verwendet. Es ist zu beachten, dass der Freiwinkel durch die Neigungswinkeleinstellung des Messerhalters vorgegeben wird.

Bei zu groß eingestellten Freiwinkeln und weniger steifen Messern ergeben sich senkrecht zur Schnittrichtung im Dünnschnitt feine Wellen, sog. Rattermarken, s. a. Bild 1.22. Aufgrund langjähriger Erfahrungen wird für übliche Kunststoffe ein Freiwinkel von 5° und kleiner vorgeschlagen.

Als Messertypen stehen Stahl-, Hartmetall-, Glas-, Rubin- und Diamantmesser zur Auswahl, die für verschiedene Anwendungen zweckmäßig sind und sich stark in ihren Anschaffungskosten unterscheiden. Zudem stehen verschiedene Messerformen (Typ B: plankonkav, Typ C: keilförmig, Typ D: hobelförmig) zur Wahl. Die wichtigsten Messerwinkel sind der Freiwinkel, der Keilwinkel und der Spanwinkel (Bild 1.22). Geeignet für die Präparation der meisten Kunststoffe erweisen sich Hartmetallmesser mit keilförmiger Messerform (Keilwinkel 27°). Eine hobelförmige Form ist bei der Präparation von PE vorteilhaft (Keilwinkel 45°). Zur geringen Belastung des Messers und zur Erzielung des besten Schnittergebnisses sollte der Freiwinkel zwischen 3 und 5° eingestellt werden.

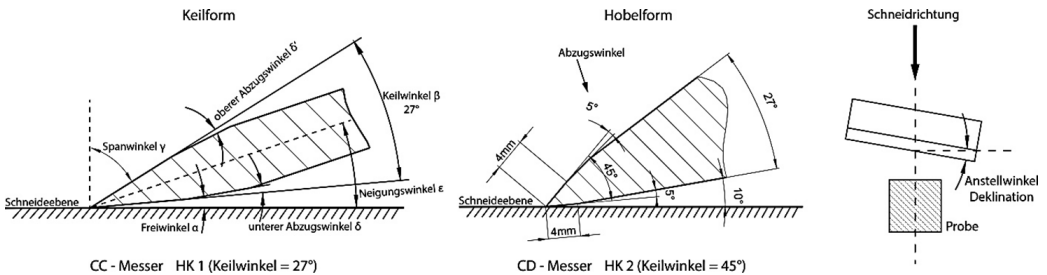


Bild 1.19 Mikrotommesser mit kennzeichnenden Winkeln

links: CC-Messer, HK 1 = 27°

mittig: CD-Messer, HK 2 = 45°

rechts: Anstell- oder Deklinationswinkel

Der Anstell- oder Deklinationswinkel bezeichnet die Schrägstellung der Messerschneide (Bild 1.19, rechts). Als Arbeitshilfen wird empfohlen: Je breiter der Schnitt und je fester das Probenmaterial ist, desto größer kann der Anstellwinkel gewählt werden, wodurch die Schnittkräfte am Messer verringert werden. Andererseits können größere Anstellwinkel auch die Deformation in weichen Materialien klein halten.

Unter dem Gesichtspunkt des angewandten Mikroskopieverfahrens schlägt *Ischebeck* folgende Winkel vor (Tabelle 1.15).

Tabelle 1.15 Erfahrungswerte für Herstellung und Abbildung von Mikrotomschnitten aus Kunststoff

Kunststoff	Mikrotomesser-Winkel			Schnitt-dicke in μm	Mikroskop	
	Typ	α	β		Vergrößerung	Beleuchtung
ABS, ASA, SAN, PS, SB, PVC	HK 3	15°	45°	1–2	100–1000	Durchlicht-Phasenkontrast*
PA, POM, PP (auch verstärkt)	HK 2	15°	30°	10–30	20–100 bis 500	Durchlicht polarisiert Durchlicht-Hellfeld
PE, PIB	HK 1	15°	15°	10–30 20–100	20–200 bis 500	Durchlicht polarisiert Durchlicht-Hellfeld

* Achtung: wenn der Schnitt zu dünn ist, tritt keine auswertbare Phasenverschiebung ein!

Besonders bei weichen Proben kann ein ziehender Schnitt mit schräg gestelltem Messer (Deklinationswinkel $\sigma > 0^\circ$) im Schlittenmikrotom vorteilhaft sein. Neben der stärkeren Betonung des Schneidens wird rein geometrisch der Keilwinkel dadurch kleiner und schneidet schärfer. Auch werden dadurch Messerausbrüche geringer. Moderne Dünnschnittgeräte haben jedoch leider keine solche Winkelverstellung $\sigma > 0$ mehr, da die Hauptkunden Mediziner sind und diese meist nur Paraffinschnitte anfertigen. Besonders aber bei harten und breiten Kunststoffproben wird die Schnittkraft groß. Daher sollte der Anstellwinkel σ grundsätzlich so groß wie möglich sein (20° bis 40°). Dies verbessert die Standzeit und der Dünnschnitt rollt sich nicht so eng auf beim Schneiden (coil oder „Schillerlocke“). Falsche Inklinationswinkel φ und vor allem stumpfe Messer verursachen Dünnschnittstauchungen (Bild 1.20).

Die Verwendung des richtigen Messertyps und dessen einwandfreie Beschaffenheit sind ausschlaggebend für die Qualität des Mikrotomschnittes. Bei stumpfen oder schartigen Schneiden werden die Präparate gestaucht oder weisen an der Oberfläche Scharten und Welligkeiten auf. Bei genauer Betrachtung unter dem Mikroskop zeichnen sich außerdem verschiedene Schärfeebenen ab. Ferner können Teilchen herausgerissen werden. Zur Vermeidung der aufgezeigten Merkmale sollte man beachten, dass kleine Teile der Facette (Schneidenbreite) selbst beim Schneiden weicher Thermoplaste herausbrechen können. Daher ist es empfehlenswert, nach jedem Schnitt die Klinge zu betrachten. Die Schnittstelle sollte man systematisch wechseln.