

M. Seitz, L. Karch, K. A. Weidenmann

Preparation Methods for Electron-Scanning and Light-Microscopic Analysis of Composite Peened Aluminium-Alumina Particle Composites

Präparationsmethodik zur elektronen- und lichtmikroskopischen Analyse von verbundgestrahlten Aluminium-Aluminiumoxid-Partikelverbunden

Received: June 11, 2019
Accepted: January 28, 2020
Translation: V. Müller

Eingegangen: 11. Juni 2019
Angenommen: 28. Januar 2020

Abstract

Boundary-layer visualization in Functionally Graded Metal Matrix Composites (FGMMC) is imperative for a fundamental evaluation of the shape, size, gradient and orientation of the reinforcement phase. In this context, FGMMCs are particularly challenging as they require high-quality mechanical preparation. The reason for this is the central importance of the boundary layers where the local reinforcement phase is located and which require high edge retention to be achieved

Kurzfassung

Eine Visualisierung der Randschicht ist bei funktionell gradierten Metall-Matrix-Verbundwerkstoffen (FGMMC) für eine grundlegende Beurteilung der Verstärkungsphase hinsichtlich Form, Größe, Gradient und Orientierung unerlässlich. Dabei stellen FGMMCs eine besondere Herausforderung an die Qualität der mechanischen Präparation dar. Dies liegt zum einen an dem großen Stellenwert der Randbereiche, da sich hier die lokale Verstärkungsphase befindet, und eine hohe

Authors:

Michael Seitz, Laura Karch Institute for Applied Materials IAM-WK, Karlsruhe Institute of Technology, Engelbert-Arnold-Strasse 4, 76131 Karlsruhe; e-mail: michael.seitz@kit.edu
Kay André Weidenmann Institute for Materials Resource Management, Augsburg University, Werner-von-Siemens-Strasse 6, 86159 Augsburg, e-mail: kay.weidenmann@mrm.uni-augsburg.de

during the preparation process. On the other hand, a potential debonding of the reinforcing particles from the matrix may complicate the preparation process. The aim of this research was the development of a suitable preparation routine in order to evaluate the boundary layer of FGMMCs produced by means of composite peening. A suitable preparation method could be found for the aluminium-alloy matrix material EN AW1050 reinforced with alumina particles.

1. Introduction

As opposed to monolithic materials, Metal Matrix Composites (MMC) hold great promise due to their superior specific properties such as stiffness, strength and creep resistance. They also demonstrate great potential in tribological applications. In these cases, the reinforcement phase is frequently ceramic. In FGMMCs, a subclass of MMCs, the reinforcement phase is not homogeneously distributed across the sample volume. Instead, FGMMCs reveal a graded distribution of reinforcements in the matrix material. Thus, local and highly stressed component sections – most commonly the boundary layer of a workpiece – can be efficiently reinforced.

Composite peening is a recently developed process which is described in more detail in Ref. [1]. In this process, the matrix material is heated to high homologous temperatures and peened with 10 µm ceramic particles in a micro-peening system. Due to their angular shape, the high peening intensity and high process temperature, the ceramic particles are deeply introduced into the base material. Thus, a reinforcement of the boundary layer up to a depth of 40 µm is achieved.

Due to the different mechanical properties of the matrix and the reinforcing element, metallographic preparation of MMCs proves to be challenging. In cases with significant differences in hardness, the softer material, for example, tends to allow increased

Randschärfe der Präparation fordert. Zum anderen erschwert ein potentiell herauslösen der Verstärkungspartikel den Präparationsvorgang. Ziel der Untersuchungen war die Entwicklung einer geeigneten Präparationsroutine, um die Randbereiche der mittels Verbundstrahlen hergestellten FGMMCs bewerten zu können. Für das Matrixmaterial der Aluminiumlegierung EN AW1050 verstärkt mit Aluminiumoxidpartikel konnte eine geeignete Präparation gefunden werden.

1. Einführung

Metallmatrixwerkstoffe (MMC) versprechen gegenüber monolithischen Werkstoffen erhöhte spezifische Eigenschaften wie Steifigkeit, Festigkeit und Kriechwiderstand. Tribologische Anwendungen lassen auch ein großes Potential erkennen. Dabei liegt häufig eine keramische Verstärkungsphase vor. Bei den FGMMCs als Unterart der MMCs liegt die Verstärkungsphase nicht homogen verteilt über das Probenvolumen vor, sondern bildet einen Gradienten im Matrixmaterial aus. So können lokal hochbelastete Bereiche – häufig der Randbereich eines Werkstückes – effizient verstärkt werden.

Das Verbundstrahlen ist ein neu entwickelter Prozess, welcher in [1] näher beschrieben wird. Dabei wird das Matrixmaterial auf hohe homologe Temperaturen erhitzt und mit 10 µm großen Keramikpartikeln durch eine Mikrostrahlanlage bestrahlt. Aufgrund der hohen Strahlintensität, der hohen Prozesstemperatur und ihrer kantigen Form dringen die Keramikpartikel in das Grundmaterial ein. Dabei wird eine Randschichtverstärkung bis zu einer Tiefe von 40 µm erzielt.

Durch unterschiedliche mechanische Eigenschaften von Matrix- und Verstärkungselement gestaltet sich die metallographische Präparation von MMCs als herausfordernd. Beispielsweise neigt das weichere Material bei einem deutlichen Unterschied der Härte zu einem

material removal. A plane and scratch-free surface is therefore difficult to achieve and the composite material has a tendency towards relief formation [2]. Moreover, high edge retention is of importance in the case of FGMMCs as the reinforcing particles are located in this area. Inappropriate preparation procedures may cause these particles to detach. As a result, reinforcing and abrasive particles may be embedded into the soft matrix material. Both preparation errors may lead to a misinterpretation of the microstructure of the present material structure. The softer the matrix material is in comparison with the reinforcement phase, the more serious the issue will become.

Several preparation methods have already been developed for MMCs with aluminium as the matrix material [2–5]. Klaska et al. [2] propose the preparation of the aluminium alloy EN AW6061 reinforced with alumina particles. In this case, particles sizes ranging between 5 μm and 50 μm are homogeneously distributed across the sample. A method for the preparation of aluminium-titanium laminates is described by Romberg et al. in Ref. [3]. Refs. [4, 5] present general methods for aluminium-based MMCs, not considering the issue of a graded boundary layer, however. There are also well-established methods for the preparation of (technically) pure aluminium [5–8]. A preparation route for the composite system aluminium/alumina, addressing both the required high edge retention and challenges posed by the preparation of composite materials, has not yet been described in the literature.

2. Production and Materials

Technically pure aluminium Al99.5 (EN AW1050) was used as the matrix material. The chemical composition is listed in Tab. 1. The dimensions of the composite peened samples were 80 mm (length) \times 11 mm (width) \times 2 mm (height).

gesteigerten Materialabtrag. Eine ebene und kratzerfreie Oberfläche ist demnach schwierig zu erreichen und das Verbundmaterial tendiert zur Reliefbildung [2]. Bei FGMMCs ist weiterhin eine hohe Randschärfe von Interesse, da sich in diesem Bereich die Verstärkungspartikel befinden. Durch eine ungeeignete Präparation ist es möglich diese Partikel beim Präparationsprozess zu verschleppen. Infolge dessen können Verstärkungspartikel genauso wie Schleifpartikel in das weiche Matrixmaterial eingeprägt werden. Beide beschriebenen Präparationsfehler können zur Fehlinterpretation der Mikrostruktur des vorliegenden Materialgefüges führen. Diese Problematik wird verstärkt, je weicher das Matrixmaterial im Kontrast zur Verstärkungsphase ist.

Für MMCs mit Aluminium als Matrixmaterial wurden bereits einige Präparationsmethoden entwickelt [2–5]. Klaska et al. [2] stellt die Präparation der Aluminiumlegierung EN AW6061 mit Aluminiumoxidpartikel vor. Die Partikel der Größenordnung zwischen 5 μm bis 50 μm sind hier homogen über die Probe verteilt. Ein Präparationsverfahren für Aluminium-Titan-Lamine wird von Romberg et al. in beschrieben [3]. In [4, 5] sind allgemeine Verfahren für MMCs auf Aluminiumbasis beschrieben, ohne die Problematik einer gradierten Randschicht zu betrachten. Für die Präparation von (technisch) reinem Aluminium sind ebenfalls Methoden bekannt [5–8]. Eine Präparationsroute, die sowohl auf eine hohe Randschärfe, als auch auf die Schwierigkeiten der Präparation bei Werkstoffverbunden eingeht, ist bei dem Verbundsystem Aluminium Aluminiumoxid noch nicht in der Literatur beschrieben.

2. Herstellung und Werkstoffe

Als Matrixmaterial wurde technisch reines Aluminium Al99,5 (EN AW1050) verwendet. Die chemische Zusammensetzung ist in Tab. 1 aufgeführt. Die Abmessung der verbundgestrahlten Proben betrug $L \times B \times H = 80 \text{ mm} \times 11 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$.

	Al	Si	Fe	Ti	Ga	V
EN AW1050	99.51	0.10	0.30	0.02	0.02	0.01

Tab 1: Chemical composition in wt% of the investigated aluminium alloy EN AW1050.

Tab 1: Chemische Zusammensetzung in Gew.% der verwendeten Aluminiumlegierung EN AW1050.

The reinforcing particles were of angular-shaped alumina, F600 grit. Particle size analysis was performed using the wet dispersion system Quixel from Sympatec, determining a weight-average particle diameter of 7.94 μm .

Composite peening offers a wide range of adjustable process parameters. In the subsequent experiments, parameters such as process temperature, feed rate, peening pressure and the number of treatments were varied. As a result, the reinforcing particles reached penetration depths of up to 40 μm .

3. Preparation

For the experiments, adequate samples of 10 mm in length were cut. In order to prevent chipping or spalling of the boundary layer, the composite peened surface was aligned so that the cut-off wheel cuts into the layer [9]. Subsequently, the sample is hot-mounted using TransOptic from Buehler and placed orthogonally to the peening direction. This mounting compound was selected as it produces good image contrast between the mounting compound and the alumina particles under the SEM. The mounting compound's low hardness also has a positive effect on the issue of edge rounding. In order to guarantee reproducibility, all microsections were prepared semi-automatically.

The preparation steps were developed based on Refs. [4, 5, 7, 8] and are specified in Tabs. 2 and 3.

Als Verstärkungspartikel wurde Aluminiumoxid mit der Körnung F600 und einer kantigen Form gewählt. Die Partikelgrößenbestimmung erfolgte durch das Nassdispergiersystem Quixel der Fa. Sympatec. Dabei konnte ein gewichtsgemittelter Partikeldurchmesser von 7,94 μm bestimmt werden.

Das Verbundstrahlen bietet eine große Anzahl an einstellbaren Verfahrensparameter. Für die folgenden Untersuchungen wurden die Prozess-temperatur, die Vorschubgeschwindigkeit, der Strahldruck und die Anzahl der Bearbeitungen variiert. Die daraus resultierenden Eindringtiefen der Verstärkungspartikel erreichen bis zu 40 μm .

3. Präparation

Für die Untersuchungen wurden geeignete Probenstücke mit einer Länge von 10 mm herausgetrennt. Um einem Abplatzen der Randschicht entgegenzuwirken, wurde die verbundgestrahlte Oberfläche so ausgerichtet, dass die Trennscheibe in die Schicht hineinfährt [9]. Anschließend wird das Probenstück senkrecht zur Strahlrichtung mit TransOptic von Buehler warm eingebettet. Das Einbettmittel wurde aufgrund des guten Kontrasts zwischen Einbettmittel und Aluminiumoxidpartikeln bei REM Aufnahmen gewählt. Die geringe Härte des Einbettmittels wirkt sich weiterhin positiv auf die Problematik der Kantenabrundung aus. Um eine reproduzierbare Präparation zu gewährleisten, wurden die Schriffe halbautomatisch präpariert.

Die Präparationsschritte wurden mit Hilfe von [4, 5, 7, 8] erarbeitet und sind in Tab. 2 und Tab. 3 aufgeführt.

Grinding / Schleifen				
Grinding Paper / Schleifpapier	Coolant / Kühlmittel	Time / Zeit	Applied load / Anpresskraft	Velocity / Geschwindigkeit
P320	H ₂ O	30 s	10 N	250 rpm
P600	H ₂ O	30 s	10 N	250 rpm
P1000	H ₂ O	60 s	10 N	250 rpm
P2500	H ₂ O	60 s	10 N	250 rpm

Tab. 2: Grinding steps.**Tab. 2:** Schleifschritte.

1. Plane grinding was performed using SiC grinding paper, grit 320. Water was used as a coolant. The holder and grinding disc (250 rpm) were set in counter-rotation. With 10 N, the applied load was low in order to avoid deep scratches.
 2. Fine grinding was performed using the same velocity, a low applied load of 10 N and SiC grinding paper with grit sizes from 600 to 2500. As a result, the penetration of diamond particles that were of a similar size as the reinforcement phase could be avoided.
1. Das Planschleifen erfolgte auf einem SiC-Paper der Körnung 320. Dabei wurde Wasser als Kühlmittel verwendet. Probenhalter und Schleifscheibe (250 U/min) drehten sich im Gegenlauf. Die Anpresskraft wurde mit 10 N niedrig gewählt, um tiefe Kratzer zu vermeiden.
 2. Das Feinschleifen wurde bei gleicher Geschwindigkeit und einer geringen Anpresskraft von 10 N mit SiC-Papier der Körnungen 600 bis 2500 durchgeführt. Dadurch konnte ein Eindringen von Diamantpartikeln in der Größenordnung der Verstärkungsphase vermieden werden.

Polieren / Polishing				
Polishing disc / Polierscheibe	Coolant, polishing agent / Kühlmittel, Schmiermittel	Time / Zeit	Applied load / Anpresskraft	Velocity / Geschwindigkeit
MD-Dur	DP Lubricant, 3 µm Suspension	300 s	20 N	150 rpm
MD-Dac	DP Lubricant, 1 µm Suspension	300 s	20 N	150 rpm
Omega	OPS MasterMet 2	300 s	15 N	150 rpm
Vibropol	OPS MasterMet 2	6 h		

Tab. 3: Polishing steps.**Tab. 3:** Polierschritte.

3. In the first two polishing steps, a hard silk cloth (MD-Dur) and 3 μm diamond concentrate, and a synthetic cloth (MD-Dac) and 1 μm diamond concentrate, respectively, were used. Both steps were performed at 150 rpm and at an applied load of 20 N over 300 s.
4. For the final polishing step, a non-crystallizing colloidal silica suspension (MasterMet 2, Buehler) was used. First, the samples were polished using a soft synthetic cloth at an applied load of 15 N and 150 rpm over 300 s. Finally, the samples underwent vibratory polishing (VibroMet 2) for at least six hours in order to remove any deformation caused by previous mechanical preparation steps. Polishing agent residues were removed using a cleaning disc over 5 min while adding distilled water.

After each preparation step, the samples were thoroughly cleaned with ethanol in an ultrasonic cleaner and their surface was visually inspected by means of light microscopy.

4. Results

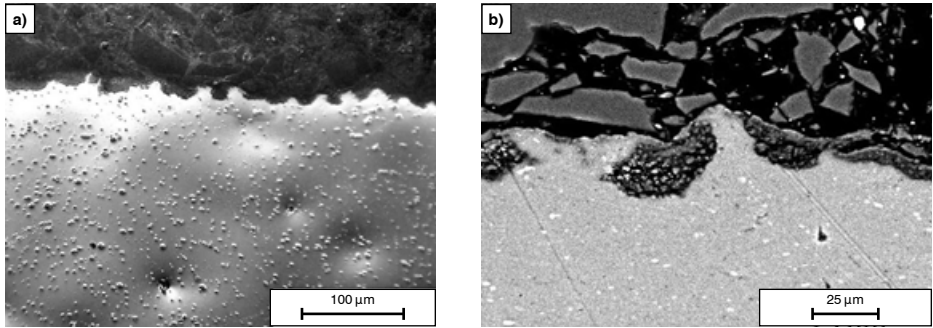
Fig. 1 shows potential errors that may arise during the preparation of composite peened samples. If the applied loads during polishing are too high, relief formation will occur, extending over the entire cross-section as can be seen in Fig. 1 a). FeAl precipitates which are harder than the base material will remain. Moreover, diamond particles which penetrated into the material during the polishing process are visible. The amount of implanted polishing particles could be limited by reducing the dispersion volume. Fig. 1 b) exhibits scratches caused by reinforcing particles which debonded from the matrix. By repeating individual preparation steps and performing a final vibratory polishing step, these scratches may be avoided.

3. Die ersten beiden Polierschritte erfolgten mittels einem harten Seidentuch (MD-Dur) mit 3 μm Diamantkonzentrat, beziehungsweise einem synthetischen Kunststofftuch (MD-Dac) mit 1 μm Diamantkonzentrat, bei 150 U/min und 20 N Anpresskraft für 300 s.
4. Für die Endpolitur wurde eine nicht-kristallisierende kolloidale Siliciumdioxid-Suspension (MasterMet 2, Buehler) verwendet. Zunächst wurden die Proben mit einem weichen synthetischen Kunststofftuch für 300 s bei 15 N Anpresskraft und 150 U/min poliert. Abschließend wurden die Proben für mindestens sechs Stunden vibrationspoliert (VibroMet 2), um die verbleibende Deformation der mechanischen Präparation zu beseitigen. Die Entfernung der Poliermittelrückstände erfolgte mit einer Reinigungsscheibe für 5 min unter Zugabe von destilliertem Wasser.

Nach jedem Präparationsschritt erfolgte neben einer gründlichen Reinigung der Proben mit Ethanol im Ultraschallbad eine lichtmikroskopische Sichtprüfung der Oberfläche.

4. Ergebnisse

Bild 1 zeigt potentielle Fehler bei der Präparation verbundgestrahlter Proben. Bei einer zu hohen Anpresskraft kommt es beim Polieren zu Reliefbildung, wie in Bild 1 a) über den gesamten Querschnitt zu erkennen ist. Übrig bleiben die FeAl-Ausscheidungen, die eine höhere Härte als das Grundmaterial besitzen. Weiterhin sind eingedrückte Diamantpartikel aus dem Polierprozess zu erkennen. Die Anzahl der eingedrückten Polierpartikel konnte durch eine Reduzierung der Dispersionsmenge verhindert werden. In Bild 1 b) sind Kratzer zu erkennen, die durch herausgelöste Verstärkungspartikel entstanden sind. Durch eine Wiederholung einzelner Präparationsschritte und durch ein abschließendes Vibrationspolieren ist es möglich, diese Kratzer

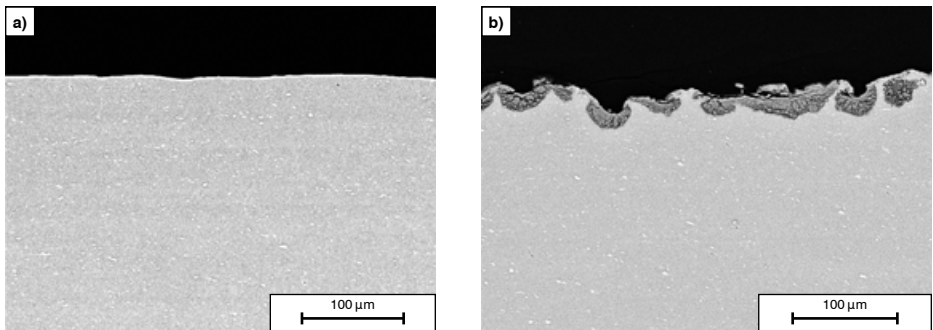


Figs. 1 a and b: Possible preparation errors during the preparation of composite peened aluminium: a) relief formation and penetration of polishing material; b) scratches caused by debonding of the reinforcement phase and poor contrast between mounting compound and reinforcement phase.

Bilder 1 a und b: Mögliche Präparationsfehler bei der Präparation von verbundgestrahltem Aluminium: a) Reliefbildung und der Eindruck von Poliermittel; b) Kratzer durch Herauslösen der Verstärkungsphase und ein schlechter Kontrast zwischen Einbettmittel und Verstärkungsphase.

Another issue is the low contrast between mounting compound and reinforcement phase under the scanning electron microscope (SEM) in backscatter electron mode. By replacing the two-component mounting compound EpoMet F with the purely thermoplastic mounting compound TransOptic, this issue could be resolved, as can be seen in Fig. 2b).

zu vermeiden. Ein weiteres Problem stellt der geringe Kontrast zwischen Einbettmittel und Verstärkungsphase im BSE Modus des Rasterelektronenmikroskops (REM) dar. Durch einen Wechsel von einem zweiphasigen Einbettmittel EpoMet F auf ein rein thermoplastisches Einbettmittel TransOptic konnte diese Schwierigkeit, wie in Bild 2b) zu sehen, umgangen werden.



Figs. 2 a and b: a) SEM image of aluminium alloy EN AW1050, unreinforced; b) SEM image of the composite peened aluminium alloy EN AW1050.

Bilder 2 a und b: a) REM-Aufnahme der Aluminiumlegierung EN AW1050, unverstärkt; b) REM-Aufnahme der verbundgestrahlten Aluminiumlegierung EN AW1050.

Figs. 2a) and b) are SEM images of the samples recorded after completion of the final preparation step. Fig. 2a) shows an unreinforced sample with a perfectly plane, scratch-free surface. Numerous precipitates (white) are visible on the surface. No implanted abrasive or polishing particles could be detected. Fig. 2b) shows the boundary layer of a composite peened sample with an equally scratch-free surface. The alumina particle regions are clearly identifiable due to high edge retention and contrast between aluminium matrix, reinforcement phase and mounting compound.

5. Summary

For the composite system aluminium/alumina, the literature has not yet provided any suitable preparation methods that address both the required high edge retention and the challenges arising during the preparation of composite materials. Findings of previous studies could be employed and further developed in order to devise a metallographic preparation method for metal matrix composites, meeting the requirement of high edge retention. Based on this method, the various process parameters of composite peening can be analyzed and evaluated with regard to penetration depth and particle distribution.

Acknowledgements

The authors would like to thank the German Research Foundation (DFG) for the financial support within the project WE4273/15-1.

In Bild 2a) und b) sind Aufnahmen der Proben im Rasterelektronenmikroskop nach dem finalen Präparationsschritt dargestellt. Dabei ist in Bild 2a) eine unverstärkte Probe abgebildet, die eine ebene, kratzerfreie Oberfläche aufweist. Zahlreiche Ausscheidungen (weiß) sind auf der Oberfläche zu sehen. Es konnten keine eingedrückten Schleif- und Polierpartikel ausgemacht werden. Die Randschicht einer verbundgestrahlten Probe ist in Bild 2b) zu sehen. Auch hier ist die Präparation einer kratzerlosen Oberfläche zu sehen. Die Aluminiumoxidpartikelfelder sind aufgrund einer hohen Randschärfe und des Kontrastes zwischen Aluminiummatrix, Verstärkungsphase und Einbettmittel eindeutig erkennbar.

5. Zusammenfassung

Bisher war kein Verfahren für die Präparation des Verbundsystems Aluminium-Aluminiumoxid, welches sowohl auf eine hohe Randschärfe, als auch auf die Schwierigkeiten der Präparation bei Werkstoffverbunden eingeht, in der Literatur beschrieben. Erkenntnisse aus vorherigen Studien konnten übertragen und weiterentwickelt werden, um eine metallographische Präparation für Metall-Matrix-Verbunde, die den geforderten Ansprüchen an eine hohe Randschärfe entspricht, entwickelt werden. Auf dieser Grundlage ist es möglich, die verschiedenen Prozessparameter des Verbundstrahlens hinsichtlich Eindringtiefe und Partikelverteilung zu analysieren und zu bewerten.

Danksagung

Die Autoren danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) für die finanzielle Unterstützung des Projekts WE4273/15-1.

References / Literatur

- [1] Seitz, M.; Reeb, A.; Klumpp, A.; Weidenmann, K.A.: Key Engineering Materials 742 (2017) 137–144
DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.742.137
- [2] Klaska, A.M.; Ohl, A.; Kerscher, E.; Beck, T.; Löhe, D.: Practical Metallography 44 (2007) 1, 33–51
DOI: 10.3139/147.100326
- [3] Romberg, J.; Freudenberger, J.; Scharnweber, J.; Gaitzsch, U.; Marr, T.; Eschke, A.; Kühn, U.; Oertel, C.-G.; Okulov, I.; Petters, R.; Skrotzki, W.; Eckert, J.; Schultz, L.: Practical Metallography 50 (2013) 11, 739–753
DOI: 10.3139/147.110259
- [4] Petzow, G.; Carle, V.: Metallographisches, keramographisches, plastographisches Ätzen, 7. Auflage, Gebrüder Borntraeger, Stuttgart, Deutschland, 2015
- [5] Buehler: SumMet – The Sum of our Experience, 2. Auflage, Buehler, Lake Bluff, USA, 2007
- [6] Weidman, E.; Guesnier, A.: Struers Application Notes, 2019
- [7] Schumann, H.; Oettel H. (Eds.): Metallografie: mit einer Einführung in die Keramografie, 15. Auflage, Wiley-VCH, Weinheim, Deutschland, 2011
- [8] Bjerregaard, L.; Geels, K.; Ottesen, B.; Rückert, M.: Metaloguide, 4. Auflage, Struers, Rødovre, Denmark, 2002
- [9] Cloeren, H.-H.; Schlösser, M.; Müller, O.: Practical Metallography 52 (2015) 3, 147–156
DOI: 10.3139/147.110332

Bibliography

DOI 10.3139/147.110635

Pract. Metallogr. 57 (2020) 8; page 536–544

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 0032–678X

Michael Seitz



Studied mechanical engineering at Karlsruhe Institute of Technology (KIT) and graduated 2016 as M.Sc. Since 2016 employment as scientific assistant at the Institute for Applied Materials at Karlsruhe Institute of Technology.

Kay André Weidenmann



Prof. Dr.-Ing. Kay Weidenmann heads the Chair for Hybrid Composite Materials at the Institute for Materials Resource Management at the University of Augsburg and deals with the process-structure-property relationships of fiber-metal hybrids and metal-matrix composites. Until 2019, he was group leader at KIT.