

# Extraktionsreplikas von $\gamma'$ -Ausscheidungen und Dispersoiden aus ODS-Superlegierungen

## Extraction Replicas of $\gamma'$ Precipitates and Dispersoids in ODS Superalloys

JOHANNES SCHRÖDER, HORST OPIELKA, BRITTA HAUKE, EDUARD ARZT  
(Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaft, Stuttgart)

### Einleitung

Oxiddispersiongehärtete (ODS = oxide dispersion strengthened) Superlegierungen stellen eine wichtige Klasse metallischer Hochtemperaturwerkstoffe dar. Sie werden in Gasturbinen, Verbrennungsmotoren und im chemischen Apparatebau eingesetzt. Ihre außergewöhnlich gute Hochtemperaturfestigkeit beruht auf einer Dispersion von nicht schmelzbaren Oxidteilchen – den Dispersoiden –, die bis zu hohen Temperaturen thermisch stabile Hindernisse für die Versetzungsbewegung darstellen. Die Dispersoide bewirken noch bei Temperaturen von 0,9 der Schmelztemperatur, bei denen andere Festigkeitssteigernde Mechanismen – wie z. B. Mischkristall- oder Ausscheidungshärtung – nicht mehr oder nur noch sehr schwach wirksam sind, einen deutlichen Kriechwiderstand. Die Dispersoide haben einen mittleren Teilchendurchmesser von ca. 30 nm und einen mittleren Abstand von ca. 100 nm. Die Festigkeit bei mittleren Temperaturen wird bei Ni-Basis-Superlegierungen von  $\gamma'$ -Ausscheidungen getragen.

Durch den pulvermetallurgischen Herstellungsprozeß des mechanischen Legierens sollen die Dispersoide möglichst homogen verteilt werden. Um statistisch gesicherte Aussagen über die Qualität des mechanischen Legierens zu erhalten, ist eine großflächige Beurteilung der Dispersoidverteilung nötig. Einzelne TEM-Bilder können lediglich qualitative Aussagen über die Verteilung in sehr kleinen Bereichen liefern. Außerdem muß geprüft werden, wie sich die chemische Zusammensetzung der Teilchen während der Herstellung und Beanspruchung ändert. Bei Elementanalysen an gedünnten Folien kann man die Teilchen aber immer nur zusammen mit der sie umgebenden Matrix analysieren.

### Introduction

Oxide dispersion strengthened (ODS) superalloys are an important class of metallic high temperature materials. They are used in gas turbines, combustion motors and in chemical equipment manufacture. Their extremely good high-temperature strength is the result of a dispersion of non-soluble oxide particles – the dispersoids – which provide thermally stable barriers to dislocation movement, even at high temperatures. The dispersoids effect significant creep resistance upto temperatures of 0.9 of the melting point, at which other strength-increasing mechanisms, e.g. solid solution or precipitation hardening, are no longer or only very slightly effective. The dispersoids have a mean particle diameter of approx. 30 nm and a mean spacing of approx. 100 nm. The strength at intermediate temperatures is sustained by  $\gamma'$  precipitates in Ni base alloys.

The dispersoids should be distributed as homogenously as possible by the powder-metalurgical manufacturing process of mechanical alloying. To obtain statistically reliable data on the quality of the mechanically alloyed product an assessment of the dispersoid distribution over a large area is required. Individual TEM micrographs can supply only qualitative information on the distribution within very small regions. It is also necessary to check how the chemical composition of the particles changes during manufacture and stressing. In the elemental analysis of thin foils, however, it is only possible to analyse the particles together with the surrounding matrix.

Die oben genannten Schwierigkeiten können dadurch überwunden werden, daß die Teilchen aus der Matrix extrahiert und somit gesondert den Analysen zugänglich gemacht werden. Im folgenden stellen wir Verfahren vor, die es ermöglichen, Dispersoide oder  $\gamma'$ -Ausscheidungen getrennt zu extrahieren. Es wird erläutert, für welche Untersuchungen die Replikatechnik herangezogen werden kann.

### Die Extraktionsreplika-Technik

Die nächsten Abschnitte geben Rezepte für ODS-Legierungen auf Ni-Basis ( $\gamma'$ -Ausscheidungen und Dispersoide) und auf Fe-Basis (nur Dispersoide) an. An den Replikas können dann Teilchengrößenverteilung, chemische Zusammensetzung und Strukturparameter bestimmt werden.

Die Herstellung der Extraktionsreplikas von Ni-Basis-Legierungen mit  $\gamma'$  für TEM-Untersuchungen erfolgt nach den Schritten

- Polieren mit Diamant bis 1  $\mu\text{m}$ ,
- Anodisches Ätzen in 10%iger, wäßriger  $\text{H}_3\text{PO}_4$  mit 5V bei RT, 8-10s. (Die Probe sieht dann makroskopisch matt-grau aus. Wenn sich ein bräunlicher oder blauer Niederschlag bildet, war die Ätzung für die spezielle Legierung zu stark. Man kann dann die  $\text{H}_3\text{PO}_4$ -Konzentration bis auf 3% und die Spannung bis auf 2V reduzieren. Ansonsten ist dies ein sehr sicheres Ätzmittel, das im allgemeinen im Becherglas und mit einfachen Netzgeräten durchgeführt werden kann.)
- Aufdampfen einer Kohleschicht (3 bis 5 Kohlefäden; soweit die gerätetechnische Ausrüstung es zuläßt; langsam und allseitig schräg bedampfen)
- Aufbringen von Verstärkungsschichten aus Formvar (2,5% in Chloroform) und Kollodium (10% in Isoamylacetat)
- Einschneiden gewünschter Probenbereiche mit Skalpell
- Ablösen der Folienstücke von der Probe nach Wechselbädern in heißem und kaltem Wasser
- Auflösen des Kollodium in Isoamylacetat
- Auffischen der Replikafolien mit Trägernetzen.

The difficulties mentioned above can be overcome by extracting the particles from the matrix and thus making them accessible for isolated analysis. Below we describe some processes which enable dispersoids or  $\gamma'$  precipitates to be extracted separately. The investigations in which the replica technique can be used are also highlighted.

### The Extraction Replica Technique

The following sections give recipes for Ni-base ODS alloys ( $\gamma'$  precipitates and dispersoids) and Fe base ODS alloys (dispersoids only). Particle size distribution, chemical composition and structural parameters can be determined from the replicas.

The production of extraction replicas from Ni base alloys containing  $\gamma'$  for TEM investigations is carried out by means of the following steps:

- diamond polishing to 1  $\mu\text{m}$
- anodic etching in 10% aqueous  $\text{H}_3\text{PO}_4$  at 5V at RT, 8-10s (the specimen then looks macroscopically matt grey. If a brown or blue precipitate forms, the etching of the special alloy was too severe. The  $\text{H}_3\text{PO}_4$  concentration can then be reduced to 3% and the voltage to 2V. Otherwise this is a very safe etchant which can generally be used in a beaker and with simple power supply).
- deposition by evaporation of a carbon film (3-5 carbon fibres; slow and oblique vapour deposition on all sides, equipment permitting)
- application of strengthening films of Formvar (2.5% in chloroform) and collodium (10% in isoamylacetate)
- cutting out of desired specimen areas with scalpel
- stripping of foil regions from specimen by alternate hot and cold water bathing
- stripping off of the collodium in isoamylacetate
- picking up of replica foils with carrier grids

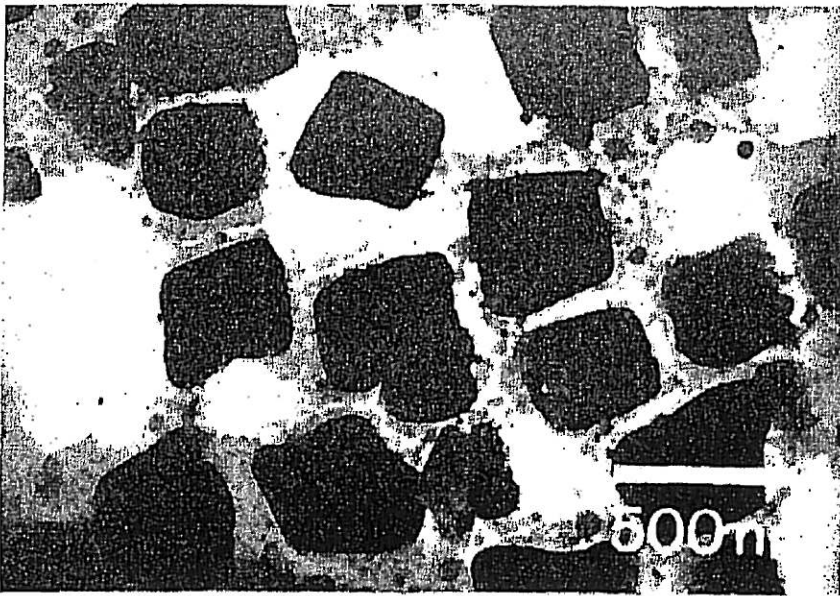


Fig. 1. Extraktionsreplika mit  $\gamma'$ -Auscheidungen, Ni-Basis ODS-Legierung, TEM-Aufnahme

Fig. 1. Extraction replica with  $\gamma'$  precipitates, Ni-base ODS alloy, TEM micrograph

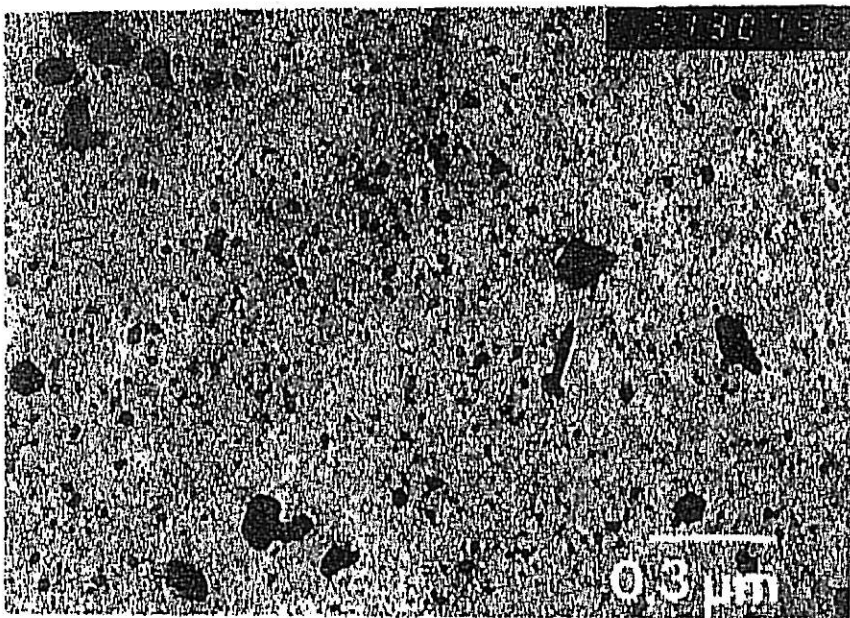


Fig. 2. Extraktionsreplika mit Dispersoiden, Fe-Basis ODS-Legierung, TEM-Aufnahme

Fig. 2. Extraction replica with dispersoids, Fe-base ODS alloy, TEM micrograph

Figur 1 zeigt eine TEM-Aufnahme eines  $\gamma'$ -Extraktionsreplikas. Die Würfelform der  $\gamma'$ -Auscheidung und ihre Größe (ca. 400 nm) sind gut zu erkennen. Bei der Beurteilung der  $\gamma'$ -Verteilung ist allerdings Vorsicht geboten, da nicht immer alle Teilchen extrahiert werden. Diese Replikas eignen sich insbesondere für STEM-EDX und die Gitterparameterbestimmung mittels Elektronenbeugung am TEM. Außerdem kann an solchen Folien direkt der  $\gamma'$ -Gitterparameter mittels Guinier-Aufnahme bestimmt werden. Es sei erwähnt, daß bei dieser Ätzung auch Oxide, Nitride, Boride und Carbide extrahiert werden.

Fig. 1 shows a TEM micrograph of a  $\gamma'$  extraction replica. The cubic shape of the  $\gamma'$  precipitates and their size (approx. 400 nm) can be readily recognized. Care must be taken in the assessment of the  $\gamma'$  distribution, as not all of the particles are always extracted. These replicas are particularly suitable for STEM-EDX and lattice parameter determination using electron diffraction in the TEM. It is also possible to directly determine the  $\gamma'$  lattice parameter from these replicas using the Guinier technique. It should be mentioned that this etching method also extracts oxides, nitrides, borides and carbides.

Extraktionsreplikas mit Dispersoiden für TEM-Untersuchungen können wie folgt präpariert werden:

Extraction replicas with dispersoids for TEM investigation can be prepared as follows:

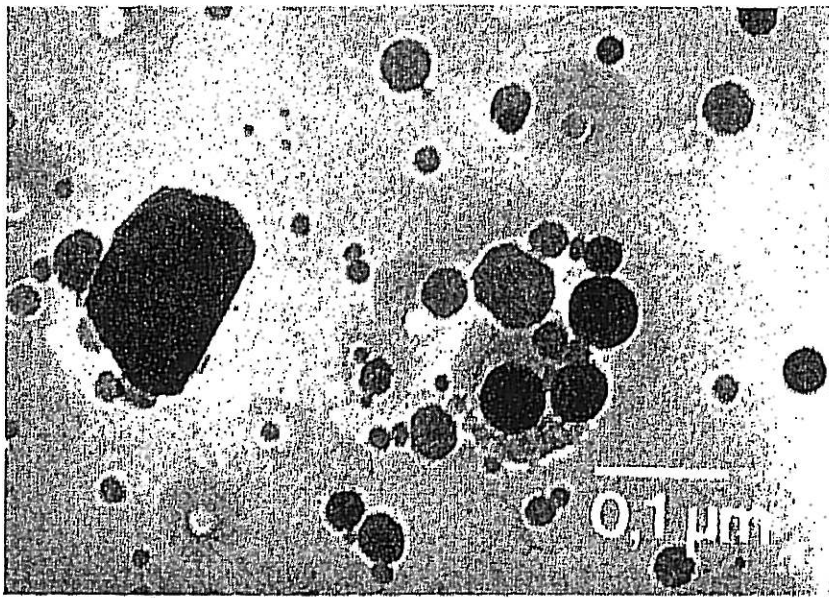


Fig. 3. Extraktionsreplika mit Dispersoiden, Ni-Basis ODS-Legierung, TEM-Aufnahme

Fig. 3. Extraction replica with dispersoids, Ni-base ODS alloy, TEM micrograph

- Diamantpolitur bis 1 μm
- Anodisches Ätzen in 10%iger Perchlorsäure in Eisessig mit 5V bei RT, 2s (der Schliff sieht dann makroskopisch hellgrau bis hellbraun aus)
- Mit Methanol abspülen
- Kohlebedampfen wie für Ni-Basis-Legierungen beschrieben
- Gewünschte Probenbereiche mit Skalpell einschneiden
- Lösungsätzen, d.h. Ätzen mit Perchlorsäure wie oben, bis sich die Folienstücke vom Schliff zu lösen beginnen
- Folienstücke in Methanol aufschwimmen lassen und mit Trägernetzchen auffischen.

Eine TEM-Aufnahme einer Replikafolie mit Dispersoiden von einer ferritischen ODS-Superlegierung (Figur 2) zeigt, daß dieses Verfahren Teilchen verschiedener Größenordnungen zu extrahieren vermag (15 nm bis 150 nm). Nach dieser Präparation, die in gleicher Weise auch auf Ni-Basis-Legierungen angewendet werden kann (Figur 3), können die Dispersoide sowohl nach Form und Größe als auch nach chemischer Zusammensetzung ausgewertet werden.

Als ein Beispiel für eine Anwendungsmöglichkeit der Extraktionsreplika-Methode dienen TEM-EDX-Analysen an einzelnen Dispersoiden. In Figur 4 ist das Y:Al-Verhältnis von 12 Teilchen aufgetragen (0 Gew.-% Al bedeutet, daß nur  $Y_2O_3$  vorliegt). Außerdem sind die theoretischen Zu-

- diamond polishing to 1 μm
- anodic etching in 10% perchloric acid in glacial acetic acid, 5V at RT, 2s (the polished section then appears macroscopically light grey to light brown)
- rinsing in methanol
- carbon vapour deposition, as described for Ni-base alloys
- cutting of desired specimen regions with scalpel
- dissolution etching, i. e. etching with perchloric acid as above until the foil pieces start to detach from the polished section
- floating the foil specimens in methanol and retrieving with carrier grids.

As shown by the TEM micrograph of a replica foil with dispersoids from a ferritic ODS alloy (Fig. 2), this method enables particles of different orders of size to be extracted (15 nm to 150 nm). With this preparation, which can also be applied similarly to Ni-base alloys (fig. 3), the dispersoids can be evaluated according to shape, size and chemical composition.

Examples of one application of the extraction replica method are given by the TEM-EDX analysis of individual dispersoids. Fig. 4 shows the Y:Al ratio of 12 particles (0 wt. % Al implies that only  $Y_2O_3$  is present). The theoretical compositions of YAM (Y-Al mixed oxide, monoclinic),

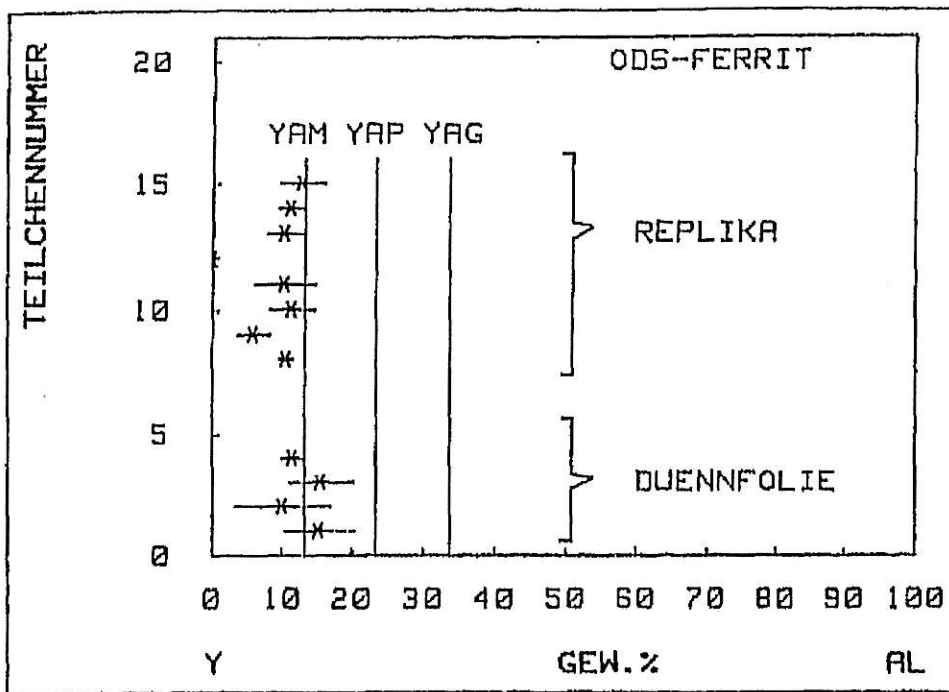


Fig. 4. TEM-EDX-Analyse: Y:Al-Verhältnis (Matrixelemente sind vernachlässigbar) in einer ferritischen ODS-Legierung. Vergleich Dünnsfolie - Extraktionsreplikafolie. Der Balken gibt die Größe des statistischen Fehlers an.

Fig. 4. TEM-EDX analysis: Y:Al ratio (matrix elements are negligible) in a ferritic ODS alloy. Comparison of thin foils with extraction replica foils. The bars give the size of the statistical error

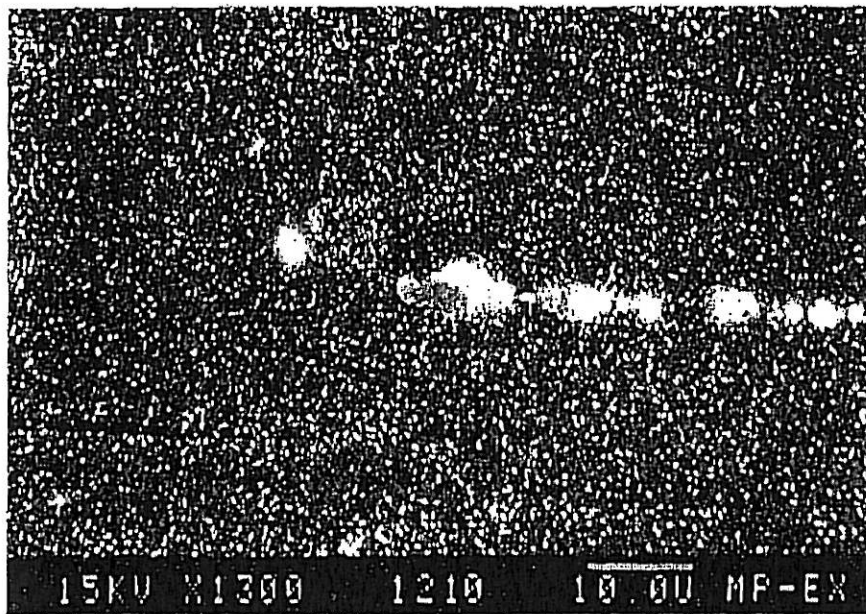


Fig. 5. Triafolabdruck, homogene Dispersoidverteilung, REM-Aufnahme

Fig. 5. Triafol replica, homogeneous dispersoid distribution, SEM micrograph

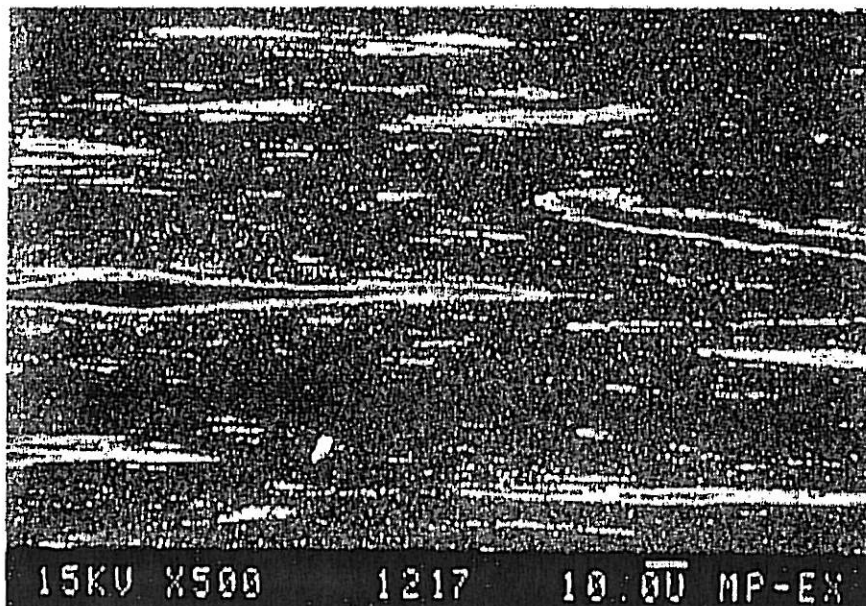


Fig. 6. Triafolabdruck, inhomogene Dispersoidverteilung, REM-Aufnahme

Fig. 6. Triafol replica, inhomogeneous dispersoid distribution, SEM micrograph

sammensetzungen von YAM (Y-Al-Mischoxid, monoklin), YAP (Y-Al-Oxid, Perowskitstruktur) und YAG (Y-Al-Granat) eingetragen. Die Matrixelemente (z. B. B, Fe, Cr) traten bei den Replikas nur in vernachlässigbarer Konzentration auf. Dadurch wird die Annahme bestätigt, daß während des Heraussetzens der Teilchen die Matrix vollständig aufgelöst wird. Das Diagramm zeigt, daß die Analysenergebnisse von Dünnschichten gut mit denen von Extraktionsreplikas übereinstimmen. Letztere Methode hat gegenüber der Dünnschichttechnik den Vorteil, daß schnell und reproduzierbar große Probenbereiche präpariert werden können.

Bei der Herstellung von Replikas von Dispersoiden für REM- und lichtmikroskopische Untersuchungen hat sich folgendes Verfahren bewährt:

- Polieren und Ätzen wie für die TEM-Folien
- Schlifffläche mit wenig Aceton benetzen
- Zelluloseacetatfolie (Handelsname: Triafol) auflegen
- Nach dem Trocknen (2 bis 10 min) Folie abheben
- Für lichtmikroskopische Untersuchungen wird die Triafol-Folie mit Klebeband auf eine Glasplatte möglichst plan aufgeklebt
- Für REM-Untersuchungen wird die Folie in eine Maske (z. B. zwischen zwei Unterscheiben) gespannt und mit Kohle bedampft oder mit Gold besputtert.
- Nitride, Boride und die meisten Carbide werden aber mitextrahiert.

An solchen Replikas kann man großflächig beurteilen, ob die Verteilung der Dispersoide homogen ist oder ob infolge einer ungenügenden Vermahlung der Ausgangspulver im Strangpreßprodukt Zellen mit sehr wenig oder gar keinen Dispersoiden vorhanden sind. Fig. 5 zeigt eine REM-Aufnahme mit gleichmäßiger Dispersoidverteilung. In der Bildmitte ist eine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Zelle zu sehen. In Fig. 6 liegt eine inhomogene Dispersoidverteilung vor. EDX-Analysen belegten, daß die auffälligen Zellen an yttriumhaltigen Dispersoiden verarmt sind. Ein Material mit einem solchen Gefüge ist für den Einsatz nicht geeignet.

YAP (Y-Al oxide, perovskite structure) and YAG (Y-Al garnet) are also plotted. The matrix elements (e. g. Fe and Cr) occurred only in negligible concentrations in the replicas. This confirms the assumption that the matrix is completely dissolved during removal of the particles by etching. The diagram shows that the analytical results determined from thin foils agree well with those of extraction replicas. The latter method has the advantage over the thin foil technique that large specimen areas can be rapidly and reproducibly prepared.

The following technique has proved suitable for producing extraction replicas with dispersoids for SEM and optical microscopic investigations:

- polishing and etching, as for the TEM foils
- wetting the surface of the polished section with a little acetone
- applying a cellulose acetate foil (commercial name: Triafol)
- lifting off of the foil after drying (2 to 10 min)
- sticking the Triafol foil onto a glass slide as flat as possible with adhesive tape for optical microscopic investigation.
- clamping the foil in a mask (e. g. between two washers) and vapour depositing with carbon or sputtering with gold for SEM investigations.
- nitrides, borides and most carbides are, however, also extracted.

Using such replicas it is possible to judge over large areas whether the dispersoid distribution is homogenous or whether, as a consequence of the initial powder in the extruded product, bands with few or even no dispersoids are present. Fig. 5 shows an SEM micrograph with a uniform dispersoid distribution. An  $\text{Al}_2\text{O}_3$  band can be seen in the centre of the micrograph. Fig. 6 shows an inhomogeneous dispersoid distribution. EDX analysis reveals that the conspicuous bands are impoverished in yttrium-containing dispersoids. A material with such a structure is unsuitable for use.

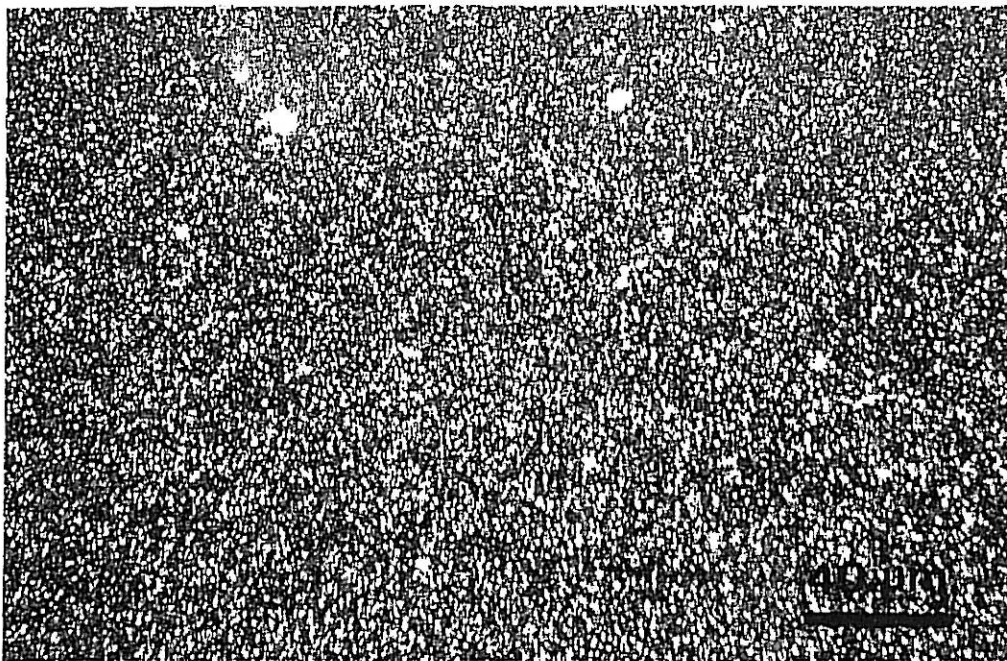


Fig. 7. Homogene Dispersoidverteilung, Lichtmikroskop Dunkelfeld  
 Fig. 7. Homogeneous dispersoid distribution, optical microscope dark field



Fig. 8. Dispersoidanhäufung, Lichtmikroskop Dunkelfeld  
 Fig. 8. Dispersoid conglomeration, optical microscope dark field

Im REM werden schmale teilchenarme Zellen und Kanten (Fig. 6) durch SE-Kanteneffekte überstrahlt und erscheinen bei kleiner Vergrößerung genauso wie übermäßige Teilchensammlungen hell. Zur Bildentstehung am REM ist außerdem anzumerken, daß man einzelne Dispersoidteilchen deshalb so gut hell auf dunklem Grund abbilden kann, weil sie zumeist vollständig in der Folie sitzen und sich aufladen,

In the SEM narrow particle-impoverished bands and edges (fig. 6) are swamped by SE edge effects and appear light in colour at low magnifications in exactly the same way as extreme particle conglomerations. It should also be noted that for image formation in the SEM individual dispersoid particles can be readily imaged as light spots against a dark background because they usually sit fully in the foil and become

wodurch sie dann heller und größer erscheinen, als sie in Wirklichkeit sind. Aus diesem Grund können die Bilder nicht zur Größenbestimmung herangezogen werden. Die Homogenität der Teilchenverteilung kann mit solchen Aufnahmen aber sehr gut beurteilt werden.

Als alternative Untersuchungsmöglichkeit kann die Lichtmikroskopische Untersuchung im Dunkelfeld verwendet werden. Fig. 7 zeigt eine gleichmäßige Dispersoidverteilung bei einer Ni-Basis-Legierung. Fig. 8 zeigt eine ellipsenförmige Dispersoidanhäufung, die von ungenügend vermahlenden Pulverpartikeln herrührt. Im Dunkelfeld sind einzelne Dispersoide – obwohl sie nur einen Durchmesser von 20 nm aufweisen – deshalb gut zu erkennen, weil an ihnen Streulichtkegel, die einen wesentlich größeren Durchmesser als die Teilchen selbst haben und lichtmikroskopisch auflösbar sind, entstehen<sup>1)</sup>. REM und Dunkelfeldmikroskope vermögen im Prinzip bei diesen Untersuchungen das gleiche zu leisten. Mit dem Lichtmikroskop jedoch kann man für das Auge angenehmer mikroskopieren und Flächen zügiger absuchen. Es ist aber nicht einfach, die unterschiedlich hellen Dispersoide gemeinsam photographisch abzubilden. Deshalb ist es empfehlenswert, die visuelle Prüfung am Lichtmikroskop und die photographische Dokumentation am REM durchzuführen.

### Diskussion

Die Dispersoide besitzen aufgrund ihrer geringen Größe Kolloideigenschaften<sup>2)</sup>, d.h. eine Oberflächenladung und die Fähigkeit zur Agglomeration und zu Adsorptionsverbindungen. Ätzt man ein gewisses Volumen an Matrix weg, so schwimmen die freien Teilchen nicht in die Lösung, sondern werden wegen ihrer Oberflächenladung zur Anode, also zum Schliff, hinzugezogen. Man sieht somit auf den Replikas immer die Projektion einer Volumenverteilung. Deshalb darf nicht zu lange geätzt werden. Es sammeln sich sonst auch in dispersoidarmen Zellen zu viele Teilchen an. Wenn eine Probe nun aber schon nach dem Ätzen makroskopisch mittelbis dunkelbraun aussieht, muß sie nicht gleich verworfen werden. Man kann zuerst mit einem Abdruck eine Lage Dispersoide abheben und dann einen zweiten Abdruck, der Untersuchungsgegenstand wird, herstellen.

charged, whereby they then appear lighter and larger than they are in reality. For this reason the images cannot be used for size determination. This is, however, a suitable way of assessing the homogeneity of particle distribution.

An alternative method of investigation is to carry out optical microscopic investigations with dark field illumination. Fig. 7 shows a uniform dispersoid distribution in a Ni-base alloy. Fig. 8 shows an elliptical dispersoid accumulation originating from insufficient comminution of powder particles. In the dark field individual dispersoids, despite a diameter of only 20 nm, are easily recognized because scattered light cones are formed at them with a significantly larger diameter than the particles themselves and these cones can be resolved in the microscope<sup>1)</sup>. SEM and dark field microscopy are capable in principle of producing the same results in these investigations. While optical microscopy is easier on the eye and areas can be more rapidly explored it is not easy to depict dispersoids of varying brightness in one photograph. It is therefore useful to carry out the visual examination in the optical microscope and the photographic documentation in the SEM.

### Discussion

Dispersoids possess colloid properties because of their small size<sup>2)</sup>; i.e. a surface charge and the tendency for agglomeration and adsorption. If a specific volume is etched away from the matrix, the free particles do not swim in the solution but are drawn to the anode because of their surface charge, and thus to the polished section. The projection of a volume distribution is therefore always seen on the replicas. Consequently etching should not be carried out for too long, as otherwise too many particles accumulate in the dispersoid impoverished bands as well. If, however, directly after etching a specimen appears macroscopically mid- to dark brown it need not be immediately discarded. One can use first one replica to lift off a layer of dispersoids and then produce a second to become the subject of the investigation.



Die Fähigkeit zur Agglomeration wirkt sich nach unseren Beobachtungen so aus, daß sich Agglomerate von Dispersoiden nur in einem Einzugsbereich von ca. 200 nm Durchmesser bilden, d. h., es lagern sich immer nur Dispersoide aus nächster Nachbarschaft aneinander an. Inhomogenitäten, die durch ungenügendes Vermahlen oder zu geringe Umformgrade beim Strangpressen entstehen, werden dadurch nicht beeinträchtigt. Die Adsorption muß berücksichtigt werden, wenn man extrahierte Dispersoide zu Elementanalysen heranzieht. Da die Mitfällung von Fremdionen wahrscheinlich ist und quantitativ nicht ohne weiteres abgeschätzt werden kann, dürfen solche Analysen nur als grobe Näherung betrachtet werden.

### Schlußbemerkungen

Die vorgestellten Verfahren zur Herstellung und Beurteilung von Extraktionsreplikas haben sich bei uns als gut reproduzierbare, schnelle Standarduntersuchungen zur Charakterisierung von Teilchenverteilungen sowohl in Fe- als auch in Ni-Basis-ODS-Superlegierungen bewährt. Es können  $\gamma'$ -Ausscheidungen oder Dispersoide verschiedener Größenordnungen extrahiert werden. Die Methode ermöglicht sowohl eine großflächige Beurteilung der Dispersoidverteilung als auch Zielpräparationen von bestimmten Probenbereichen (z. B. an Korngrenzen oder Defekten). An den extrahierten Teilchen können physikalisch-chemische Bestimmungen wie z. B. mit EDX gemacht werden, um die Änderung der chemischen Zusammensetzung von Dispersoiden während Herstellung und Betrieb zu verfolgen. Die Analyse von  $\gamma'$  kann Daten für PHACOMP-Rechnungen<sup>3)</sup> liefern. Die Extraktionsreplika-Technik ist somit für ODS-Superlegierungen eine wertvolle und aussagefähige Untersuchungsmethode.

### Zusammenfassung

Für ODS-Superlegierungen wurde eine Methode zur Herstellung von Extraktionsreplikas mit  $\gamma'$ -Ausscheidungen und Dispersoiden entwickelt. Die Replikas wurden im TEM, REM und im lichtmikroskopischen Dunkelfeld untersucht. Die Technik eignet sich dafür, Teilchen chemisch zu analysieren und die Dispersoidverteilung großflächig zu beurteilen.

From our observations the agglomeration tendency operates thus: agglomerates of dispersoids are only formed in a catchment region of approximately 200 nm diameter, i.e. it is only the dispersoids from the nearest neighbourhood that are added. Inhomogeneities which form as a result of insufficient comminution or degree of deformation during extrusion are not affected. Adsorption must also be considered when extracted dispersoids are utilized for element analysis. Since the co-precipitation of foreign ions is probable and cannot be readily quantitatively estimated, such analysis can only be considered as a rough approximation.

### Conclusions

The processes described for producing and assessing extraction replicas have for us proved to be readily reproducible, rapid, standard investigations to characterise particle distributions in both Fe and Ni base ODS superalloys. It is possible to extract  $\gamma'$  precipitates or dispersoids of various orders of size. This method facilitates both a large-area assessment of dispersoid distribution and objective preparations of specific specimen regions (e.g. at grain boundaries or defects). Physical and chemical measurements, e.g. with EDX, can be made on the extracted particles in order to follow changes in the chemical composition of dispersoids during manufacture and service. The analysis of  $\gamma'$  can provide data for PHACOMP calculations<sup>3)</sup>. The extraction replica technique is thus a worthwhile and informative method of investigation for ODS superalloys.

### Summary

A method was developed to produce extraction replica foils with  $\gamma'$  precipitates and dispersoids of ODS superalloys for TEM, SEM and dark-field microscopy. This technique can be applied for element analysis of the particles and for assessing the dispersoid distribution over large areas.

## Literatur/References

- 1) M. BORN, Optik, Springer-Verlag, Berlin (1981) 288
- 2) G. JANDER, E. BLASIUS, Kolloidchemie und Chemie der Grenzflächen, Lehrbuch der analytischen

und präparativen anorganischen Chemie, S. Hirzel-Verlag, Stuttgart (1973)

- 3) C. T. SIMS, N. S. STOLOFF, W. C. HAGEL, Superalloys II, John Willey & Sons, New York (1987) 233

Erstveröffentlichung:

Prakt. Metallographie, Sonderband 20 (1989) 563/571

First published in:

Pract. Metallography, Special Issue 20 (1989) 563/571  
Translation: Dr. Castle

Anschrift der Verfasser/Authors' address:

Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaft, Seestraße 92, D-7000 Stuttgart 1

## Literatur-Notizen Literature Reviews

*Karlheinz Schmitt-Thomas*

### **Metallkunde für das Maschinenwesen Band II: Gleichgewichts- und Ungleichgewichtszustände**

273 Seiten, 238 Abbildungen, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Paris, Tokio, Hongkong (1989), Preis 68,- DM

Dieser zweite Band erfüllt die in der Rezension des ersten Bandes ausgesprochene Hoffnung, dem Leser der „Praktischen Metallographie“ eine der wichtigsten Grundlagen seiner Arbeit – nämlich das Verständnis der Gleichgewichts- und vor allem auch der Ungleichgewichtszustände nahezubringen – im weitesten Maß. Für den Metallographen wirkt sich möglicherweise einschränkend aus, daß dieses Buch ja für den Maschinenbauer geschrieben ist. So kommt z. B. im Kapitel „Kinetik der Phasenumwandlungen“ das Wachstum der Phasen mit zwei Seiten sehr kurz weg, die Kinetik der eutektischen und peritektischen Umwandlungen werden nur gestreift. Aber gerade wegen dieser sehr rigorosen Beschränkung des theoretischen Stoffes hat der Autor Platz gefunden, kritische Anmerkungen über die Anwendbarkeit grundlegender Vorstellungen in der Praxis, vor allem aber zahlreiche Beispiele für die Übertragung auf technisch wichtige Fälle aufzunehmen. Neben dem notwendigen Wissen vermittelt das Buch deshalb auch die entscheidende Information für den angehenden Praktiker, also für denjenigen, der nach der Ausbildung in einem metallverarbeitenden Betrieb an verantwortlicher Stelle tätig ist oder sein will.

Der Inhalt folgt dem klassischen Aufbau vom Gleichgewichtszustand (Konstitution) über die Kinetik der Phasenumwandlungen zu den Erstarrungsvorgängen und den Vorgängen bei der Wärmebehandlung im Gleichgewichts- und Ungleichgewichtszustand. Zwei weitere Kapitel gehen auf die Korrosion und auf die Normierung (Güte- und Prüfnormen, die man unter dem Titel des Bandes nicht unbedingt suchen würde) ein.

Keine Frage, daß dieses Buch bei dem angesprochenen Leserkreis – Studenten Technischer Universitäten und Fachhochschulen, Industrietechniker und -techniker, aber sicher auch bei Metallographen – gut ankommen und wegen des angemessenen Preises auch gute Verbreitung finden wird.

H. E. Exner, Stuttgart

## Persönliches Personal Notes

*Prof. Dr. Hans Eckart Exner*, Max-Planck-Institut für Metallforschung, Institut für Werkstoffwissenschaft, Stuttgart, dem Hauptschriftleiter der Praktischen Metallographie, wurde von der Technischen Universität für Schwerindustrie, Miskolc/Ungarn, die Würde eines Dr. h. c. verliehen. Im Text der Urkunde sind seine wissenschaftlichen Erfolge auf dem Gebiet der Pulvermetallurgie, der Analyse und Beschreibung von Werkstoffgefügen und seine Verdienste bei der Zusammenarbeit der Universität Miskolc und dem Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart, genannt.

Herausgeber und Verlag gratulieren zu dieser Auszeichnung.