

Metall und Erz

Zeitschrift

für
Metallhüttenwesen und Erzbergbau einschl. Aufbereitung

Neue Folge der „METALLURGIE“,
begründet von W. Borchers und F. Wüst.
Neue Folge der Zeitschrift „Der Erzbergbau“.

Herausgegeben unter ständiger Mitarbeit von hervorragenden Fachleuten von der
Gesellschaft Deutscher Metallhütten- und Bergleute e. V.

Schriftleitung: Gewerbeassessor Dr.-Ing. **KARL NUGEL**, geschäftsführendes Vorstandsmitglied
der Gesellschaft Deutscher Metallhütten- u. Bergleute e. V., Berlin NW. 7, Sommerstr. 4a.

Fernspr.: Amt Zentrum 10 290 — 10 292.

Verlag von WILHELM KNAPP, HALLE a. S., Mühlweg 19.

Heft 18.

22. September 1916.

XIII. (N. F. IV.) Jahrgang.

Die Metallographie des Zinns und die Theorie der Formänderung bildsamer Metalle.

Von J. Czochralski.

A) Allgemeines über die Gefügeuntersuchung.

Es ist bisher nur gelegentlich gelungen, das wahre Gefüge des Zinns bloßzulegen, Campbell¹⁾, Behrens²⁾, Borchers³⁾ u. a. haben das Gefüge des Zinns an Gußhäuten richtig erkannt. So oft aber künstlich hergestellte Querschnitte oder mit Schneidwerkzeugen behandelte Oberflächen untersucht wurden, gelangte man zu den widersprechendsten Ergebnissen. Die im folgenden beschriebenen Untersuchungen am Zinn, die vielen Aufschluß über das Verhalten der Metalle bei ihrer Umbildung, Rekristallisation u. dgl. geben, wurden erst möglich durch die Bloßlegung des wahren Gefüges dieses Metalles. Als Ätzlösung bewährt sich am besten eine Salzsäure-Kaliumchloratlösung von der Zusammensetzung 1 g Kaliumchlorat auf 1000 ccm Salzsäure 1,12.

Ätzt man das eine Mal eine unbeschädigte Gußoberfläche, das andere Mal eine durch Sägen, Meißeln oder Feilen künstlich hergestellte Schlifffläche, so werden schon nach sehr kurzer Ätzdauer die einzelnen Kristallkörner der Gußhaut makroskopisch sichtbar, während die künstlich erzeugten Begrenzungsflächen des Schliffes selbst nach sehr langem Ätzen keine Spuren der ursprünglichen kristallinen Gliederung mehr erkennen lassen.

Die obersten Kornschichten der künstlich erzeugten Begrenzungsflächen sind infolge von „Verlagerung“ und „Rekristallisation“, die das Metall bei der mechanischen Bearbeitung infolge stattgehabter bleibender Formänderung und Erwärmung erfuhr, stark verändert worden. Bei unzureichender Erwärmung braucht indes der „Verlagerung“ eine „Rekristallisation“ nicht zu folgen. Die tiefgreifende Verlagerung der kleinsten Gleitteilchen bleibt dann unverändert weiter bestehen. Das Gefüge läßt in diesem Fall auch mikroskopisch keine Spuren kristallinischer Gliederung mehr erkennen: es erscheint optisch unauflösbar.

1) Guertler, Metallographie 1912.

2) Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen, 1894.

3) Metallurgie 1909, S. 769.

In der Mehrzahl der Fälle aber wird die Verlagerung auch von einer Rekristallisation begleitet; ja selbst Schneiden oder Feilen unter starker Kühlung bedingt schon eine

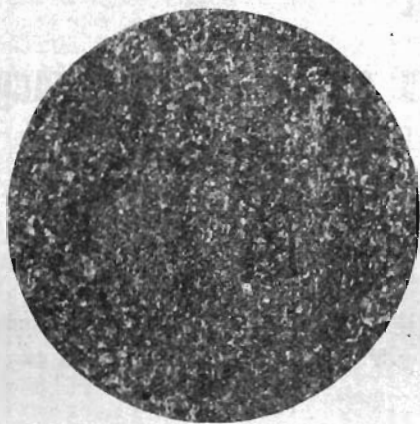


Fig. 149. Lineare Vergr. 210.
Gegossenes Zinn mit künstlicher, vor dem Ätzen nicht abgebrannter Schlifffläche; die winzigen Kristalle sind durch subduzierte Rekristallisation entstanden.



Fig. 150. Lineare Vergr. 210.
Gefüge der in Fig. 149 dargestellten Schliffstelle nach starker Tiefätzung. Das Korn erscheint stark vergrößert.

Rekristallisation (Wiedergewinnung der ursprünglichen gesetzmäßigen Raumbittergruppierung) der verlagerten Kristallschichten. Bei der Rekristallisation wird das Gefüge der verlagerten Schichten völlig umgestaltet, und zwar nimmt der Körnungsgrad (Dispersitätsgrad) mit dem Grade der vorangegangenen Verlagerung zu. Das Korn eines Schliffes wird also offenbar um so feiner, je näher wir uns an der äußersten, mechanisch am stärksten beanspruchten Schliffhaut befinden, und um so gröber, je tiefer wir in das Metall eindringen. Ehe wir demnach auf das wahre Innengefüge des Metalles stoßen, müssen wir eine mehr oder weniger dicke Schicht allmählich gröber werdender Kristalle durchdringen. In Fig. 149 ist das Gefüge einer durch Kaltsägen hergestellten, geätzten Schlifffläche wiedergegeben. Die winzigen Kristalle sind bei der Rekristallisation entstanden. Durch stunden- oder tagelanges Ätzen können immer tiefer liegende Kristallschichten des Metalles bloßgelegt werden. Fig. 150 gibt das Gefüge derselben Schliffstelle nach starker Tiefätzung wieder. Das Korn erscheint stark vergrößert.

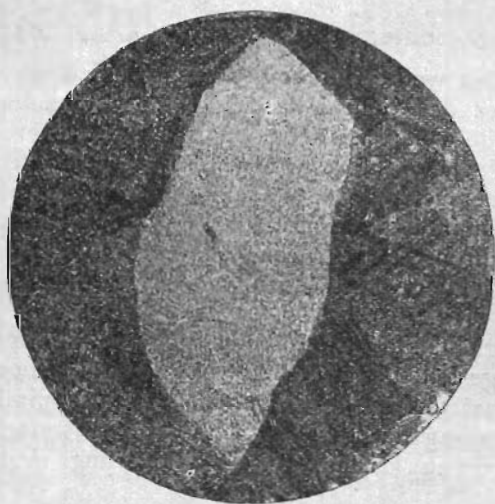


Fig. 151. Lineare Vergr. 48.
Das eigentliche Innengefüge der in Fig. 149 u. 150 dargestellten Metallstücke nach dem Abbrennen der vorgelagerten rekristallisierten Kristallschichten in Salpetersäure.

langandauerndes Ätzen anschwellen¹⁾. In Wirklichkeit ist aber die Erscheinung durch die verschiedene Körnung (Dispersität) der zerfallenen Schichten bedingt. Eine Beseitigung der

¹⁾ Baucke, Ueber das Einformen beim Bleimetalle, Intern. Zeitschr. f. Metallographie 1912, S. 243.

vorgelagerten rekristallisierten dicken Haut durch Salzsäureätzung gelingt nicht, weil sie weder gleichmäßig noch genügend rasch fortgeätzt werden kann. Hier leistet mehrmaliges Abbrennen des Schliffes in konzentrierter Salpetersäure 1,4 vorzügliche Dienste. Die Ätzdauer beträgt etwa 30 Sekunden. In der Regel genügt fünf- bis sechsmaliges Abbrennen der Schlifffläche. Der Schliff wird hierauf in der Kaliumchloratätzlösung nachgeätzt. Auf diese Weise gelingt es schließlich, das wahre Gefüge des Metalles, wie es Fig. 151 veranschaulicht, bloßzulegen. Die Schliffstelle ist auch hier dieselbe wie bei Fig. 149 u. 150.

Eine systematische und zugleich gnostisch begründete Einteilung, die die Vorgänge beim Kristallisieren, Recken und Glühen nach einheitlichen Gesichtspunkten darzustellen gestattet, ergibt sich aus der „Verlagerungshypothese“ (siehe den zweitnächsten Abschnitt). Man unterscheidet demgemäß zweckmäßig zwischen

- dem natürlich kristallisierten Metall (ungereckten Gußmetall),
- dem dekristallisierten Metall (durch Kaltrecken verlagerten Metall),
- dem rekristallisierten Metall (gereckten und durch Glühen zurückkristallisierten Metall).

Wir wollen zunächst die Hauptmerkmale des natürlich kristallisierten Metalles (ungerecktes Gußmetall) kurz beschreiben.

B) Das natürlich kristallisierte Metall.

a) Die dislozierte Reflexion und die Ätzfiguren. In Fig. 149 bis 152 wird jedes Kristallkorn durch Helligkeitsunterschiede deutlich angezeigt, und zwar erreicht

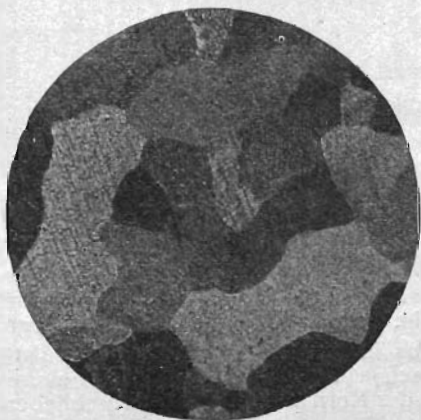


Fig. 152. Lineare Vergr. 5.
Gefüge des Zinns.
Die einzelnen Kristalle werden infolge ungleicher Oberflächenreflexion durch Helligkeitsunterschiede (dislozierte Reflexion) angezeigt.

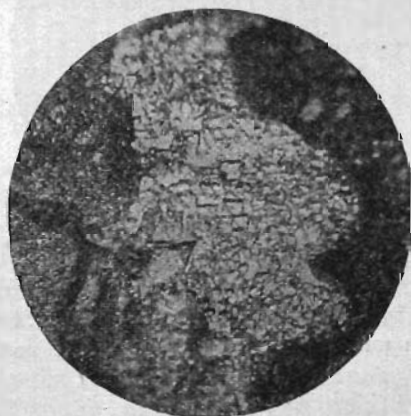


Fig. 153. Lineare Vergr. 210.
Zinnkristall mit Ätzfiguren.

jeder Kristall bei bestimmten Winkeln zwischen den Lichtstrahlen und den Kristallachsen ein Höchst- und Niedrigstmaß von Helligkeit. Daher verändern auch Relativbewegungen zwischen Schliff und Lichtquelle die Licht- und Schattenverteilung auf dem Schliff. Diese Reflexionsart wurde vom Verfasser schon früher als disloziert (unterbrochen) bezeichnet¹⁾; es ist dies das „Moiré métallique“, das schon Behrens²⁾ erwähnt und das an abgegriffenen Messingtürklinken häufig zu beobachten ist. Das Lichtspiel zeigt große Ähnlichkeit mit dem „Labradorisieren“, das bekanntlich durch innere Reflexe an Interpositionen des Labradors hervorgebracht wird³⁾.

1) Internationale Zeitschrift für Metallographie 1914, S. 289.

2) Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen, 1894.

3) Stahl und Eisen 1915, S. 1073.

Die Helligkeitsdifferenzen an Metallschliffen, wie sie Fig. 149 bis 152 veranschaulicht, werden hervorgerufen durch mehr oder weniger gesetzmäßige Ausfressungen, die mit der inneren Kristallstruktur in strengem Zusammenhang stehen oder auch durch Bloßlegen von Kristallfiguren. In Fig. 153 sind die charakteristischen Gestalten der Kristallfiguren wiedergegeben. Sie lassen sich mit der angegebenen Aetzlösung leicht bloßlegen. Die dislozierte Reflexion ist, wie die Kristallfigurenätzbarkeit, nur Stoffen eigen, die eine gesetzmäßige Verkettung der kleinsten Teilchen aufweisen. Sie bilden wichtige kristallographische und technologische Kennzeichen.

b) Quasiisotropie. Die technischen Metalle gehören zu der Klasse von festen Körpern, die man am besten nach W. Voigt als quasiisotrop bezeichnen kann. Die Orientierung der Kristallkörner ist in den quasiisotropen Körpern nach allen Richtungen gleichmäßig verteilt, so daß jeder Teil des Körpers, der gegen die einzelnen Kristallkörner verhältnismäßig groß ist, sich wenigstens in elastischer Hinsicht als isotrop erweist.

c) Kristallisationsgeschwindigkeit und Korngröße. Die Größe der einzelnen Kristallkörner des erstarrten Metalles ist, wie Tammann gezeigt hat, von der Er-



Fig. 154. Lineare Vergr. 6.
Zinn mit natürlicher Gußoberfläche vor der Glühung.

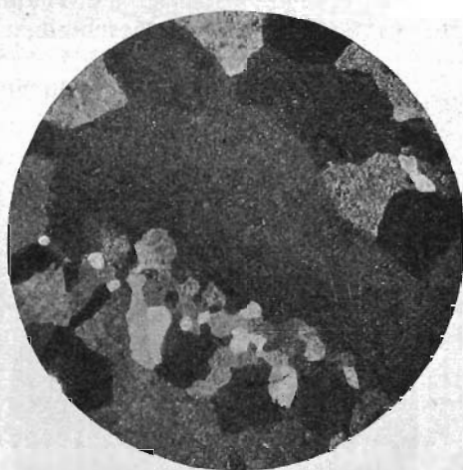


Fig. 155. Lineare Vergr. 6.
Das in Fig. 154 dargestellte Metallstück nach einmonatiger Glühung bei 210° ; das Korn ist unverändert geblieben.

starrungstemperatur, der Kristallisationsgeschwindigkeit und der Anzahl vorhandener Kristallisationskerne abhängig. Kristallisationsgeschwindigkeit und Kernzahl nehmen beim Erstarren mit sinkender Temperatur erst rasch zu und dann ebenso schnell ab. Ueber die weiteren Kristallisationsvorgänge sei hier auf die klassischen Untersuchungen Tammanns¹⁾ verwiesen.

d) Wachstumsunfähigkeit von festen Haufwerkskristallen, die sich im molekularen Lagegleichgewicht befinden. Man glaubte bisher, die Fähigkeit der Kristalle zu wachsen, bleibe auch noch nach dem völligen Erstarren des Metalles erhalten²⁾. Die Wachstumsgeschwindigkeit sei ferner um so größer, je höher die Glühtemperatur ist. Dies trifft auch bei den gereckten (dekristallisierten) Metallen bis zu einem bestimmten Grade zu; bei Kristallen, bei denen das molekulare Lagegleichgewicht nicht gestört ist (beispielsweise ungereckten Gußkristallen), ist dies indes keineswegs der Fall.

In der Fig. 154 ist das Gefüge eines gegossenen Zinnblöckchens von Fingernagelgröße wiedergegeben, in Fig. 155 das Gefüge derselben Schliffstelle nach einer ein-

1) Kristallisieren und Schmelzen, 1903; siehe auch J. Czochralski, Veränderung der Korngröße und der Korngliederung in Metallen, Zeitschr. d. Ver. deutsch. Ing. 1916 (im Erscheinen).
2) Siehe u. a. Guertler, Metallographie 1912.

monatigen Glühung bei 210°. Ein Anwachsen der Kristalle konnte nicht nachgewiesen werden.

Bei der Kontrolle des hier beschriebenen Versuches ist sorgsam zu beachten, daß jede bleibende Formänderung zu Störungen Anlaß geben kann. Die Versuche können daher nur mit unverletzten Gußblöckchen ausgeführt werden. Künstlich hergestellte Schliffflächen sind für diese Untersuchungen unbrauchbar.

e) Zinngeschrei. Die Entstehungsbedingungen des als Zinn- und Zinkgeschrei wohlbekannten akustischen Phänomens waren bisher noch nicht mit Sicherheit festgelegt. Unter anderem glaubte man, das eigenartige Geräusch sei durch Reibung der Kristalle aneinander bedingt¹⁾. Bei der vorliegenden Untersuchung an isolierten freien Kristallen ist es gelungen nachzuweisen, daß das Geräusch, das bei der Deformation des Metalles auftritt, nicht durch Reibung der Kristalle, sondern lediglich durch das spontane Umklappen des Raumgitters in kristallographisch definierte Zwillingsstellungen entsteht. Auch diese Eigenheit des Metalles geht, zusammen mit der Fähigkeit der Zwillingsbildung, durch Recken (der fortschreitenden Kristallstrukturverwirrung gemäß) nach und nach verloren. Bei stark gerecktem Metall ist daher das „Schreien“ nicht mehr wahrnehmbar.

f) Korngrenzen. Es muß noch besonders hervorgehoben werden, daß den mikroskopisch als feine Linien sichtbaren Grenzschichten zwischen zwei benachbarten Kristallen eine ganz besondere Bedeutung zukommt, und daß es sich hier keineswegs nur um optische Täuschungen handelt, die zwei aneinandergrenzende, optisch dislozierte Flächen immer hervorrufen. Insofern, als auch die Festigkeitseigenschaften von dem prozentualen Querschnittsanteil der Grenzschichten beeinflußt werden, sprechen sie, neben dem korndurchquerenden (intragranularen) Bruchverlauf und anderen, zugunsten eines durch die Raumgitterstörung (Wirkung der Oberflächenenergie und Adsorptionskraft) bedingten Festigkeitsvorsprunges dieser Grenzräume²⁾.

C) Das dekristallisierte Metall.

a) Die spezifischen Eigenschaften und ihre Abhängigkeit von den physikalischen und anderen Veränderlichen. Man bezeichnet bekanntlich Eigenschaften, die sich mit der Beschaffenheit der Stoffe ändern, aber nicht willkürlich an demselben Stoffe geändert werden können, allgemein als spezifische Eigenschaften, und das Gesetz, das die zwangsweise Abhängigkeit aller dieser Eigenschaften von den physikalischen und chemischen Veränderlichen voraussetzt, als das Stoffgesetz³⁾.

Außer durch die eigentlichen physikalischen und chemischen Veränderlichen werden auch noch durch andere Faktoren die Eigenschaften der bildsamen Metalle verändert. Durch „Kaltrecken“ wird z. B. die Härte, die Elastizitätsgrenze und die Bruchgrenze bei vielen Metallen stark erhöht. Dagegen wird die Dehnung stark verringert oder auch vielfach praktisch fast völlig beseitigt. Das spezifische Gewicht, die elektrische Leitfähigkeit usw. erleiden ebenfalls geringere oder größere Veränderung. Es muß daraus gefolgert werden, daß außer durch die bereits angeführten Veränderlichen auch noch durch die umbildenden kinematischen Einflüsse (Recken, Plastizierung) die Eigenschaften vieler Stoffe geändert werden können. Bei den verfestigungsfähigen metallischen Stoffen spielen diese physikalischen Veränderlichen eine äußerst wichtige Rolle.

Da Änderungen der spezifischen Eigenschaften eines Stoffes durch Umbildung (Plastizierung) unter sonst gleichbleibenden Bedingungen dem Stoffgesetz widersprechen, und da ihre tiefgreifende Veränderung durch den Körnungsgrad, die Korngestalt und die Korngliederung allein nicht zu erklären war, mußte naturnotwendig noch auf andere unbekannte Vorgänge geschlossen werden. Als solche kommen, wie wir weiter sehen werden, in Frage: die durch das Recken bedingten Änderungen in der gesetzmäßigen Gleichgewichtsgruppierung der kleinsten Gleitteilchen⁴⁾. Es kann heute als all-

1) Gmelin-Kraut, Handbuch IV, I, S. 244.

2) Zeitschr. d. Ver. deutsch. Ing. 1913, S. 934; Internationale Zeitschrift für Metallographie 1914, S. 289.

3) Ostwald, Prinzipien der Chemie, 1907.

4) Internationale Zeitschrift für Metallographie 1914, S. 289.

gemein gültige Regel ausgesprochen werden, daß Verfestigung von reckbaren Stoffen nur möglich ist, wenn durch das Recken auch gleichzeitig eine Verlagerung der regelmäßigen Kristallstruktur erfolgt. Wo dies nicht der Fall ist, ist eine Verfestigung des Metalles nicht möglich. Auf Grund dieser Tatsachen muß aber notwendig gefolgert werden, daß Relativverschiebungen, die eine dauernde Verlagerung der gesetzmäßig verketteten kleinsten Gleiteilchen hervorzubringen vermögen, zu durchgreifenden Eigenschaftsänderungen führen können.

Würde durch das Gleiten die Symmetrie der Raumgittergruppierung der kleinsten Gleiteilchen nicht gestört, wie dies beispielsweise die Translationshypothese annimmt¹⁾, so käme den Gleitvorgängen nur eine vermittelnde Rolle zu; ein Gleiteilchen könnte hier das andere, etwa wie beim Warmrecken, substituieren²⁾. Eigenschaftsänderungen würden hierbei nur insoweit in Frage kommen, als die Gestalt in der Tat einen Einfluß auf die Eigenschaften der Stoffe ausübt³⁾; dieser Einfluß ist jedoch in der Regel nicht zahlenmäßig ausdrückbar. Derartigen Translationen käme demnach an sich nur eine imaginäre Bedeutung zu; denn Gleitungen, die keine Störung in der gesetzmäßigen Anordnung der kleinsten Gleiteilchen eines Systems hervorbringen, müssen in ihrer Wirkung mit den zwischen den möglichen Translationsebenen eines Systems vor der Gleitung herrschenden Zustand identisch sein. Solche Gleitebenen könnten demnach substantiell weder vermehrt werden, noch irgendwelche Eigenschaftsänderungen hervorrufen.

a) Abhängigkeit von den physikalischen und chemischen Veränderlichen. Auf die Abhängigkeit der spezifischen Eigenschaften von den physikalischen und chemischen Veränderlichen kann in diesem Zusammenhange nicht eingegangen werden, da ihre Beziehungen ja im wesentlichen den Inhalt dieser Wissenschaften darstellen.

β) Abhängigkeit von den umbildenden kinematischen Veränderlichen (effektive Schubspannung nach Ludwik⁴⁾). 1. Abhängigkeit einiger mechanischer Eigenschaften des Zinns von der Verlagerung der kleinsten Gleiteilchen. Ueber das Verhalten des Zinns beim Kaltrecken konnten infolge der zahlreichen, unaufgeklärten Gefügeanomalien bis jetzt einheitliche Werte nicht erzielt werden. Der Einfluß des Kaltreckens auf einige Eigenschaften des Metalles unter strenger Berücksichtigung der Schliffbilder ist aus Tabelle 1 zu ersehen.

Tabelle 1.

Nr.	Zustand	Korngröße qcm	Festigkeit kg/qcm	Prozent Dehnung ($l = 11,3 \sqrt{q}$)	Härte ¹⁾ kg/qcm ($p = 50 \text{ kg}$)
1	Gußmetall	ca. 0,2	1,9 2,1	20 } ²⁾ 25 }	5,4 5,8 5,8 } ³⁾
2	Gußmetall, gestaucht (Höhenabnahme beim Stauchen 90 %)	ca. 0,2	3,0 3,4	26 29	7,4 7,2 7,4
3	Desgl., jedoch 10 Minuten in siedendem Wasser erhitzt	ca. 0,0001	2,3 2,4	46 46	5,4 5,4 5,6

1) Kugeldruckhärte nach Brinell-Meyer.

2) Infolge mangelnder Quasiisotropie sehr ungleiche Dehnung.

3) An einzelnen Kristallen gemessen.

Das Metall zeigt vollkommen regelmäßiges Verhalten.

2. Abhängigkeit der Gestalt der Kristalle des Zinns von Relativverschiebungen der kleinsten Gleiteilchen. Die heutige Wissenschaft der technologischen Metallbearbeitung nimmt allgemein an, daß beim Zinn durch Kaltrecken nur eine Verkleinerung, aber keine

1) Tammann, Zeitschr. f. Physik. Chemie 1910, S. 108.

2) Zeitschr. d. Ver. deutsch. Ing. 1913, S. 933.

3) Siehe auch J. Czocharski, Der Körnungsgrad und die physikalisch-technischen Eigenschaften der Metalle, Stahl und Eisen 1916 (im Erscheinen).

4) Elemente der Technologischen Mechanik, 1909.

Streckung des Kornes auftritt. Den wahren Hergang der Gestaltsänderung der Kristalle beim „Kaltrecken“ erläutern Fig. 156 u. 157. Die Körner, die ursprünglich keine bevorzugte Streckrichtung zeigten (Fig. 156), erscheinen jetzt in der Fließrichtung stark gelängt (Fig. 157), auch ist jeder ursprüngliche Kornverband noch deutlich zu erkennen. Würden die Kristalle beim Kaltrecken in mikroskopische Teilchen zerfallen, so müßte dies auch optisch nachweisbar sein. Das Gefüge stark gereckter Kristalle ist aber mikroskopisch nicht auflösbar und optisch gleichartig (siehe nächsten Abschnitt¹⁾).

3. Abhängigkeit der kristallographisch-optischen Eigenschaften von der Verlagerung der kleinsten Gleitteilchen. Außer durch die Verfestigung und durch die Streckung der Kristalle gibt sich die Verlagerung auch noch durch andere Anzeichen zu erkennen; alle Erscheinungen beispielsweise, die an eine gesetzmäßige Verkettung der kleinsten Teilchen gebunden sind, verschwinden in dem Grade, wie die Verfestigung zunimmt. Die Helligkeitsdifferenzen an Metallschliffen (dislozierte Reflexion), wie sie Fig. 156 wiedergibt, werden verwaschen (Fig. 157), oder verschwinden im Endzustand höchster Verfestigung völlig (Fig. 158). Auch die



Fig. 156. Lineare Vergr. 5.
Gefüge des Zinns vor dem Recken.



Fig. 157. Lineare Vergr. 5.
Das in Fig. 156 dargestellte Metallstück nach schwachem Kaltrecken. Kristalle gestreckt, Kornverbände erhalten.

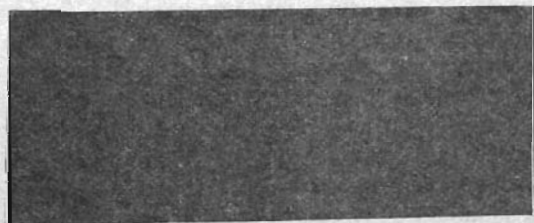


Fig. 158. Lineare Vergr. 5.
Gefüge des Gußmetalles nach äußerst kräftiger Kaltreckung. Korninneres bis zur Homöotropie verlagert.

Zwillinge, als Spuren der anfänglichen Tendenz geordneter Verschiebung der kleinsten Gleitteilchen in kristallographisch definierten Gleitebenen, verschwinden bei fortgesetzter Formänderung wieder von selbst. Bei fortgesetztem Aetzen wird das Gefüge griesig, und schließlich entstehen statt regelmäßig begrenzter Aetzfiguren zahlreiche unregelmäßige und verwaschene Aetzgruben und Aetzhügel auf der Schlißfläche. Die dislozierte Reflexion ist direkt abhängig von dem Grade der Dekristallisation, sie ist jedoch infolge ihrer Meßunsicherheit zur Bestimmung des Grades der stattgehabten Verlagerung nicht geeignet.

b) Lagegeometrie der kleinsten Gleitteilchen und ihre kennzeichnenden Verlagerungsformen (Erzwungene Homöotropie, Ultra-Quasiisotropie und Amorphie). Durch das Kaltrecken wird die gesetzmäßige Verkettung der kleinsten Teilchen gestört; Punktreihen, die ursprünglich eine gerade Linie bildeten, werden nach und nach in solche umgewandelt, die irgend einer nach Maßgabe der äußeren Kraft ununterbrochen verlaufenden Raumkurve folgen. Die Endlage der kleinsten Gleitteilchen nach Erschöpfung der Bildsamkeit ist nicht ungeordnet, sondern infolge der stattgehabten Rollbewegung (Drehung

1) Sowie Internationale Zeitschrift für Metallographie 1914, S. 289.

und Schub) nach Maßgabe des äußeren Zwanges „umgerichtet“ oder, mit dem Erstentdecker der flüssigen Kristalle gesprochen, „erzwungen homöotrop“¹⁾; die Hauptachsen der Molekel nehmen dabei eine bestimmte, von der Richtung des Schubes abhängige Lage ein. Die erzwungene Homöotropie wird definiert als die gewaltsame Gleichlagerung vektorieller Molekel quer zu der Richtung des Schubes (Lehmann). Fallen die Schubrichtungen zweier nacheinander folgenden Verlagerungen nicht zusammen, so führt dies zu Nachwirkungen im elastischen oder plastischen Gebiet²⁾. Es handelt sich hierbei um Nachreckungserscheinungen, die durch Umlenkung der Molekel in die neuen Schubebenen beim Wechsel des Kraftangriffes verursacht werden.

Die erzwungene Homöotropie ist zu unterscheiden von dem Grenzfall der Quasiisotropie, d. i. der fast molekularen Verlagerung äußerst disperser Haufwerke verworrengerichteter Molekel, z. B. hochdisperser Haufwerke, bei denen die gestörten intergranularen Zwischenschichten substantiell vorherrschen, wie in äußerst feinkörnigen Gußmetallen, Elektrolytmetallen u. a.

Die kleinsten Teilchen dieser „ultra-quasiisotropen“ Haufwerke bilden alle möglichen Winkel mit ihren Nachbarn. Bekanntlich übt diese Art der Lagerung einen ziemlich beträchtlichen Einfluß auf einige mechanische Eigenschaften aus, indem beispielsweise bei hoher Festigkeit auch hohe Dehnungsziffern erreicht werden können³⁾.

Charakteristisch unterschieden wird dieser Zustand andererseits von dem amorphen dadurch, daß er ohne weiteres in den erzwungen homöotropen übergeführt werden kann, während das Wesen der amorphen Stoffe bekanntlich darin besteht, daß sie nie dauernde axiale Bevorzugung aufweisen. In dem unverlierbaren Richtungssinn der kleinsten Gleitteilchen des Arbeitsgutes ist aber auch ein beweiskräftiges Argument gegen den Amorphismus kaltgereckter Metalle ausgesprochen.

c) Beständigkeit der erzwungenen homöotropen Lagerung. Anzeichen struktureller als auch mechanisch-physikalischer Art sprechen für einen gesetzmäßigen Rückgang der Verlagerung mit zunehmender Temperatur (siehe nächsten Abschnitt). In schaubildlicher Darstellung stellen ihre Beziehungen den üblichen Gleichgewichtskurven ähnliche „Verlagerungstemperaturkurven“ dar, die asymptotisch konstanten Grenzwerten zustreben⁴⁾. Ob die Verlagerung auch unterhalb der nicht mehr beobachtbaren Gebiete der Rekristallisationsgeschwindigkeit unter dem gleichen Temperatureinfluß steht, oder aber als unbegrenzt beständig bezeichnet werden darf, kann insofern nicht entschieden werden, als die bekannten indirekten Hilfswege zur Bestimmung der Beständigkeit nicht benutzt werden können und Rekristallisationsversuche wegen der Langsamkeit der Vorgänge hier nicht zum Ziele führen.

D) Das rekristallisierte Metall und die Rekristallisationsvorgänge⁵⁾.

a) Die „untere“ und die „obere“ Rekristallisationstemperatur. Heyn⁶⁾ hat schon früher die Vermutung ausgesprochen, daß die Rekristallisationstemperatur um

1) O. Lehmann, Die neue Welt der flüssigen Kristalle, 1910.

2) Zeitschr. d. Ver. deutsch. Ing. 1913, S. 1018 und 1019.

3) Siehe besonders von Moellendorff, Bemerkungen gegen den Amorphismus der Metalle, Internationale Zeitschrift für Metallographie 1914, S. 45.

4) Heyn, Materialienkunde, 1912, S. 213.

5) Während der Drucklegung der dem vorliegenden Auszug vorangegangenen ausführlichen Originalarbeit, September 1915 bis Januar 1916 (Internationale Zeitschrift für Metallographie, Band VIII, S. 1 bis 43), erschien in Ferrum S. 6 und 18 eine Arbeit von C. Chappell, die einen Teil der hier mitgeteilten Beobachtungen vorwegnimmt, grundsätzlich aber auf anderem Boden steht. Es blieb molekularmechanischen Betrachtungen vorbehalten, einen endgültigen Einblick in die Vorgänge im Inneren der Kristalle zu erlangen und eine Theorie der Rekristallisation und der Neugruppierung des Gefüges zu geben, die sich auf streng experimentellen Grundlagen aufbaut. Auf die Arbeit Chappells wurde der Verfasser erst im Juni 1916 aufmerksam gemacht. Die Hauptergebnisse der vorliegenden Arbeit wurden bereits 1914 niedergelegt; infolge völliger Inanspruchnahme bei der Herstellung von Kriegsmaterial war es dem Verfasser jedoch nicht möglich, die Arbeit schon früher druckfertig zu machen und zu veröffentlichen. Wie aus der C. Chappellschen Arbeit hervorgeht, hat auch dieser seine Arbeit bereits in der Mai-Sitzung 1914 des Iron and Steel Institute vorgetragen. Es handelt sich also um unabhängige und offenbar gleichzeitige Forschungen, die so verschieden wie ähnlich sind.

6) Heyn, Materialienkunde, S. 273.

so tief liegen kann, je stärker der Grad des Kaltreckens war; Beweise sind aber für diese Annahme bisher nicht erbracht worden. Für das Studium dieser praktisch und theoretisch gleich bedeutungsvollen Fragen hat sich das Zinn in hohem Grade als Ausgangsmaterial bewährt. Die Zeitdauer bis zur beendeten Rekristallisation wurde den Bestimmungen als Maß zugrunde gelegt. Der große Einfluß des Kaltreckens auf die untere Rekristallisationsgrenze ist aus dem Schaubild (Fig. 159) deutlich ersichtlich. Ob die untere Rekristallisationstemperatur des Zinns noch unterhalb der hier angegebenen Grenze herabgedrückt werden kann, erscheint immerhin nicht unwahrscheinlich. Bei 20° bis 25° konnte nach dreimonatlicher Versuchsdauer bei stark gestauchtem Metall (Höhenabnahme 98 %) Rekristallisation noch eben beobachtet werden.

Noch zweifelhafter als die Lage der „unteren“ ist die Lage der „oberen“ Rekristallisationsgrenze. Es ist nicht sicher, ob diese mit der Schmelztemperatur des Metalles zusammenfällt, oder ob die Rekristallisation bereits vor dem Erreichen der Schmelztemperatur eine obere Begrenzung findet. Auf die Festigkeits- und Dehnungseigenschaften üben in der Regel Temperaturen, die unter Umständen mehrere hundert Grade unter dem Schmelzpunkt liegen, keinen wesentlichen Einfluß mehr aus¹⁾; andererseits zwingen aber Beobachtungen, die sich auf die Gefügeumbildung bei der Rekristallisation beziehen, zu der Annahme, daß die Rekristallisation wohl bei den meisten Metallen erst dicht unterhalb der Schmelztemperatur ihren Abschluß findet.

b) Abhängigkeit der Dispersität des rekristallisierten Metalles vom Grade der vorangegangenen Verlagerung.

Bis in die jüngste Zeit hinein schenkte man der Umgestaltung des Gefüges bei der Rekristallisation nur geringe Beachtung. Ueber die Dispersitätsvorgänge und über ihre zahlenmäßigen Beziehungen fehlen in der Literatur jegliche Angaben. Fig. 160 veranschaulicht in räumlicher Darstellung, welche Aenderung die Größe der Körner verlagerter Metalle durch das Ausglühen erleidet. Auf der mit v bezeichneten Achse ist der Grad der Verlagerung (= Höhenabnahme beim Stauchen) abgetragen; Achse t gibt die Temperatur an, bei der die Erhitzung erfolgte. Als Ordinaten sind die Durchmesser der rekristallisierten Kristallkörner in Millimetern verwendet. Unterhalb der „unteren“ Rekristallisationstemperatur, die je nach dem Grade der vorangegangenen Verlagerung verschieden hoch liegen kann, ist es nicht möglich, eine Aenderung der Korngröße praktisch zu erreichen. Wird die „untere Rekristallisationstemperatur“ jedoch überschritten, so nimmt das Korn die der Temperatur- und Verlagerungskurve zugeordnete, mittlere Größe an bzw. nähert sich ziemlich rasch diesem maximalen Grenzwert. Darauf folgendes Weitererwärmen bei der zuletzt angewandten Höchsttemperatur vermag keine nennenswerte Aenderung der Korngröße mehr hervorzubringen; erst durch weitere Temperatursteigerung ist es möglich, eine Vergrößerung des Kornes herbeizuführen. Die Steigerung der Korngröße findet ihre natürliche Begrenzung nach der Auslösung sämtlicher Reckspannungen des Arbeitsgutes. Bei sehr schwachem Recken (innerhalb des elastischen Gebietes) bleibt der Rekristallisationsvorgang gänzlich aus. Dann kann aber.

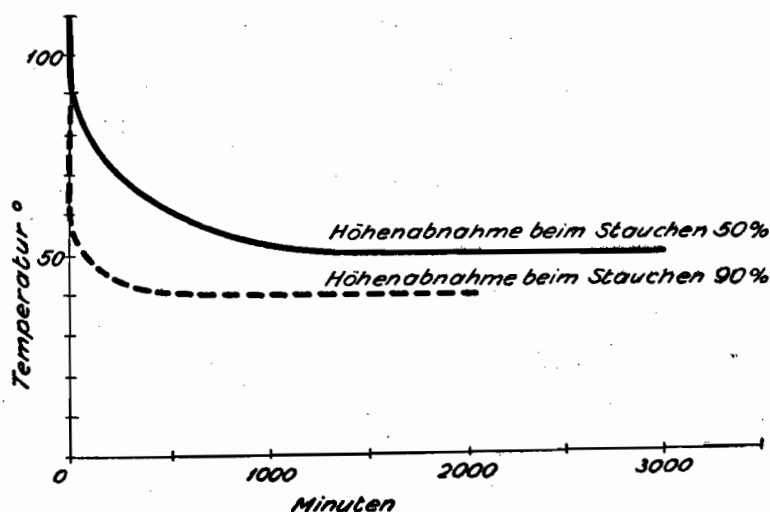


Fig. 159. Einfluß der Verlagerung auf den Beginn der Rekristallisation beim Zinn.

auch, wie bei Gußmetallen, eine Änderung der Korngröße nicht herbeigeführt werden. An örtlich beanspruchten Metallen hat Deutsch auch die Identität der Grenzen des Rekristallisationsfeldes mit denen des Elastizitätsbereiches auf Grund dieser Tatsachen nachgewiesen¹⁾. Aus den aus Fig. 160 abgeleiteten Ergebnissen folgt als allgemein gültige Regel: Die Korngröße eines verlagerten Metalles nimmt mit steigender Temperatur zu, und zwar um so mehr, je geringer die Zahl der Rekristallisationskerne, d. i. je weniger es verlagert ist²⁾. Durch geeignete Wahl von Glüh Temperatur und Verlagerungsgrad ist man an Hand eines vorhandenen Schaubildes imstande, einem Metall innerhalb gewisser Grenzen jede beliebige Korngröße zu verleihen, es also in einen bestimmten mechanisch-

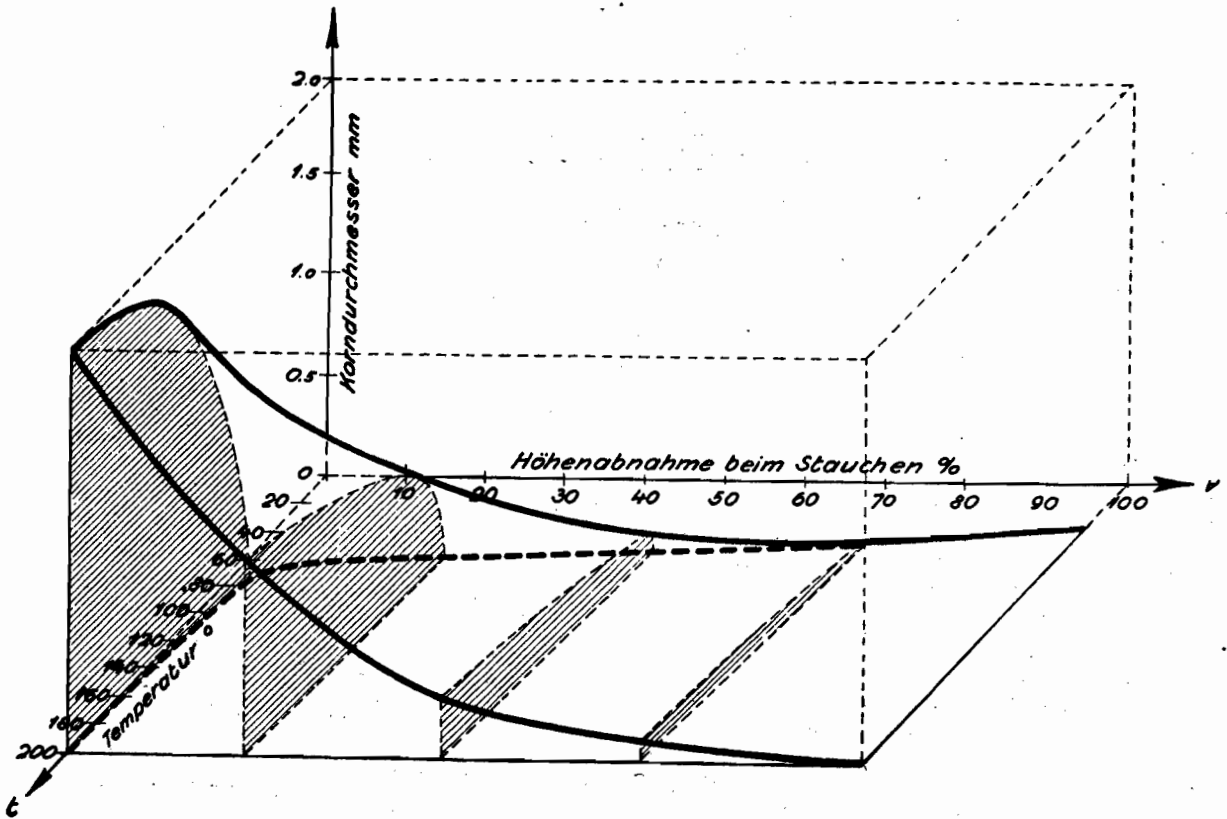


Fig. 160. Einfluß des Glühens nach stattgehabter Verlagerung auf die Korngröße.

physikalischen Zustand zu versetzen. Umgekehrt kann die Korngröße nicht nur als Kriterium der Glüh Temperatur, sondern auch des Grades der Verlagerung benutzt werden.

c) Unabhängigkeit des Körnungsgrades von der ursprünglichen Korngröße. Die ursprüngliche Korngröße steht mit dem Körnungsgrad des rekristallisierten Metalles in keinem Zusammenhang; bringt man sie mit dem Körnungsgrad nach stattgehabter Rekristallisation trotzdem in Beziehung, so hat es den Anschein, als ob die Rekristallisation einmal im Wachstum, ein andermal im Zerfall des ursprünglichen Kornes ihren Grund hätte. In Wirklichkeit trifft weder das eine, noch das andere zu. Fig. 161 veranschaulicht die Beziehungen, die zwischen dem Körnungsgrad vor und nach stattgehabter Rekristallisation bestehen. Wir gehen von der ursprünglichen Korngröße K_1 aus, die auch nach dem Verlagern unverändert beibehalten worden ist. Erfolgt die Glühung unterhalb der „unteren“

1) Siehe Internationale Zeitschrift für Metallographie, Bd. VIII, S. 46.

2) Siehe J. Czochralski, Veränderung der Korngröße und der Korngliederung in Metallen, Zeitschr. d. Ver. deutsch. Ing. 1916 (im Erscheinen).

Rekristallisationstemperatur, so wird eine Rekristallisation nicht erfolgen. Beim Ueberschreiten der „unteren“ Rekristallisationstemperatur nimmt aber die relative Korngröße nach Maßgabe der vorangegangenen Verlagerung rasch ab (Verlagerungsgrad $< c \cdot K_1$) oder zu (Verlagerungsgrad $> c \cdot K_1$) und nähert sich einem maximalen Grenzwert etwa so, wie es die Schaulinien *a* und *e* andeuten; weitere Vergrößerung des Kornes kann dann nur noch durch Temperatursteigerung herbeigeführt werden, wie dies durch das gestrichelte Kurvenstück *d* zum Ausdruck gebracht wird. Nur in einem bestimmten Singularfall (Verlagerungsgrad $= c \cdot K_1$) bleibt die relative Korngröße trotz der völligen Neugruppierung des Gefüges unverändert.

d) Die Vorgänge bei der Neugruppierung des Gefüges und die lineare Rekristallisationsgeschwindigkeit. Nach der bisherigen Wachstumshypothese glaubte man, daß die großen Kristalle auf Kosten der in ihrem Wachstum zurückgebliebenen Nachbarn anwachsen, indem sie letztere nach und nach aufzehren¹⁾. Eine Reihe mehr oder weniger wahrscheinlicher Annahmen wurde zur Begründung dieser Hypothesen herangezogen, ohne den Erscheinungen näher zu kommen. In Wirklichkeit verlaufen die Vorgänge nicht in der erwähnten Weise, sondern in dem durch die innere Spannungsverteilung vorgeschriebenen Sinne. Fig. 162 bis 165 veranschaulichen, wie die großen verlagerten Kristalle bei ihrer Rekristallisation die neugebildeten Kristallkerne vergrößern und weiter aufbauen.

Besonderes Interesse bieten die Kristalle *A* und *B* (siehe Hilfspause). Der große schwach verlagerte Kristall *A* ist nach viertelstündigem Erwärmen bei 200° teilweise rekristallisiert (Abb. 163). Ein dreistündiges Erwärmen bei 210° und ebenso ein 20stündiges bei 220° hat noch weitere, wenn auch relativ geringe Schichten des Kristalles an den bereits rekristallisierten Kern angegliedert. Von dem ursprünglichen Kristall ist nur noch wenig übriggeblieben (Fig. 165).

Im Kristall *B* (Fig. 163) sehen wir bei der ersten Glühung einen winzigen Kern sich bilden, dem bei den nachfolgenden Glühungen ganze Kristallkomplexe sich angliedern.

Soweit sich die Erscheinungen bis jetzt übersehen lassen, sind die Vorgänge bei der Rekristallisation etwa folgende: Bei den niedrigsten wirksamen Glühtemperaturen gelangen nur die höchst verlagerten Molekelgruppen zur Rekristallisation. Dies führt zur Bildung winziger neuer Kristallkerne in jedem ursprünglichen verlagerten Korn. Die Rekristallisation wird zunächst, ähnlich wie die Kristallisation flüssiger Schmelzen, ungehemmt fortschreiten können, bis sie dann an irgendwelchen schwächer verlagerten Stellen auf nicht mehr überwindbare Richtwiderstände stößt und so ein Ende erreicht. Bei gesteigerter molekularer Beweglichkeit (Temperaturerhöhung) werden auch diese Richtwiderstände von der molekularen Richtkraft überwunden und die ihren Zwangszustand verlassenden Molekel nach Maßgabe des inneren Spannungsverlaufes umgerichtet; dies führt bei identischem Spannungsverlauf zur Angliederung neuer Molekel an die bereits vorhandenen Kristallkerne oder, was seltener der Fall ist, zur Bildung neuer Rekristallisationszentren. Nur so ist es erklärlich, warum die Dispersität (Körnung) des Metalles bei der

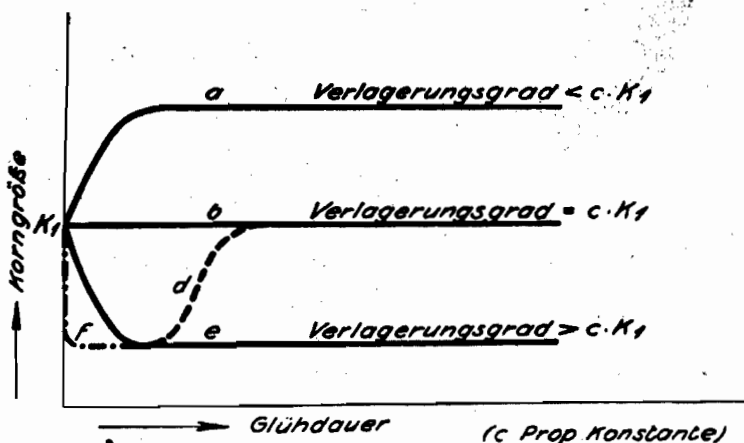


Fig. 161. Beziehung zwischen der ursprünglichen Korngröße und der Korngröße nach stattgehabter Verlagerung und Rekristallisation bei konstanten Vergleichstemperaturen.

1) Siehe u. a. Guertler, Metallographie, 1912.

Rekristallisation sinkt statt steigt. So oft die Glühtemperatur die zuletzt angewandte übersteigt und solange sämtliche inneren Reckspannungen nicht zur völligen Auslösung

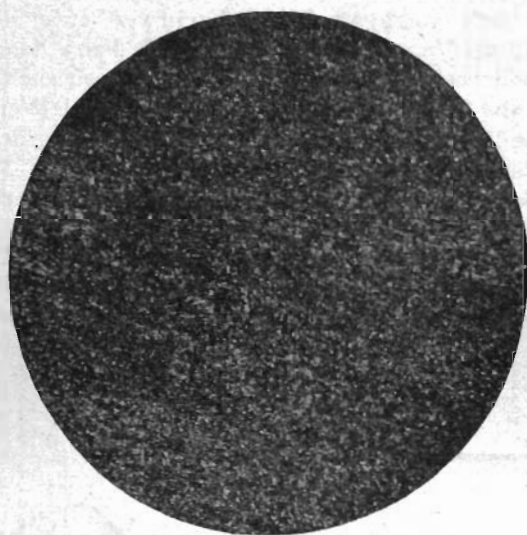


Fig. 166. Lineare Vergr. 6.
Stark verlagertes und darauf bei 100° rekristallisiertes Walzblech.
Rekristallisationsdauer 2 Minuten.

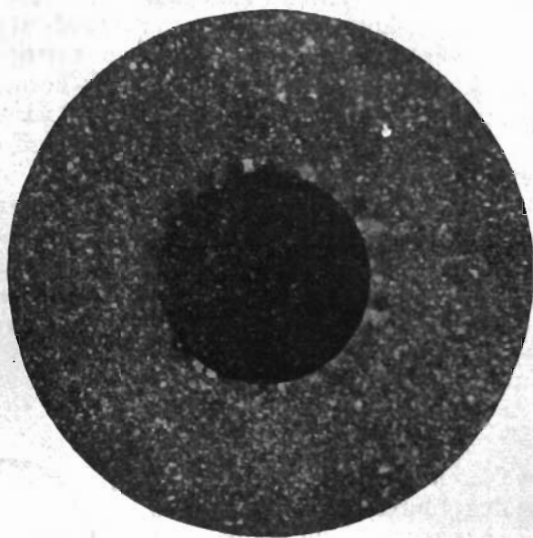


Fig. 167. Lineare Vergr. 6.
Das in Fig. 166 wiedergegebene rekristallisierte Walzblech nach dem Lochen und erneutem Rekristallisieren bei 150°. Beginn der Nadelbildung am Innenrand.
Rekristallisationsdauer 2 Minuten.

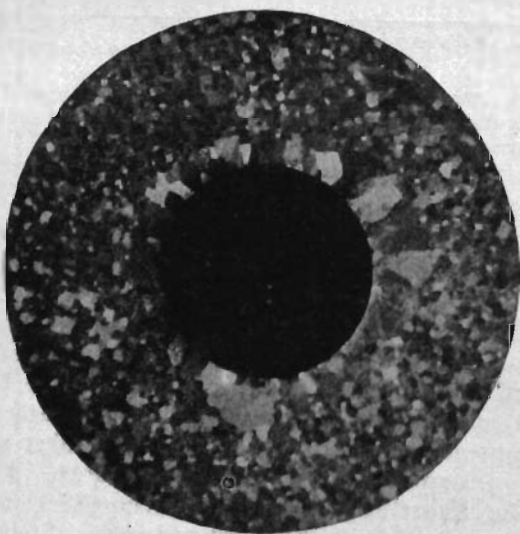
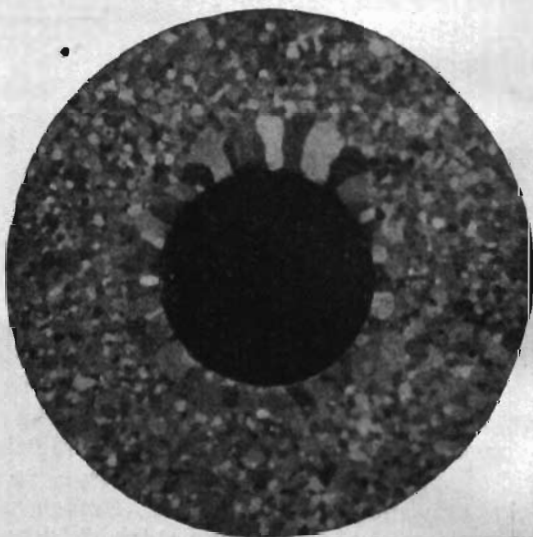


Fig. 168 u. 169.

Das in Fig. 167 wiedergegebene Walzblech nach fortgesetzter Rekristallisation bei 220°. Fortschreiten der Nadelbildung von Zonen höherer zu Zonen niedrigerer Spannung.

In Fig. 169 ist die Beleuchtung um 90° versetzt. Rekristallisationsdauer 2 Minuten.



Lineare Vergr. 6.

gelangt sind, wiederholen sich die hier geschilderten Ausrichtungsvorgänge in stufenweiser Folge.

In welcher Richtung die Rekristallisation fortschreitet, ist einzig und allein abhängig von der Spannungsverteilung im Innern des Reckgutes, und zwar ergibt sich



Fig. 162. Lineare Vergr. etwa 4.
Gefüge eines schwach deformierten Bleies
vor der Glühung.

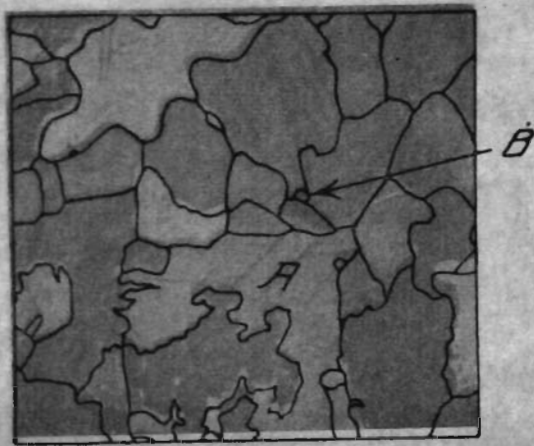


Fig. 163. Lineare Vergr. 4.
Das in Fig. 162 dargestellte Metallstück nach
viertelstündigem Erwärmen bei 200°. U. a.
ist Kristall *B* neu entstanden; Korn *A* ist in
Rekristallisation begriffen.

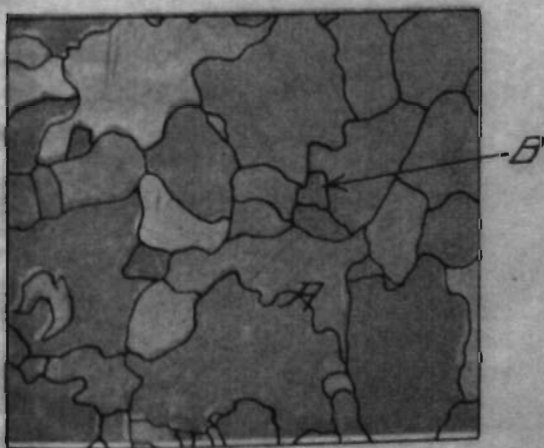


Fig. 164. Lineare Vergr. 4.
Dasselbe Stück nach 3stündigem Weiter-
erwärmen bei 210°. An den rekristalli-
sierten Kern haben sich weitere Schichten
des Korns *A* angegliedert; der winzige
Kristall *B* ist größer geworden.



Fig. 165. Lineare Vergr. 4.
Dasselbe Stück nach 20stündigem Weiter-
erwärmen bei 220°. An den Kern *B* haben
sich ganze Kornkomplexe angegliedert.



Fig. 162. Lineare Vergr. etwa 4.
Gefüge eines schwach deformierten Schliffes
vor der Glühung.



Fig. 163. Lineare Vergr. 4.
Das in Fig. 162 dargestellte Metallstück nach
viertelstündigem Erwärmen bei 200°. U. a.
ist Kristall *B* neu entstanden; Korn *A* ist in
Rekristallisation begriffen.

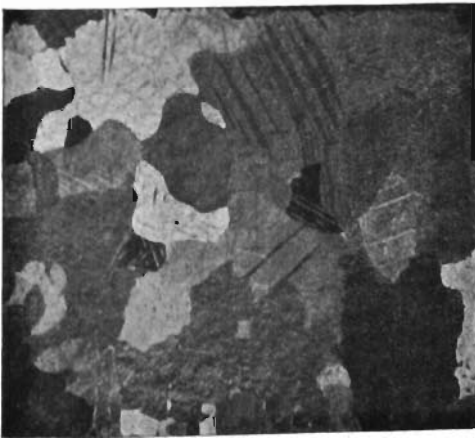


Fig. 164. Lineare Vergr. 4.
Dasselbe Stück nach 3 stündigem Weiter-
erwärmen bei 210°. An den rekristalli-
sierten Kern haben sich weitere Schichten
des Korn *A* angegliedert; der winzige
Kristall *B* ist größer geworden.



Fig. 165. Lineare Vergr. 4.
Dasselbe Stück nach 20 stündigem Weiter-
erwärmen bei 220°. An den Kern *B* haben
sich ganze Kornkomplexe angegliedert.

dabei die Regel, daß die Rekristallisation von Stellen höchster Spannung zu solchen geringerer fortschreitet. Fig. 166 bis 169 sind zur Bestätigung des Gesagten beigegeben. In Fig. 166 ist ein bei 100° rekristallisiertes Zinnblech von 0,5 mm Dicke wiedergegeben, das nachträglich mit einer Lochung von 7 mm versehen wurde. In Fig. 167 bis 169 ist dasselbe Blech nach kurzer Rekristallisation bei 150° und 220° wiedergegeben; die Richtung folgt hier in der Tat dem Kraftlinienverlauf.

Die Geschwindigkeit, mit der sich das „Ausrichten“ vollzieht, ist ziemlich beträchtlich; so können bei den höheren Wärmegraden ($>200^{\circ}$) Rekristallisationsgeschwindigkeiten bis zu 10 mm in der Minute bei der für die in Fig. 166 bis 169 angewandten Versuchsanordnung beobachtet werden; bei den niedrigen Wärmegraden sinkt die Rekristallisationsgeschwindigkeit dagegen zu verschwindend geringen Beträgen herab.

e) Gefüge und Gleichgewichte. Wo hier von Gleichgewichten die Rede war, sind stets das molekulare Lagegleichgewicht, das Gleichgewicht des molekularen Abstandes und das Gleichgewicht der molekularen Gestalt gemeint. Wenn heute einige Forscher von einem Gleichgewicht der Korngröße und der Korngestalt sprechen, so benutzen sie die Begriffe wohl nur in bildlicher Sprache; denn erstens ist die Korngröße von Metallen, die sich im ungestörten natürlichen kristallinen Lagegleichgewicht befinden, von der Temperatur unabhängig, zweitens ist es nicht möglich, den säuligen Aufbau von ebendenselben Kristallen durch Glühen zu beseitigen. Hier tritt schon der Widerspruch, der seinen Ursprung der falschen Interpretation der innerkristallinen Vorgänge verdankt, voll in Erscheinung. Das Bestreben der Metalle, bei der Rekristallisation Kristallkörner zu bilden, die keine bevorzugte Wachstumsrichtung haben, muß notwendig darauf zurückgeführt werden, daß die Rekristallisation von Zentren ausgeht, die sich in ihrer weiteren Ausbildung gegenseitig an irgendwelchen Stellen beeinflussen und hemmen, und auf die geringen Unterschiede der Rekristallisationsgeschwindigkeit in den verschiedenen Achsenrichtungen der Kristalle. Wie Fig. 168 u. 169 veranschaulichen, ist dies übrigens nicht immer die Regel. Durch Beeinflussung des Rekristallisationsverlaufes kann man sogar langgestreckte Kristallindividuen bei der Rekristallisation erzielen. So zeigt das rekristallisierte Korn in Fig. 168 u. 169 trotz der gegenteiligen Forderung der auf der Oberflächenspannung begründeten Theorie des „Schrumpfens“¹⁾ neben radialer Anordnung auch säuligen Aufbau. Gemäß der im vorhergehenden Absatz ausgesprochenen Regel ist das Verhalten leicht verständlich, da ja die Rekristallisation stets von Stellen höherer Spannung (Richtkraft) zu solchen geringerer Spannung verläuft.

1) Nachrichten von der Königl. Ges. d. Wissenschaften zu Göttingen 1912, S. 557.

Patentnachrichten.

Anmeldungen.

Am 4. September 1916.

Breil, Herstellung von doppelten Auskleidungen für Gefrierschächte. B. 74465 vom 28. 10. 13. — 5c. Gr. 4.

Am 7. September 1916.

Fried. Krupp, A.-G., Grusonwerk, Verfahren zum Ziegeln oder Zusammenballen von feinen Erzen und Hüttenerzeugnissen, K. 61256 vom 2. 10. 15. — 18a. Gr. 2.

Johansson, Glühen und Härten von Metallgegenständen in einer das Metall nicht angreifenden Atmosphäre. J. 17704 vom 31. 3. 16. — 18c. Gr. 2.

Erteilungen.

Gröndal, Aufbereitung von Erzen nach einem Oelschwimmverfahren. DP 294519 vom 30. 5. 15. — 1a. Gr. 25.

Rutenborn, Schrämmaschine. DP 294306 vom 22. 6. 15. — 5b. Gr. 9.

Berrendorf, Bagger, insbesondere zur Gewinnung von anstehendem Gebirge, Kohle und Erdmassen. DP 294204 vom 24. 11. 15. — 5b. Gr. 11.

Diehl, Abbauverfahren von in geringer Teufe liegenden, goldhaltigen Sandlagern. DP 294205 vom 24. 2. 15. — 5b. Gr. 12.

Christgen u. Rohde, Bohren von weiten Bohrlöchern im Aufbruch. DP 294307 vom 5. 10. 12. — 5c. Gr. 3.

Wedekind u. Julius Pintsch, A.-G., Herstellung von Siliziden des Wolframs, Molybdäns, Zirkoniums und anderer schwer schmelzbarer Metalle. DP 294267 vom 12. 9. 13. — 12i. Gr. 37.

Gulf Refining Company, Wiedergewinnung von Aluminiumchlorid aus ölhaltigen Rückständen. DP 294274 vom 30. 12. 14. — 12m. Gr. 7.