

Oznaczanie orientacji kryształów metali

Détermination de l'orientation de cristaux métalliques

J. CZOCHRAŁSKI I J. SKOWROŃSKA

Chemiczny Instytut Badawczy — Dział Metalurgiczny

Komunikat 78

Nadeszło 19 stycznia 1937

Postępy krytalografii, dzięki zastosowaniu promieni rentgenowskich, umożliwiły rozwój nauki o pojedynczych kryształach metali, która dziś stanowi odrębny dział metaloznawstwa.

Przedmiotem badań są własności chemiczne i fizyczne kryształów w zależności od kierunków krytalograficznych ze szczególnym uwzględnieniem badań wytrzymałościowych (1, 2, 3, 4). Na podstawie tych prac czynione są próby objaśnienia mechanizmu odkształceń w metalu poddanym działaniu sił statycznych i dynamicznych. Między innymi rozpatrywano proces rozciągania (1), tworzenia się rys zmęczeniowych (5, 6), powstawania tekstur o określonej orientacji krytalograficznej w materiałach walcowanych, kutech, przeciąganych (7). W rozważaniach tych autorzy posługują się siatką elementarną danego metalu, rozpatrując możliwe płaszczyzny i kierunki poślizgu oraz tworzenie się kryształów bliźniaczych podczas odkształcania. Prowadzone są również prace nad obliczaniem własności materiałów polikrystalicznych na podstawie danych dotyczących kryształów pojedynczych. Osiągnięte na tym polu wyniki dają niejednokrotnie zadowalającą zgodność z pomiarami bezpośrednimi, jak wykazali W. Boas i E. Schmid (8, 9, 10) na przykładzie oporu elektrycznego, rozszerzalności termicznej, modułu sprężystości i skrećania.

Przeszkodę w tych obliczeniach stanowi mało poznany wpływ granic ziaren, szczególnie w przypadku rozluźnienia ich spójności, jak to ma miejsce podczas korozji lub odkształceń na gorąco (1). Fakt ten obniża praktyczne znaczenie badań kryształów pojedynczych, podnosi natomiast ich stronę teoretyczną, jest to bowiem jedyna droga wnikięcia w istotę zjawisk zachodzących w tworzywie, izolująca mało zdefiniowany wpływ granic kryształów.

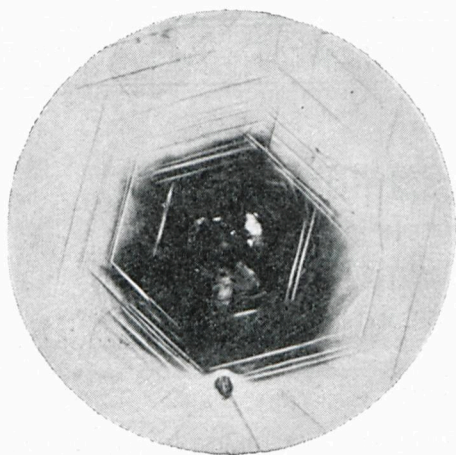
Powyższe dane uzasadniają dostatecznie podjęcie badań w tej dziedzinie, do których wstępem jest praca niniejsza; ustalenie bowiem orientacji monokrystalicznej próbki jest pierwszą czynnością w doświadczeniach tego rodzaju, co wynika z anizotropii własności kryształów.

Jeśli chodzi o pojedyncze kryształy metali, to brak jest metod ich otrzymywania, które pozwalałyby na swobodne kształtowanie się ścian zgodnie z postacią krytalograficzną, dając jednocześnie okazy o pożądanych rozmiarach. Użyte do badań kryształy miały kształt, narzucony bądź to ścianami naczyń (metoda Tammanna, Bridgmana), bądź też pierwotną formą próbki (metoda rekrytalizacji); stąd pewna trudność określania ich orientacji.

Bezspornie najdokładniejsze i najbardziej pewne odtworzenie wewnętrznej budowy kryształu uzyskuje się dziś na drodze badań rentgenograficznych, jednak w braku odpowiedniej aparatury można się z powodzeniem posługiwać metodą wytrawiania, a także wykorzystywania kierunków łupliwości i przebiegu płaszczyzn bliźniaczych, co było zadaniem niniejszej pracy.

Przede wszystkim należało zorientować pojedynczy kryształ cynku w związku z jego diagramem twardości (11). Cynk krytalizuje w układzie heksagonalnym, a jego płaszczyzną najlepszej łupliwości jest tściana (0001). Kierunek osi głównej ustala się więc przez odłupanie kryształu, najlepiej w mieszaninie oziębiającej stałego CO_2 z alkoholem. Jeśli w tak otrzymaną lśniąca i gładką płaszczyznę wbić ostrze, to powstają trzy rodzaje rys, tworzących ze sobą kąty 60° i 120° (rycina 1). Cienkie blaszki kryształu, odłupane równolegle do płaszczyzny dwuścianu podstawowego, pękają przy uderzeniu według tych samych kierunków. Odkształcając kryształ w temperaturze pokojowej, nie zauważono na

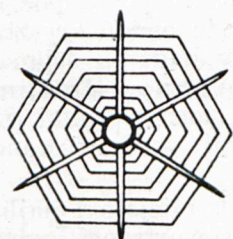
płaszczyźnie (0001) pęknięć, tworzących kąty 90° i 30° , czyli zaznacza się tu jeden z dwóch możliwych słupów heksagonalnych. Zgodnie z przewidywaniami teoretycznymi na pod-



Rycina 1.

Rysy powstałe przy wbijaniu ostrza w ścianę (1000) pojedynczego kryształu cynku. ($\times 10$).

stawie siatki elementarnej cynku, powinien to być słup I, którego ściany są gęściej obsadzone atomami niż ściany słupa II, a więc łupliwość w ich kierunku powinna być doskonalsza. To przypuszczenie zgodne jest

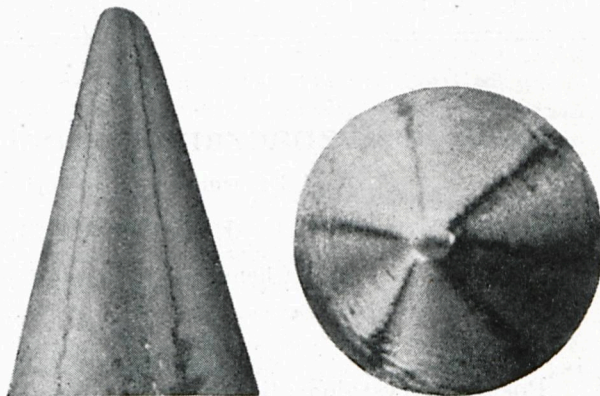


Rycina 2.

z danymi Schmida (5), który na płaszczyźnie łupliwości odkształceniowej monokrystalicznej próbki cynku otrzymał pęknięcia wzdłuż słupa I. Natomiast w pracy G. Tammanna i A. Müllera (12) podane jest zdjęcie i rysunek płaszczyzny (0001), na której oprócz zwykłych linii poślizgowych, wyznaczających słup I, występują rysy do nich prostopadłe (rycina 2).

Obraz ten otrzymano podczas wtłaczania igły gramofonowej pod obciążeniem 300 kg. Wobec możliwości występowania jakichkolwiek rys, wyznaczających słup II, a także celem uniknięcia częstokroć niepożądanych odkształceń przy orientowaniu kryształów tą drogą, podjęto próby wytrawiania. Po zmyciu powierzchni kryształu cynku kwasem azotowym i krótkim zanurzeniu w stężonym kwasie solnym, powstają wzdłuż walca wąskie prążki refleksów, które na opalizującym tle wyglądają jak zaciemnienia. Jeżeli oś heksagonalna przebiega prostopadłe do osi walca, to powstają dwa refleksy, zgodne z położeniem dwuscianu podstawowego oraz dwa inne, słabiej zarysowane według ścian słupa I. Jeżeli zaś oś heksagonalna prawie pokrywa się z osią walca, wtedy refleksów

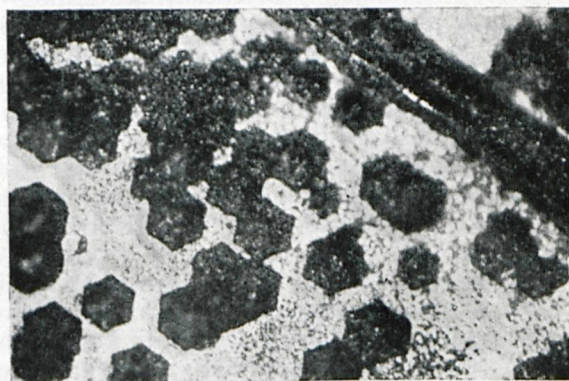
jest sześć (ryciny 3 i 4) i są one ułożone w równych odległościach i, jak następnie sprawdzono, odpowiadają ścianom słupa I. Oczywiście wszelkie pośrednie położenia osi zakłócają tę prawidłowość.



Rycina 3 i 4.

Refleksy na kryształach cynku wyznaczające ściany słupa heksagonalnego I. ($\times 6$).

W wyniku prób trawienia płaszczyzny podstawowej otrzymano sześciokątne figury wytrawione (rycina 5) po półgodzinnym działaniu kwasu solnego, rozcieńczonego w stosunku: 1 cm^3 HCl (c. wł. 1,19) na 20 cm^2 H_2O . Głębsze trawienie kwasem solnym powoduje powstawanie sześciokątnych figur wytrawionych, ułożonych warstwowo na wklęsłym tle.



Rycina 5.

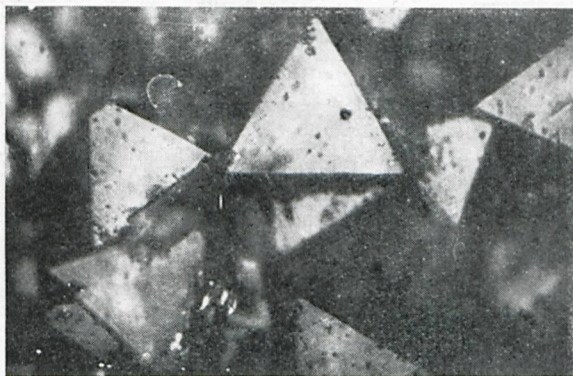
Sześciokątne figury wytrawione na ścianie (0001) kryształu cynku. Trawienie HCl (1:20). ($\times 250$).

Badane kryształy zostały otrzymane metodą powolnego krzepnięcia z cynku elektrolitycznego o składzie:

Cu	0,001
Pb	0,013
Fe	0,004
As	ślady
Cd	ślady
Ni	znikome ślady

Wklęsłe wytrawki, jako bardziej regularne, zorientowano według pęknięć na płaszczyźnie łupliwości: układają się one zawsze w ten sposób, że ściany ich są równoległe do rys.

Po dziesięciodniowym trawieniu 3% HCl płaszczyzna (0001) pokrywa się lśniącymi trójkątami (rycina 6).

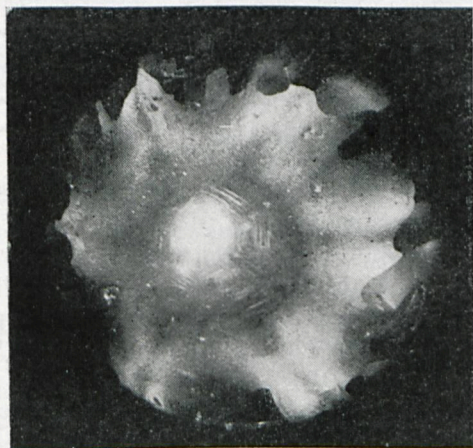


Rycina 6.

Trójkątne figury wytrawione na ścianie (0001) kryształu cynku. Długie trawienie 3% HCl ($\times 380$).

Ułożenie tych trójkątów przemawia za tym, że są one częściami rozpadowymi dwóch rodzajów sześciokątów o bokach równoległych do słupa I i do słupa II, a więc nie są one przydatne do orientacji kryształów.

Szczególnie dogodną formą kryształu do trawienia celem otrzymania refleksów, jest kula. Kształt ten zapewnia całkowitą jednostajność powierzchni, stanowiąc doskonałe tło dla różnokierunkowego działania odczynnika. Własność tę wykorzystali w swych badaniach K. W. Hausser i P. Scholz (13) na przykładach srebra i miedzi, dla której otrzymali szereg kombinacji postaci kry-



Rycina 7.

Kulista powierzchnia kryształu cynku z wytrawionymi na niej refleksami, wyznaczającymi oś sześciokrotną oraz ściany słupa heksagonalnego I.

stalograficznych zależnie od warunków trawienia.

Otrzymywanie refleksów na kuli z pojedynczego kryształu cynku opisano w pracy poprzedniej (11) (rycina 7). Obecnie poddano taką kulę z cynku Mercka, otrzymaną na drodze rekrytalizacji¹⁾ (14), głębokiemu działaniu kwasu solnego o stężeniu: $100\text{ cm}^3 HCl$ (c. wł. 1,19) na $100\text{ cm}^3 H_2O$. Zwolna tworzą się na kuli dwa spłaszczenia o lśniącej powierzchni, odpowiadające ścianom podstawowym. Na obwodzie wielkiego koła, równoległego do spłaszczeń, zaznaczają się ściany słupa heksagonalnego.

Celem sprawdzenia orientacji otrzymanych poprzednio pęknięć, refleksów i figur wytrawionych zbadano pasma bliźniacze, powstałe wskutek mechanicznych odkształceń. Symbol płaszczyzny bliźniaczej dla cynku jest $(10\bar{1}2)$, a stosunek osiowy $c/a=1,86$ (15). Z tych danych wyliczono kąt nachylenia płaszczyzny bliźniaczej względem ściany dwuscianu podstawowego i otrzymano wartość około 47° . Wyliczono również kąty, jakie tworzą ślady płaszczyzny bliźniaczej ze śladami podstawy (0001) na ścianach słupów I i II. W pierwszym przypadku kąty te wynoszą $A=43^\circ$ i $B=0$, w drugim $C=28^\circ$ oraz $D=47^\circ$. Jak się okazało, podobne wyliczenia wykonał Michitochi Ichihara (16) otrzymując wartości zgodne z podanymi.

Następnie wykonano syntetyczny kryształ cynku, wycinając ściany słupa I zgodnie z założeniem, że rysy na płaszczyźnie (0001) przebiegają równoległe do jego ścian. Celem sprawdzenia dokładności wykonania, kryształ poddano trawieniu. Po zmyciu ścian słupa kwasem azotowym i krótkim trawieniu stężonym kwasem solnym, otrzymano wytrawki



Rycina 8.

Asymetryczne figury wytrawione otrzymane na ścianie kryształu cynku $(10\bar{1}0)$ wskutek niedokładnego jej wycięcia. ($\times 150$).

¹⁾ Monokryształy o przekroju 15 mm otrzymywano z cynku Mercka po przetłoczeniu w 150° i następnym zgniecie do 5%. Próbkę wyżarzano w ciągu 3 dni przez powolne zwiększanie temperatury do 405° .

o charakterze asymetrycznym (rycina 8). Wobec tego, że cynk został zaliczony do holodrii układu heksagonalnego, nasuwa to przypuszczenie o niedokładności wykonania ścian. Na kryształach, wyciętym powtórnie, otrzymano analogiczne figury wytrawione, lecz skierowane naprzeciw siebie po obu stronach ścian. Oglądane pod mikroskopem ściany te okazały się wypukłe wskutek długotrwałego szlifowania. Uważając to za niekształcenie na przyczynę asymetryczności, poddano kryształ starannemu szlifowaniu po zatopieniu w pierścieniu z szellakiem. Na tak wykonanej płaszczyźnie otrzymano wreszcie względnie symetryczne, prostokątne figury wytrawione (rycina 9) po zastosowaniu 15-

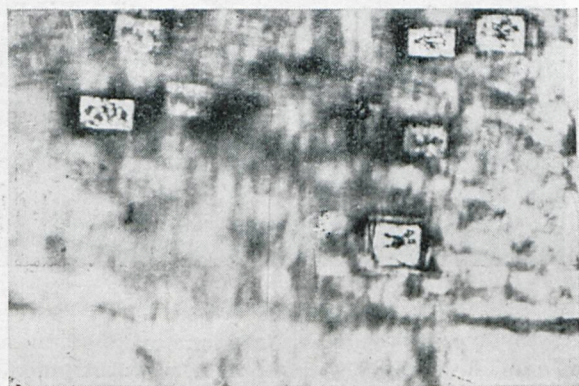


Rycina 9.

Prostokątne figury wytrawione na ścianie $(10\bar{1}0)$ kryształu cynku po dokładnym jej doszlifowaniu. (Według pomiaru goniometrycznego odchylenie od osi heksagonalnej $7'$). Trawienie HCl (1:160) z dodatkiem kwasu chromowego. ($\times 280$).

minutowego trawienia w następującym odczynniku: $1\text{ cm}^3 HCl$ na $160\text{ cm}^3 H_2O$ z małym dodatkiem kwasu chromowego do jasno-żółtego zabarwienia.

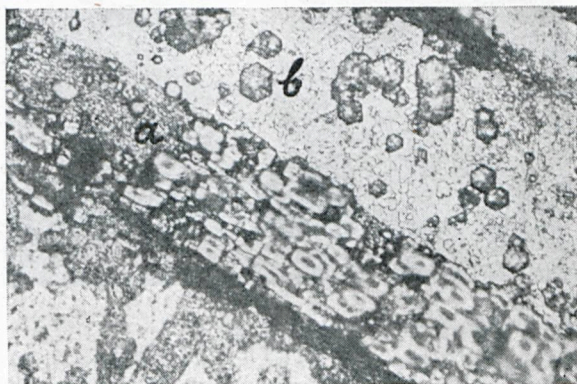
Dalej w kryształach badanym ścięto krawędzie według słupa II. Po wytrawieniu kwa-



Rycina 10.

Prostokątne figury wytrawione na pasmach bliźniaczych, przecinających ścianę (0001) kryształu cynku. ($\times 250$).

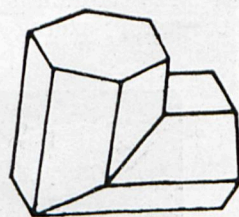
sem solnym okazało się, że obróbka na heblarce wystarczyła do wytworzenia wyraźnych pasm bliźniaczych. Z rozpatrzenia tego kryształu wynika, że smugi, tworzące się na płaszczyźnie (0001) przy wbijaniu ostrza, są śladami warstw bliźniaczych. Świadczą o tym również wytrawki, otrzymane na tychże pasmach. Są to bardzo regularne prostokąty (rycina 10) na tle sześciokątnych figur na płaszczyźnie (0001) (rycina 11). Takie figury



Rycina 11.

Prostokątne figury wytrawione (a) jak na rycinie 10 na tle sześciokątnych wytrawek (b) na płaszczyźnie (0001) . ($\times 130$).

wytrawione powinny świadczyć o ułożeniu ścian słupa $(10\bar{1}0)$ bliźniaka równoległe do ścian dwuscianu podstawowego kryształu zasadniczego. Ponieważ, jak widać na rycinie 12, istnieje tu odchylenie około 4° , wynikające z położenia płaszczyzny bliźniaczej, należy więc przyjąć, że kąt tej wielkości nie zakłóca symetrycznego kształtu wytrawek. Powyższe obserwacje potwierdzają dane E. Schmida i G. Wassermana (17), którzy podają dokładnie kąt płaszczyzny bliźniaczej ze ścianą (0001) o wartości $47^\circ 21\frac{1}{2}'$ i załączają rysunek bliźniaków cynku według Mathewsona i Philippsa (rycina 12).



Rycina 12.

$$2 \times 47^\circ 21\frac{1}{2}' - 90^\circ = 4^\circ 5'$$

Upewniwszy się w ten sposób, że utworzone na kryształach pasma są to kryształy bliźniacze, wymierzono kąty między śladami płaszczyzn bliźniaczych a śladem podstawy (0001) na ścianach $(10\bar{1}0)$ i $(11\bar{2}0)$. Otrzymano zadowalającą zgodność z obliczeniami teoretycznymi (ryciny 13 i 14).

Rycina 15 przedstawia ścianę słupa heksagonalnego II kryształu cynku wraz z warstwami bliźniaków uwidocznionych za pomocą figur wytrawionych, które otrzymano działaniem kwasu azotowego. Jest to przy-

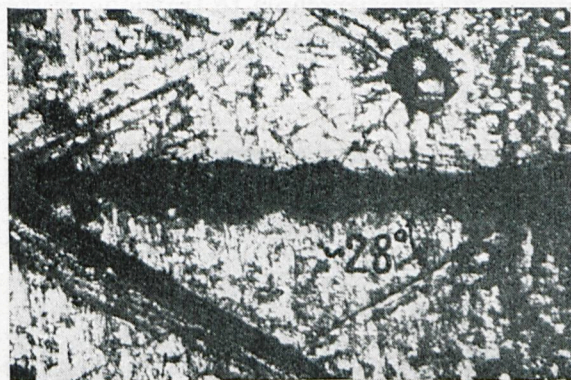
padek, gdy ślad płaszczyzny bliźniaczej na ścianie (1120) tworzy kąt 47° ze ścianą (0001). Powierzchnia warstwy bliźniaczej jest wtedy również ścianą słupa heksagonalnego



Rycina 13.

Pasma bliźniacze na ścianie (1010) kryształu cynku. Trawienie stężonym HCl . ($\times 75$).

II i różni się od kryształu zasadniczego tylko położeniem osi sześciokrotnej, na co wskazują obrót figur wytrawionych. Zgodność pomiarów odpowiednich kątów i tutaj jest zachowana. Fakt ten pozwolił ustalić, że kryształ został wycięty prawidłowo, czyli że przy zachowaniu podanych metod postępowania mamy następujący stan rzeczy:



Rycina 14.

Pasma bliźniacze na ścianie (1120) kryształu cynku. Trawienie stężonym HCl . ($\times 75$). Zaznaczony na fotografii kąt 28° zmierzono względem pęknięcia kryształu według płaszczyzny łupliwości głównej (0001).

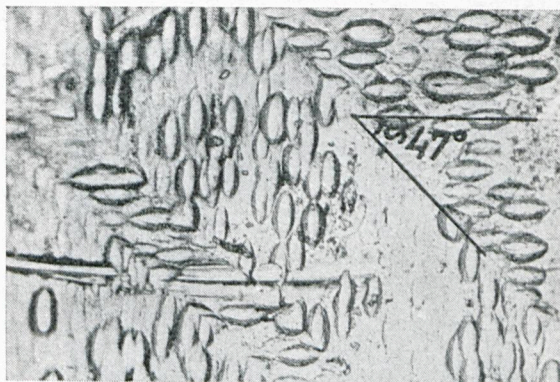
1. Zarówno pęknięcia jak i pasma na płaszczyźnie (0001) przebiegają równolegle do ścian słupa I.

2. Figury wytrawione na płaszczyźnie (0001) układają się w ten sposób, że boki sześciokątów są równoległe do ścian słupa I.

3. Refleksy na powierzchni kryształu cynku powstałe na skutek trawienia naprzemiennie stężonym kwasem azotowym i solnym,

odpowiadają ścianom dwuścianu podstawowego i słupa heksagonalnego I.

Wykonano poza tym kilka prób orientowania kryształów innych metali, a więc tra-

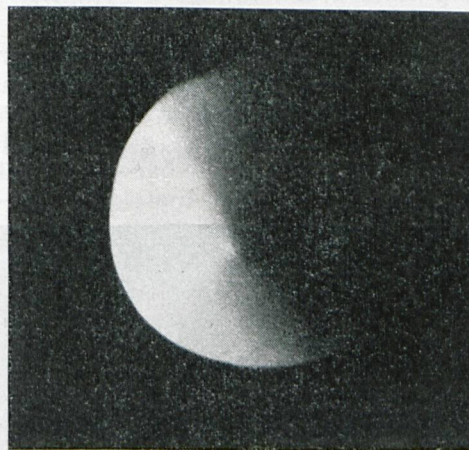


Rycina 15.

Warstwy bliźniacze na ścianie (1120) kryształu cynku uwidocznione za pomocą figur wytrawionych. Trawienie HNO_3 . ($\times 380$).

wiono monokrystaliczne kule aluminium, miedzi oraz płaszczyznę łupliwości antymonu

Kulisty kryształ aluminium przybiera kształt ośmiościanu po strawieniu do $\frac{2}{3}$ pierwotnej objętości w kwasie fluorowodorowym o stężeniu około 7% (rycina 16). Po-



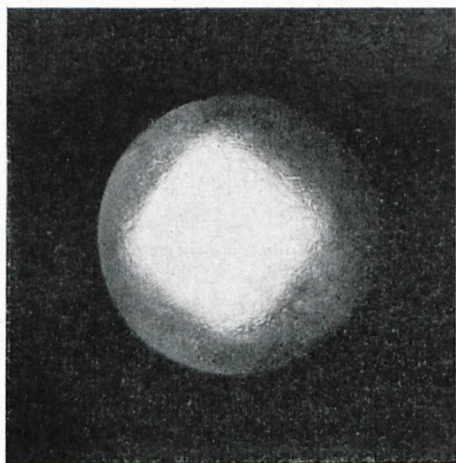
Rycina 16.

Kula z pojedynczego kryształu aluminium, trawiona 7% H_2F_2 przybiera kształt ośmiościanu. ($\times 6$).

dobny wynik podaje R. Gross, który otrzymał kryształ wolframu wytrawiony w postaci ośmiościanu (18).

W przypadku użycia bardziej rozcieńczonego fluorowodoru (1,5% do 2% H_2F_2) powstają na kryształach aluminium matowe ściany sześciianu (rycina 17); osie trzykrotne zaznaczają się trzema lśniącymi krawędziami. Zmiana stężenia fluorowodoru powoduje

zacieranie się tych form, prawdopodobnie wskutek możliwości powstawania innych kombinacji postaci holodrii układu regularnego. Z tego powodu podczas trawienia kuli aluminium znacznych rozmiarów ($d=50\text{ mm}$),

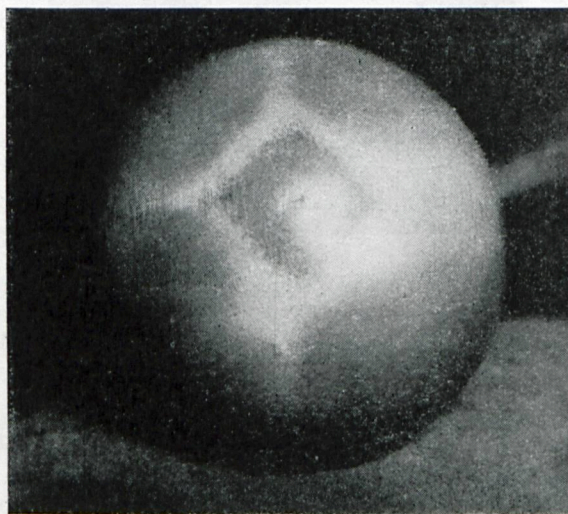


Rycina 17.

Kula z pojedynczego kryształu aluminium trawiona 1,5—2% H_2F_2 . Zaznacza się ściana sześciianu. ($\times 1$).

starano się utrzymać stałe stężenie przez ciągle wkraplanie H_2F_2 i równoczesną kontrolę szybkości trawienia ilością wydzielającego się wodoru, zbieranego w cylindrze miarowym nad wodą.

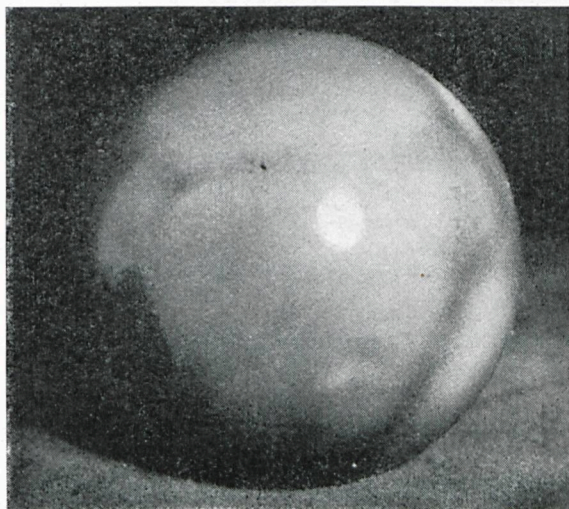
Na kuli miedzi, trawionej kwasem azotowym (ryciny 18 i 19), lub nadsiarczanem amonu, zjawiają się małe, lśniące ściany sześciianu, skombinowanego z ośmiościanem o ścianach utlenionych do barwy brunatnej.



Rycina 18.

Kula z pojedynczego kryształu miedzi trawiona stężonym, a następnie rozcieńczonym kwasem azotowym. ($\times 1$). Widoczne lśniące ściany sześciianu i matowe ośmiościanu.

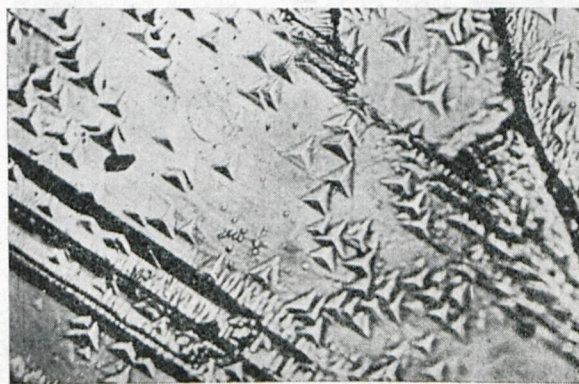
Antymon, krystalizujący w klasie skalenoedru dytrygonalnego układu romboedrycznego, tworzy na płaszczyźnie łupliwości figury wytrawione w kształcie piramid z osią trójkątną i trzema płaszczyznami symetrii.



Rycina 19.

Kula z pojedynczego kryształu miedzi trawiona stężonym, a następnie rozcieńczonym kwasem azotowym. ($\times 1$). Widoczne lśniące ściany sześciianu i matowe ośmiościanu.

Jest to więc ściana łupliwości głównej (0001) (rycina 20). Powierzchnię tę trawiono w ciągu 26 godz następującym odczynnikiem: $10\text{ cm}^3\text{ HCl}$ (c.wł. 1,19), $10\text{ cm}^3\text{ H}_2\text{O}$, 3 krople stężonego HNO_3 .



Rycina 20.

Figury wytrawione na płaszczyźnie łupliwości głównej kryształu antymonu. Długie trawienie HCl (1:1) z małym dodatkiem HNO_3 . ($\times 280$).

Doskonałość formy geometrycznej szeregu przytoczonych figur, a także możliwość otrzymania wąskich i ostrych refleksów przez odpowiednie dobranie odczynnika wskazuje na to, że metody te, zapożyczone z mineralogii (19), mogą oddać cenne usługi na grun-

cie badań metali. Przy ich pomocy orientowano monokryształy metaliczne z wystarczającą dla wielu doświadczeń dokładnością.

Streszczenie.

Wykonano próby oznaczania orientacji pojedynczych kryształów metali z ominięciem metod rentgenowskich.

Posługiwano się trawieniem na refleksje dyslokowaną i figury wytrawione, wyznaczaniem płaszczyzn łupliwości i przebiegu warstw kryształów bliźniaczych, powstających na skutek odeskalcenia mechanicznego.

Próby przeprowadzono na kryształach miedzi, glinu, antymonu, ze szczególnym uwzględnieniem cynku.

Literatura.

1. E. Schmid i W. Boas, *Kristallplastizität*, Berlin, 1935.
2. J. Czochralski, *Moderne Metallkunde*, Berlin, 1924.
3. Göler i G. Sachs, *Z. techn. Physik*, **8**, 586, (1927).
4. E. Schmid i G. Wasserman, *Z. Physik*, **46**, 653, (1927).
5. E. Schmid, *Z. Metallkunde*, **20**, 69, (1928).
6. W. Fahrenhorst i E. Schmid, *Z. Metallkunde*, **20**, 323, (1928).
7. W. Boas i E. Schmid, *Z. techn. Physik*, **2**, 71, (1931).
8. W. Boas i E. Schmid, *Helvetica Physica Acta*, **7**, 628, (1934).
9. W. Boas, *Helvetica Physica Acta*, **8**, 674, (1935).
10. W. Boas, *Schweizer Archiv angew. Wissenschaft Techn.*, **12**, 1, (1935).
11. J. Czochralski i S. Brunne, *Wiad. Inst. Met.*, **3**, 180, (1936).
12. G. Tamman i G. Müller, *Z. Metallkunde*, **18**, 69, (1926).

13. K. Hausser i P. Scholz, *Wissenschaftliche Veröffentlichungen Siemenskonzern*, **5**, (1927).
14. J. Czochralski i O. Lubinkowski, *Wiad. Inst. Met.*, **3**, 177, (1936).
15. E. Schmid i G. Wasserman, *Handb. d. Physik u. Techn. Mechanik*, **4**, 344, (1931).
16. Michitochi Ichihara, *J. Inst. Metals*, **43**, 422, (1930).
17. E. Schmid i G. Wasserman, *Z. Physik*, **48**, 371, (1928).
18. R. Gross, *Z. Metallkunde*, **344**, (1924).
19. H. Baumhauer, *Die Resultate der Aetzmethode in der Kristallographischen Forschung*, Lipsk (1894).

ZUSAMMENFASSUNG.

Bestimmung der Lage von Kristallachsen in Metalleinkristallen

Es wurden Versuche zur Bestimmung der Lage von Kristallachsen in Zink-, Aluminium-, Kupfer- und Antimon-Einkristallen mit Ausschluss der röntgenographischen Methode, durchgeführt. Um zu den gewünschten Ergebnissen zu gelangen, wurde die Wirkung des Ätzens auf dislozierte Reflexion und Ätzfiguren geprüft, sowie die Spaltflächen- und Zwillings-Bildung von Kristallen beobachtet. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in den Lichtbildern 3 bis 11 und 13 bis 20 dargestellt (Ätzfiguren auf Zinkkristallen: Fig. 5 und 6, 8 bis 11 und 15; auf Antimon: Fig. 20; Reflexe auf Aluminiumeinkristallkugeln: Fig. 16 und 17; auf einer Kupfereinkristallkugel: Fig. 18-19).

Die geometrische Vollkommenheit der erhaltenen Figuren zeigt, dass die dem Gebiete der Mineralogie entlehnten Methoden auch für die Metallkunde von gewisser Bedeutung sind, da durch diese Versuchsart die Lage der Kristallachsen in Metalleinkristallproben mit einer Genauigkeit bestimmt werden konnte, die in vielen Fällen als ausreichend angesehen werden kann.

Warszawa, 1937,
Metallurgische Abteilung des
Chemischen Forschungs-Instituts.

Uszlachetnianie siluminu za pomocą potasowców

Sur l'affinage de l'alpax par les métaux alcalins

J. CZOCHRALSKI i J. KACZYŃSKI

Chemiczny Instytut Badawczy — Dział Metalurgiczny

Komunikat 79

Nadeszło 19 stycznia 1937

I. Wstęp.

Uszlachetnienie siluminu za pomocą dodatku NaF w roku 1920 przez A. Pacza otworzyło drogę zastosowaniu technicznemu tego stopu. Data ta jednocześnie rozpoczyna okres badań nad siluminem w laboratoriach naukowych i przemysłowych niemal całego cywilizowanego świata. Powodem tego zainteresowania były nie tylko własności techniczne stopu, ale przede wszystkim niespotykane wówczas zjawisko zmiany gruboziarnistej struktury stopu, który według analizy termicznej powinien składać się z czystego eutektyku, przez działania znikomo małej ilości metalu alkalicznego na strukturę bardzo drobnoziarnistą, eutektyczną.

Z pośród opublikowanych prac dotyczących jedynie samego procesu uszlachetniania, podstawowe znaczenie mają badania

J. Czochralskiego¹⁾ i późniejsze E. Scheuera²⁾. Stwierdzono, że istotnym czynnikiem uszlachetniającym jest sól, który może być wprowadzony do ciekłego stopu w postaci metalicznej lub w postaci związków nieorganicznych. Struktura siluminu zależy jedynie od zawartości sodu w skrzepłym stopie. Całkowity efekt uszlachetniania, t.j. zmiany struktury i związane z tym osiągnięcie maksimum wartości własności mechanicznych otrzymuje się przy zawartości sodu w granicach od 0,008% do 0,015%. W jakiej postaci występuje sól zawarty w uszlachetnionym siluminie dotychczas nie wyjaśniono. Badania mikrostruktury stopu nie ujawniły

¹⁾ J. Czochralski. *Z. Metallkunde* **13**, 507, (1921); **15**, 200, (1923); **18**, 50 (1926); **19**, 14, (1927).

²⁾ E. Scheuer. *Z. Metallkunde* **25**, 139, (1933); **27**, 83, (1935).