

# MIKROSKOPIE

ZENTRALBLATT FÜR MIKROSKOPISCHE  
FORSCHUNG UND METHODIK

Hauptschriftleitung Dr. Fritz Bräutigam und Prof. Dr. Alfred Grabner

Verlag Georg Fromme & Co., Wien V, Nikolsdorfer Gasse 11 · Tel. B 23-3-56

Band 4

1949

Heft 5/6

Seite 129—192

## HERSTELLUNG DÜNNER STAHLPROBEN DURCH SCHNEIDEN MIT DEM MIKROTOM (EINFACHE CHEMISCHE METHODE ZUR ISOLIERUNG NICHT- METALLISCHER EINSCHLÜSSE)

Mit 28 Abbildungen

Von PROF. DR. CARL BENEDICKS und  
DR. OLOF TENOW, Stockholm

### INHALTSÜBERSICHT

	Seite
<b>A. Orientierende Untersuchungen</b>	130
1. Einleitung . . . . .	130
2. Orientierende Vorversuche mit der Fräsmaschine . . . . .	131
3. Theoretischer Überblick über den fundamentalen Vorgang beim Stahl- schneiden . . . . .	131
4. Hobelversuche . . . . .	133
5. Die elastische Deformation des Werkzeughalters . . . . .	133
6. Hobelversuche mit rationaler elastischer Verformbarkeit des Werk- zeughalters . . . . .	135
<b>B. Fertige Präpariermethode dünner Metallproben durch Mikrotomhobeln</b>	137
7. Sägen der Platten . . . . .	137
8. Fräsen der Probeplatten . . . . .	137
9. Gebrauch des Mikrotoms . . . . .	137
a) Herstellen der Schneiden des Messers . . . . .	137
b) Schlittenführungen . . . . .	139
c) Vorschub . . . . .	140
d) Schnittgeschwindigkeit und Charakter der geschnittenen Fläche . . . . .	141
e) Justieren des Mikrotomschraubstockes . . . . .	141
f) Anlöten der Proben . . . . .	142
g) Schneidflüssigkeit . . . . .	142
h) Dickenkontrolle beim Mikrohobeln . . . . .	143
i) Erhaltene Flächen . . . . .	145

	Seite
<b>C. Methode für die chemische Behandlung dünner Stahlproben</b>	146
10. Einleitung .. . . . .	146
11. Verwendete Materialien . . . . .	148
12. Befestigungsmethoden beim Ätzen.	148
13. Ätzreagenzien	149
14. Lösungsresultate	149
Stahl A	149
Stahl B . . . . .	150
15. Kunstgriff zur Verhinderung von Erschütterungen beim Mikrophotographieren . . . . .	151
16. Diskussion des beobachteten Zusammenhalts	152
17. Lösungsresultate, Stahl C	154
<b>Zusammenfassung .</b>	155
I. Darstellung von Dünnproben . . . . .	155
II. Chemische Isolierung nichtmetallischer Einschlüsse . . . . .	156

Es wurde eine Methode ausgearbeitet, Stahlproben bis etwa  $20 \mu$  Dicke durch Abhobeln unter dem Mikrotom herzustellen. Eine genaue Beschreibung dieser Methode wird gegeben.

Die erhaltenen Dünnproben sind für die chemische Isolierung vorhandener Einschlüsse verwendet worden, wobei eine vereinfachte Methode benützt wurde.

Ein wichtiges Resultat ist die Feststellung, daß die Lösungsreste von Stählen niedrigen Kohlenstoffgehaltes einen ausgesprochenen Zusammenhalt aufweisen. Als Ursache konnte in einem der drei studierten Fälle (Stahl C-reich an AlN) die Anwesenheit dünner Häute beobachtet werden — welche einer Korngrenzenadsorption entsprechen dürften.

## A. Orientierende Untersuchungen

### 1. Einleitung

Eines der wichtigsten Probleme der modernen Metallographie ist die Adsorption gewisser Substanzen (wie AlN) an den Korngrenzen, wo sie Kornwachstum verhindern können (vgl. C. BENEDICKS, H. LÖFQUIST [1—5]). Dieser Einfluß ist bei AlN von H. KJERRMAN (6) tatsächlich nachgewiesen worden. Von A. SKAPSKI und C. BENEDICKS (7) wurde für das Studium nichtmetallischer Korngrenzeinschlüsse *in situ* eine Methode ausgearbeitet. Dabei werden Gasreaktionen ( $\text{Cl}_2$ , HCl) bei hohen Temperaturen ( $600\text{—}850^\circ\text{C}$ ) verwendet. Ein wichtiger Fortschritt war die Verwendung dünner Bleche als Proben (A. SKAPSKI). Um Proben bestimmter Dicke — von etwa  $0,020\text{ mm}$  — bei einem feinkörnigen Stahle (Jernkontoret J. K. M., Kornklasse 8—9) herzustellen, ist Walzen im allgemeinen nicht zu verwenden, weil die Struktur dabei verändert wird. Schleifen wäre ja nicht ausgeschlossen — und ist bereits zum Präparieren von Proben in Dicken von  $0,050\text{—}0,025\text{ mm}$  für Röntgenmikroradiographie

(W. BETTERIDGE und R. S. SHARPE [8]) verwendet worden. Dabei können jedoch leicht Körner vom Schleifmittel in den Korngrenzen steckenbleiben und die Resultate fälschen. Die einzige rationelle Methode, dünne Präparate für Korngrenzenuntersuchungen herzustellen, scheint daher eine spanabhebende zu sein.

Die erfolgreiche Idee von SORBY, eine undurchsichtige polierte Fläche in auffallendem Licht mikroskopisch zu untersuchen, hat dazu geführt, daß von den Metallographen wenig Interesse der Darstellung dünner Präparate gewidmet wurde, wie solche ja von SORBY für Gesteine verwendet wurden und in der Biologie hervorragende Resultate ergaben.

Die Methode, in einem dünnen Metallpräparat die Hauptmasse des Metalles chemisch zu entfernen, kann als ein Mittel betrachtet werden, das Präparat durchsichtig zu machen.

## 2. Orientierende Vorversuche mit der Fräsmaschine

Die ersten Versuche, ebene Flächen an Stahl darzustellen, wurden mit einer kleinen Fräsmaschine (CHRISTEN, Bern, Modell F 12) mit zylindrischem horizontalem Fräser ausgeführt. Die erhaltenen Flächen waren doch nicht genügend eben. Durch Entgegenkommen von Prof. A. HULTGREN wurde uns dann von der metallographischen Abteilung der Technischen Hochschule ein großes Mikrotom (R. JUNG AG., Heidelberg, Modell K) geliehen. Ähnliche Maschinen sind früher zur Herstellung von Planflächen an Holz und an weichen Metallen (Blei und Zinn, F. F. LUCAS [9]) benützt worden.

Da die Messer des Mikrotoms für härtere Materiale unzureichend waren, mußten wir über Form, Befestigung und Material des schneidenden Werkzeuges eine Entscheidung treffen.

## 3. Theoretischer Überblick über den fundamentalen Vorgang beim Stahlschneiden

Zuerst muß man sich klar machen, wie ein Metallspan gebildet wird. Alle hierüber veröffentlichten Arbeiten genügen unseren Bedürfnissen nicht. Das war der Fall bei den Darstellungen in der HÜTTE (10), bei KENT (11) sowie bei den detaillierten Darstellungen von I. KRYSTOF (12) und von M. MERCHANT (13). Wir knüpfen im folgenden an einen Diskussionsbeitrag von C. BENEDICKS (14) an, wo zwei Arten von Verschleiß einer Schneide illustriert wurden.

Das Problem der Spanabhebung kann in folgender Weise betrachtet werden.

In Abb. 1 a bezeichnet: A ein Stück Metall, B und B' zwei scherende Backen.

Wenn gedrückt wird, wie es die Pfeile andeuten, entstehen in bekannter Weise Risse aa' und bb'. Ist A genügend dick, können wir uns auf aa' be-

schränken. Wir nehmen jetzt an, daß die scharfe Ecke von B an A sehr nahe seinem Ende wirkt, wie es Abb. 1 b zeigt. Das Zusammendrücken der Außenteile in der Richtung des Pfeiles bewirkt dann, wie im vorigen Falle, einen Riß  $aa'$ . Die komprimierte Schicht wird offenbar auch Seitenkräften ausgesetzt; da das Material sich nicht nach links bewegen kann, muß eine Bewegung nach rechts stattfinden, wie in Abb. 1 c angedeutet. Die abgebogene Schicht, in der notwendigerweise innere Verschiebungen entstehen, gibt einen mehr oder weniger gekrümmten Span.

Die Bildung von Stahlspänen betreffend haben wir in der Literatur keine befriedigende Darstellung finden können. Die folgende versuchsweise entstandene Erläuterung kann deswegen ein gewisses Interesse beanspruchen.

Wie vorher angegeben, ist das Metall rechts von  $aa'$  (Abb. 1 b) einer beträchtlichen Kompression ausgesetzt. Dies bewirkt starke Scherungsspannungen in Ebenen, welche  $45^\circ$  Neigung gegen die drückende Ebene haben. Die nach links gerichteten Scherungsspannungen werden keinen Effekt verursachen können; die nach rechts dagegen werden das Metall zum Fließen bringen, wie in Abb. 1 d schematisch angegeben. Die Abbiegung des beginnenden Spanes gegen rechts, wie schon erwähnt, gibt erst ein Aussehen wie Abb. 1 e mit der charakteristischen gekräuselten oberen Fläche. Die untere gegen das Schneidewerkzeug gleitende Fläche wird durch dieses geglättet, was sich auch durch eine Abnutzung des Schneidewerkzeuges an dieser Stelle bemerkbar macht.

Diese Erläuterung setzt voraus, daß in dem Metallspane Gleitungen nach den Flächen der Scherungsspannungen auftreten. Für weiche Metalle liegen diese Gleitflächen sehr dicht, auch wird der freie Raum unter dem Spane bei Beginn sehr klein.

Hierdurch erscheint die Spanbildung bei spanabhebender Metallbearbeitung zu unserem Zwecke genügend erläutert zu sein.

Das wichtigste dabei dürfte die Ausbildung einer Scherungsspalte  $aa'$  vor dem Werkzeuge sein.

Die erste Bedingung für die Ausbildung eines mehr oder weniger gekrümmten Spanes ist, daß die scharfe Ecke von B sich sehr nahe an der freien Oberfläche von A befindet, wo sie einen Scherungsspalt in der Laufrichtung erzeugen kann. Das resultierende Aufrollen des Spanes muß, außer von seiner Dicke, von der Neigung der Frontfläche des Werkzeuges, das ist vom Spanabgangswinkel  $\gamma$ , abhängen. Der gewöhnlichste Fall ist, daß der Schneiden- oder Meißelwinkel  $\beta < 90^\circ$  (Abb. 1 f) mit einem Rückenwinkel  $\alpha$  einen guten schneidenden Kontakt gewährleistet.

In diesem Falle (es sei z. B.  $\beta = 70^\circ$  und  $\alpha = 5^\circ$ ) ist die Biegung des Spanes nicht so kräftig wie bei  $\beta = 90^\circ$  (Abb. 1 c). In diesem Falle ist der Spanabgangswinkel positiv. Der Fall  $\alpha + \beta > 90^\circ$  ergibt einen negativen Spanabgangswinkel. Dieser (nunmehr oft verwendete) Fall gibt einen sehr enggerollten Span, der demgemäß sehr dünn sein muß. Was die Scherungsspalte  $aa'$  betrifft, ist zu vermuten, daß sie mit der freien Oberfläche parallel wird, wenn  $\gamma = 0$  (wie bei  $aa'$  in Abb. 1 c). Ist aber  $\gamma$  von 0 verschieden,

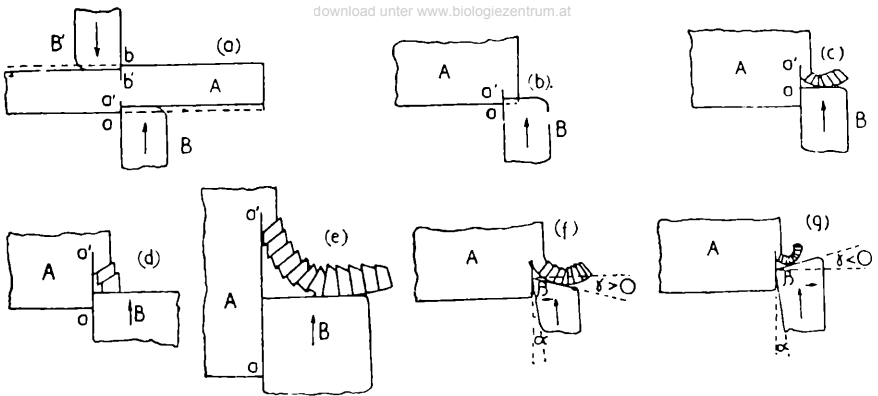


Abb. 1 Spanbildung bei Stahl.

scheint es möglich, daß dieser Riß einen gewissen Winkel mit der freien Oberfläche bildet. Obschon die Arbeitsrichtung des Werkzeuges parallel mit dieser Fläche verläuft, ergibt sich, daß in Zickzack laufende Scherungsrisse entstehen können: der Schnitt gibt demgemäß keine gute Planfläche. Die Konsequenz dieser Analyse ist also zunächst: Für unseren Zweck muß  $\gamma = 0$  (und  $\alpha$  sehr klein) gewählt werden. In Anbetracht der abstoßenden Wirkung des ablaufenden Spans ist jedoch ein geringes positives  $\gamma$  zu empfehlen.

#### 4. Hobelversuche

Aus den ersten Versuchen mit dem Mikrotom ging hervor, daß eine erhebliche elastische Deformation stattfand, wodurch die Schneide bei veränderlichem Widerstande verschieden tief eindrang. Ein Konstruktionsfehler war also da, und es mußte untersucht werden, wie diesem abzuhelpfen wäre.

#### Die elastische Deformation des Werkzeughalters

In den obigen Betrachtungen (3) wurde vorausgesetzt, daß die Schneide streng in einer Ebene bewegt werde. Die Versuche (4) zeigten aber, daß eine unerwünschte Verschiebung stattfand. Um dieses Problem zu beleuchten, nehmen wir an, wie in Abb. 2 a schematisch angedeutet ist, daß das schneidende Werkzeug, selbst undeformierbar, eine elastische Beweglichkeit um ein Zentrum B hinter der Schneide hat. Anschaulichkeitshalber ist dieses in Abb. 2 a durch zwei kräftige Federn C, C' markiert. Bei konstantem Bewegungswiderstande nimmt A eine feste Lage ein. Begegnet jetzt die Schneide eine härtere Stelle, bewegt sie sich dem punktierten Kreis mit B als Zentrum entlang. Das heißt: die Schneide dringt tiefer in das Material ein. Liegt

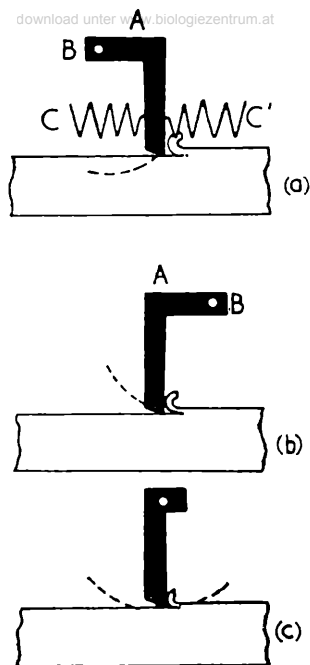


Abb. 2. Einfluß des elastischen Zentrums vom Werkzeug.

dagegen das elastische Zentrum vor der Schneide (Abb. 2 b), ergibt ein vermehrter Widerstand ein weniger tiefes Eindringen ins Material.

Fall a repräsentiert den meistens vorkommenden Fall bei spanabhebender Metallbearbeitung gewöhnlicher Stahlhalter. Er führt den Nachteil mit sich, daß die Schneide leicht „beißt“.

Fall b gibt den praktischen Vorteil, daß bei vermehrtem Widerstande die Schneide aus dem Material gehoben und die Dicke des Spanes vermindert wird. Dieser Fall ist seit langem dadurch realisiert worden, daß der Stahl oder Stahlhalter wie ein umgekehrtes „u“ geformt wird.

Es ist einleuchtend, daß für unseren Zweck der Fall a ungeeignet ist, da er Vertiefungen im Arbeitsstück veranlaßt. Beinahe ebenso ungeeignet ist aber Fall b, der Erhebungen und Grate entstehen läßt.

Mithin, um eine gute plane Oberfläche zu erzeugen, muß das elastische Zentrum des Werkzeuges so liegen, wie in Abb. 2c angegeben: Das elastische Zentrum des schneidenden Werkzeuges muß in derjenigen Normale der zu bearbeitenden Fläche liegen, die durch die Schneide des Werkzeuges geht.

Fall c scheint die genügende Aufmerksamkeit in der Praxis nicht gefunden zu haben.

Wenn Fall c nicht exakt realisiert werden kann, ist eine Annäherung an Fall b besser als eine Annäherung an Fall a, da bei der Herstellung sehr dünner Präparate Grate nicht so gefährlich sind wie Rillen.

## 6. Hobelversuche mit rationaler elastischer Verformbarkeit des Werkzeughalters

Um unvermeidliche elastische Deformationen zu lokalisieren, ist es angemessen, ein bestimmtes Detail einzuführen, wo die Deformation hauptsächlich stattfindet. Die Anordnung ist in Abb. 3 schematisch wiedergegeben. Der möglichst kräftige Werkzeughalter A ist mit einer Ferse versehen, deren

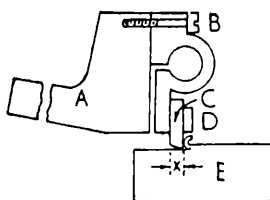


Abb. 3. Werkzeughalter.

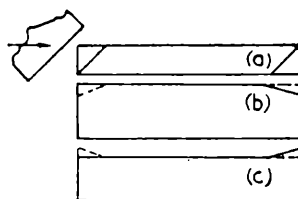


Abb. 4. Facettenausbildung.  
a Draufsicht, b und c Seitenansicht.

vertikale Vorderfläche genau eben ist. An dieser ist der Teil B festgeschraubt. Er ist mit einem aufgeschlitzten Loche versehen und um dieses Loch konzentrisch ausgebildet. An diesem Teil wird das schneidende Werkzeug mit einer Backe festgeschraubt. Das Zentrum des Loches ist 1,2 mm rechts von der Tragfläche des Werkzeuges C gelegen.

Das elastische Zentrum muß in erster Annäherung mit dem Zentrum dieses Loches zusammenfallen. Um die genaue Lage des elastischen Zentrums zu finden, wurden Versuche mit Schneidstählen (Schnellstahl Fagersta) verschiedener Dicke ausgeführt. Es stellte sich heraus, daß im allgemeinen eine unbefriedigende Fläche entstand, indem parallel mit der Schneide Furchen oder Grate zum Vorschein kamen. So zeigten sich bei  $x = 0,9$  mm Grate, bei  $x = 3,0$  mm Furchen. Nur bei  $x = 2,6$  mm war die erzeugte Oberfläche praktisch frei von solchen Unebenheiten. Das elastische Zentrum war also in unserem Falle  $2,6 - 1,2 = 1,4$  mm rechts vom Zentrum des geschlitzten Loches gelegen.

Es ergibt sich somit, daß die exakte Lage der Schneide in bezug auf das elastische Zentrum außerordentlich wichtig ist.

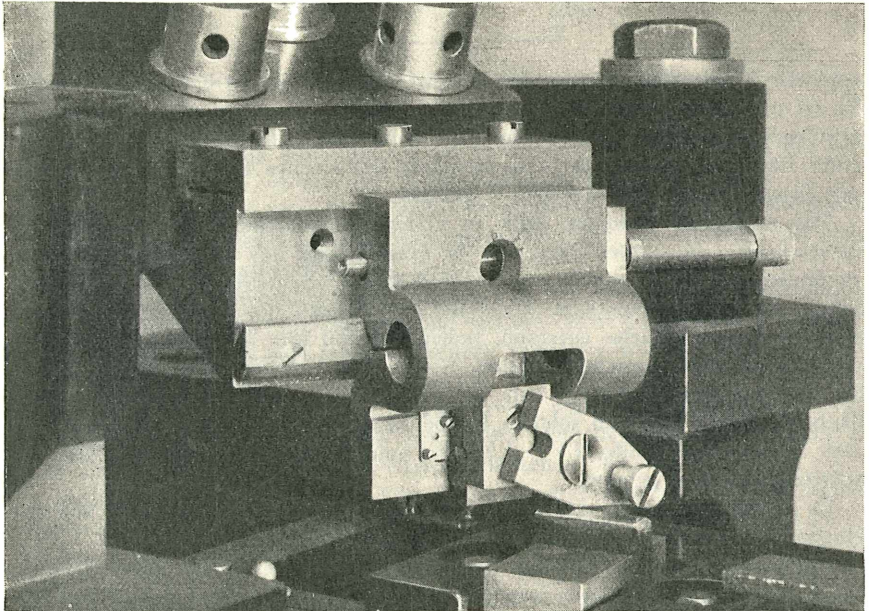
Als Kontrolle kann folgendes dienen. Wir nehmen ein viereckiges Arbeitsstück (in Abb. 4 a von oben gesehen) an und eine Schneide, die  $45^\circ$  mit der Bewegungsrichtung einschließt. Sowie die Schneide die erste Ecke erreicht, hat sie eine gewisse Höhenlage (entsprechend der Abwesenheit von Spannung).

Die Spannung wächst dann linear mit dem Vorschreiten der Schneide, bis der Span seine volle Breite bekommen hat. Wenn jetzt ein vermehrter Widerstand eine Erhöhung der Schneide bewirkt (wie in Abb. 2 b), wird eine aufwärts steigende Ebene gebildet, deren Neigungswinkel leicht zu bestimmen ist (Abb. 4 b links); eine abfallende Ebene wird an dem anderen Ende gebildet.

Wenn dagegen Vermehrung des Widerstandes eine Senkung der Schneide bewirkt, wird das Resultat umgekehrt, wie in Abb. 4 c angegeben. Der von diesen Endflächen und der Hauptfläche gebildete Winkel ist leicht zu bestimmen; er mißt den Fehler in der Lage der Schneide bezüglich des elastischen Zentrums.

Schneiden aus Schnellstahl wurden stark abgenutzt (nichtmetallische Einschlüsse!). Dazu kam das Verschweißen von Eisen an der Schneide. Es wurde deshalb Hartmetall als Material für die Schneide gewählt. Vorläufige Versuche mit Fagersta „Seco G 1“ ergaben, daß hier kein Verschweißen zu befürchten war. Gegen die Sprödigkeit des Materials wirkte der große Schneidenwinkel (nahezu  $90^\circ$ ).

Da eine fehlerfreie Schneide in einem gesinterten Material kaum zu realisieren ist, wurde ein Werkzeughalter hergestellt, der eine Seitwärtsbewegung gestattete (Abb. 5).



*Abb. 5. Werkzeughalter in Arbeitsstellung.*



## B. Präpariermethode dünner Metallproben durch Mikrotomhobeln

### 7. Sägen der Platten

Die erste Operation, das Absägen geeigneter Ausgangsplatten für die weitere Bearbeitung, erfordert einige Bemerkungen. Versucht man eine dünne Platte von einem größeren Block ohne besondere Vorrichtung abzusägen, so wird die abgesägte Platte gekrümmt und keilförmig. Es wurde deswegen in folgender Weise verfahren. Das zu sägende Stahlstück (z. B.  $25 \times 20 \times 8$  mm) wurde mit der ganzen Endfläche ( $20 \times 8$  mm) in einen Schraubstock festgespannt. Der Schraubstock wurde dann mit Zwischenschaltung eines Höhensupports auf den Kreuzsupport einer Drehbank gesetzt. Das Sägen wurde in sukzessiven Schritten unter Verwendung des automatischen Querverschubes vorgenommen. Die Dicke der erhaltenen Platten war  $0,5-1$  mm.

### 8. Fräsen der Probeplatten

Um bei der nachfolgenden Mikrotomarbeit Zeit zu sparen, wurden die Proben zuerst auf etwa  $0,1$  mm heruntergefräst. Nach dem Planfeilen („Feinhieb“) einer Seite wurde diese an einen Metallklotz angelötet. Der Klotz wurde dann in einem besonders angefertigten Schraubstock befestigt, welcher reproduzierbar sowohl in der Fräsmaschine wie in dem Mikrotom eingesetzt werden konnte (Abb. 6).

Das Fräsen wurde ausgeführt unter Verwendung einer Schneideflüssigkeit der Zusammensetzung: grüne Seife 34, Rizinusöl 34, Terpentin 10, Wasser 22 (alles Gewichtssteile). Dieses Rizinusölkolloid wurde auch beim Mikrotomschneiden verwendet; es hat sich gut bewährt.

### 9. Gebrauch des Mikrotoms

#### a) Herstellen der Schneiden des Messers

Als Material für diese wurde das obengenannte Hartmetall „Seco G 1“ (Fagersta) gewählt, da dieses relativ zähe ist. Die verwendeten Hartmetallstücke waren  $16 \times 10 \times 5$  mm; die Fläche  $16 \times 5$  bildete  $78^\circ$  zu der Fläche  $16 \times 10$ . Letztgenannte Fläche wurde plangeschliffen und mit feinstem Diamantpulver an einer Weichstahlplatte poliert. Der Winkel  $78^\circ$  wurde an einer schmalen Facette zu  $82^\circ$  verändert.

Das Feinpolieren von Hartmetall ist keineswegs eine leichte Aufgabe. So ergab eine von einem Professionisten geschliffene und polierte Schneide Abweichungen bis  $26 \mu$  von der geometrischen Kante. Bei sorgfältiger Arbeit war es möglich, die Fehler bis unter  $1 \mu$  herabzudrücken.

Das Aussehen einer guten Schneide geht aus Abb. 7 a ( $220 \times$ ) hervor. Abb. 7 b zeigt die Schneide nach dem Feinhobeln einer Probe auf  $0,02$  mm.

Abb. 6.  
Einspannvorrichtung (Messing).

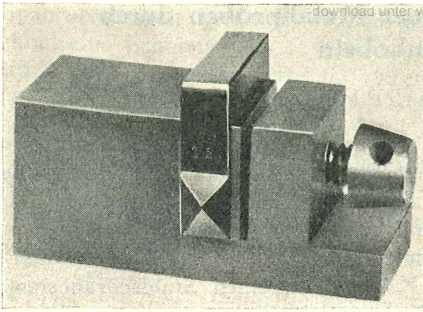


Abb. 7. Hartmetallschneide. a frisch geschärft, b nach Gebrauch, c nach längerem Gebrauch.

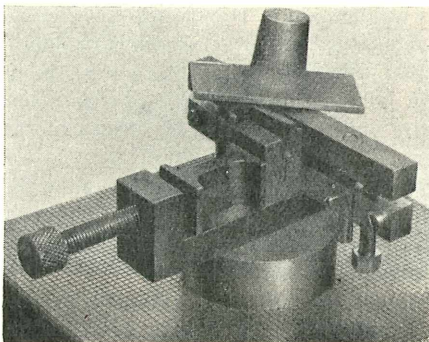
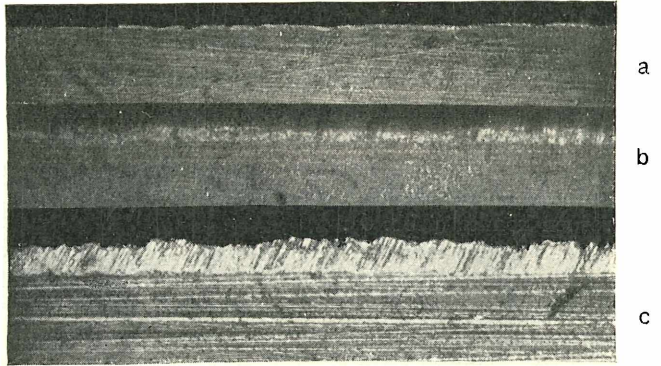


Abb. 8. Gerät zum Schärfen  
Hartmetallschneiden.

Abb. 7 c zeigt die Schneide nach etwas längerer Verwendung. Demnach ist ein oftmaliges Neupolieren der Schneide auch bei Hartmetallschneiden nötig.

Um dies Neupolieren ohne Entfernung des Hartmetallwerkzeuges aus dem Mikrotom auszuführen, wurde eine plane Eisenplatte ( $3 \times 30 \times 53$  mm; Korkhandhabe!) von unten gegen die Schneide einerseits und die hintere Kante des Werkzeughalters (Abb. 5) andererseits geführt. Ein effektiveres Schärfen ist bisweilen nötig. Zu diesem Zwecke wurde eine spezielle Befestigungsvorrichtung (Abb. 8) angefertigt. Mittels Anschlägen konnte das Werkzeug nach dem Schleifen in dieser Vorrichtung in seine frühere Lage exakt wieder eingesetzt werden.

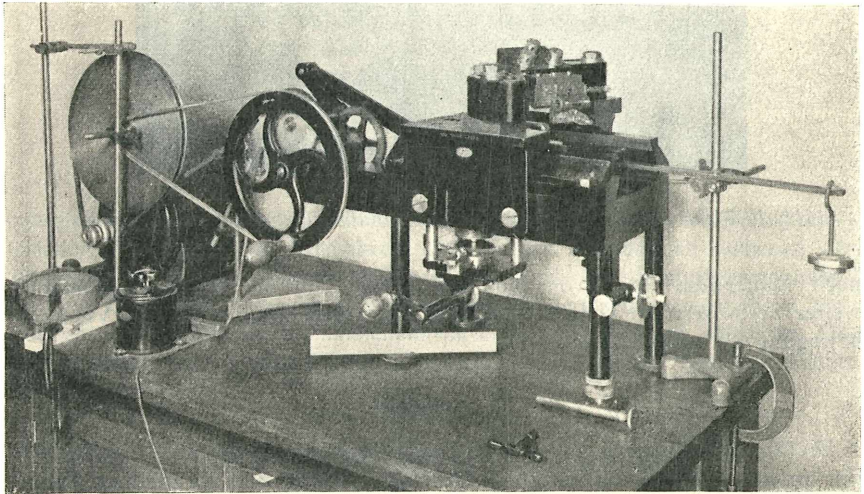
### *b) Schlittenführungen*

Die horizontale Schlittenführung, die sehr große Gleitflächen besaß, erwies bei Untersuchung eine sehr gute Präzision. Die Vertikalbewegung dagegen verursachte große Schwierigkeiten. Sie besteht aus einem Messingzylinder, der sich mit erheblichem Spiel in einem Hohlzylinder bewegt.

Hierdurch wurden zwei Fehler eingeführt:

1. Ungenügende Definition der Neigung der Achse des Zylinders zum Lot.
2. Ein erhebliches Endspiel.

Fehler 1 wurde wirksam mit Hilfe eines horizontalen Stahlstabes unschädlich gemacht. Dieser Stahlstab wurde vermittels einer kleinen Zwinge am Schraubstock des Mikrotomes befestigt und mit einem Gewicht belastet. Durch einen Druck von  $33,6 \text{ kg/qcm}$  war der Fehler praktisch eliminiert.



*Abb. 9. Komplette Mikrotomapparatur.*

Ein geöltes, gegen den Stahlstab reibendes Filzkissen war als Dämpfer vorteilhaft (vgl. Abb. 9).

Fehler 2. Trotz guter Stabilität gegen Druck von oben passierte es in einem Versuche, bei dem die Schneide besonders scharf war, daß die Probe unerwartet abgeschnitten wurde, obschon sie ziemlich dick ( $> 0,10$  mm) war. Der Grund war ein unerwartet großes Endspiel der Vertikalbewegung. Mit einer Meßuhr (Brown & Sharpe) wurde festgestellt, daß ein Druck von unten die Probe um  $0,1$  mm heben konnte. Um diesen Fehler zu beseitigen, wurde die zugehörige Mutter soviel wie möglich angezogen; es blieb aber

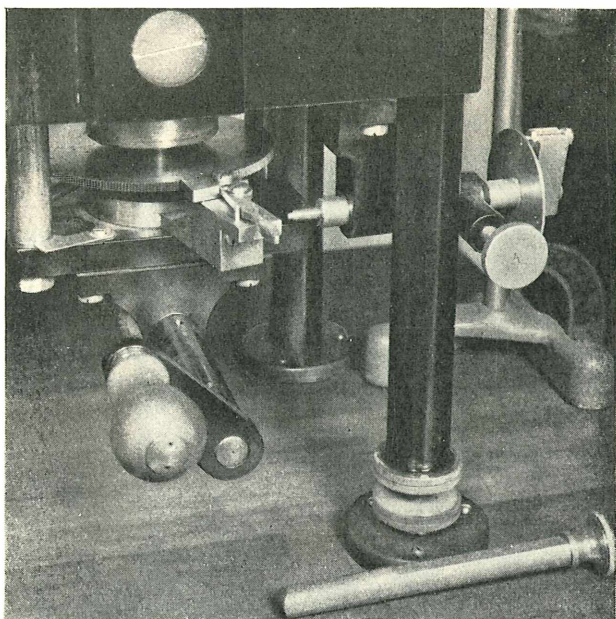


Abb. 10. Mikrometerschraube für die Vorschubregulierung mit Teilscheibe.

noch immer ein Spiel von  $0,05$  mm übrig. Um die Mikrohobelmethode weiter verbessern zu können, erscheint eine Neukonstruktion der Vertikalbewegung als unbedingt nötig.

### c) Vorschub

Die kleinste Zuführung des Mikrotomes war ursprünglich  $2 \mu$ . Diese war für unseren Zweck viel zu groß. Deswegen wurde der vorhandene Sperrhebelanschlag durch eine Mikrometerschraube ( $1$  mm Steighöhe) mit Index und Teilscheibe ( $4$  bzw.  $6$  Löcher) ersetzt. Dadurch konnte die Zuführung

bis auf  $\frac{1}{6} \mu$  reduziert werden (Abb. 10). Diese Feinzuführung konnte auf einer Strecke von  $25 \mu$  verwendet werden. Danach mußte die Mikrometerschraube zurückgedreht werden, um auf einen anderen Teil des Sperrades zu wirken.

*d) Schnittgeschwindigkeit und Charakter der geschnittenen Fläche*

Die Geschwindigkeit des Motors wurde durch eine Zwischentransmission 7,5mal herungesetzt (Räder 30 bzw. 4 cm). Hiedurch wurde die Rotation der (auch mit der Hand zu betreibenden) Hauptwelle des Mikrotomes bis auf 15 Umdr./Min. herungebracht. Auch diese Schnittgeschwindigkeit von

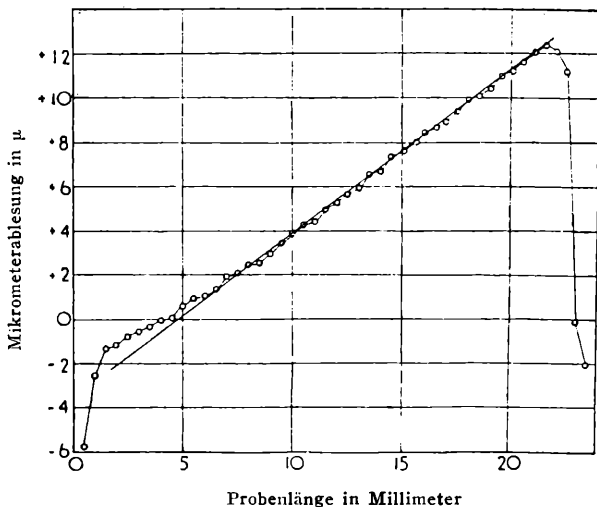


Abb. 11. Mikrometerdiagramm.

9 mm/Min. war zu viel bei dem letzten Feinhobeln. Daher wurde ein elektrischer Widerstand im Stromkreis des Motors automatisch während der Schneiddauer eingeschaltet. In dieser Weise wurde eine Schnittgeschwindigkeit von 6 mm/Sek. erreicht, ohne die totale Arbeitszeit wesentlich zu vermehren. Der resultierende Flächencharakter ist aus Abb. 11 zu sehen. Die Unebenheiten sind gering (etwa  $\pm 0,2 \mu$ ), und ein großer Teil der Fläche ist recht plan.

*e) Justieren des Mikrotomschraubstockes*

Dem Schraubstocke des Mikrotomes mangelt es an nötiger Präzision. Die Backen mußten an zwei Seiten feingeschliffen und die Vertiefung für die

Anpreßschraube genau zentriert werden. Eine nützliche Hilfsvorrichtung für den Mikrotomschraubstock war ein transversaler Schraubstock (Abb. 6) aus Messing (auch beim Fräsen verwendet). Er hält die Probe oder deren Träger in einer reproduzierbaren Lage. Es zeigte sich auch als für eine wohldefinierte Befestigung des Trägers wichtig, daß dieser mit zwei pyramidalen Warzen versehen war, die (mit Zwischenlage von Kupferplatten) in dem Mikrotomschraubstock befestigt werden konnten (vgl. Abb. 6).

#### f) Anlöten der Proben

Um die Proben zwecks weiterer Bearbeitung auf die Träger zu befestigen, wurden zuerst verschiedene Kitten durchgeprüft. Ein zufriedenstellender Kitt war aber nicht zu erhalten. Sie wurden deswegen mit gewöhnlichem Schnellot (Pb 50, Sn 50) aufgelötet. Die Lötung wurde in folgender Weise ausgeführt. Der Träger (im voraus mit dem Mikrotom parallel gehobelt) und die Probe wurden an den zu lötenden Flächen beide sorgfältig verzinnt, alles überflüssige Lot abgewischt, die verzinnten Flächen mit Kolophonium-Ethanol gefirnißt und nach dem Trocknen zusammengelegt. Nach Bedeckung der dünnen Probe mit Löschpapier wurde dann das Ganze in einem kleinen Schraubstock fest zusammengepreßt und in einem elektrischen Ofen bis 210° C erwärmt. Dabei wurde die Hauptmenge des Lotes allmählich ausgepreßt. Die Dicke der Lötung war von der Größenordnung 1  $\mu$ .

Zinnlot ist keineswegs ideal. In der Tat wäre ein Lot mit gleicher Härte und Zugfestigkeit wie das zu bearbeitende Material wünschenswert!

Eine bessere Fläche wurde im allgemeinen an einem massiven Stück erhalten als an einer mit Zinn angelöteten, dünnen Probe. An einer keilförmigen dünnen Probe waren die Unebenheiten bei den dünnen Teilen am größten.

Abb. 12 zeigt eine Probe von Stahl B bis 0,02 mm heruntergehobelt. Auf der im übrigen recht guten Fläche ist ein Bläschen entstanden. (Die hierdurch entstandene Deformation der Probe verschwand vollständig beim Ablöten.) Ähnliche Bläschen entstehen in großer Menge, wenn eine gelötete Probe zu geringer Dicke heruntergefräst wird (siehe Abb. 13). An den Kanten treten Unterbrechungen hervor, was auf größere Beanspruchung des Materials beim Fräsen hindeutet. Nach dem Ablöten auf der Probe zurückbleibende Lotreste wurden mit Quecksilber (und Radiergummi) entfernt.

#### g) Schneidflüssigkeit

Als Schneidflüssigkeit — die von erheblicher Bedeutung ist — wurde das Rizinus-kolloid benützt. Außer Schmierfähigkeit — wie allgemein anerkannt — muß sie auch eine gute Benetzungsfähigkeit besitzen, um die Spanbildung zu erleichtern (C. BENEDICKS und G. RUBEN [15]). Des weiteren soll die Flüssigkeit dämpfend wirken.



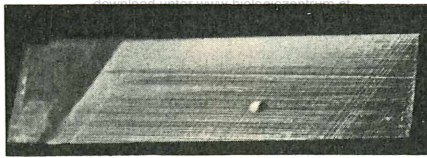


Abb. 12. Stahl B, auf 0,02 mm heruntergehobelt mit Blasenbild (Lot).

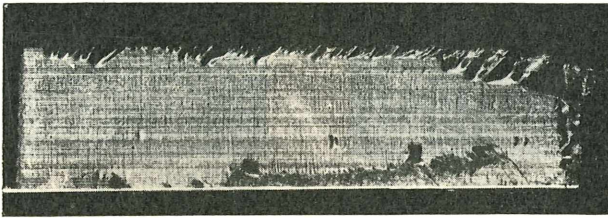


Abb. 13. Blasenbildung und Unregelmäßigkeiten nach dem Fräsen (Stahl B).

Die Benetzungsfähigkeit der Schneidflüssigkeit nimmt bei Aufbewahrung ab, und sie muß deshalb nach einigen Wochen neu zubereitet werden. Beim Gebrauch muß sie reichlich vorhanden sein und auch genügende Viskosität haben, um eventuell eintretende Schwingungen dämpfen zu können. Abb. 14 zeigt einen Fall, wo die Dämpfung ungenügend war. Hier sind (etwa wegen harter Einschlüsse) Schwingungen eingetreten, die eine Rasterbildung veranlaßt haben (schöne Interferenzfarben!). Abb. 15 (dieselbe Probe) zeigt die Oberschwingungen. Um solche unerwünschte Vibrationen zu unterdrücken, muß die Viskosität der Schneidflüssigkeit sehr hoch gewählt werden. Gleichzeitig wird aber die Benetzungsgeschwindigkeit geringer. Es muß deshalb die Schnittgeschwindigkeit stark herabgesetzt werden, um der Benetzung die nötige Zeit zu geben. Ein Kompromiß ist also nötig, um das beste Resultat zu erreichen.

#### h) Dickenkontrolle beim Mikrohobeln

Ziemlich schwierig ist, genau festzustellen, wann das Mikrohobeln aufhören muß, um eine gewünschte Dicke zu erhalten.

Die von uns verwendete Methode war die folgende. Dabei soll bemerkt werden, daß der sich bewegende Teil die Probe E in Abb. 3 ist. Das Hobeln beginnt, wenn E von ihrer Umkehrlage rechts zurückkehrt.

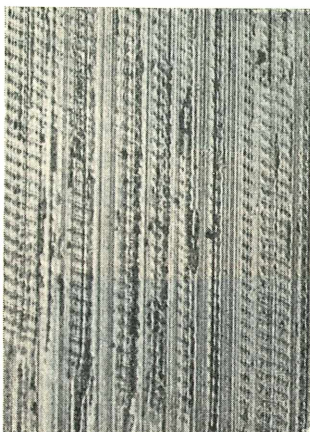


Abb. 14.

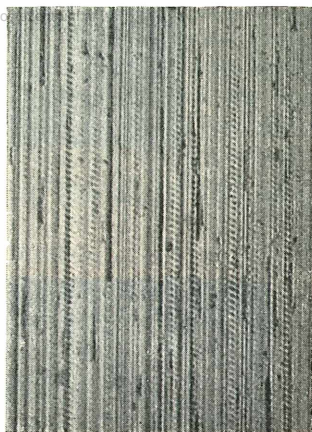


Abb. 15.

Abb. 14. Rasterbildung durch ungenügende Dämpfung der Schneidflüssigkeit.

Abb. 15. Wie 14, jedoch höhere Frequenz.

1. Die Dicke der vorgefrästen Probe an ihrem etwas überragenden Träger wurde mit dem Mikroskope beiderseits gemessen. In einem gegebenen Falle wurden die Zahlen  $37,2$  und  $37,6 \mu$  erhalten. Da die gewünschte Dicke  $20 \mu$  war, mußten  $37,4 - 20 = 17,4 \mu$  abgehobelt werden.

2. Die in dem Mikrotom eingesetzte Probe wurde gehoben, und zwar durch Drehen der Mikrotomkurbel, bis zwischen Schneide und Probe, gegen die Sonne gesehen, kaum mehr Licht bemerkt werden konnte.

3. Einstellen der Schaltbewegung. Der Sperrhebel wurde nach rechts gedreht, bis zur Berührung mit der Mikrometerschraube — deren Index vorher auf Null gesetzt war. Der Schlitten wurde dann nach links geführt, wobei der erste Schnitt vollbracht wurde.

Einige Schnitte wurden von Hand ausgeführt, bis ein regelmäßiges Schneiden begonnen hatte. Dann wurde der Motorbetrieb eingeschaltet.

4. Die ersten Vorschübe wurden zu  $1 \mu$  gesetzt. Nach jedem Schnitte wurde die Probe durch Drehen der Kurbel von links nach rechts, bis zu einem dort befindlichen Anschläge gesenkt um die Abnutzung der Schneide beim Rückgang zu verhindern. Eine neue Einstellung der Mikrometerschraube wurde gemacht. Die Probe, die nunmehr zu einer Lage rechts von der Schneide gelangt ist, wird mit einem Überzug von reichlicher Schneidflüssigkeit bedeckt. Dann wird der Vorschub automatisch ausgeführt (wobei die vorausgehende Senkung keinen Einfluß hat). Die erwähnten Operationen waren bei der verwendeten geringen Schnittgeschwindigkeit leicht auszuführen. Um eine Vorstellung über den Gang des Hobelns zu geben, reproduzieren wir das Protokoll einer ausgeführten Dünnhobelung.



wobei bemerkt werden soll, daß während des Hobelns der Vorschub allmählich vermindert werden muß:

Angesetzter Vorschub (in  $\mu$ ) vor jedem Schnitt

1—4	$10^{3/6}$	13	$15^{3/6}$
5	$10^{4/6}$	$13^{1/6}$	$15^{4/6}$
6	$10^{5/6}$	$13^{2/6}$	$15^{5/6}$
7	11	$13^{3/6}$	16
7,5	$11^{1/6}$	$13^{4/6}$	$16^{1/6}$
8	$11^{2/6}$	$13^{5/6}$	$16^{2/6}$
8,3	$11^{3/6}$	14	$16^{3/6}$
8,6	$11^{4/6}$	$14^{1/6}$	$16^{4/6}$
9	$11^{5/6}$	$14^{2/6}$	$16^{5/6}$
9,3	12	$14^{3/6}$	17
9,6	$12^{1/6}$	$14^{4/6}$	$17^{1/6}$
9,8	$12^{2/6}$	$14^{5/6}$	$17^{2/6}$
10	$12^{3/6}$	15	$17^{3/6}$
$10^{1/6}$	$12^{4/6}$	$15^{1/6}$	$17^{4/6}$
$10^{2/6}$	$12^{5/6}$	$15^{2/6}$	Gebrochen

Man sieht, daß beim geringen Überschreiten der beabsichtigten Dicke von  $17,4 \mu$  die Probe gebrochen ist.

i) Erhaltene Flächen

Der Charakter der durch Schneiden erhaltenen Stahlflächen ist schon geometrisch beschrieben worden (Abb. 11).

Abb. 16 und 17 zeigen das Aussehen einer gefrästen bzw. mikrogehobelten Fläche (Stahl B). Die gefräste Fläche gibt zwar einen guten Eindruck, hat aber für das unbewaffnete Auge ein mattgraues (struppiges) Aussehen.

Die mikrogehobelte Fläche hat einen helleren Glanz und läßt die Einschlüsse mikroskopisch viel besser hervortreten.

Bei einseitiger, den flachen Furchen paralleler Ultraopakbeleuchtung werden dieselben unsichtbar.

Die mikrogehobelten Flächen eignen sich sonst gut zur mikroskopischen Untersuchung. Beim Studium der Flächenbeschaffenheit ist Vertikalbeleuchtung vorzuziehen.

Abb. 18 zeigt dieselbe Probe; die Schlackeneinschlüsse kommen hier

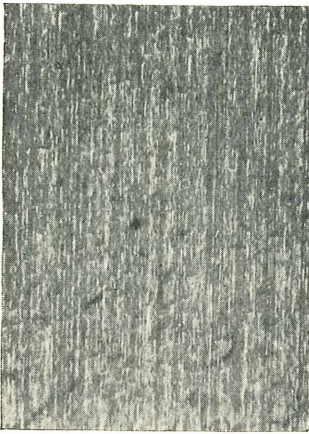


Abb. 16. Stahl B gefräst.

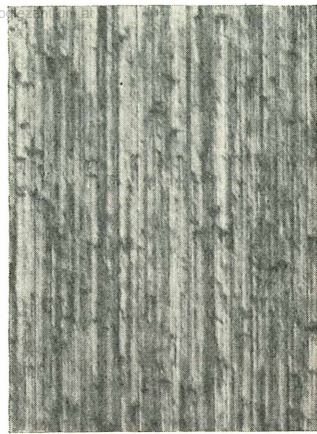


Abb. 17. Stahl B mikrogehobelt.

deutlich zum Vorschein. Abb. 19 gibt ein Bild des AlN-reichen Stahles C; eine Menge harter Einschlüsse sind schwach sichtbar.

Bei den Abb. 16 bis 19 war die Schneidrichtung parallel zur Walzrichtung der Probe. Dies ist vorteilhaft, da die Gefahr eines Reißens dabei geringer ist als bei senkrechter Bewegung. Unbedingt nötig ist dies aber nicht: Abb. 20 zeigt eine kleine Probe von Stahl B, senkrecht zur Walzrichtung bis auf  $13\ \mu$  heruntergeschnitten.

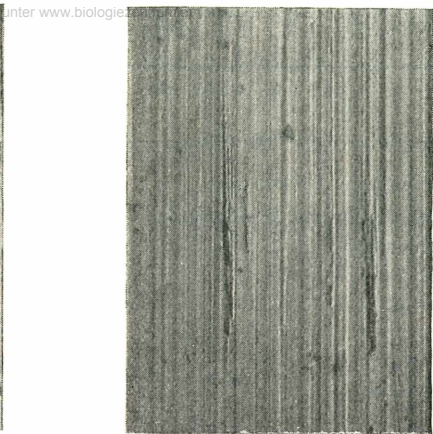
## C. Methode für die chemische Behandlung dünner Stahlproben

### 10. Einleitung

Es gehört zum Programm vorliegender Untersuchung, eine einfache Methode für das Herauslösen nichtmetallischer Einschlüsse in den erhaltenen Dünnproben ausfindig zu machen. In der grundlegenden Arbeit von SKAPSKI und BENEDICKS (7) wurde gezeigt, daß es möglich ist, Dünnproben chemisch so zu behandeln, daß die nichtmetallischen Einschlüsse *in situ* isoliert werden. Die auf Gasreaktionen basierende Methode von SKAPSKI erforderte aber eine komplizierte Apparatur für Vakuumarbeit und ein beträchtliches experimentelles Geschick. Die erhaltenen Lösungsreste ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ) entsprechen zweifellos tatsächlichen Einschlüssen. Es ist aber nicht ausgeschlossen, daß bei der chemischen Behandlung ( $\text{Cl}_2$ ,  $\text{HCl}$  bei  $600^\circ\text{--}850^\circ\text{C}$ ) ein Teil der Einschlüsse angegriffen oder weggeätzt worden ist. Es galt nun eine einfache Methode herauszufinden, die in der allgemeinen Laboratoriumspraxis verwendet werden konnte.



*Abb. 18.*

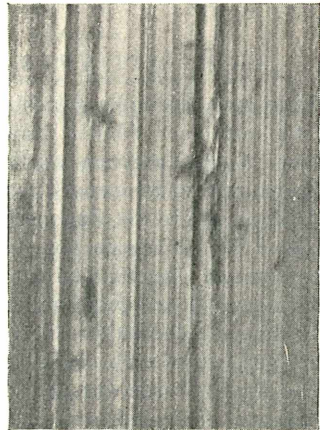


*Abb. 19.*

*Abb. 18. Wie 17, mit Schlackeneinschlüssen.*

*Abb. 19. AlN-reicher Stahl (C),  
mikrogehobelt, mit harten Einschlüssen.*

*Abb. 20. Stahl B, bis auf 0,013 mm  
heruntergeschnitten.*



*Abb. 20.*

## 11. Verwendete Materialien

Zur Verwendung kamen dieselben Stahlsorten A, B, C, die in der Arbeit von SKAPSKI und BENEDICKS untersucht wurden. Die Analysen sind:

	Stahl A Kaltgewalzt	Stahl B „Kapselisen“	Stahl C AIN-reicher Stahl
Ursprüngliche Dicke, mm ...	0,02	0 08	25,5
Zusammensetzung in Prozent:			
Kohlenstoff	0,07	0,07	0,09
Silizium ...	Spur	Spur	0,18
Mangan	0,12	0,33	0,30
Phosphor	0,013	0,01	0,009
Schwefel	0,013	0,02	0,07
Stickstoff	—	—	0,01

Für die chemische Behandlung wurde A im unveränderten Zustande verwendet. B (Martinstahl) wurde gefräst und mikrogehobelt bis 0,030 bis 0,020 mm, C gesägt, gefräst und mikrobehobelt bis 0,20 mm. Stahl C wurde hergestellt von H. KJERRMAN, Fagersta.

## 12. Befestigungsmethoden beim Ätzen

a) Eine gut gereinigte Glasplatte (Objektträger 28 × 48 mm) wurde in der Mitte mit einer dünnen Zaponlackbedeckung versehen und gleichfalls die Probe. Nach Trocknen wurden dann die gefirnißten Flächen mit einer Spur Zaponlack zusammengeklebt. Diese Methode war in vielen Fällen genügend; doch zeigte die Zaponschicht bei anhaltender Einwirkung des Ätzmittels eine Tendenz, sich vom Glase zu lösen.

b) Um diesem Übelstand zu entgehen, wurde die Probe wie oben behandelt, aber mit einem Glasring verankert. Dieser wurde gegen die Probe mit einem in zwei kleinen Silberhaltern befestigten Glasfaden gedrückt. Diese Methode arbeitete gut, wenn auch der Glasring beim Waschen hinderlich war.

c) Die Probe wurde auf den Zaponlackfilm des Objektglases gelegt. Die Adhäsion war genügend, um die Probe beim Waschen festzuhalten, vorausgesetzt, daß das Waschen sehr vorsichtig ausgeführt wurde.

d) In besonderen Fällen, wo zu befürchten war, daß die organische Bedeckung des Glases einen Einfluß auf den Charakter der Lösungsreste haben könnte, wurde die Probe ohne jede Zwischensubstanz auf das Objektglas gelegt. Diese überaus einfache Methode konnte verwendet werden, da die Lösungsreste im allgemeinen ein zusammenhängendes Gerüst bildeten.

### 13. Ätzreagenzien

Das Ablösen des Eisens wurde zuerst mit Salpetersäure (1% in Ethanol) versucht; es erwies sich aber wegen der Entwicklung von Gasblasen, die die Lösungsreste stören konnten, als unzweckmäßig. Jod (Jodtinktur: 10% J, 4% KJ in Ethanol mit etwas Wasser) reagierte zu langsam.

In Brom fanden wir ein gutes, schnell reagierendes Lösungsmittel, besonders in Methanollösung.

Folgende Zeiten waren für die Auflösung einer Probe Stahl A (0,02 mm) notwendig;

Brom-Methanol %o Brom	Lösungszeit Stunden
0,5	24
1,0	3,5
2,0	2
5,0	0,16

Meistens wurde eine 1%ige Lösung gebraucht.

Lösungen von Br in Ethanol erforderten etwa die doppelte Zeit.

Es mag bemerkt werden, daß Lösungen von Br in Benzol auch geprüft wurden; sie waren aber unzweckmäßig, da  $\text{FeBr}_3$  offenbar eine ungenügende Löslichkeit in Benzol besitzt.

### 14. Lösungsergebnisse

Die Beobachtungen während der chemischen Behandlung der drei Stahlsorten A, B, C und die daraus gezogenen metallographischen Schlußfolgerungen sollen jetzt kurz besprochen werden.

Stahl A. Dieser wurde im primären Zustande (ungeglüht) verwendet. Abb. 21 zeigt den Beginn der Ablösung des Eisens. Während im Inneren der Probe die Hauptmasse des Eisens noch ungelöst ist, sind die Ränder — die dem Einfluß des Reagens mehr ausgesetzt sind — frei von metallischem Eisen. Man erkennt leicht, daß die Ränder im wesentlichen *in situ* geblieben sind. Sonderbarerweise bilden sie einen zusammenhängenden Bezirk — sozusagen einen Teppich — dessen Begrenzung gut markiert ist. Dies rührt davon her, daß die Kanten etwas aufgerollt sind, was mikroskopisch leicht festzustellen ist. Diese wenn auch geringe Aufrollung beweist den auffallenden *Zusammenhalt* der Lösungsreste. Einen schlagenden Beweis dafür bringt Abb. 22, die ganz frei, ohne jede Fremdschubstanz, mit 8% Br-Ethanol (bei 21° C) ausgelöst wurde. Das Zusammenfallen fand beim Waschen statt.

Im rechten oberen Teil des Bildes erscheinen einige Störungen, lokale Aufrollungen der äußersten Schicht des Lösungsrestes (was im Mikroskop konstatiert werden konnte).

Abb. 23 zeigt einen unverletzten Teil desselben Präparates bei 600facher Vergrößerung. Auch hier sind keine Einzelheiten sichtbar, die eine Erklärung des Zusammenhalts ergeben könnten. Die zahlreichen schwarzen, opaken Einschlüsse in Abb. 23 sind wahrscheinlich (FeMn) Spinell ( $[\text{FeMn}] \text{Al}_2\text{O}_4$ ), möglicherweise auch (FeMn)O (vgl. H. LÖFQUIST [16], Abb. 27). Außerdem ist etwas Mg-Spinell ( $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ ) anwesend; durchleuchtende Oktaeder mit hoher Lichtbrechung. Es mag hinzugefügt werden, daß die Überfülle von Einschlüssen, die in Abb. 23 zu sehen ist, bei einem kräftigeren Angriff

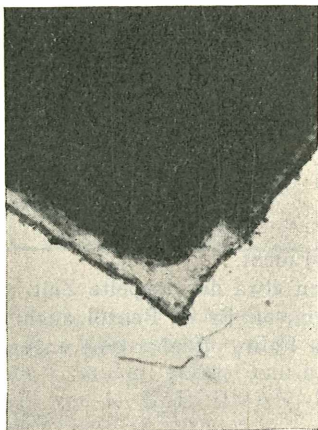


Abb. 21.

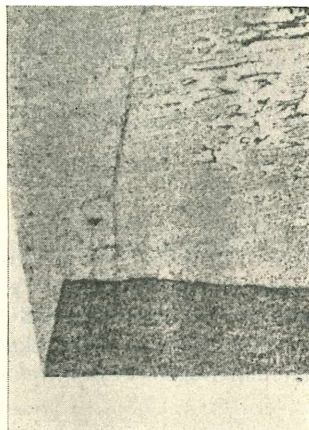


Abb. 22.

Abb. 21. Stahl A, zum Teil mit 0,5% Brom-Ethanol geätzt (Zusammenhängender Rückstand am Rande sichtbar).

Abb. 22. Stahl A, in 8% Brom-Ethanol gelöst (beträchtlicher Teil des Rückstandes ist gefaltet).

nicht zu erwarten wäre. Parallelproben mit demselben Reagens während mehrerer Tage zeigten keinen merkbaren Unterschied gegenüber Abb. 23.

Stahl B. Abb. 24 zeigt, daß die Lösungsreste noch dichter sind als bei Stahl A und noch stärker zusammenhalten.

Die Probe war an einer Zaponsschicht (nach Methode 12 c) behandelt. Der Lösungsrest hat sich aber in der Flüssigkeit frei bewegt und ist dabei zerbrochen worden. Abb. 24 zeigt eines der Stücke. Der voluminöse Charakter des Lösungsrestes von Stahl B ist in Abb. 25 zu sehen. Die Einschlüsse, dunkelbräunlich, bestehen teilweise aus recht großen Kristallen oder Dendriten. Die große Menge an Einschlüssen und deren Zusammenhalt steht wahrscheinlich in engem Zusammenhang mit dem Vorhandensein einer oberen Streckgrenze dieses Stahles (vgl. [16]).

Bei stärkerer Vergrößerung (Leitz 1/16" Immersion, numerische Apertur 1,30; Cedernöl auch zwischen Objektträger und Kondensor!) wurde Abb. 26



(1250fach) erhalten. Die Hauptmenge der Einschlüsse ist bräunlich, etwas durchscheinend, mit abgerundeten, teilweise geradlinigen Kanten. Wegen des höheren Mn-Gehaltes des Stahles (0,33%) ist es wahrscheinlich, daß diese Einschlüsse aus (Mn, Fe) O mit mehr oder weniger (Mn, Fe) Spinell bestehen. Sie ähneln den von H. LÖFQUIST, Abb. 27 (16), wiedergegebenen. Daneben ist eine beträchtliche Menge an wohl kristallisierten, durchsichtigen, grünlichen Mg-Spinellen vorhanden. Wie H. LÖFQUIST (16) bemerkt, wurden solche durchscheinende Spinellkristalle in Eisen — die in BENE-



Abb. 23.

Abb. 23. Abgelöster Rückstand.

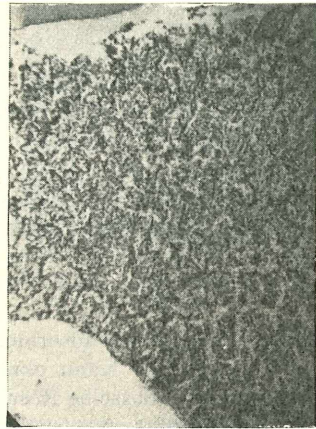


Abb. 24.

Abb. 24. Zusammenhängender Rückstand von Stahl B (5% Brom-Ethanol).

DICKS und LÖFQUISTs Handbuch nicht beschrieben sind — erst in elektrolytisch extrahierten Einschlüssen von R. TREJE und C. BENEDICKS (17) beobachtet.

Eine nähere Betrachtung der Probe Abb. 26 konnte keinerlei Erklärung des Zusammenhalts (Kohärenz) geben. Die Tatsache, daß Abb. 26 einen weniger reichen Eindruck gibt als Abb. 25, muß davon abhängen, daß das Immersionsobjektiv nur eine geringe Tiefe besitzt.

#### 15. Kunstgriff zur Verhinderung von Erschütterungen beim Mikrophotographieren

Betreffend Abb. 26 mag folgendes hinzugefügt werden:

Diese ist mit einem mineralogischen, vertikal stehenden Mikroskope (R. FUESS) aufgenommen, an dem das Okular durch eine Leitz „Makam“-

Kamera ersetzt wurde. Das Ganze war durch Erschütterungen stark beeinflusst. Dieser Schwierigkeit wurde durch folgende einfache Dämpfungsanordnung vollständig abgeholfen. Ein Vierkantmessingstab (12 mm) wurde in etwa  $45^{\circ}$  gegen die Kamera gelehnt, während das untere Ende des Stabes gegen eine Stütze (Bleiklotz) lehnte. Die Reibung zwischen Stab und Kamera war genügend, um jede lästige Schwingung zu eliminieren. Abb. 26, die mit dieser Dämpfungsanordnung aufgenommen wurde, ist sehr scharf, während Abb. 27, die ohne Dämpfungsvorrichtung erhalten wurde, sehr unscharf ist. Diese einfache Dämpfungsanordnung hat sich auch in anderen Fällen bewährt.

## 16. Diskussion des beobachteten Zusammenhalts

Es soll jetzt der auffallende Zusammenhalt der Lösungsreste bei den Stählen A und B diskutiert werden.

Dieser Zusammenhalt muß einer der folgenden Alternativen zugeschrieben werden:

### 1. Einfluß des benützten Zaponlackes.

Mögliche Bildung eines unlöslichen Polymerisationsproduktes aus dem organischen Lösungsmittel.

3. Das Vorhandensein einer Oxydschicht an den freien Oberflächen der Probe.

### 4. In den Korngrenzen adsorbierte Substanz.

*Alternative 1.* Kann ohne weiteres ausgeschlossen werden, da es sich gezeigt hat, daß dasselbe Resultat erhalten wird, wenn das Herauslösen ohne jede fremde Substanz ausgeführt wird (vgl. Abb. 22).

*Alternative 2.* Es erscheint nicht ausgeschlossen, daß bei Anwesenheit von Brom-Ethanol (zu Etylaldehyd) oxydiert wird und dieses dann zu einem höheren Kondensationsprodukt übergehen könnte.

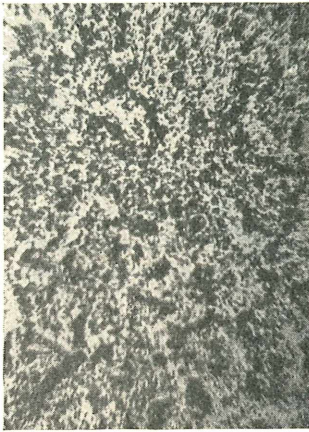
Es ist aber zu erwarten, daß ein solches Kondensationsprodukt in das Lösungsmittel hindusdiffundieren muß, und es scheint deswegen unwahrscheinlich, daß dieses als Bindemittel für die Lösungsreste wirken könnte.

Jedenfalls erschien eine experimentelle Kontrolle wünschenswert. Gerade aus diesem Grunde wurden Lösungen von Br in Methanol herangezogen, wo Bildung von viskosen Kondensationsprodukten unwahrscheinlich ist.

Es stellte sich heraus, daß Br-Methanol in derselben Weise wirkt wie Br-Ethanol (vgl. Abb. 21). Der Zusammenhalt des Restes mag etwas kleiner sein, dies kann aber der größeren Lösungsgeschwindigkeit bei Br-Methanol zugeschrieben werden.

*Alternative 3.* Die Anwesenheit einer unsichtbaren Oxydhaut, die von Br nicht gelöst wird, würde natürlich eine gewisse Kohärenz der Lösungsreste erklären können. In diesem Falle aber müßten alle herausgelösten Einschlüsse sich wesentlich in derselben Ebene vorfinden, nämlich derjenigen des Objektträgers, was aber nicht der Fall ist. So wurden in einer Probe von Stahl B (ursprünglich 0,020 mm) Höhendifferenzen der ausgelösten Teilchen von wenigstens 0,010 mm (bei nahezu gleich großen Partikeln) gemessen.





*Abb. 25.*

ter www.biologiez

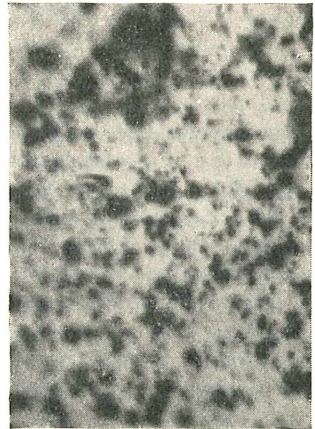


*Abb. 26.*

*Abb. 25. Wie 24, jedoch stärker vergrößert.*

*Abb. 26. Wie 25, noch stärker vergrößert, mit Dämpfungsanordnung aufgenommen.*

*Abb. 27. Wie 25, jedoch ohne Dämpfungsanordnung aufgenommen.*



*Abb. 27.*

Gleichartige Beobachtungen wurden an Stahl A gemacht. Mithin, würde Alternative 3 die Sachverhältnisse erklären können, wäre es nötig, solche Oxydhäute auch in den Korngrenzen anzunehmen, was aber mit Alternative 4 identisch ist. Demgemäß liegen gute Gründe gegen die Alternativen 1—3 vor.

Also ist Alternative 4 als die richtige anzunehmen. Zusammenfassend läßt sich sagen, daß der auffallende Zusammenhalt der Lösungsreste bei A und B dafür spricht, daß adsorbierte Häute oder Brücken vorhanden sind, die aber im optischen Mikroskop nicht sichtbar gemacht werden können.



Abb. 28.  
Stahl C  
(1% Brom-Ethanol).

## 17. Lösungsergebnisse, Stahl C

Kleine abgerundete durchscheinende Körner von  $1-2\mu$  Durchmesser kommen oft vor. Sie sind wahrscheinlich reines  $Al_2O_3$  (vgl. H. LÖFQUIST, Abb. 16 [16]). Andere scharf begrenzte Einschlüsse wurden nicht beobachtet, der Lösungsrest enthält aber eine große Menge unregelmäßiger, bräunlicher Felder, die im allgemeinen an einer Seite scharf begrenzt sind, während das übrige unscharf erscheint: Abb. 28. Diese charakteristischen Felder müssen als sehr dünne Häute gedeutet werden, die bei der Auflösung des Eisens unregelmäßig aufgerollt worden sind. An den nicht aufgerollten Teilen konnten keine Details wahrgenommen werden. Die Tatsache, daß diese Häute sichtbar sind, dürfte ihrer starken Lichtabsorption zuzuschreiben sein. Die bräunliche Substanz der Häute scheint uns  $AlN$  zu entsprechen — was nach der Analyse reichlich vorhanden ist — oder aber einem Zersetzungsprodukt davon<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Jedenfalls könnte eine gewisse Menge kolloidalen Kohlenstoffes als Zerfallsprodukt von  $Fe_3C$  anwesend sein, was die dunkle Farbe erklären könnte. Wäre dies der Fall, müßten aber auch die Stähle A und B kolloidalen C ergeben, was aber nicht zutrifft.

Bei der Untersuchung der Stähle A und B stellte die Unmöglichkeit, irgendwelche Häute zu beobachten, das „fehlende Glied“ dar, dessen Anwesenheit sich nur durch den mechanischen Zusammenhalt äußerte. Dieses „fehlende Glied“ ist demgemäß bei Stahl C zustande gekommen, wo die Sichtbarkeit offenbar mit einer starken Lichtabsorption der — mehr oder weniger unveränderten — AIN Häute zusammenhängt. Der großen theoretischen und praktischen Bedeutung dieses Resultates zufolge sind fortgesetzte Untersuchungen sehr wünschenswert.

Da die Mikrohobelmethode verhältnismäßig gut ausgearbeitet worden und die Lösungsmethode mit Brom-Ethanol vollauf verwendbar ist, sind keine größeren experimentellen Schwierigkeiten zu befürchten. Abbildungen der kohärenten Lösungsreste wie in Abb. 22—25 müssen für verschiedene Qualitätsstähle besonders charakteristisch sein können.

## Zusammenfassung

### I. Darstellung Dünnprouben

1. Die Methode, nichtmetallische Einschlüsse „in situ“ zu isolieren, die besonders von A. SKAPSI ausgearbeitet wurde (Lösen des Fe durch  $Cl_2$  bei hoher Temperatur), erfordert die Darstellung dünner Proben (etwa 0,02 mm) von massivem Stahl durch spanabhebende Bearbeitung.

2. Die Verwendung einer Präzisionsfräsmaschine erscheint nicht ausgeschlossen, die Schwierigkeit ist aber, gute, wohlzentrierende Fräser zu erhalten. Die Verwendung eines Mikrotoms, wo nur eine Schneide zum Wirken kommt, muß deswegen als vorteilhaft angesehen werden.

3. Um eine für Stahl zweckmäßige Form des schneidenden Werkzeuges herauszufinden, war eine besondere Untersuchung nötig (bisher wurde das Mikrotom nur bei weichen Metallen wie Pb und Sn verwendet). Von dem wohlbekanntem Verhalten der Metalle beim Scheren ausgehend, wurde eine Darlegung der Spanbildung in deren Abhängigkeit von der Gestalt des Werkzeuges gemacht (Abb. 1). Es wurde gefunden, daß ein Meißelwinkel ein wenig unter  $90^\circ$  am vorteilhaftesten ist, um bei dünnen Proben möglichst ebene Flächen zu erhalten.

4. Um eine ebene Fläche zu erhalten, ist es unerlässlich, daß das „elastische Zentrum“ des Werkzeuges in einer Ebene gelegen ist, die senkrecht zu der zu bearbeitenden Fläche steht und durch die Schneide des Werkzeuges geht (Abb. 2). Demgemäß wurde eine Konstruktion ausgeführt (Abb. 3), die sich bewährt hat.

5. Eine geeignete Schneidflüssigkeit wird beschrieben. Die Qualität der erhaltenen Flächen sind mittels Mikroskop (Abb. 8) und Photographien (Abb. 16—20) beschrieben worden.

6. Neben anderen praktischen Details ist eine einfache Dämpfungsanordnung anzuführen, die das Photographieren unter schwierigen Verhältnissen erlaubt (Abb. 26, 27).

## II. Chemische Isolierung nichtmetallischer Einschlüsse

7. Um die Probe bei der Auflösung an dem Objektglase festzuhalten, wurden verschiedene Methoden geprüft. Überwiegend wurden die Proben mit Zaponlack befestigt, aber auch ganz frei auf dem Objektträger gelassen. Erleichtert wurde die Behandlung dadurch, daß die Lösungsreste des öfteren einen recht guten Zusammenhalt besaßen.

8. Die untersuchten Stähle waren dieselben, die von SKAPSKI und BENEDICKS (7) verwendet wurden. Als auflösendes Reagenz ergab sich Br in Ethanol oder Methanol gelöst als sehr zweckmäßig. Die Reaktionsgeschwindigkeit ist leicht zu regulieren; kein Gas wird entwickelt.

9. Erhaltene Resultate. Am meisten auffallend ist der Zusammenhalt der Lösungsreste. Besonders gut tritt dieser Zusammenhalt in Abb. 22 hervor, wo der Lösungsrest mit Br-Ethanol ohne jedes Bindemittel erhalten wurde. Bei stärkeren Vergrößerungen konnten aber keine verbindenden Brücken oder Häute beobachtet werden. Einen gleichartigen, noch mehr ausgeprägten Zusammenhalt zeigen die Lösungsreste von Stahl B, wo ebenfalls keine verbindenden Brücken zu beobachten waren.

In Stahl C wurden dagegen Erscheinungen beobachtet, die nur so gedeutet werden konnten, daß sie durch Adsorption gebildete dünne Häute darstellen. Stahl C besitzt tatsächlich einen recht großen Gehalt an  $AlN$ , d. h. an derjenigen Substanz, welche in erster Linie als Hindernis für Kornzuwachs angesehen wurde. Dies ergibt eine Bestätigung einer Aussage von BO LJUNG-GREN (18), der nach dem Benutzen einer gänzlich abweichenden Methode zur Schlußfolgerung kam, daß in Übereinstimmung mit der Theorie von BENEDICKS und LÖFQUIST „eine molekulare Anreicherung von Nitrid in den Korngrenzen“ vorhanden war.

Die Verfasser wollen der schwedischen Regierung ihren Dank zum Ausdruck bringen für die Bereitstellung des Laboratoriums sowie für die auf Veranlassung des hiesigen Technischen Forschungsrates erteilte Geldbewilligung, die einen erheblichen Teil der Arbeit ermöglicht hat.

Sie sind weiter Herrn Professor A. HULTGREN, Direktor der metallographischen Abteilung der Königlichen Technischen Hochschule, für das zur Verfügung gestellte Mikrotom zu Dank verpflichtet. Ebenso danken sie der Aktiebolaget C. E. JOHANSSON, Eskilstuna, insbesondere Herrn Direktor R. DOMELLÖF, für den benützten Mikrokator; der FAGERSTA BRUKS AKTIEBOLAG, Fagersta, für erhaltene Seco-Proben; Professor A. ÖLANDER, Universität Stockholm, für die Reagenzien; Professor O. SVAHN, Königliche Technische Hochschule, sowie Professor J. TANDBERG für Auskünfte.

1. *Benedicks C.*, J. Inst. Met. **24** (1920): 376.
2. *Löfqvist H.*, Jernkont. Ann. **119** (1935): 169.
3. *Benedicks C.*, IBID. **119** (1935): 169.
4. *Benedicks C.* und *Löfqvist H.*, Iron and Steel Inst. (1936), 2: 531.
5. *Benedicks C.*, Iron and Steel Inst. (1937) No. I: 211; Hutnik (1937) No. 6: 235; Kungliga Svenska Vetenskapsakademiens Arsbok (1937): 327; The Behaviour of Metals as Dependent on Temperature: 198. Congress of international Association for Testing Materials. London, 19. bis 24. April 1937; Blad för Bergshandteringens Vänner **23** (1938): 229; Chimie et Industrie (1939): 1; Koll. Zt. **91** (1940): 217; Experimentbelysning av stabiliteten hos metallers korngräuser Industridningen Norden (1943): 419.
6. *Kjerrmann H.*, Jernkont. Ann. **128** (1944): 165.
7. *Skapski A.* und *Benedicks C.*, Ark. Kemi, Mineral. och Geol., **23 A** (1946), 12: 1.
8. *Betteridge W* und *Sharpe R. S.*, J. Iron and Steel Inst. **158** (1948): 185.
9. *Lucas F. F.*, Trans. Amer. Inst. of Mining and Metallurgical Engineers, Inst. Met. Div. (1927): 481.
10. *Hütte*, Berlin, 25. Aufl., 1926, **2**: 634.
11. *Hütte's Mechanical Engineers Handbook*. New York und London, 1947: 21.
12. *Krystof J.*, Berichte über betriebswirtschaftliche Arbeiten **12** (1939): 1.
13. *Merchant M. E.*, J. Appl. Phys. **16** (1945): 267; J. Appl. Mech. **11** (1944): 168; Die Casting, July 1946: 58, Aug.: 59.
14. *Benedicks C.*, Congress of international Association for Testing Materials, London, 19. bis 24. April 1937: 238.
15. *Benedicks C.* und *Ruben G.*, Jernkont. Ann. **129** (1945): 37.
16. *Löfqvist H.*, Jernkont. Ann. **117** (1933): 49.
17. *Treje R.* und *Benedicks C.*, Jernkont. Ann. **116** (1932): 165.
18. *Ljunggren B.*, J. Iron and Steel Inst. No. II (1940): 341.

# ZOBODAT - [www.zobodat.at](http://www.zobodat.at)

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: [Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik](#)

Jahr/Year: 1949

Band/Volume: [4](#)

Autor(en)/Author(s): Benedicks Carl, Tenow Olof

Artikel/Article: [Herstellung dünner Stahlproben durch Schneiden mit dem Mikrotom \(Einfache chemische Methode zur Isolierung nichtmetallischer Einschlüsse\). 129-157](#)