DIE METALLMIKROSKOPIE IN WISSENSCHAFT UND PRAXIS

Von PROF. DR. M. NIESSNER, Wien
(Dzt. Leiter des Institutes für Chemische Technologie anorganischer Stoffe der Technischen Hochschule in Wien.)

Hiezu 6 Abbildungen

In der Mitte des vorigen Jahrhunderts ist in der metallverarbeitenden Industrie ein anfangs wenig beachteter, später aber immer weiter und rascher um sich greifender Wandel zu verzeichnen, zu welchem steigende Anforderungen, die an die Eigenschaften der Metalle und Legierungen für bestimmte Zwecke gestellt wurden, Anlaß gaben. Man forderte die verschiedensten Eigenschaften von den Werkstoffen, so „festere", daß heißt solche, welche höheren Druck oder Zug aushielten, oder solche, die gegen chemische oder thermische Einflüsse widerstandsfähiger, also korrosions- und zunderbeständig sind, oder wieder den Ersatz von schweren Werkstoffen durch leichtere, da das große Gewicht vorhandener Werkstoffe dem Gelingen zahlreicher Wünsche entgegenstand und ähnliches mehr. All diesen Anforderungen kann ein, wenn auch oft nur schrittweiser Erfolg nur dann beschieden sein, wenn bei den Arbeiten für Qualitätsverbesserung der Werkstoffe der Weg des Probierens verlassen und in den Bereich der systematischen wissenschaftlichen Erforschung der Metalle und ihrer Legierungen eingegangen wird.

Für die Entwicklung der wissenschaftlichen Erforschung der metallischen Werkstoffe bedeutet daher, neben anderen Hilfsmitteln, die Einführung der Metallmikroskopie einen Wendepunkt. Zunächst begann man damit, rein äußerliche Erscheinungen, wie sie so häufig schon mit bloßem Auge in groben Umrissen zu beobachten sind, auch mikroskopisch zu betrachten und vergleichend zu untersuchen, woraus sich die Anfänge der mikroskopischen Materialprüfung entwickelten, die später mit der Verfeinerung der Methoden zu einem der wichtigsten Zweige der Materialprüfung überhaupt wurde. Wegen der Undurchsichtigkeit der Metalle entwickelte sich dabei eine Mikroskopie mit auffallendem Licht, die zunächst mit schwachen Vergrößerungen arbeitend, in erster Linie für die Untersuchungen von Oberflächenerscheinungen oder Bruchausbildungen benutzt wurde. Bald waren ja rein empirisch die Zusammenhänge zwischen den Eigenschaften eines metallischen Werkstoffes und dem Aussehen seines Bruches erkannt worden.

Eine weitere und wirklich tiefere Erkenntnis vom Aufbau der Metalle konnte aber erst Platz greifen, als man die mikroskopische Feinstruktur der Metalle und Legierungen, den „Gefügeaufbau", mit Hilfe des Mikroskopes zu studieren begann. Natürlich mußte dafür eine geeignete Untersuchungstechnik durch Herstellung von „Metallographischen Schliffen", wie die zu untersuchenden Stücke genannt werden, geschaffen werden. Diese Technik besteht im Prinzip darin, daß von dem zu untersuchenden Objekt kleine Probestücke entnommen werden und durch Schleifen und Polieren ein für

eine mikroskopische Beobachtung geeigneter Schliff hergestellt wird. Schon derartige nicht weiter vorbereitete Schliffe geben bei ihrer mikroskopischen Betrachtung sehr wertvolle Aufschlüsse über Erscheinungen im Innern eines Metalles, die mit ihren Eigenschaften und ihrem Verhalten bei der Verwendung innig zusammenhängen. Ein Beispiel mag das erläutern: Metalle sowie Legierungen können unter Umständen geringe Mengen von nichtmetallischen Bestandteilen enthalten, die, wenn sie durch Anreicherung stellenweise im Werkstoff zahlreicher vorhanden sind, bei der Verarbeitung oder Verwendung stören und Materialfehler bilden. Nicht selten sind derartige Einschlüsse bei Materialien, die vornehmlich einer schwingenden Beanspruchung ausgesetzt waren, z. B. bei Achsen, der Anlaß zu nach längerer Verwendung auftretenden Brüchen. Solche nichtmetallische Einschlüsse, welche meistens bei der Erzeugung der Halbfabrikate in das Metall oder in die Legierung gelangen, sind Oxyde und Silikate, wie Schlacken und dergleichen, und stammen gewöhnlich aus der Ofenausmauerung oder aus der Schlacke, die das geschmolzene Metall bedeckt und gelangen beim Vergießen in das fertige Gußstück oder in den noch weiter zu verarbeitenden Block. Ein von nichtmetallischen Einschlüssen freies Gußstück bzw. Block gibt es praktisch nicht, die Arbeitsverfahren müssen aber jedenfalls so geleitet und gelenkt werden, daß der Gehalt an solchen fehlerhaften Einschlüssen auf ein Minimum beschränkt bleibt. Ohne Mikroskop könnte über die Art, Größe und Verteilung derartiger Einschlüsse keine Aussage gemacht werden. Auch bei der Erzeugung des Kugellagerstahles spielen Einschlüsse eine wesentliche Rolle. Es ist verständlich, daß Kugeln, die aus einem durch Schlackeneinschlüsse verunreinigten Stahl erzeugt würden, wobei gerade auf der Oberfläche mikroskopisch kleine Einschlüsse vorhanden wären, diese den glatten Lauf der Kugeln wesentlich beeinträchtigen müssen, denn durch die Scheuerwirkung lösen sich Sandpartikelchen — die Einschlüsse sind ja nichts anderes — los und behindern den klaglosen Lauf.

Einen viel tieferen und wichtigeren Einblick gewähren Untersuchungen von polierten Schliffen, die zusätzlich noch einem Ätzverfahren unterzogen sind. Das Ätzen der polierten Schliffe wird mit schwach dissoziierten, meist alkoholischen Lösungen von Säuren, Laugen oder Salzen ausgeführt; dabei werden die einzelnen Gefügebestandteile verschieden stark angegriffen, wodurch das Gebiet des mikroskopisch Erkennbaren wesentlich erweitert wird. Während ungeätzte, polierte Schliffe nur Inhomogenitäten nichtmetallischer Natur, Risse, Gasblasen, Lunker (kleine Löcher) und Poren, erkennen lassen, geben geätzte Schliffe ein Bild über den eigentlichen Gefügeaufbau. Um dies zu verstehen, muß man sich über den Begriff „Gefüge“ im metallographischen Sinne klar sein. Alle unsere Metalle und Legierungen sind aus unzählig vielen kleinen Kristallen aufgebaut, welche sich bei der Erstarrung bilden und die gröbere Struktur der metallischen Werkstoffe bilden. Natürlich sind diese Kristalle gewöhnlich so klein, daß sie mit dem Auge als solche nicht wahrgenommen werden können, sondern erst mit Hilfe des Mikroskopes feststellbar werden. Jedes Metall stellt also in seiner jeweiligen Form einen

Abb. 1. Reines Elektrolyteisen („Ferrit"), bei welchem durch Korngrenzen ätzung die Konturen der einzelnen Kristallite sichtbar gemacht sind. (Abbildungsmaßstab = 500:1)

Vielkristall von unzähligen Einzelkristallen; den sogenannten „Kristalliten" dar. Die feinere, atomare Struktur der einzelnen Kristalle ist natürlich auch mit dem Metallmikroskop nicht mehr erfaßbar, sondern lediglich die Kristalle selbst, in ihrer Größe, Art, Anordnung, Ausbildungsform und so weiter. Der Inbegriff aller dieser Metallformen und -arten, die noch durch thermische oder mechanische Behandlungen verändert werden können, wird als „Gefüge" bezeichnet.

Die für eine mikroskopische Untersuchung hergestellte Schliffläche stellt nun eine Schnittebene durch das vielkristalline Haufwerk dar, die willkürlich durch die einzelnen Kristallite verläuft und lediglich in ihrer Ebene die Begrenzung der einzelnen Kristallite, in den sogenannten „Korngrenzen", die durch eine Ätzung in Erscheinung treten, erkennen läßt (Abb. 1). Die „Kornflächen", welche vom Ätzmittel verschieden stark angegriffen und aufgerauht wurden, zeigen infolge der verschieden starken Reflexion des Lichtes im Metallmikroskop eine verschiedene Helligkeit. Eine Legierung kann nun aus einer oder aus mehreren Kristallarten aufgebaut sein, das ist von dem gegenseitigen Verhalten der betreffenden Metalle im festen Zustande abhängig. Die Legierungen des Kupfers mit Zink, das bekannte „Messing", zeigt z. B. im erstarrten Zustand ein Mischkristallgefüge von Kupfer und Zink, das heißt sämtliche Einzelkristalle bestehen schon aus Kupfer und Zink, und weder elementares Kupfer, noch elementares Zink tritt im Gefüge auf. Man spricht in solchen Fällen von der Bildung einer „Festen Lösung" oder von „Mischkristallen" von Zink in Kupfer oder umgekehrt. Zum Unterschied davon entsteht z. B. in einer Eisen-Blei-Legierung keine feste Lösung bzw. keine Mischkristalle, sondern beide Elemente zeigen eine gegenseitige vollständige Unlöslichkeit; das Gefüge einer derartigen Legierung besteht daher aus zwei Bestandteilen oder Kristallarten, aus dem reinen Eisen und dem reinen Blei. Auch in Messing ist Blei unlöslich und findet sich daher

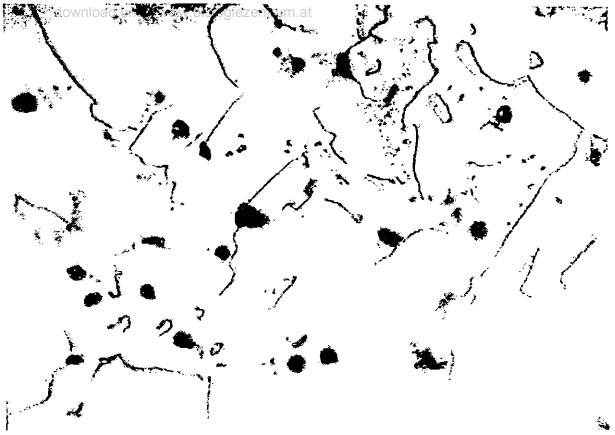

Abb. 2. Messing, bestehend aus 2 Arten von Kupfer-Zink-Mischkristallen (hell), zwischen welchen ungelöstes Blei (dunkle Punkte) eingebettet ist. (Abbildungsmaßstab = 200:1)

in diesem als elementares Blei ausgeschieden vor (Abb. 2). Ein interessantes Beispiel bietet ein gewöhnlicher, nicht gehärteter Stahl mit 0,31 % Kohlenstoff, wie ihn die Abbildungen 3 a und 3 b zeigen. In der Abbildung 3 a erkennt man schwarze Inseln, die in einer weißen Grundmasse eingelagert sind, diese erscheint besonders in der Mitte des Bildes in Form von länglichen Streifen, welche Gefügeform auch als „Zeilengefüge" bezeichnet wird. Die weiße Grundmasse ist reines, kohlenstofffreies Eisen, auch „Ferrit" genannt, während die dunklen Bestandteile einerseits Ferrit und andererseits den Kohlenstoff, gebunden an Eisen in Form eines Karbides enthalten; dieses Eutektoid wird als „Perlit" bezeichnet. Die hier vorliegende Ausbildungsform des Perlits und besonders die großen Ferritzeilen, die übrigens in ihrer Mitte noch eine feine Schlackenlinie enthalten, verschlechtern die mechanisch-technologischen Eigenschaften. Unterwirft man einen Stahl mit einem solchen Zeilengefüge einer thermischen Behandlung durch Glühen bei einer bestimmten Temperatur mit nachfolgender langsamer Abkühlung, so tritt eine wesentliche Verfeinerung des Gefüges ein und gleichzeitig verschwinden die Ferritzeilen, eine Gefügeveränderung, welche sich durch eine Umkristallisation im festen Zustande vollzieht. Das Bild 3 b zeigt bei gleicher Vergrößerung den gleichen Stahl nach einer thermischen Behandlung, die in 30 Minuten dauerndem Glühen bei 920° C mit nachfolgender langsamer Abkühlung bestand. Ein Vergleich der beiden Bilder läßt die Veränderung des Gefüges deutlich erkennen und ohne daß eine Änderung der chemischen Zusammensetzung eintrat, sind die mechanischen Eigenschaften, insbesondere die Kerbzähigkeit, wesentlich verbessert worden. Derartige Erkenntnisse über Qualitätsverbesserungen können nur mit dem Mikroskop gewonnen werden, und zwar nur dann, wenn vergleichende Untersuchungen zwischen dem Gefügeaufbau und den jeweiligen, mit ihm in Zusammenhang stehenden Eigenschaften angestellt werden.

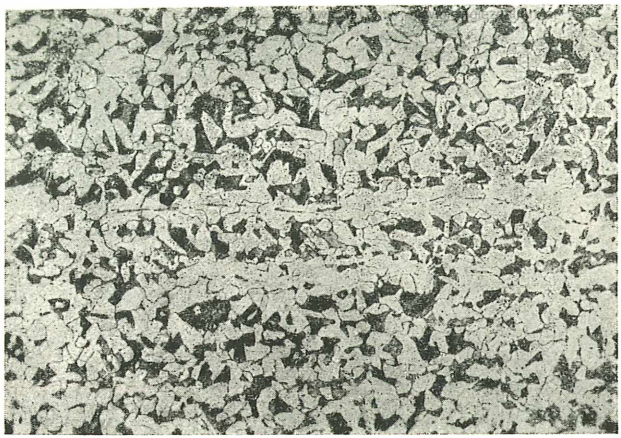

Abb. 3a. Stahl mit 0,31% Kohlenstoff, thermisch nicht behandelt. Die Grundmasse besteht aus Ferrit (hell), in welchem zeilenförmig angeordneter Perlit (dunkel) eingelagert ist; im mittleren, hellen Ferrit-Streifen ist noch eine fadenförmige Einlagerung von Schlacke enthalten. Die mechanisch-technologischen Eigenschaften sind schlecht. (Abb.-Maßstab = 100:1)

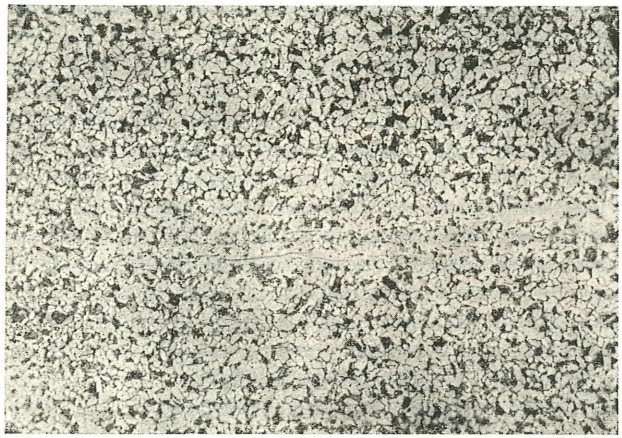

Abb. 3b. Stahl mit 0,31% Kohlenstoff, durch 30 Minuten dauerndes Glühen bei 920° C u. darauffolgendes langsames Abkühlen thermisch behandelt. Gefüge wie bei Abb. 3a, jedoch sind die Kristallite durch Umkristallisierung in festem Zustand beträchtlich verkleinert worden und gleichmäßiger angeordnet. Die mech.-techn. Eigenschaften sind gut. (Abb.-Maßstab = 100:1)

Wenn hier von vergleichenden Gefügeuntersuchungen gesprochen wird, die im Prinzip darin bestehen, daß die Gefügeausbildung von gutem mit jener in schlechtem Material verglichen wird, so könnte leicht die Ansicht entstehen, daß dies der einzige Weg einer Gefügeidentifizierung sei, und die Entzifferung und Deutung eines Gefügebildes auf Grund der mikroskopischen Untersuchung eine rein auf Empirie und reicher Erfahrung aufgebaute Angelegenheit darstelle. Das ist keineswegs der Fall. Es ist wohl richtig, daß gerade für die Erkennung von Materialfehlern und von abnormalen Gefügeerscheinungen ein großes Maß von Erfahrungen, Erinnerungsvermögen und persönlicher Urteilsfähigkeit des betreffenden Mikroskopikers erforderlich ist. Die Grundlagen für die Beurteilung eines normalen Gefüges, z. B. welche Kristallarten bei dieser oder jener Legierung auftreten können,

oder welche Veränderungen das Gefüge bei einer thermischen Behandlung erfährt, bedürfen aber nicht einer Erfahrung oder eines Vergleiches, sondern sind durch die Gesetze der heterogenen Gleichgewichte im vorhinein bestimmt. Wenn man bedenkt, daß uns nach dem periodischen System der Elemente 74 Metalle zur Verfügung stehen (von welchen allerdings nur 19 in der Technik verwendet werden) und, daß die Legierungen aus diesen Metallen nicht immer aus nur zwei, sondern meistens aus drei und mehreren Metallen, noch dazu in verschiedenen Konzentrationen zusammengesetzt sind, so ergibt sich eine kaum zu übersehende Menge von Legierungen und damit auch von Gefügen, die sämtliche auch nicht annähernd nur aus der bloßen Erfahrung heraus beurteilt werden könnten. Die Natur ist aber in ihren Erscheinungsformen nicht immer so kompliziert, wie es oft auf den ersten Blick erscheint, und so liegt es auch hinsichtlich der Kristallarten, die einen metallischen Werkstoff aufbauen können. Die Vielfältigkeit liegt in erster Linie in ihrer chemischen Zusammensetzung, während sich die Kristallarten auf einige wenige Typen, wie Mischkristalle, Eutektika, intermetallische Verbindungen und dergleichen beschränken.

Wie schon erwähnt, sind die Gesetze des heterogenen Gleichgewichtes und weiters die Methode der thermischen Analyse die Grundlage, aus denen das gegenseitige Verhalten zweier oder mehrerer Metalle in einer Legierung abgeleitet werden kann. Dieses gegenseitige Verhalten der Metalle, aus denen eine Legierung aufgebaut ist, wird sowohl für den geschmolzenen als auch für den erstarrten Zustand in den „Zustandsdiagrammen" der einzelnen Systeme graphisch dargestellt. Aus ihnen ist zu ersehen, ob die Komponenten der Legierung miteinander im festen Zustande Mischkristalle, Eutektika oder andere, die Kristallarten aufbauende Phasen bilden. Heute sind schon fast von allen metallischen Zweistoffsystemen, den „binären Legierungen" und von einer großen Zahl ternärer Legierungen, vornehmlich jenen, die in der Technik verwendet werden, die Zustandsdiagramme bekannt. Aus diesen Diagrammen können die Kristallarten ermittelt werden, die bei einer bestimmten Konzentration der Legierungspartner und einer dazugehörigen Temperatur im Gefügebild auftreten, sofern die betreffende Legierung nicht rasch abgekühlt wurde. Darüber hinaus geben sie auch Aufschluß über eventuelle Veränderungen, die im kristallinen Aufbau einer Legierung eintreten können, wenn diese bei höheren Temperaturen geglüht wird, denn es sind viele Fälle bekannt, wo bei höheren Temperaturen das Gefüge aus nur einer Kristallart besteht, während bei Raumtemperatur zwei oder mehrere Kristallarten nebeneinander vorhanden sein können. Es wäre ganz unmöglich, sich alle diese fakultativen Gefügeausbildungen nur aus der Erfahrung heraus zu merken und im gegebenen Falle zu erkennen. Nein, hier setzt die theoretische Vorbildung des Mikroskopikers ein, der in der Lage sein muß, die in der Literatur vorliegenden Zustandsdiagramme richtig zu lesen und auszuwerten.

Trotz der hohen Ausbildung der Zustandsdiagramme bleiben doch noch viele Erscheinungen in den verschiedenen Gefügen hinsichtlich ihrer Deutung

ungeklärt, solche nämlich, über welche auch das beste Diagramm nichts auszusagen vermag. Die Ursache für dieses Versagen liegt aber nicht etwa in einer Unvollkommenheit der Methodik, die zur Aufstellung der Zustandsdiagramme benützt wird und ebensowenig in den Diagrammen selbst, sondern es können außerhalb liegende Einflüsse Gefügeerscheinungen verursachen, welche nach dem betreffenden Zustandsdiagramm weder erwartet noch auch in ihm zum Ausdrucke kommen können. Ein solcher Fall, daß im Zustandsdiagramm von der Existenz einer Kristallart, welche aber tatsächlich im Gefüge aufgefunden wird, nichts vermerkt ist, tritt immer dann ein, wenn die Legierung rasch abgekühlt wird und daher auch rasch erstarrt (wie etwa bei der Härtung des Stahles) und die untersuchte Legierung sich daher nicht im Zustande des für das Diagramm geforderten Gleichgewichtes befindet.

In allen anderen Fällen, wo wohl auch gegenüber den Angaben des Zustandsdiagrammes abnormale Gefügeausbildungen oder Gefügebestandteile auftreten, diese aber nicht durch thermische Einflüsse verursacht sind, interessiert natürlich in erster Linie die chemische Natur der betreffenden Abweichung vom normalen Gefüge. Darüber kann aber die alleinige mikroskopische Betrachtung gewöhnlich keine sichere Aufklärung schaffen und es ist daher notwendig, nach Mitteln und Wegen zu suchen, die bei gleichzeitiger mikroskopischer Betrachtung auch eine Aussage über die chemische Natur solcher abnormaler Gefügeelemente erlauben.

Die ersten Versuche in dieser Richtung sind mit polarisiertem Lichte an Stelle des gewöhnlichen Lichtes angestellt worden, und sie zeigten, daß damit zwischen optisch isotropen und optisch anisotropen Gefügebestandteilen leicht unterschieden werden kann. Damit war der erste Schritt für eine chemische Charakterisierung von Gefügeelementen, zumindest nach einer Richtung, nämlich nach ihrem optischen Verhalten, getan. Die Untersuchungen im polarisierten Lichte sind aber allein auf das optische Verhalten des Untersuchungsobjektes beschränkt und innerhalb der zwei Möglichkeiten, optisch isotrop oder optisch anisotrop, lassen sie keine weitere chemische Charakterisierung zu. Trotzdem bedeutet diese Untersuchungsart für die Gefügelehre einen großen Fortschritt und besonders beim Studium der nichtmetallischen Einschlüsse können Ergebnisse gewonnen werden, die mit der gewöhnlichen Metallmikroskopie nicht zu erzielen sind. Ein Beispiel dafür wäre Chrom-Nickel-Stahl, in welchem sich das optisch aktive trigonale Chromkarbid bei unsachgemäßer Wärmebehandlung an den Korngrenzen abscheidet und sich im polarisierten Lichte als hell aufleuchtende Ausscheidung zeigt (Abb. 4a u. 4b).

Da das eben beschriebene Verfahren doch eigentlich nur eine physikalische Erscheinung — nämlich das Verhalten im polarisierten Lichte — als Grundlage für eine chemische Identifizierung einzelner Gefügeelemente benützt, war man weiter bestrebt, auch durch wirkliche chemische Reaktionen Unterscheidungen zu erzielen. Die einfachste Art, diesem Ziele näher zu kommen, besteht wohl darin, daß man die üblichen Ätzmittel, deren Wirkung ja rein elektrochemischer Natur ist und eine Differenzierung im Gefüge nur durch verschieden starken Angriff des Ätzmittels ermöglicht, mit Substanzen ver-

©Akademie d. Wissenschaften Wien; download unter www.biologiezentrum.at

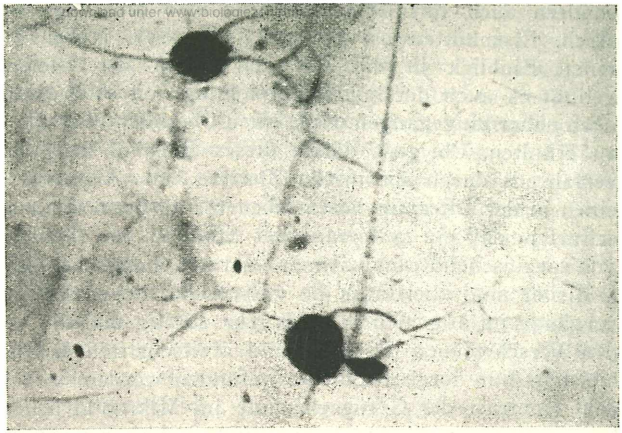

Abb. 4 a. Chrom-Nickel-Stahl, bei welchem in gewöhnlichem Licht an den Korngrenzen nichts besonders bemerkbar ist. (Abbildungsmaßstab = 800:1)

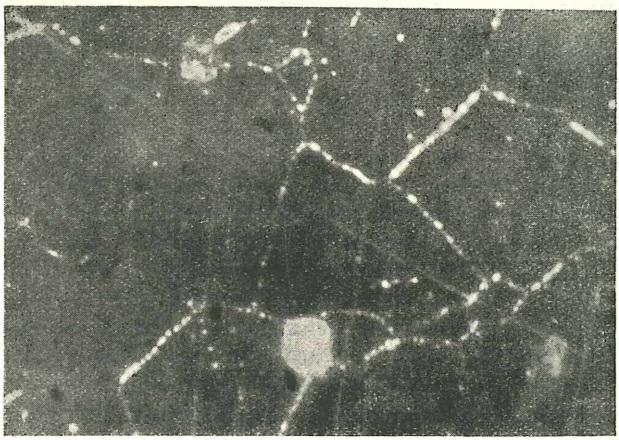

Abb. 4 b. Chrom-Nickel-Stahl, bei welchem in polarisiertem Licht an den Korngrenzen feine Chromkarbid-Ausscheidungen als helle Punkte sichtbar sind. (Abbildungsmaßstab = 800:1)

setzte, die im Gefüge farbige Niederschläge erzeugen, aus denen dann weitere Schlüsse gezogen werden können. Gewöhnlich bleiben aber derartige Versuche auf den einen oder anderen speziellen Fall beschränkt und entbehren der allgemeinen Anwendbarkeit. Ein solcher spezieller Fall liegt z. B. beim metallographischen Nachweis von Blei in Stahl vor. Bekanntlich enthalten die Automatenstähle etwa 0,15 bis 0,30% Blei und es ist erwünscht, einen Einblick in die Größe und Verteilung der Bleieinschlüsse (die in elementarer Form auftreten, da zwischen Blei und Eisen keine Löslichkeit besteht) zu gewinnen. Durch eine entsprechende Ätzlösung, die aus Alkohol, Essigsäure, Wasser und wenig Kaliumjodid zusammengesetzt ist, gelingt es, auf den Bleieinschlüssen gelbes Bleijodid zur Abscheidung zu bringen, das im Mikroskop leicht zu erkennen ist, wobei allerdings nicht nur metallische,

sondern auch oxydierte Bleieinschlüsse angezeigt werden (K. E. VOLK, Arch. Eisenhüttenwes. **16** [1942/43] 81). Neben diesem Verfahren, das einen Einblick in die Art und Form der Bleieinschlüsse ermöglicht, gelingt es auch durch die Herstellung von Abdruckbildern, auf die später noch näher eingegangen wird, einen Überblick über die Art der Bleiverteilung zu erhalten. Übrigens dürfte dieses Beispiel der Verfeinerung eines Ätzverfahrens durch spezifische Zusätze zum Ätzmittel nicht nur auf diesen einen in der Literatur beschriebenen Fall beschränkt sein, sondern es ist zu erwarten, daß ein systematisches Studium von Ätzvorgängen in Gegenwart von spezifischen Reagenzien zu einer Art chemischer Gefügelehre führen kann.

Bisher sind allerdings die wissenschaftlichen Erkenntnisse über die Ätzvorgänge im allgemeinen noch sehr dürftig und die vielen Ätzmittel, die in den verschiedenen Büchern und Zeitschriften beschrieben wurden, sind meistens nur durch Probieren gefunden worden, wobei ihr Effekt nur nach dem Kontrast der Gefügeelemente im Mikrobild beurteilt wurde. Die Wirkungen der verschiedenen Ätzmittel sind aber nur auf das unterschiedliche elektrochemische Verhalten der einzelnen Gefügeelemente gegenüber einem Elektrolyten, nämlich dem Ätzmittel, zurückzuführen und nicht auf ihre chemische Natur, die dabei unberücksichtigt bleibt. Erst wenn gleichzeitig mit der unterschiedlichen Wirkung des Ätzens auf die verschiedenen Kristallarten auch eine chemische Identifizierungsreaktion an der Oberfläche der Kristallite eingeleitet wird, können derartige Verfahren eine direkte qualitative chemische Feststellung eines oder mehrerer Gefügebestandteile ermöglichen.

Im Zusammenhange mit den Ätzvorgängen sind auch die Anlaßätzverfahren zu erwähnen. Das Feingefüge von legierten Stahlsorten kann auch durch Erhitzen an Luft entwickelt werden, wobei sich auf den einzelnen Gefügeelementen Oxydschichten ausbilden, die im Mikroskop zufolge ihrer unterschiedlichen Schichtdicke verschiedene Interferenzfarben zeigen. Auf diese Weise ist es möglich, den Anteil an Ferrit und Austenit in hochlegierten Chrom-Nickel- und Chrom-Mangan-Stählen deutlich zu unterscheiden, denn der Austenit nimmt eine violette, während der Ferrit eine gelbliche Anlauffarbe annimmt, eine Erscheinung, die darauf beruht, daß der Austenit in der Reihenfolge der Anlauffarben dem Ferrit vorauseilt. In Stählen mit höherem Kohlenstoffgehalt zeigen auch die Karbide verschiedene Anlauffarben und es wird die Aufgabe weiterer Untersuchung sein, ob dieses einfache Verfahren eine Unterscheidung der einzelnen Karbidarten zuläßt.

Vom Standpunkt des Chemikers können aber diese Methoden einer chemischen Identifizierung von Gefügeelementen nicht befriedigen, denn sie entbehren ja letzten Endes den für ein Element charakteristischen chemischen Nachweis, wie dieser z. B. bei der Ausführung einer qualitativen chemischen Analyse geliefert wird. Soll daher die chemische Natur eines Gefügebestandteiles richtig chemisch erfaßt werden, so liegt die Lösung dieser Aufgabe in der Ausführung eines chemischen Nachweises am Schliff selbst, und zwar unter gleichzeitiger mikroskopischer Betrachtung des Ausfalles der Reaktion. Die bekannten qualitativen Reaktionen, derer sich die analytische Chemie

gewöhnlich bedient, reichen allerdings wegen ihrer für die beabsichtigten Zwecke zu geringen Empfindlichkeit und besonders wegen der mangelnden Spezifität für ein nachzuweisendes Element nicht hin, um bei der chemischen Gefügeidentifizierung mit Erfolg Verwendung zu finden. Anders liegen die Möglichkeiten bei der Heranziehung von mikrochemischen Nachweisen, die die Bedingung einer entsprechenden Spezifität sowie einer genügenden Empfindlichkeit für das nachzuweisende Element in sich vereinigen. Die Lösung der Aufgabe durch eine Vereinigung des mikrochemischen Nachweises mit der optischen Untersuchung des Schliffes erscheint also als grundsätzlich möglich. Natürlich ist dafür eine eigene Untersuchungstechnik erforderlich, die besonders die Örtlichkeit der Nachweise zu berücksichtigen hat. Die Untersuchungstechnik, die ich dazu mit einigen Mitarbeitern entwickelt habe, besteht im Prinzip darin, daß mit Hilfe eines von der Firma Optische Werke C. REICHERT in Wien gebauten Mikromanipulators, der eine nach den drei Richtungen mittels Mikrometerantrieb verstellbare Kapillare besitzt, die Mikroreaktion am Schliff während der mikroskopischen Betrachtung ausgeführt wird. Diese Methode führt in allen Fällen zum Ziele, wo die zu untersuchende Stelle, z. B. ein Kristallit oder eine Ausscheidung aus den Kristalliten, entsprechend chemisch reaktionsfähig ist und eine direkte Umsetzung mit den aufgebrachten Reagenslösungen stattfindet. Es entstehen meistens gefärbte Reaktionsprodukte, welche die chemische Natur der geprüften Stelle anzeigen. So gelingt es z. B. sehr einfach, ungelöstes Kupfer in Eisen oder ausgeschiedenes Eisen in Messing festzustellen. Auch die Komponenten von Mischkristallen oder von Eutektika können auf diese Art chemisch identifiziert werden. Sehr wertvolle Einblicke konnten wir mit Hilfe dieser Methode über das korrosionschemische Verhalten eines Gefüges gegenüber einem beliebigen angreifenden Agens durch die Ausführung von Mikrokorrosionsversuchen erhalten. Diese Art von Untersuchungen gewähren den einzigen Einblick in das korrosionschemische Verhalten der einzelnen Kristallarten und sonstigen Gefügebestandteilen, was bei den üblichen Untersuchungen auf Korrosionsbeständigkeit nicht der Fall ist. Es ist daher mit diesen Mikrokorrosionsprüfungen möglich, in einem heterogenen Gefüge jene Kristallarten auszuforschen, die von irgendeiner Lösung korrodiert werden und dadurch für den Aufbau einer gegenüber dieser Lösung korrosionsbeständigen Legierung wichtige Hinweise zu erhalten. In diesem Zusammenhange sei erwähnt, daß die Erscheinungen der Schichtkorrosion mikrochemisch unter dem Metallmikroskop leicht verfolgt werden können.

In vielen Fällen, besonders bei dem Versuch, nichtmetallische Einschlüsse chemisch zu charakterisieren, zeigen allerdings die zu untersuchenden Stellen bzw. Einschlüsse nicht die erforderliche Reaktionsfähigkeit. In solchen Fällen kann sie aber durch eine Vorbehandlung des Schliffes, z. B. mit Laugen oder durch die Einwirkung von Gasen, wie Ammoniak oder Bromdampf, erzielt werden, woran anschließend dann der chemische Nachweis geführt wird. So konnten Einschlüsse im Stahl, z. B. Tonerde, mit der für Aluminium spezifischen Alizarinreaktion oder Mangansilikate durch eine für Mangan bzw.

Kieselsäure charakteristische Reaktion eindeutig nachgewiesen werden. Die Verwendung mikrochemischer Reaktionen ist aber nicht nur für örtliche Reaktionen auf einem metallographischen Schliff allein beschränkt, sondern sie können auch mit gutem Erfolg für die lokalisierte Erkennung von Inhomogenitäten, Seigerungen, Verteilung der nichtmetallischen Einschlüsse auf einer Oberfläche sowie Prüfung von Schutzschichten auf Poren und ihre Verteilung und dergleichen angewendet werden.

Durch die Übertragung der Reaktionsprodukte vom Metallschliff auf ein anderes Medium gelangt man zu einer Arbeitsmethode, die als „Abdruckverfahren" bezeichnet werden kann. Im Prinzip besteht die Arbeitsweise darin, daß zunächst Gelatinepapier mit dem für das nachzuweisende Element spezifischen und empfindlichen Reagens getränkt und dann auf das Untersuchungsobjekt gepreßt und während einiger Minuten darauf belassen wird. Der im Untersuchungsobjekt nachzuweisende Stoff setzt sich mit dem auf der Gelatinefolie vorhandenen Reagens um, und, wenn das Reaktionsprodukt farbig ist, entsteht auf der Folie ein Abdruckbild. Ein solches Abdruckbild liefert also eine Abbildung der örtlichen Verteilung der nachzuweisenden Stoffe unter gleichzeitiger chemischer Charakterisierung derselben. In jenen Fällen, wo keine direkte Umsetzung zwischen nachzuweisenden Stoffen und Reagens zu einem farbigen Reaktionsprodukt erfolgt, wird das Gelatinepapier nur mit einem erforderlichen Lösungsmittel präpariert und getrennt in einer Reagenslösung behandelt. Die farbigen Reaktionsprodukte werden auf der Gelatineschichte fixiert und liefern im fertigen Abdruck eine spiegelbildliche Darstellung jener Stellen, an denen im Werkstoff die nachzuweisenden Stoffe gelegen waren. Nach diesem Verfahren ist es z. B. möglich, die Verteilung und Anordnung nichtmetallischer Einschlüsse in einer Stahloberfläche zu bestimmen (M. NIESSNER, Mikrochemie **12** [1932]: 19 und Arch. Eisenhüttenwes. **13** [1939/40] 355) oder die Stellen der Phosphor- und Schwefelseigerungen in Stahl zu finden (H. GRUBITSCH und P. WARBICHLER, Arch. Eisenhüttenwes. **16** [1942/43] 77). Der Nachweis der örtlichen Verteilung von Einschlüssen in einer Stahloberfläche wird mit salzsaurer Kaliumferrocyanidlösung ausgeführt, wobei im Abdruckbild die Einschlüsse dunkelblaue Bilder geben, Phosphorseigerungen werden mit Phosphorammoniummolybdat und nachfolgender Reduktion zu Molybdänblau nachgewiesen, während die Seigerungen des Schwefels durch Quecksilbersalze und Jodazidlösung eindeutig erfolgt usw. Auf dem gleichen Prinzip, unter Benützung der für die jeweilig nachzuweisenden Elemente spezifischen Reaktionen, beruhen z. B. auch die Porenprüfung von metallischen und nichtmetallischen Überzügen, wie verchromtes Kupfer, vernickeltes Eisen u. v. a.[1])

Außer dieser von mir entwickelten Arbeitsrichtung, welche sowohl makro-

[1]) Die bildliche Wiedergabe von solchen Nachweisen kann mit Rücksicht auf die derzeitige Schwierigkeit, farbige Reproduktionen herzustellen, noch nicht in diesem Heft erfolgen. Sie wird in einem der nächsten Hefte dieser Zeitschrift nachgeholt werden.

skopische wie auch mikroskopische Betrachtungen bei gleichzeitiger chemischer Charakterisierung der zu untersuchenden Stelle gestattet, eröffnen sich für eine weitere Entwicklung der Gefügelehre noch andere in der Richtung des chemischen Erkennens der Gefügeelemente liegende Möglichkeiten. Eine solche Möglichkeit liegt in der Fluoreszenzmikroskopie, wie sie in der Biologie und Medizin schon seit längerem benutzt wird (R. MITSCHE, Berg- u. hüttenmänn. Mh. montan. Hochschule Leoben **86** (1938), 1/2 : 1).

Wie fluoreszenzmikroskopische Untersuchungen, die ich in letzter Zeit anstellte, zeigen, verspricht die primäre Fluoreszenz nur in den seltensten Fällen, z. B. beim Nachweis von Zinkoxyd in Zinklegierungen, einen Erfolg. Weitaus günstigere Ergebnisse sind voraussichtlich bei der Verwendung von sekundären Fluoreszenzerscheinungen zu erwarten, bei welchen durch entsprechende Präparation des Schliffes charakteristische Fluoreszenzen einzelner Gefügebestandteile auftreten, die als Nachweis bestimmter Elemente gewertet werden können. Diese Art von Gefügeuntersuchungen steht erst am Anfang der Entwicklung, es können aber auf sie berechtigte Hoffnungen für weitere Fortschritte in der chemischen Identifizierung von Gefügebestandteilen gesetzt werden.

Die Heranziehung und Ausbildung von Mikroverfahren für metallographische Zwecke erwies sich aber nicht nur geeignet für die Klärung des chemischen Aufbaues eines Gefüges, sondern sie ist auch für die mechanisch-technologischen Prüfungen von Bedeutung. Die Entwicklung des Mikrohärteprüfers[2]) und einer Mikrozerreißmaschine sind ein Zeugnis dafür, daß eine weitere Verfeinerung in der Untersuchung der Gefüge nicht nur erstrebt wird, sondern auch tatsächlich erfolgen kann. Insbesondere der Mikrohärteprüfer gestattet es, die Härte jeder einzelnen Kristallart eines Gefüges zu bestimmen, wodurch neue Möglichkeiten für die Erforschung verschiedener metallkundlicher Gegebenheiten, wie z. B. die Vorgänge der Ausscheidungshärtung oder Diffusionsvorgänge geboten werden.

Wenn man bedenkt, welche neue Welt das Metallmikroskop dem Menschen in einem oft unansehnlichen Stück Metall erschlossen hat, so darf man mit Recht stolz sein, wie viel von den Rätseln der Natur das Bemühen und Forschen enthüllte. Und wenn man dachte, daß mit den Metallmikroskopen, die heute in hochentwickelter Vollendung zur Verfügung stehen, die letzten Geheimnisse der Gefügelehre enthüllt seien, so zeigt sich jetzt dahinter erst recht weites Neuland. Immer neue Forderungen und Notwendigkeiten treten in dem zwar stillen, aber rastlosen Vorwärtsschreiten wissenschaftlicher Forschung und Erkenntnis auf und der Mensch ersinnt immer neue Mittel und Wege, um weiter in die Geheimnisse der Natur, in ihre Gesetzmäßigkeiten und Offenbarungen einzudringen. Allerdings muß er es auch verstehen, sich zu bescheiden, er muß erkennen, daß seiner Tätigkeit auch Grenzen gesetzt sind, denn es gibt Rätsel der Natur, welche die Forschung auch mit ihren besten und vollkommensten Methoden nicht lösen wird.

---

[2]) Über mit einem Mikrohärteprüfer erzielte Ergebnisse wird in einem der nächsten Hefte dieser Zeitschrift berichtet werden (Anmerk. d. Red.).

ZOBODAT - www.zobodat.at

Zoologisch-Botanische Datenbank/Zoological-Botanical Database

Digitale Literatur/Digital Literature

Zeitschrift/Journal: Mikroskopie - Zentralblatt für Mikroskopische Forschung und Methodik

Jahr/Year: 1946/1947

Band/Volume: 1

Autor(en)/Author(s): Niessner Moritz

Artikel/Article: Die Metallmikroskopie in Wissenschaft und Praxis. 6-17