

Handbuch der metallographischen Schleif- Polier- und Ätzverfahren

Von

Torkel Berglund

Stockholm

Erweiterte deutsche Bearbeitung

von

Antonie Meyer

Düsseldorf

Mit 44 Abbildungsgruppen und 12 Einzelbildern
im Text



Berlin
Verlag von Julius Springer
1940

Dipl. Ing. Joh. Hahn
Landshut / Bay.
Schwestergasse 26a

Alle Rechte vorbehalten.

ISBN-13: 978-3-642-47114-8 e-ISBN: 978-3-642-47370-8
DOI: 10.1007/978-3-642-47370-8

Softcover reprint of the hardcover 1st edition 1940

Vorwort.

Die gesteigerten Anforderungen des technischen Fortschritts geben der Werkstofffrage immer größere Bedeutung. Vierjahresplan und Krieg erfordern Umstellung auf neue Werkstoffe oder Abänderung bereits bewährter durch Verwendung von Austauschstoffen. Dadurch werden die Werkstoffprüfer der Erzeugungs- wie Verbrauchsindustrie vor neue Aufgaben gestellt. Der Erfolg ist abhängig von der richtigen Werkstoffwahl und -beurteilung, und diese werden ermöglicht durch geeignete Untersuchungsverfahren. Unter diesen spielt die angewandte Metallographie eine wichtige Rolle.

Die schwedische Ausgabe des Handbuches erschien im Jahre 1928. Die Anregung dazu gab G. MALMBERG, der Vizepräsident des Schwedischen Metallographenbundes.

Die erste Bearbeitung des Schrifttums wurde B. PALMGREN übertragen. An der Beendigung dieser Arbeit verhindert, übergab er die bereits gesammelten Unterlagen T. BERGLUND, der die Durchsicht des Schrifttums fortsetzte und die Zusammenstellung bearbeitete.

Verschiedene Abschnitte des Handbuches wurden von C. BENEDICKS, dem Präsidenten des Schwedischen Metallographenbundes, durchgesehen.

Ferner nahm sich G. PHRAGMÉN, der Sekretär des Bundes, der sorgfältigen Durchsicht des gesammelten Stoffes der schwedischen Ausgabe an.

Eine Umfrage bei 18 schwedischen Stahlwerken und Laboratorien brachte wichtige Ergänzungen aus Betriebserfahrungen.

Im Jahre 1931 erschien eine vervollständigte englische Übersetzung von W. H. DEARDEN im Verlage von Pitman and Sons, London.

Das BERGLUNDSche „Ätzhandbuch“ wurde in der deutschen Bearbeitung zu einem „Handbuch der metallographischen Schleif-, Polier- und Ätzverfahren“ erweitert, da die steigenden Anforderungen der Schliﬀvorbereitungstechnik und die sich mehrenden Veröffentlichungen auf diesem Gebiet es zweckmäßig erscheinen ließen, diese Technik in einem gesonderten Abschnitt ausführlicher zu behandeln. Die Vervollkommnung dieser Verfahren beruht auf der Erkenntnis, wie stark unsachgemäße Schliﬀvorbereitung die nachfolgende Gefügeentwicklung beeinträchtigen kann, deshalb wird immer wieder darauf hingewiesen, daß die metallographische Gefügeuntersuchung bei der Probenvorbereitung und nicht erst am Mikroskop beginnt.

Für jedes Werkstoffgebiet stehen zahlreiche erprobte Verfahren zur Verfügung. Die vielfach herrschende Meinung, daß die Anfertigung von Schliﬀflächen für die Sichtbarmachung feinsten Gefügeeinzelheiten besonders schwierig sei, ist heute nicht mehr berechtigt. Bei der Durchsicht des im Handbuch gesammelten Stoffes mag die Frage auftauchen, ob die Anführung mehrerer Verfahren für einen gleichen Zweck nicht verwirrend wirkt, — ob es nicht zweckmäßiger gewesen wäre, nur besterprobte Verfahren auszuwählen und damit dem Werkstoffprüfer gewisse Normverfahren an Hand zu geben. Wer aber vermöchte

zu entscheiden, welche Verfahren die bestgeeigneten sind? Abgesehen davon, daß es nicht möglich war, alle sich im Schrifttum findenden Angaben auszuprobieren, führt auch das gleiche Verfahren in verschiedenen Händen zu sehr ungleichen Ergebnissen. Sorgfältigkeit der Ausführung, zur Verfügung stehende Arbeitskräfte, Hilfsmittel, Chemikalien u. dgl. beeinflussen oft die Wahl und das Gelingen eines Verfahrens. Es muß deshalb den Benutzern des Handbuches überlassen werden, für sich und ihr Arbeitsgebiet die geeignetsten Verfahren zu erproben und diese wie im Reiseführer mit einem Stern zu versehen.

Erfahrungsgemäß führt eine Fülle von Anregung am leichtesten zur Entwicklung neuer Verfahren, und die Übersicht über bereits geleistete Arbeit kann dabei wegweisend und zeitsparend wirken. Je ausführlicher die Beschreibung eines Verfahrens und je klarer seine chronologische Entwicklung angegeben wird, um so leichter ist die Erkennung von Fehlern bei der Handhabung, und um so rascher sind alle wesentlichen Einflüsse zu überblicken.

Gewisse Parallelerscheinungen auf verschiedenen Gebieten führen zu einer besseren Erkenntnis der Wirkungsweise bestimmter Verfahren und erleichtern dadurch die Erprobung von Arbeitsverfahren für noch unbekannte Werkstoffe. Die erste Auswahl zunächst anzuwendender Verfahren wird durch die den meisten Abschnitten des Handbuches angegliederten tabellarischen Zusammenstellungen von Schliffvorbereitungs- und Ätzverfahren erleichtert.

Der angewandten Metallographie übermittelt das Handbuch gründliche Anleitung für den Anfänger, die Möglichkeit raschen Aufsuchens geeigneter Prüfverfahren für den Geübten und beiden Ersparnis zeitraubenden Schrifttumsstudiums. Ein Zurückgreifen auf die Erstveröffentlichungen wird nur in besonderen Fällen notwendig sein. Um auch dieses zu erleichtern, wurde das Namenverzeichnis gleichzeitig zu einem Quellennachweis gestaltet.

Bei der deutschen Ausgabe ist J. DUJARDIN und F. RAPATZ für freundliche Förderung, F. R. HIEMANN für seine Mitarbeit und zahlreichen Bearbeitern von Sondergebieten für wertvolle Hinweise und Beratungen zu danken.

Düsseldorf, im März 1940.

Antonie Meyer.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
Einleitung	1
Erster Abschnitt: Probenvorbereitung	3
I. Probenentnahme.	3
II. Einbettverfahren	4
A. Leichtschmelzende Metallegierungen	5
B. Isolierkitt Picein	5
C. Einbettlacke	6
D. Schwefel	6
E. Verschiedene Einbettmittel	6
F. Einbetten in Glas	7
G. Einbetten feiner Drahtproben.	7
H. Elektrolytische Metallniederschläge als Einbettmittel	9
I. Kunstharz	9
1. Schnelleinbettung mit heizbarer Form und Druckpresse (Hartpreßmassen)	10
2. Schnelleinbettung mit heizbarer Form und Druckpresse (Weichpreßmassen)	11
3. Einbetten bei höheren Temperaturen ohne Druck	12
4. Einbetten bei niedrigeren Temperaturen ohne Druck	13
α) Zusatz von Säure als Erhärtungsbeschleuniger	13
β) Füllstoffzusatz	13
γ) Herstellung des Gemisches und Füllen der Formen	13
δ) Erhärtung	14
III. Vorbereitung der Schliffproben	14
A. Vorschlichten	14
B. Schleifen	14
1. Allgemeines.	14
2. Schleifmittel	17
3. Mechanische Bearbeitung der Schlifffläche	17
C. Vorbereitung von Schliffproben für starke Vergrößerungen.	19
D. Vorbereitung von Schliffproben für die Untersuchung nichtmetallischer Einschlüsse	21
E. Das Schleifen von Gußeisenproben	22
F. Selbsttätiges Schleifen und Polieren	25
G. Verfahren zur Trennung und Bestimmung der Korngrößen von Schleif- und Poliermitteln	26
IV. Vorpolierverfahren	27
V. Polierverfahren	29
1. Poliermittel.	30
2. Polierunterlagen	32
3. Das Polierverfahren	33
4. Reliefpolieren	33
5. Säubern und Trocknen der Schliffproben nach dem Polieren	33
6. Elektrolytisches Polieren.	34
Zweiter Abschnitt: Das Ätzen	36
I. Chemische Vorgänge beim Ätzen	37
II. Kornätzung	39
A. Korngrenzen- und Kornflächenätzung	39
B. Ätzmittel zum Nachweis von Äderung	43

	Seite
III. Primärgefügeätzung	46
IV. Beeinflussung der Ätzergebnisse	48
V. Ätzgefäße und Schliffhalter	49
VI. Ätzarten	51
A. Ätzen durch Eintauchen	51
B. Tropfenätzung	51
C. Ätzwaschen	51
D. Ätzen unter Reibwirkung	52
E. Ätzpolieren	52
F. Ätzen durch Elektrolyse	52
G. Das Ätz-Anlaß-Verfahren	54
H. Ätzen mit färbender Wirkung	56
1. Ammoniummolybdat	56
2. Ätzen mit Gelatineüberzug und nachfolgender Färbung	57
3. Ätzen mit Gelatineüberzug und gleichzeitiger Färbung	57
I. Ätzabdruckverfahren	59
K. Ätzen mit geschmolzenen Salzen	59
L. Gefügeentwicklung bei hohen Temperaturen (Vakuum, neutrale Gase)	59
M. Ätzen bei hohen Temperaturen durch Angriff von Gasen	60
N. Ätzen durch kathodische Zerstäubung	60
Dritter Abschnitt: Ätzverfahren für makroskopische Untersuchungen von Eisenlegierungen	61
I. Allgemeines	61
II. Vorbereitung der Proben für makroskopische Untersuchungen	62
A. Säubern der Oberfläche	63
B. Schutzmaßnahmen	63
III. Tiefätzungen	63
A. Ätzmittel	63
1. Schwefelsäure	63
2. Salzsäure	64
3. Schwefelsäure — Salzsäure	65
4. Chrom-Schwefelsäure	65
B. Ausführung von Tiefätzungen	66
C. Beurteilung tiefgeätzter Proben unter Berücksichtigung der Ätzeinflüsse	67
1. Einfluß der Werkstoffzusammensetzung	69
2. Einfluß der Werkstoffherstellung	69
3. Einfluß des Primärgefüges	69
4. Einfluß der Wärmebehandlung des Werkstoffes	69
5. Einfluß der Temperatur des Ätzmittels	70
6. Einfluß der Ätzdauer	70
D. Gefügeerscheinungen tiefgeätzter Proben	70
1. Risse	70
2. Tannenbaumgefüge	70
3. Seigerungen	71
4. Zeilengefüge	71
5. Korngröße	71
6. Entkohlung	72
7. Einsatzhärtung	72
8. Oberflächenfehler	72
9. Schleifrisse gehärteter Proben	72
IV. Verschiedene Ätzverfahren zur Entwicklung makroskopischer Gefügeerscheinungen	72

	Seite
A. Ätzmittel zur Entwicklung von Übersichtsgefüge	72
1. Pikrinsäure	72
2. Salpetersäure	72
3. Jodlösung	72
4. Ammoniumpersulfat	73
B. Kupferhaltige Ätzmittel zum Nachweis von Seigerungen	74
1. Kupferammonchlorid (Heyn)	75
2. Kupfersulfat (Belynski)	77
3. Saure Kupferlösungen	77
α) HUMFREY	77
β) ADLER	77
γ) WHITELEY	78
δ) DICKENSON	78
ε) ROSENHAIN und HAUGHTON	78
ζ) STEAD	79
η) COMSTOCK	80
θ) LE CHATELIER und LEMOINE	80
ι) LE CHATELIER und DUPUY	81
κ) OBERHOFFER	81
λ) FRY	82
μ) CANFIELD	83
ν) d'HUART (Nickel statt Kupfer)	83
C. Makroätzmittel für Sonderstähle	84
1. Makroätzmittel für Chrom-Nickel-Molybdän-Stähle	84
2. Makroätzmittel für Chrom- und Chrom-Nickelstähle	84
D. Kupferhaltige Ätzmittel zum Nachweis von Kaltbearbeitung und Verformungs-	
linien	85
α) FRY	86
β) MEYER und EICHHOLZ	87
γ) WAZAU	88
δ) d'HUART	88
E. Zusammenstellung der kupferhaltigen Ätzmittel	88
F. Zusammenstellung makroskopischer Gefügeerscheinungen von Eisenlegierun-	
gen und der zum Nachweis dienenden Ätzverfahren	90
V. Abdruckverfahren zum Nachweis des Schwefels und seiner Ver-	
teilung	94
A. Schwefelabdruckverfahren nach HEYN	94
B. Verfahren nach van ROYEN und AMMERMANN	94
C. Das Baumann-Verfahren	96
1. Ausführung	97
2. Vorbereitung der Proben	98
3. Verdünnungsgrad der Schwefelsäurelösung	98
4. Einwirkungsdauer	98
5. Auswertung	99
6. Abdrucke auf photographische Platten oder Filme	100
7. Abdrucke von Bruchproben	100
VI. Elektrochemische Abdruckverfahren	102
VII. Verfahren für den makroskopischen Nachweis von Rissen	103
Vierter Abschnitt: Ätzverfahren für mikroskopische Untersuchungen von Eisenlegierungen 104	
I. Einleitung	104
II. Ätzverfahren für Stähle mit niedrigem Kohlenstoffgehalt	105
A. Ätzpolieren	105

	Seite
B. Ätzmittel	106
1. Pikrinsäure	106
2. Pikrinsäure-Salzsäure	106
3. Salpetersäure	108
4. Jodtinktur, Kupferammonchlorid	110
5. Ammoniumpersulfat	110
III. Ätzverfahren für ungehärtete Kohlenstoffstähle	111
A. Gefügeentwicklung	111
1. Pikrinsäure	111
2. Salpetersäure	112
3. Metanitrobenzolsulfonsäure	113
4. Jodlösung	113
5. Kaliumbitartrat	113
B. Ätzmittel zum Nachweis von Zementit.	113
1. Kalium- oder Natriumhydroxyd	113
2. Alkalisches Natriumpikrat	113
3. Alkalisches Natriumbenzoat	114
4. Alkalisches Natriumplumbat	114
5. Pyrogallol oder Gallussäure	114
6. Alkalisches Kaliumferrizyanid	114
7. Alkalisches Kaliumpermanganat.	115
8. Alkalisches Kaliumkupferzyanid	115
9. Elektrolytisches Ätzen	115
10. Anlassen	115
IV. Ätzverfahren für gehärtete und vergütete Stähle.	115
A. Gefügeentwicklung	115
1. Salzsäure in Äthylalkohol	115
2. Salzsäure und Nitrophenol	116
3. Salpetersäure in Äthylalkohol	116
4. Salpetersäure in Amylalkohol.	116
5. Salpetersäure in Glyzerin	117
6. Salzsäure und Eisessig in Alkoholmischung	117
7. Salpetersäure und Nitrophenol	117
8. Salpetersäure und Nitranilin	117
9. Pikrinsäure	117
10. Pikrinsäure und Salpetersäure	117
11. Metanitrobenzolsulfonsäure	118
12. Schweflige Säure	118
13. Eisenchlorid.	118
B. Ätzverfahren zum Nachweis von Eisenkarbid und Härte-Anlaß-Bestandteilen	118
1. Alkalisches Natriumpikrat	118
2. Salpetersäure in Methylalkohol und Nitrobenzol	120
C. Verfahren zur Bestimmung der austenitischen Korngröße	120
1. Eisenchlorid.	120
2. Pikrinsäure	120
3. Pikrin-Salzsäure	120
4. Salzsäure	121
V. Ätzverfahren für legierte Baustähle	121
A. Gefügeentwicklung	121
B. Karbidnachweis	121

VI. Ätzverfahren für Stähle mit hohem Chromgehalt. Rostfreie und hitzebeständige Stähle	121
A. Einteilung der Stähle in Gruppen (n. Vilella).	122
1. Ätzmittel für Gruppe I (über 0,5% C)	123
2. Ätzmittel für Gruppe II (unter 0,5% C)	123
3. Ätzmittel für Gruppe III (austenitische Stähle mit niedrigem C-Gehalt)	123
B. Weitere Ätzmittel für Gefügeentwicklung.	123
1. Salzsäure	123
2. Salzsäure und Salpetersäure	124
3. Salzsäure und Chromsäure	127
4. Salzsäure und Eisenchlorid	127
5. Salzsäure und Kupfersalze	128
6. Salzsäure und Quecksilbernitrat	128
7. Chrom-Schwefelsäure	129
8. Salpetersäure-Flußsäure	129
9. Ferrizyankaliumlösung	129
10. Pikrinsäure-Kupferchlorid	130
11. Magnetpulververfahren	130
12. Elektrolytisches Ätzen	130
C. Karbidnachweis	130
1. Alkalische Hydroxydlösung.	130
2. Karbidätzung nach Murakami	131
3. Alkalisches Kaliumpermanganat.	131
4. Überchlorsäure-Kupfersulfat	131
5. Elektrolytisches Ätzen	131
VII. Ätzverfahren für Stähle mit hohem Nickelgehalt	133
VIII. Ätzverfahren für Stähle mit hohem Manganengehalt	134
A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung	134
B. Karbidnachweis	134
IX. Ätzverfahren für Schnellstähle und andere Wolframstähle	135
A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung	135
B. Ätzmittel für Karbide und Wolframide	135
1. Natriumhydroxyd	135
2. Alkalisches Natriumpikrat	135
3. Murakamisches Ätzmittel. Ferrizyankalium	135
4. Alkalisches Kupferkaliumzyanid.	136
5. Natriumhydroxyd-Wasserstoffsperoxyd	136
6. Neutrale Natriumpikratlösung	136
7. Elektrolytisches Ätzen	137
8. Ätzfolge zum Nachweis von Gefügebestandteilen in Wolframstählen.	137
Einwirkung verschiedener Ätzmittel auf Gefügebestandteile von Sonderstählen	138
Elektrolytische Ätzverfahren zum Nachweis der Gefügebestandteile in Sonderstählen	139
X. Ätzverfahren für Vanadiumstähle	140
A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung	140
B. Ätzmittel für Karbidnachweis	140
1. Ferrizyankalium in schwach alkalischer Lösung.	140
2. Unterscheidung von Chrom- und Vanadiumkarbid	141
XI. Ätzverfahren für Siliziumstähle	141
1. Allgemeine Gefügeentwicklung	141
2. Karbidnachweis	142
XII. Ätzverfahren für nitrierte Stähle	143
A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung	143
B. Tiefenbestimmung von Nitrierschichten durch Ätzmittel	143

	Seite
XIII. Ätzverfahren zur mikroskopischen Untersuchung von Eisenlegierungen	144
XIV. Ätzverfahren für Gußeisen.	149
A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung	149
1. Pikrinsäure	149
2. Ammoniumpersulfat	149
3. Salpetersäure	149
4. Metanitrobenzolsulfonsäure	149
5. Phosphorsäure.	149
B. Ätzverfahren zum Nachweis von Phosphid und Zementit im Steadit	149
1. Tiefätzung mit Salpetersäure	150
2. Alkalisches Natriumpikrat	150
3. Neutrales Natriumpikrat	150
4. Ferrizyankalium.	150
5. Phosphidätzung nach Heike und Gerlach	150
6. Bromkalium	151
7. Ätzanlassen	151
C. Primärgefügeätzung von Gußeisen	153
1. Schwefelsäure	153
2. Salpetersäure-Chromsäure.	153
3. Natriumpikratfärbung	154
Fünfter Abschnitt: Schleif-, Polier- und Ätzverfahren für Hartmetalle, Wolfram und Wolframlegierungen.	155
I. Schleifen und Polieren von Hartmetallen	155
1. Verfahren nach Schröter	155
2. Verfahren nach Gregg und Küttner.	155
3. Verfahren nach Hoyt	156
II. Ätzverfahren für Hartmetalle	156
III. Schliffherstellung und Ätzen von Borkarbid	157
IV. Schliffherstellungs- und Ätzverfahren für Wolfram und Wolframlegierungen.	157
A. Probenvorbereitung.	157
B. Ätzverfahren.	158
1. Ferrizyankalium.	158
2. Wasserstoffsuperoxyd	158
3. Fluß-Salpetersäure	158
V. Ätzverfahren für einige Legierungselemente wie Silizium, Chrom u. a.	158
Sechster Abschnitt: Nachweis und Unterscheidung von Einschlüssen.	159
I. Allgemeines.	159
II. Makroätzverfahren.	159
III. Ätzverfahren zur Kenntlichmachung von Sulfideinschlüssen	160
1. Gelatinehaltige Ätzmittel.	160
2. Alkalisches Natriumpikrat	160
3. Flußsäure.	161
4. Oxalsäure.	161
5. Schwefelsäure	161
6. Unterscheidung von Sulfiden	161
IV. Oxyde und andere Einschlüsse.	163
V. Oxyde neben Sulfiden	163
VI. Oxydische Einschlüsse in Ferrochromlegierungen.	163

	Seite
VII. Nachweis von Nitriden.	165
A. Allgemeines	165
B. Weitere Ätzverfahren für den Nachweis von Nitriden	166
1. Pikrinsäure	166
2. Ferrizyankalium	166
3. Ätzmittel nach Fry	167
4. Ätzmittel nach Comstock	167
5. Ätzmittel nach Ruder und Brophy	167
6. Anlassen	167
VIII. Verhalten verschiedener Einschlüsse gegenüber verschiedenen Ätz- mitteln (nach Urban und Chipman)	167
A. Einwirkung von Ätzlösungen auf nichtmetallische Einschlüsse im Stahl	168
B. Ätzfolge zum Nachweis von Einschlüssen (URBAN und CHIPMAN)	170
C. Ätzfolge zum Nachweis von Einschlüssen (CAMPBELL und COMSTOCK, ergänzt von SCHEIL, BAEYERTZ, VILELLA)	172
D. Ätzmittel	173
1. 10proz. alkoholische Salpetersäure	173
2. 10proz. Chromsäure	173
3. Alkalisches Natriumpikrat	173
4. Zinnchlorür	173
5. 20proz. Flußsäure	173
6. 5proz. alkoholische Salzsäure	173
7. Eisenchlorid	173
8. Jodazidlösung	173
9. Alkalisches Kaliumpermanganat	173
Siebenter Abschnitt: Nichteisenmetalle	174
I. Vorbereitung von Schliffproben aus Nichteisenmetallen	175
II. Ätzverfahren für Nichteisenschwermetalle	176
A. Kupfer	176
1. Salpetersäure	176
2. Salzsäure	177
3. Schwefelsäure	177
4. Chromsäure	177
5. Ammoniak	178
6. Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd	178
7. Ammoniak und Kaliumpermanganat	179
8. Ammoniak und schwach oxydierende Zusätze	179
9. Ammoniak und Kupferammoniumchlorid	179
10. Ammoniumpersulfat	179
11. Kaliumbichromat	179
12. Silbernitrat	180
13. Elektrolytisches Ätzen	180
B. Kupferlegierungen	180
a) Allgemeines	180
b) Makroätzmittel	182
c) Ätzverfahren für α -Messing, α -Bronze	182
d) Ätzverfahren für α - β -Messing und α - δ -Bronze	188
e) Kupfer-Zink-Legierungen mit höherem Zinkgehalt	190
f) Messing und Bronze mit Bleizusatz	191
g) Aluminiumbronze	191
h) Kupfer-Beryllium-Legierungen	193
i) Kupfer-Gallium-Legierungen	193

	Seite
j) Kupfer-Silizium-Eisen-Legierungen	193
k) Kupfer-Silber-Legierungen	194
l) Kupfer-Palladium-Legierungen	194
m) Ätzmittel für Metallüberzüge aus Cu und Ni auf Stahl, Messing und Zink	194
n) Quecksilberprobe zur Auflösung von Spannungen im Messing	195
Ätzmittelzusammenstellung für Kupfer und Kupferlegierungen	186
 D. Nickel und Nickellegierungen	 195
a) Allgemeines.	195
b) Ätzmittel	196
1. Salpetersäure.	196
2. Salpetersäure-Essigsäure	196
3. Salzsäure	196
4. Salzsäure und Eisenchlorid	196
5. Königswasser.	197
6. Schwefelsäure und oxydierende Zusätze	197
7. Pikrinsäure-Salzsäure	197
8. Ammoniumpersulfat	197
9. Elektrolytische Ätzverfahren	197
c) Nickel-Kupfer-Legierungen	199
d) Nickel-Chrom-Legierungen	199
e) Nickel-Beryllium-Legierungen	199
f) Nickelüberzüge	199
g) Ätzmittelzusammenstellung für Nickel und Nickellegierungen.	200
 E. Zink und Zinklegierungen.	 200
a) Vorbereitung von Schliffproben.	200
b) Ätzverfahren für Zink und Zinklegierungen	201
1. Salzsäure	201
2. Salpetersäure.	201
3. Chromsäure	202
4. Chromsäure und Natriumsulfat	202
5. Natrium und Kaliumhydroxyd	203
6. Jodlösung	203
7. Kalilauge-Kupfernitrat	203
8. Elektrolytisches Ätzen	203
9. Atmosphärisches Ätzen	203
c) Ätzmittel für Zink-Eisen-Legierungen	204
d) Ätzmittel für Zinküberzüge.	204
e) Prüfung von Verzinkungsschichten	205
 F. Zinn und Zinnlegierungen (Weißmetalle)	 205
a) Vorbereitung der Schliffproben	205
b) Ätzverfahren	206
1. Salpetersäure.	206
2. Salzsäure	206
3. Salzsäure und Salpetersäure	206
4. Salzsäure und Kaliumchlorat	206
5. Essigsäure	207
6. Eisenchlorid	207
7. Ammoniumpersulfat.	207
8. Ammoniumpolysulfid	207
c) Zinn-Antimon-Kadmium-Legierungen	207
d) Zinn-Wismut-Legierungen	208
e) Ätzmittelzusammenstellung für Zinn und Zinnlegierungen	209

	Seite
G. Blei und Bleilegierungen	209
a) Vorbereitung der Schliffproben	209
1. Verfahren nach Vilella und Beregekoff	211
2. Verfahren nach Lillpop	211
3. Verfahren nach Jones	212
4. Verfahren nach Bassett und Snyder	212
5. Verfahren nach H. Hanemann und A. Schrader	213
b) Ätzverfahren	213
1. Salpetersäure	213
2. Salpetersäure-Eisessig	214
3. Salzsäure	214
4. Salzsäure-Salpetersäure	214
5. Salzsäure-Eisenchlorid	214
6. Essigsäure	214
7. Essigsäure-Wasserstoffsperoxyd	215
8. Pikrinsäure	215
9. Ammoniumpersulfat und Weinsteinsäure	215
10. Silbernitrat	215
11. Natriumhydroxyd	215
12. Bromwasser	215
13. Elektrolytisches Ätzen	215
Ätzmittelzusammenstellung für Blei und Bleilegierungen	216
c) Ätzverfahren für Bleikabellegierungen	217
α) Reines Blei	217
β) Blei-Antimon	217
γ) Blei-Kalzium	218
δ) Blei-Zinn	218
III. Edelmetalle	218
A. Platin, Palladium und Legierungen	218
a) Vorbereitung von Schliffproben	218
b) Ätzverfahren für Platinmetalle und ihre Legierungen	219
1. Ätzen mit Königswasser	219
2. Ätzen mit geschmolzenen Salzen	219
c) Palladium und Palladiumlegierungen	221
B. Gold und Goldlegierungen	221
C. Silber und Silberlegierungen	221
a) Vorbereitung der Schliffproben	221
b) Ätzverfahren	222
1. Eisessig in Alkohol	222
2. Jodlösung und Salzsäure	222
3. Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd	222
4. Anlaßverfahren zwecks Oxydation	222
5. Elektrolytisches Ätzen mit 10proz. Zitronensäure	222
6. Alkoholische Jodlösung	222
7. Salpetersäure-Salzsäure	222
8. Chromsäure-Schwefelsäure	222
9. Chromsäure-Wasserstoffsperoxyd	222
10. Chromsäure-Ammoniumnitrat	222
11. Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd	222
c) Silber-Kupfer-Legierungen	222
d) Silber-Zinn-Quecksilber-Legierungen	223
e) Silber-Antimon-Legierungen	223
f) Silber-Beryllium-Legierungen	223
D. Zusammenstellung von Ätzmitteln für Edelmetalle	224

	Seite
IV. Leichtmetalle	225
A. Aluminium und Aluminiumlegierungen	225
a) Vorbereitung von Schliffproben	225
1. Schleifen	225
Mikrotomverfahren	225
2. Vorpolieren	225
3. Feinpolieren oder Fertigpolieren	226
4. Weiterbehandlung der polierten Proben	226
b) Ätzverfahren zur Entwicklung des Makrogefüges	227
1. Flußsäure-Salzsäure	227
2. Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure	227
3. Natriumhydroxyd	227
4. Schwefelsäure-Flußsäure-Salzsäure	229
5. Schwefelsäure-Natriumfluorid	229
6. Phosphorsäure-Flußsäure	230
7. Eisenchlorid-Flußsäure	230
8. Natriumsulfat-Chromsäure	230
9. Kupferchlorid	230
c) Zusammenstellung von Makroätzverfahren für Aluminium und Aluminium- legierungen	228
d) Ätzverfahren für mikroskopische Untersuchungen	231
1. Natriumhydroxyd	231
2. Flußsäure	231
3. Flußsäure-Salpetersäure-Glycerin	231
4. Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure	233
5. Phosphorsäure	233
6. Eisennitrat	234
e) Ätzverfahren zur Unterscheidung intermetallischer Kristallarten in Aluminium und Aluminiumlegierungen	235
1. Salpetersäure in Wasser (Al_2Cu)	236
2. Salpetersäure in Alkohol (Al_3Mg_2)	236
3. Eisensulfatlösungen (Unterscheidung von Al_2Cu und Al_3Fe)	236
4. Eisennitrat in Äthyl-Alkohol (Al_2Cu)	237
5. Flußsäure	237
6. Natriumhydroxyd	237
7. Pikrinsäure (Al_2Cu)	238
8. Schwefelsäure (Al_3Fe)	238
9. Flußsäure-Salpetersäure in Glycerin	239
f) Vorkommen von Eisen und dessen Nachweis	239
g) Vorkommen und Unterscheidung von Kupfer	240
h) Vorkommen und Unterscheidung von Magnesiumsilizid	241
Ätzmittel für Kleingefügeentwicklung und zum Nachweis von Sonder- bestandteilen in Aluminium und Aluminiumlegierungen	241
Ätzfolge zum Nachweis intermetallischer Kristallarten in Aluminium- legierungen (KELLER u. WILCOX)	243
Ätzverfahren zur Unterscheidung der intermediären Kristallarten in Aluminiumlegierungen (KELLER u. WILCOX, A. SCHRADER)	244
B. Magnesium und Magnesiumlegierungen	246
a) Vorbereitung der Schliffproben	246
b) Ätzverfahren für Magnesium und Magnesiumlegierungen	248
c) Ätzmittelzusammenstellung für Magnesium und seine Legierungen	251
Kenntlichmachung von Gefügebestandteilen in Magnesium-Sandguß- legierungen	253
Verhalten von Magnesium-Guß-Legierungen gegen verschiedene Ätzlösungen	254
d) Zwillingsbildungen in Magnesium und Magnesiumlegierungen	255
Schrifttumsnachweis mit Verfasserverzeichnis	260
Sachverzeichnis	282

Einleitung.

„Das Ätzen erweist sich als ein geeignetes Mittel, um die verschiedenen Eisen- und Stahlarten hinsichtlich Härte, Dichtigkeit und Gleichmäßigkeit oder Ungleichmäßigkeit zu unterscheiden.“
SVEN RINMAN, 1774.

Das Ätzen von Eisen und Stahl mit verschiedenen Säuren zur Sichtbarmachung des Gefüges ist schon lange bekannt. RÉAUMUR (1683—1757) gibt bereits Anleitung, wie Stahlsorten durch Makroätzung voneinander unterschieden werden können. RINMAN empfiehlt 1773 zur Unterscheidung von echtem und wildem Damaststahl Ätzen mit Säuren. N. G. SEFSTRÖM stellt 1825 fest, daß „Ätzen mit Säuren ein gutes Mittel ist, um das gleichmäßige Gefüge von Walzeisen zu zeigen“. WIDMANNSTÄTTEN entwickelt 1808 das Gefüge von geschliffenem und poliertem Meteoreisen durch Ätzen mit Säuren und durch Anlassen. SORBY berichtet 1887 über die Herstellung von „Naturabdrücken“ von Schliffproben, die geschlichtet und grobgeschliffen und mit Säure behandelt wurden. Von dem entstandenen Relief wurden mittels der bei Holzschnitten üblichen Technik Abdrucke genommen.

Bei diesen frühen Ätzverfahren handelte es sich zumeist um Makroätzungen. Erst als das Mikroskop mehr in Anwendung kam, um geschliffene und polierte Metallproben zu untersuchen, führten die Pioniere der Metallmikroskopie: SORBY, MARTENS und OSMOND Versuche mit einer Reihe von Mikroätzmitteln für Eisen und Stahl aus.

Die erste bedeutendere Entwicklung auf dem Gebiet der Metallmikroskopie brachten die Jahre 1870—1880. Zu dieser Zeit dienten sehr verdünnte Säurelösungen als Ätzmittel, besonders Lösungen von Salz- und Salpetersäure ferner Jod in Alkohol. Ergänzende Verfahren waren das „Reliefpolieren“ und das „Ätzpolieren“ von OSMOND und das „Ätzanlassen“ von MARTENS und BEHRENS. In den folgenden Jahren entwickelte sich die Technik der mikroskopischen Untersuchung und der Ätzverfahren sehr rasch. Verbesserungen wurden von WEDDING HEYN, LE CHATELIER, STEAD, ISCHEWSKY, KOURBATOFF und den vorher erwähnten Forschern ausgearbeitet.

So waren bis zum Jahre 1905 die meisten der noch heute verwendeten Ätzverfahren bereits bekannt, ihre Zusammensetzungen erfuhren jedoch im einzelnen Abänderungen und Verbesserungen. Und wie fortlaufend neue Stähle und Legierungen Verwendung fanden, entstand auch das Bedürfnis nach neuen Ätzmitteln.

Aufgabe des Handbuches. Die große Zahl der Ätzmittel und der Ätzverfahren stellen den Metallographen, sobald er einen ungewöhnlichen oder neuen Werkstoff zu untersuchen hat, oft vor die Schwierigkeit der Wahl des geeigneten Verfahrens. Es gibt eine Anzahl von Zusammenstellungen der gebräuchlichsten Ätzmittel, die das Bestreben, mit wenigen erprobten Ätzmitteln auszukommen,

unterstützen. Eine gewisse Einheitlichkeit in der Anwendung von Ätzmitteln für einen bestimmten Zweck und zum Nachweis bestimmter Gefügeerscheinungen ist außerordentlich wichtig. Eine Anzahl solcher Ätzmittelzusammenstellungen aus dem neueren Schrifttum wurde dem vorliegenden deutschen Handbuch bei den einzelnen Werkstoffgebieten angegliedert, um die Auswahl der geeigneten Ätzmittel zu erleichtern. Eine Auswahl der gebräuchlichsten Ätzmittel findet sich ferner in den metallographischen Lehrbüchern, in den deutschen Werkstoffhandbüchern und in entsprechenden Handbüchern des ausländischen Schrifttums. Während die vorliegende Übersetzung des BERGLUND-DEARDENSCHEN Handbuches und die Bearbeitung des neueren Schrifttums bereits weitgehend fortgeschritten war, erschien eine sehr umfassende Arbeit von A. PORTEVIN und P. BASTIEN: „Réactifs d'Attaque Métallographique.“ Dieses Werk dient einem gleichen Zweck wie das vorliegende Handbuch und bestätigt durch die warme Aufnahme in der internationalen Fachwelt die Notwendigkeit und den Nutzen einer solchen ausführlichen Rezeptsammlung.

Aus Gründen der Raumersparnis wurden im vorliegenden Handbuch die häufig wiederkehrenden Titel „American Society for Testing Materials“ und „American Society for Steel Treating“ (seit 1934 Society for Metals) durch die Buchstaben A.S.T.M., A.S.S.T. und A.S.M. ersetzt.

Im vorliegenden Handbuch wurden alle Angaben über Zusammensetzung der Ätzmittel, über Anwendungsgebiet, Ätzdauer u. a. in unveränderter Form wiedergegeben. Soweit es möglich und angebracht war, ist die zeitliche Aufeinanderfolge der verschiedenen Veröffentlichungen eingehalten worden. Auf diese Weise läßt sich für Versuche mit neuen Ätzlösungen oder für die Abänderung bereits bekannter manche Anregung gewinnen.

Die Angaben über die Zusammensetzung der Ätzmittel lassen in einigen Fällen Zweifel oder Unklarheiten entstehen, wenn die in Hundertteilen angegebenen Mengenverhältnisse nicht erkennen lassen, worauf sie bezogen sind. In der Regel werden bei Flüssigkeiten Hundertteile nach Maß, bei festen Stoffen Hundertteile nach Gewicht bemessen, d. h. die angegebenen Flüssigkeitsmengen (cm^3) mit dem Verdünnungsmittel auf 100 Maßteile (cm^3) auffüllen bzw. die angegebenen festen Stoffe (g) zu 100 Maßteilen (cm^3) des Lösungsmittels zusetzen. Das spezifische Gewicht der Flüssigkeit wird dabei nicht berücksichtigt. Für gewöhnlich beziehen sich die Maßteile auf Flüssigkeiten der höchsten Konzentration. In solchen Fällen, in denen die Konzentration der verwendeten Säuren und des Verdünnungsmittels genau berücksichtigt werden müssen, pflegen darüber genauere Angaben gemacht zu werden (vgl. YATSEVITCH S. 66 und URBAN und CHIPMAN S. 173).

Verschiedentlich wurde ein Ätzverfahren besonders überprüft und über das Ergebnis berichtet. Bei zahlreichen Verfahren mußten jedoch die in der Veröffentlichung enthaltenen Angaben notwendigerweise ohne Kritik wiedergegeben werden.

Bei der Anwendung wenig erprobter Verfahren wird deshalb eine gewisse kritische Einstellung notwendig sein. Eine überprüfende Bearbeitung sämtlicher Verfahren war bei der Fülle des vorhandenen Stoffes nicht möglich.

Abbildungen. Sämtliche Gefügaufnahmen wurden von A. MEYER angefertigt und von der Metallographischen Anstalt P. F. Dujardin u. Co. aus ihrem Platten-

archiv in dankenswerter Weise zur Verfügung gestellt. Bei diesen Bildbeispielen wurde verschiedentlich schräge Beleuchtung angewendet, da diese die räumliche Beschaffenheit der Schlieffläche durch Schattenwirkung deutlicher zur Anschauung bringt als senkrechte Beleuchtung. Die Schrägbeleuchtung ist jedoch nur bei stärkeren Vergrößerungen durch außerszentrische Verstellung der Aperturblende zu erreichen; bei schwächeren Vergrößerungen treffen die Lichtstrahlen auch bei Verstellung der Aperturblende senkrecht auf. Beleuchtung mit Prisma bewirkt bei gleicher Exzenterstellung der Aperturblende den entgegengesetzten Lichteinfall wie Planglasbeleuchtung. Bei Verwendung von Homalen erfolgt eine Umkehrung des Bildes gegenüber Photookularen, es ist deshalb empfehlenswert, sich zwecks genauer Feststellung des Lichteinfalls mittels einer dafür geeigneten Schlieffprobe genau den Lichteinfall auf der Platte zu bezeichnen, wenn bestimmte Vorgänge, wie Ätzabbau oder verschiedene Angreifbarkeit von Gefügebestandteilen, untersucht werden sollen. Als Versuchsprobe für diesen Zweck eignet sich ein grobperlitisches Gefüge oder ein ferritisches Gefüge mit Tertiärzementit. Aus der Schattenlage des Zementits läßt sich der Lichteinfall leicht bestimmen (vgl. Abb. 19a, S. 54 und Abb. 27, S. 112).

Die Beachtung der räumlichen Ausdehnung der Schlieffoberfläche ist zum Verständnis der Ätzvorgänge besonders wichtig, da sie in vielen Fällen die Einwirkung des Ätzmittels auf die Gefügebestandteile zu klären ermöglicht.

Erster Abschnitt.

Probenvorbereitung.

I. Probenentnahme.

Die Art der Probenentnahme ist für die Untersuchung eines Werkstoffes von besonderer Wichtigkeit. Es kommt sehr darauf an, an welchen Stellen die Proben entnommen werden, damit genaue Übereinstimmung zwischen Schlieffprobe und Probestück besteht. Das gilt sowohl für die chemische Zusammensetzung wie für die physikalische Beschaffenheit. Vor allen Dingen dürfen bei der Schlieffprobenentnahme keinerlei Veränderungen durch Erwärmen oder durch Kaltverformung entstehen.

Aus fehlerhaften Teilen werden Schlieffproben in unmittelbarer Nähe des Fehlers und in möglichst großer Entfernung davon entnommen. Nach Möglichkeit sollten zum Vergleich auch Schlieffproben aus Werkstücken gleicher Art ohne Fehler herangezogen werden. Bruchflächen sind zweckmäßig vor dem Zerteilen mit einem Metallüberzug zu versehen, um die Bruchfläche vor Beschädigung oder Veränderung zu schützen. Dasselbe gilt auch für die Untersuchung von Oberflächen, von Zunderschichten oder von Metallüberzügen (vgl. S. 9).

Werkstoffe, die sich wegen zu großer Härte oder Zähigkeit nicht sägen lassen, können durch Schmirgelscheiben oder Carborundumscheiben abgetrennt werden. Kaltsägen können Verwendung finden, wenn das Sägeblatt umgekehrt eingespannt oder statt seiner ein glattes Bandeisenspannt wird. Während des Arbeitens wird die Schnittstelle mit einem Schmirgelbrei betropft oder bepinselt.

Von sehr harten und spröden Werkstoffen sind oft nur durch Abschlagen Proben zu erhalten.

Aus größeren Werkstücken, die nicht zu dickwandig sind, können Proben durch Aneinanderreihung von Bohrlöchern entnommen werden.

Mit Scheren oder mit autogenen Schneidbrennern abgetrennte Proben erleiden Veränderungen durch Verquetschen oder durch Wärmeeinwirkung (Überhitzen, Entkohlen), es ist deshalb notwendig, die Schnittstelle durch Feilen, Hobeln oder Schleifen genügend tief abzutragen.

Poröse Proben werden in geschmolzenes Paraffin oder Kanaubawachs getaucht und bis kurz vor dem Erstarren darin gelassen, dann mit einem Stäbchen abgestrichen und der Abkühlung überlassen. Auch Einbetten in Kunstharz ist geeignet. Für das Abtrennen dünner Blech- oder Drahtproben eignet sich am besten eine feine Goldschmiedesäge, da Abschneiden oder Abklemmen mit Zangen das Gefüge verquetscht. RAGATZ empfiehlt für Proben, die zum Sägen zu fein sind, Einbetten in Paraffin, um ein Verbiegen beim Sägen zu vermeiden. Der Schmelzpunkt des Paraffins liegt bei etwa 50°C , das ist jedoch für weiche Metalle mit niedriger Rekrystallisationstemperatur schon zu hoch. Für diese eignen sich nach RAGATZ folgende Mischungen:

1. 10 g Gips
4 cm³ 5proz. Gelatine in Wasser.
2. 10 g Gips
8 cm³ 2proz. Gelatine in Wasser.

Diese Mischungen werden so langsam fest (10–12 Stunden), daß keine Wärmeentwicklung zu befürchten ist. Wegen des Gelatinezusatzes lassen sie sich leicht von der Probe entfernen.

Die Größe der Schlißproben hängt von der Art des zu untersuchenden Werkstoffes und von den verfügbaren Hilfsmitteln für die Abtrennung und die Weiterbearbeitung der Proben ab. Nach Möglichkeit müssen die Schlißproben ein bestimmtes Verhältnis der Flächen zueinander haben, sie dürfen im Verhältnis zur Schlißfläche nicht zu hoch sein, da sie sonst beim Schleifen und Polieren leicht kippen und nicht eben bleiben. Für rasche Anfertigung von Schlißproben für mikroskopische Untersuchungen sind Proben mit Schlißflächen von 1–2 cm² am besten geeignet. Nur in zwingenden Fällen sollten größere Flächen als 6 cm² zur Untersuchung vorbereitet werden. Für mikroskopische Untersuchungen, bei denen es auf sorgfältige Untersuchung der Grundmasse ankommt, bei denen also eine sehr gut vorbereitete Schlißfläche erforderlich ist, sollten Schlißflächen über 1 cm² für das Schleifen von Hand nicht angefertigt werden.

II. Einbettverfahren.

Proben mit sehr kleinen Abmessungen oder Querschnitten müssen zur Vorbereitung für die Untersuchung eingebettet werden. Auch für die Untersuchung von Plattierungen, elektrolytisch erzeugten Metallniederschlägen, Verzinnung, Verzinkung und anderen Metallüberzügen ist ein Einbetten der Probe notwendig, um ein Abblättern der Überzugsschicht beim Sägen und Schleifen und ein Abrunden der Schlißkanten zu verhindern. Blechproben werden zweckmäßig zwischen Klammern aus Blechabschnitten stärkeren Querschnittes von gleichem

oder ähnlichem Werkstoff gespannt. Proben und Klammern werden durchbohrt und mit Schrauben und Muttern zusammengehalten. Beim Einbetten von Eisenproben in Eisenklammern empfiehlt J. R. VILELLA, zwischen Probe und Klammerbleche ein dünnes Kupferblech einzuspannen, das von den meisten für Eisen gebräuchlichen Ätzmitteln nicht angegriffen wird.

Eine einfache und gebräuchliche Art der Einbettung wird folgendermaßen ausgeführt: Die zu untersuchende Probe wird in zweckmäßiger Weise vorgeschliffen. Diese Fläche wird auf eine mit Vaseline eingefettete Glas- oder eine blanke Metallplatte gelegt. Um die Probe wird ein als Einbettform dienender Rohrschnitt gesetzt, dessen Durchmesser der Größe der Probe anzupassen ist. Er darf nicht zu eng sein, da die Einbettmasse das Probestück dann nicht genügend umschließt, auch nicht zu weit, damit die zu schleifende Fläche nicht zu groß wird. Die Probe wird mit geschmolzener Einbettmasse umgossen, oder es wird plastische Einbettmasse um den Ring gedrückt und die Einbettung der Erstarrung bzw. der Erhärtung überlassen.

Als Einbettmittel finden folgende Stoffe Anwendung:

A. Leichtschmelzende Metallegierungen.

Am gebräuchlichsten ist die aus Blei, Zinn und Wismut bestehende Woodsche Legierung, eine weiche Legierung mit niedrigem Schmelzpunkt (68°C), die sich gut an die Schliffkanten anlegt und beim Sägen und Schleifen haftenbleibt. Sägen, Feilen und Schmirgelpapier setzen sich bei Bearbeitung dieser Legierung leicht mit Metall zu, Schmirgelpaste auf drehenden Scheiben wird leicht durch Metallteilchen körnig. Beim Ätzen wird die Woodsche Legierung gewöhnlich rascher angegriffen als die eingebettete Probe, auch wird der Ätzzvorgang durch Elementbildung meistens elektrochemisch beeinflusst.

BOYLSTON empfiehlt eine Legierung folgender Zusammensetzung:

Wismut	50	Gewichtsteile
Blei	30	„
Zinn	25	„
Zink	3	„

Wenn es die Art der einzubettenden Probe erlaubt, ist ein Eintauchen in gesättigte Zinkchloridlösung vor dem Einbetten von Vorteil. Zinkchlorid wirkt als Flußmittel und säubert die Probenoberfläche, so daß eine bessere Verbindung zwischen Probe und Einbettmetall erzielt wird. Proben, die mit dem Einbettmetall eine Legierung bilden, können in dieser Legierung nicht eingebettet werden.

B. Isolierkitt Picein.

Picein ist eine schwarze harte Masse, die in zwei Arten mit Schmelzpunkten von 80 und 120°C geliefert wird. Bei vorsichtigem Schleifen und Vermeidung von Erwärmung infolge Druck ist dieses Einbettmittel sehr gut verwendbar, besonders wenn die eingebetteten Schriffe nicht zu hart sind und nicht über die Einbettmasse hervortreten. Der Vorteil dieses Einbettmittels ist, daß es von Alkohol und alkoholischen Ätzmitteln weder erweicht noch angegriffen wird und sich auch in wässrigen Ätzlösungen neutral verhält. Benzin, Äther und Azeton erweichen die Masse.

C. Einbettlacke.

Siegellack umschließt die darin eingebetteten Proben gut, es schmilzt bei etwa 120° C und erstarrt rasch. Es ist jedoch bröcklig und bricht oft schon beim Sägen. Bei nachfolgendem Schleifen können ausbröckelnde Teilchen Kratzer erzeugen. Siegellack wird durch alkoholische Ätzmittel oder durch Behandeln mit Alkohol zwecks Trocknen weich und schmiert dann beim Abwischen.

Golaz-Kitt ist etwas härter als Siegellack, es wird zum Abdichten von Vakuumapparaten gebraucht und kann als Einbettmittel dienen. Es schmilzt bei 100 bis 110° C, erstarrt aber langsamer als Siegellack, auch haftet es weniger gut an den Schliiffkanten und verschmiert leicht die feineren Schmirgelkörnungen. Gegen Alkohol verhält es sich wie Siegellack. (Nach TAFFS.)

D. Schwefel.

Schwefel schmilzt bei etwa 112° C, ist brüchig, poliert sich leicht, jedoch tritt sowohl beim Polieren wie beim nachfolgenden Ätzen eine störende Hautbildung auf der Oberfläche der Probe in Erscheinung, die oft die Ätzung beeinträchtigt. Besser ist eine Mischung von Schwefelkies mit Schwefelblüte. Gepulverter Schwefelkies wird gesiebt, im Verhältnis 3:2 mit Schwefelblüte vermischt, auf 180° C erhitzt, gut verrührt und abgekühlt. Bei 130–120° C wird die vorher zähflüssige Mischung dünnflüssiger und kann um die Probe gegossen werden. Die Masse haftet bei der Schliiffherrichtung gut an der Schliiffprobe und verhält sich gegen die meisten Ätzflüssigkeiten und Alkohol neutral. Da diese Mischung nach der Erstarrung ziemlich hart ist, macht sie die Feile rasch stumpf. (Nach TAFFS.)

Schwefel ist als Einbettmittel für Gold sehr geeignet, es wird auch für Aluminium und Magnesium empfohlen, für Zink kommt es nicht in Frage. Verkupferte Proben korrodieren stark beim Lagern, polierte Proben halten sich lange, geätzte werden sehr rasch zerstört, wahrscheinlich durch Bildung von Schwefelverbindungen an der Oberfläche.

E. Verschiedene Einbettmittel.

Vergleichende Versuche mit verschiedenen Einbettmitteln in bezug auf ihr Verhalten bei der Schliiffvorbereitung und beim Ätzen hat RAGATZ vorgenommen. Er verwendete die folgenden Einbettmittel:

Lipowitzmetall, Eisenzement, Bleiglätte-Glyzerin, Magnesiummischung und Schwefel. Die eingebetteten Schliiffproben wurden in üblicher Weise geschliffen und poliert und mit den für die einzelnen Werkstoffe gebräuchlichen Ätzmitteln geätzt. Keines der verwendeten Einbettmittel erwies sich für die verschiedenen Werkstoffe gleichermaßen geeignet. In einigen Fällen beeinflusste das Einbettmittel die Ätzung nachteilig, in anderen wurde es vom Ätzmittel angegriffen (vgl. Tabelle S. 8).

Zement.

14 g Eisenzement (hochwertiger Zement)
1,5 g Wasser.

Das Festwerden der Einbettmasse dauert 12 Stunden. Bei Eisenzement tritt die geringste Abrundung der Kanten ein. Wird mit genügender Sorgfalt ge-

schliffen, so bleibt die Schliffprobe in gleicher Ebene mit dem Zement, desgleichen beim Polieren.

Bleiglätte-Glyzerin (nach RAWDON)
 16 g Bleiglätte
 2 cm³ Glyzerin.

Diese Mischung ist schon in 20—30 Minuten fest genug zum Schleifen. Die Erhärtung erfolgt aber unter Wärmeentwicklung, die Mischung ist deshalb für Metalle mit niedriger Rekristallisationstemperatur ungeeignet. Eingebettete Proben halten sich gut, da die Mischung Feuchtigkeit absorbiert und infolgedessen korrosionshindernd wirkt.

Magnesiummischung.
 6 g Magnesiumoxyd
 4 ccm gesättigte Magnesiumchloridlösung.

Die Mischung wird nur langsam hart, sie muß über Nacht stehen. Da keine nennenswerte Wärmeentwicklung bei der Erstarrung eintritt, lassen sich auch Metalle mit niedriger Rekristallisationstemperatur darin einbetten. In manchen Fällen ist es zweckmäßig, die Proben leicht zu verkupfern (vgl. S.9), da die Mischung eine leicht korrodierende Wirkung ausübt und die Schliffproben bei längerem Lagern angreift.

F. Einbetten in Glas.

Glas wird in den meisten Fällen wegen seines hohen Schmelzpunktes als Einbettmittel ausscheiden. In Fällen, wo die Temperatur nicht nachteilig und ein Einbettmittel von hoher Härte erwünscht ist, kann nach C. MURPHY ein niedrig schmelzendes Boraxglas gute Dienste tun. Für dünne Drähte aus Chrom-Nickel-Legierungen, Wolfram, Platin und Platinlegierungen wird Glas als Einbettmittel häufig verwendet.

Zur Herstellung von Schliffproben werden die Drähte zunächst in das Boraxglas eingeschmolzen, die Dicke der Glashülle beträgt etwa das Zwanzigfache des Drahtdurchmessers. Für Querschleife wird ein Abschnitt des von Glas umschmolzenen Drahtes mit einem Ende senkrecht auf etwas Plastilin gekittet und mit einem Rohrabschnitt umgeben. Der Zwischenraum zwischen Glashülle und Rohrwand wird mit Woodschem Metall ausgegossen.

Nach beendetem Schleifen und Polieren wird die glasumschmolzene Drahtprobe durch Eintauchen der Einbettung in kochendes Wasser vom Wood-Metall gelöst, da dieses die nachfolgende Ätzung störend beeinflussen würde.

G. Einbetten feiner Drahtproben.

Für das Einbetten sehr dünner Drähte, die bei der üblichen Art des Einbettens leicht herausfallen, gibt RAGATZ eine besondere Hilfsvorrichtung an. Ein Rohrabschnitt von etwas kleinerem Durchmesser als die Länge des einzubettenden Drahtabschnittes wird an einem Ende mit zwei in der Rohrwand gegenüberliegenden Einschnitten von etwa 1 mm Länge versehen. Die Drahtprobe wird in diese Einschnitte geklemmt. Beim Gießen der Einbettmasse in die Einbettform wird das den Draht haltende Rohrstück gegen die Bodenplatte gedrückt.

Bei haarfeinen Drähten wird einer der Einschnitte etwas tiefer gemacht, der Draht wird durch die Einschnitte gezogen und am oberen Ende des Rohr-

Verhalten von Werkstoff und Einbettmasse gegenüber verschiedenen Ätzmitteln.

Werkstoff	Stärke in mm	Zusammensetzung der Ätzlösung	Lipowitz-Metall, gegossen bei 100° C	Eisen-zement	Bleiglätte und Glycerin-zement	Plastisches Magnesia-zement	Schwefel gegossen bei 130° C	
							Probe mit Metall-überzug	Probe ohne Metall-überzug
Weicher Kohlenstoffstahl, Draht, gegläht	1,3	95% Äthylalkohol 100 cm ³ Pikrinsäure (10% Wasser) 5 g	I	I	I	I	I	I P
		95% Äthylalkohol 100 cm ³ konzentr. Salpetersäure 2 cm ³	I P H	I P H	I P H	III H	III	I
Weicher Kohlenstoffstahl, Blech, gegläht	0,5	95% Äthylalkohol 100 cm ³ Pikrinsäure (10% Wasser) 5 g	I	I	I	I	I	I P
		95% Äthylalkohol 100 cm ³ konzentr. Salpetersäure 2 cm ³	I P H	I P H	I P H	III H	III	I
Harter Kohlenstoffstahl, gegläht	0,8	95% Äthylalkohol 100 cm ³ Pikrinsäure (10% Wasser) 5 g	I	I	I	I	I	I
		95% Äthylalkohol 100 cm ³ konzentr. Salpetersäure 2 cm ³	I	I	I	I	I	I
Kupferblech, gegläht	0,4	Wasser 75 cm ³ Natrium hydricum in Stäbchen 25 g Pikrinsäure (10% Wasser) ¹ 2,2 g	—	II P	II P	II P	III	II
		konz. Ammoniak 10 cm ³ Wasserstoffsuperoxyd ² 4 cm ³	3 s	I	3	1	3 b	3 b
Messingblech, gegläht 70/30	0,2	konz. Ammoniak 10 cm ³ Wasserstoffsuperoxyd ² 4 cm ³	I	I	I	I	III	II
		Natriumsulfat, anhyd. 1,5 g Chromsäure 20 g Wasser 100 cm ³	I	I	I	I	— Zn	I Zn
Nickeldraht, gegläht	1,5	Wasser 40 cm ³ Eisessig 30 cm ³ konzentr. Salpetersäure 30 cm ³	I	I	II	II	I P	I P
		Glycerin 3 cm ³ konzentr. Flußsäure 2 cm ³ konzentr. Salpetersäure 1 cm ³	III	2	3	3	I	I
Aluminiumdraht, gegläht	1,5	Wasser 40 cm ³ Eisessig 30 cm ³ konzentr. Salpetersäure 30 cm ³	I	I	II	II	I P	I P
		Glycerin 3 cm ³ konzentr. Flußsäure 2 cm ³ konzentr. Salpetersäure 1 cm ³	III	2	3	3	I	I b

Schlüssel für die Kennzeichnung des Verhaltens von Probe und Einbettmittel beim Ätzen: Die römischen Zahlen und die großen Buchstaben kennzeichnen die Einwirkung des Ätzmittels auf die Probe. Die arabischen Zahlen und die kleinen Buchstaben kennzeichnen die Einwirkung des Ätzmittels auf das Einbettmittel. Die Zahlen bewerten die Güte der Schlitfrätzung bzw. die Beständigkeit des Einbettmittels. Die Buchstaben bezeichnen ein besonderes Verhalten. Es bedeutet: I, II, III: Schlitfrätzung gut, genügend, ungenügend; 1, 2, 3: Beständigkeit des Einbettmittels gut, genügend, ungenügend; P: Schlitfläche mit Filterpapier vorsichtig trocken; H: auf der Schlitfräche bildet sich eine braune Haut; Zn: für Zinkproben nicht geeignet; b: Einbettmittel wird brüchig; s: Einbettmittel schmilzt.

¹ Das Gefäß mit dem Ätzmittel wurde in kochendes Wasser gesetzt. ² Die frisch hergestellte Lösung wurde mit einem Wattebausch aufgetragen.

abschnittes verschlungen. Auf diese Weise erfolgt zwar ein etwas schräger Anschliff, aber es besteht keine Gefahr, daß die Drahtprobe beim Schleifen herausfällt. Längsschliffe von feinen Drähten lassen sich rasch herstellen durch Umwickeln eines rechtwinkligen Probestückes aus gleichem oder ähnlichem Metall, das an zwei Kanten eingekerbt wird, um den Draht in seiner Lage festzuhalten.

H. Elektrolytische Metallniederschläge als Einbettmittel.

Bei der Untersuchung von Oberflächen oder von Metallüberzügen, bei denen es auf die Untersuchung der äußersten Randzone im Querschnitt ankommt, empfiehlt es sich, diese Metallüberzüge oder Oberflächen mit einem weiteren Metallüberzug zu schützen. Eisen- und Stahlproben, Nickel oder vernickelte Proben, desgleichen Messing, Bronze und Aluminium werden verkupfert. RAWDON empfiehlt, Kupferproben zuerst zu vernickeln, dann zu verkupfern.

Eisen-, Stahl- und Aluminiumproben werden zuerst im Zyanbad, danach im sauren Kupfersulfatbad verkupfert, wobei die Spuren des Zyanbades vor dem Übergang in das Kupfersulfatbad sorgfältig zu entfernen sind. Die Vorbehandlung im Zyanbad erzeugt festerhaftende Überzüge, die Weiterbehandlung im Kupfersulfatbad bewirkt raschere Plattierung.

Zink kann in gleicher Weise verkupfert werden, da aber die Kupferschicht eine nachfolgende Ätzung störend beeinflusst, ist es ratsamer, Zink in einem Zinksulfatbad mit einem Zinküberzug zu versehen.

I. Kunstharz.

Kunstharz bietet als Einbettmittel für Metallschliffproben folgende Vorteile:

1. Es verhält sich gegen den Angriff der meisten Ätzmittel neutral.
2. Es umschließt die Schliffproben sehr eng, wodurch Eindringen von Ätzflüssigkeit in Fugen und Poren vermieden wird.
3. Die Härte des Einbettmittels kann durch Wahl des geeigneten Kunstharzes der des einzubettenden Werkstoffes angeglichen werden.

Es werden Preßkunstharze und Gußkunstharze unterschieden. Die ersteren kommen zur Anwendung, wenn die Erhärtung durch Erwärmung (125—140° C) und Anwendung von Druck beschleunigt werden soll. Diese Kunstharze erfordern als Schnelleinbettungsmittel ein gewisses Zubehör, bestehend in einer Form, einer Heizvorrichtung für die Form und einer kleinen Presse mit Handpumpe. Letztere kann durch eine Brinellpresse ersetzt werden. Bei den Preßkunstharzen sind zwei Arten zu unterscheiden:

A. Hartbleibende Preßharze (Hartmassen), die nach der Formgebung sogleich aus der Form genommen werden können und deshalb die geringste Zeit erfordern.

B. Bedingt härtbare Preßmassen (Weichmassen), die nur unterhalb bestimmter Temperaturen (115—85° C) hart sind. Oberhalb dieser Wärmegrade sind sie bildsam und werden es bei jeder neuen Erwärmung von neuem, während die Hartmassen hart bleiben. Die Weichmassen erfordern sorgfältiges Schleifen unter Vermeidung von Erwärmung.

Die Kunstharz-Preßmassen werden als Pulver oder Körnchen in die Form und um die Probe gefüllt.

Die Gußharze kommen in zähflüssiger Form zur Anwendung und werden bei etwa 80° erhärtet. Durch Zusatz von Säure kann die Erhärtung auch bei Raumtemperatur erfolgen.

Gegen die meisten Ätzmittel, soweit es sich um verdünnte Säuren oder Basen oder Salze in saurer oder alkalischer Lösung handelt, verhalten sich die Kunstharze beständig, auch wenn Alkohol als Lösungsmittel verwendet wird. Heißes kochendes Natriumpikrat greift füllstoffhaltige Hartpreßmassen an, Weichmassen quellen bei längerem Kochen etwas auf, bleiben aber sonst unverändert. Nach 25 min langem Kochen in Königswasser erscheinen durchsichtige Weichmassen getrübt und werden infolge der längeren Erhitzung etwas verformt. Die Formfüllbarkeit und das Umschließungsvermögen ist bei den durchsichtigen und undurchsichtigen Preßmassen fast gleich. Die Bearbeitungseigenschaften bzw. ihr Verhalten beim Schleifen richten sich bei den undurchsichtigen Hartpreßmassen nach der Art des als Harzträger verwendeten Füllstoffes (Holz- oder Quarzmehl, Asbest, Faserstoffe). L. L. WYMAN stellte fest, daß eine Beziehung zwischen Brinellhärte und Bearbeitbarkeit nicht in allen Fällen besteht, er ermittelte bei zwei verschiedenen undurchsichtigen Preßmassen eine Brinellhärte von 30—42 kg/mm² (wie halbhartes Kupfer) und bei vier durchsichtigen Preßmassen von 19 und 27 kg/mm² (wie weiches Al bzw. Cu). Beim Schleifen und Polieren stellte sich jedoch heraus, daß ein undurchsichtiges Anilin-Formaldehyd mit 30 kg/mm² Brinellhärte dem Angriff der Schleif- und Poliermittel größeren Widerstand entgegensetzte als ein undurchsichtiges Phenol-Formaldehyd mit 42 kg/mm², obwohl das Anilin-Formaldehyd keinen Füllstoffzusatz hat.

Da die Erwärmung auf 125—150° C und die Anwendung von Preßdruck bei zahlreichen Proben nicht zulässig ist, kommen für solche Metalle und Legierungen Einbettverfahren bei niedrigerer Temperatur oder Raumtemperatur ohne Druck in Frage. Die Hauptarten des Einbettens in Kunstharz und Kunstharz-Preßmassen unterscheiden sich wie folgt:

1. *Schnelleinbettung (5—10 min) mittels heizbarer Form und Presse.* Temperatur 135—150° C. Für undurchsichtige Hartpreßmassen.

2. *Schnelleinbettung (15—30 min) mittels heizbarer Form und Presse.* Temperatur 135—150° C. Für undurchsichtige und durchsichtige Weichpreßmassen. Die Dauer des Verfahrens hängt davon ab, ob die Abkühlung nach der Formgebung (bis 115 bzw. 80° C) langsam oder rasch (Wasserkühlung) erfolgt.

3. *Langsame Einbettung (12—14 Stunden) in einem Trockenofen ohne Anwendung von Preßdruck.* Temperatur 80° C. Für zähflüssiges Kunstharz.

4. *Langsame Einbettung (24 Stunden bei Raumtemperatur) ohne Erwärmung und Preßdruck.* Für zähflüssiges Kunstharz mit erhärtungsbeschleunigenden und härtesteigernden Zusätzen.

1. Schnelleinbettung mit heizbarer Form und Druckpresse für undurchsichtige Hartpreßmassen. Die Schnellverfahren zum Einbetten von Schliffproben in Preßmassen sind leicht durchführbar, wenn kleine Handpressen mit heizbarer Form verfügbar sind oder eine heizbare Form in Verbindung mit einer Brinellpresse verwendet werden kann.

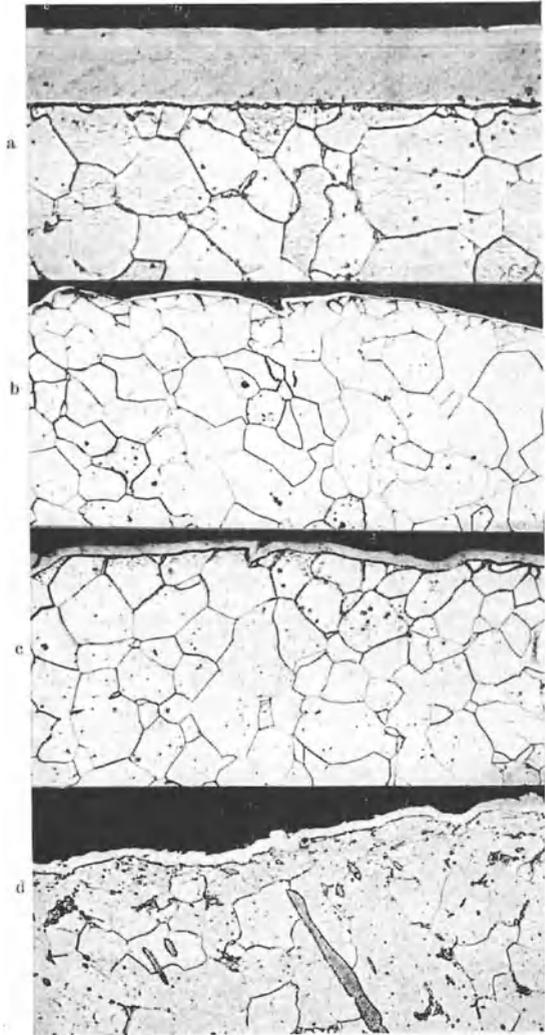
Ein sehr einfaches Verfahren ohne Presse beschreibt T. LEWIS im Rahmen einer Arbeit von WINTERBOOM und REED über die Untersuchung von Stahl-

proben mit Walzhaut. Als Einbettmittel kommt undurchsichtiges Pulver zur Anwendung. Die Form besteht aus einem kurzen Rohrstück mit gut schließendem Kolben und einer flachen Bodenplatte. Die Probe wird mit der Schlißfläche nach unten auf die Bodenplatte gelegt, das Rohr über die Probe gesetzt, das Pulver um die Probe geschüttet und der Kolben eingeschoben. Alle Teile werden auf etwa 240° C erhitzt und in einen Schraubstock mit Horizontalbacken gespannt. Der Druck wird etwa 3 min ausgeübt.

Bei einem von KRAUSE und OESTERLE angegebenen Verfahren besteht die Einbettform aus einem dickwandigen innen geschliffenen Hohlzylinder, einer genau passenden Bodenplatte und einem längeren Kolben mit dem Innendurchmesser des Zylinders. Der Kolben ist mit einer Ausbohrung zur Aufnahme des Thermometers oder Thermoelements versehen. Diese Vorrichtung wird in eine Presse gesetzt.

Bei undurchsichtigen Hartpreßmassen wird zuerst ein Preßdruck von etwa 100 kg/cm² auf den Kolben ausgeübt, bei Erreichung der Temperatur von 85° C wird der Druck auf 300 kg/cm² gesteigert und bis 140° C auf dieser Höhe gehalten. Die Erhärtung der Preßmasse ist damit beendet und die Einbettung wird aus der Form gestoßen (hierzu Beispiele Abb. 1a—d).

2. Schnelleinbettung mit heizbarer Form und Druckpresse für durchsichtige und undurchsichtige Weich-Preßmassen. Diese Weichpreßmassen sind von Vorteil für bestimmte Heißätzungen wegen ihrer größeren chemischen Widerstandsfähigkeit, außerdem erleichtert die durchsichtige Preßmasse das



Eisenproben mit Metallüberzügen, in Kunstharz-Hartpreßmasse eingebettet. Keine Abrundung der Kanten.

Abb. 1a. Verchromte Zierleiste, Ätzung alkohol. Salpeters. 2%. Reihenfolge der Metalle von unten her: Eisen, Nickel, Kupfer, Chrom. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 1b. Verkupfertes Eisenrohr, Ätzung wie a. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 1c. Verkupfertes Eisenrohr, Ätzung wie a. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 1d. Verchromte Eisenschraube. Ätzung wie a. (Vergr. $\times 200$.)

Alle Proben mußten mehrmals geätzt und poliert werden, um die Ferritkristalle von der Bearbeitungsschicht zu befreien. Trotz dieses wiederholten Polierens ist keine Kantenabrundung der eingebetteten Proben eingetreten.

Anschleifen bestimmter Stellen, da die Lage der Probe in der Einbettung genau erkennbar ist (s. Abb. 2).

Einbettungen mit Weichpreßmassen werden zunächst nur unter geringem Druck (etwa 50 kg) gehalten, bis die Formgebungstemperatur von 120—140° C erreicht ist. Nach Abnahme oder Ausschaltung der Heizvorrichtung wird der Kolben mit 1500—2000 kg Druck belastet und bis zur Abkühlung auf 115 bzw. 80° C dabei gehalten. Beschleunigung der Abkühlung auf diese Temperaturen wird durch Wasserkühlung erreicht. Sobald die genannten Temperaturen erreicht sind, bleiben die Preßlinge hart und können aus der Form genommen werden.



Abb. 2. Einbettung von zwei Widerstandsdrähten aus Chrom-Nickel-Legierung, längs und quer angeschliffen, ungeätzt, durchsichtige Weichpreßmasse. (Vergr. $\times 2$.)

Die fertige Einbettung ist bei durchsichtigen Weichpreßmassen glasklar. Bei rau erscheinenden Einbettungen war der Druck während der Erweichung und Schrumpfung zu stark. Klebt die Einbettung an der Form und zeigt eine raue Oberfläche, so wurde zu Beginn der Erwärmung ein zu starker Druck ausgeübt. Erscheinen durchsichtige Einbettungen milchig, so wurde nicht genügend oder zu rasch erhitzt. Durch Wiederholung des Verfahrens werden sie klar.

ERDMAN empfiehlt Einbetten in durchsichtigen Preßstoff, wenn es sich um elektrolytisches Ätzen sehr kleiner Schlißflächen handelt. Der Haltedraht kann mit eingebettet werden, indem ein Stückchen Kupferdraht mit der Probe verbunden und das freie Ende zu einer flachen Schlinge ge-

formt wird. Diese wird so gelegt, daß sie an die der Schlißfläche entgegengesetzte Seite der Einbettung kommt. Nach beendeter Einbettung wird unterhalb der Schlinge ein Sägeneinschnitt in die Preßmasse gemacht, so daß die Schlinge frei wird und abgewickelt werden kann.

3. Einbetten bei höheren Temperaturen (80—120° C) ohne Druck. Dieses Verfahren ist von SCHLEICHER und EVERHART beschrieben. Als Ausgangsstoff dient Kunstharz in zähflüssiger Form. Die Schlißprobe wird mit der Schlißfläche nach unten in einen leicht eingefetteten konischen Tiegel mit flachem Boden, besser ein Rohrstück mit Bodenplatte, gelegt. Das Kunstharz wird darüber gegossen und der Tiegel über Nacht in einen Trockenofen gesetzt, wobei eine Temperatur von 85—90° C einzuhalten ist. Morgens wird die Temperatur auf 120—125° C erhöht und 1—2 Stunden darauf gehalten. Einbettungen von Proben, für die eine Temperatursteigerung auf 120° C nicht zulässig ist, werden entsprechend länger (24—40 Stunden) bei 80° C erhärtet. Nachdem der Tiegel aus dem Ofen genommen und der Abkühlung überlassen ist, wird der Schmelzrand vor dem Herausnehmen der Probe mit einem Messer rundherum abgeschnitten. Danach läßt sich die Probe leicht aus dem Tiegel nehmen.

Es ist ratsam, das flüssige Kunstharz immer in möglichst frischem Zustand zu verwenden und keine größeren Mengen vorrätig zu halten, da die Erhärtung bei längerem Lagern von selbst einsetzt. Bei diesem Verfahren ist zu beachten,

daß die Masse anfangs die vorgeschriebene Temperatur von 85—90° C nicht überschreitet, da sonst die Dämpfe nicht richtig entweichen können und die Einbettung porös wird.

In dem von SCHLEICHER und EVERHART beschriebenen Trockenofen wird die Temperatur durch eine 100 W-Lampe für 240 V im Innern des Ofens erzeugt und mit einem außen angebrachten Vorschaltwiderstand für die beiden Temperaturbereiche eingestellt.

4. Einbetten bei niedrigeren Temperaturen (20—60° C) ohne Druck. Verschiedene Verfahren der Kunstharzeinbettung für Zinn und Zinnlegierungen sind von TAFFS erprobt und ausführlich beschrieben worden. Durch Abänderung der Zusatzmengen an härtesteigernden und erhärtungsverzögerndem Quarzmehl und an erhärtungsbeschleunigender Säurelösung läßt sich die Härte der Einbettmasse so abstimmen, daß sie der Härte der einzubettenden Schliffprobe möglichst angeglichen werden kann. Diese Angaben sind besonders wichtig für solche Fälle, wo höhere Temperaturen und Anwendung von Druck nicht angebracht sind. Als Ausgangsstoff dient zähflüssiges Kunstharz.

Eine geeignete Gußform kann aus zwei Metallrohrhälften hergestellt werden, die durch Plastilin (für Erwärmung auf höhere Temperatur Durofix) auf einer Glasunterlage zusammengehalten werden. Glas und Rohrwand sind leicht mit Vaseline einzufetten. Besser sind Rohre aus Kunstharz oder Glas, die von Säurezusatz nicht angegriffen werden.

α) Zusatz von Säure als Erhärtungsbeschleuniger. Das flüssige Kunstharz wird mit einem sauren Erhärtungsmittel vermischt und um die Schliffprobe in der Gußform gegossen. Die Erhärtung wird nach 24 Stunden bei Zimmertemperatur oder nach 1½—2 Stunden bei 40—60° C erreicht. Die Einbettmasse ist hart und haftet gut an der Schliffprobe. Brüchigkeit und Neigung zum Springen beim Erhärten ändern sich mit dem Säuregehalt.

β) Füllstoffzusatz. Durch Abänderung des Quarzmehlzusatzes läßt sich eine ganze Reihe von Einbettmassen verschiedener Härte für die entsprechenden Schliffproben herstellen. Steigerung des Zusatzes von 2,5—50 % Quarzmehl erhöht den Widerstand gegen die Abnutzung beim Schleifen, aber auch die für die Erhärtung notwendige Zeitdauer. Quarzmehl verringert außerdem das Springen und Schrumpfen der Einbettmasse.

γ) Herstellung des Gemisches und Füllen der Formen. Quarzmehl wird in einer Mensur abgemessen und gründlich mit dem flüssigen Kunstharz vermischt. Das Abmessen der erforderlichen zähflüssigen Kunstharzmenge kann durch Erwärmen erleichtert werden, da das Kunstharz dadurch dünnflüssiger wird und sich leichter gießen läßt. Nach dem Eingießen in das Mischgefäß läßt man es vor dem Zusatz des Erhärters abkühlen, da die beim Mischen entstehende Wärme den Erhärtungsvorgang zu sehr beschleunigen würde. Das Kunstharz würde blasig und erhärten, bevor eine gründliche Durchmischung erfolgt ist, so daß die Schliffprobe nicht mehr fest umschlossen wird.

Die im Handel erhältliche säurehärtende Lösung enthält 25 % eines Gemisches aus organischen und anorganischen Säuren. 10 cm³ dieser Lösung werden mit 100 cm³ flüssigen Kunstharzes vermischt und umgerührt. Die Mischung wird mit dem erforderlichen Quarzmehlzusatz in die Form mit der Schliffprobe gegossen oder die Probe wird nachträglich hineingelegt. Die gefüllten Gußformen

werden in einem Absaugeexsikkator luftleer gemacht. In den meisten Fällen genügt eine Filterpumpe für diesen Zweck, bei größeren Gußformen ist jedoch stärkeres Vakuum erforderlich.

δ) Erhärtung. Der Guß wird eine halbe Stunde bei 40—45° C gehalten, bis das Kunstharz anfängt hart zu werden, wobei die Probe von Grau in Gelblichweiß übergeht. Danach wird 1—1½ Stunden auf 60° C erhitzt bis zur vollständigen Erhärtung. Diese Erhärtung kann in kürzerer Zeit durch Zusatz von mehr Säure oder Steigerung der Temperatur erreicht werden, die Ergebnisse sind aber unzuverlässig, da die durch Übermaß an Säure erzeugte zusätzliche Wärme den Vorgang beschleunigt, der Guß wird infolgedessen durch Blasenbildung undicht.

Unter Umständen kann sogar ein guter Guß in 15 min erzielt werden, wenn die Gußform 2—3 min über einen Bunsenbrenner gehalten wird; dieses Verfahren ist aber sehr unzuverlässig. Erlaubt es die Zeit, so lassen sich sehr gute Einbettungen erzielen, wenn die Gußform mit dem Kunstharz zur Einleitung der Erhärtung nur leicht erwärmt, danach bei Zimmertemperatur dem Hartwerden überlassen wird, wozu etwa 24 Stunden erforderlich sind. Wegen dieser Eigenschaft, bei Zimmertemperatur zu erhärten, ist stets nur die gerade benötigte Menge Kunstharz mit Säure zu vermischen.

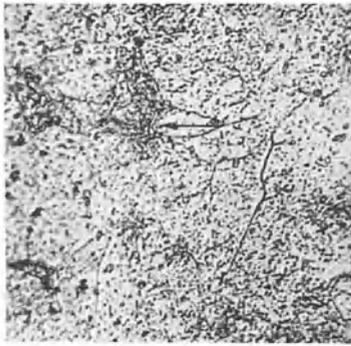
III. Vorbereitung der Schliffproben.

A. Vorschlichten.

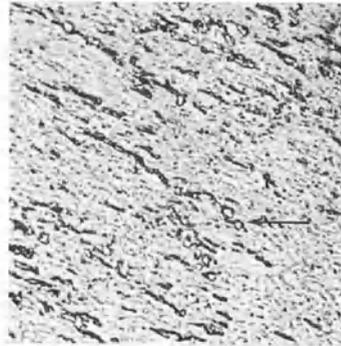
Wenn die Härte des Werkstoffes es zuläßt, wird die erste Vorbereitung der Schlifffläche durch Hobeln oder Abdrehen vorgenommen, besonders wenn es sich um große Proben für Makrountersuchungen handelt. Bei Verwendung eines scharfen Schneidwerkzeuges genügt die so erhaltene Fläche für manche Zwecke. Kleinere Schriffe, die von Hand geschliffen werden sollen, werden auf einem Schmirgelstein oder auf einer Feile vorgeschliffen. Im letzteren Falle wird die Feile eingespannt und der Schliff bewegt. Der Hieb der Feile muß scharf genug sein, um die Probe nicht abrutschen zu lassen. Einreiben der Feile mit Kreide verhindert das Zuschmieren mit Feilspänen, besonders bei weichen Werkstoffen.

B. Schleifen.

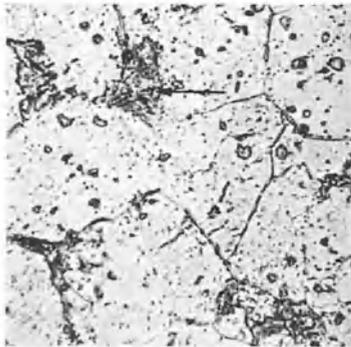
1. Allgemeines. Bei der Vorbereitung einer Schlifffläche tritt infolge der mechanischen Bearbeitung eine Kaltverformung der Oberflächenschicht durch Fließen und Schmieren des Werkstoffes ein. Diese Bearbeitungsschicht verhält sich beim Ätzen ganz anders als eine nichtbearbeitete Oberfläche. Es gelingt nur in seltenen Fällen, in geschliffenen und polierten Proben bei der ersten Ätzung sogleich das eigentliche Gefüge zu entwickeln, da dieses meistens von der Bearbeitungsschicht überdeckt wird (s. Abb. 3 a—f). BEILBY nimmt an, daß es sich um eine Schicht amorphen Metalls handelt, entstanden durch Kornzertrümmerung an der Oberfläche während des Schleifens. Im Schrifttum wird diese Schicht als Verformungsschicht oder Schmierschicht bezeichnet, F. ROLL prägte dafür das Wort „Übergefüge“. Je weicher ein Werkstoff, um so dicker ist diese Schicht, nach F. ROLL beträgt sie bei Aluminium etwa 0,03 mm, bei anderen weichen Metallen noch mehr; bei Kadmiumeinkristallen wurde eine



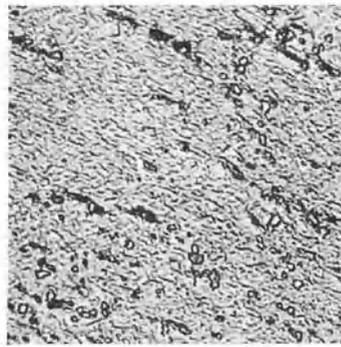
a



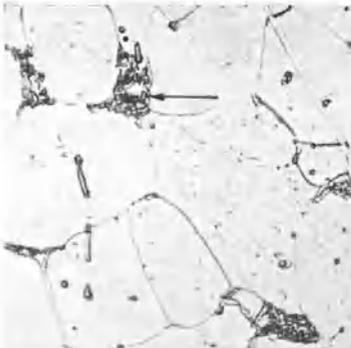
d



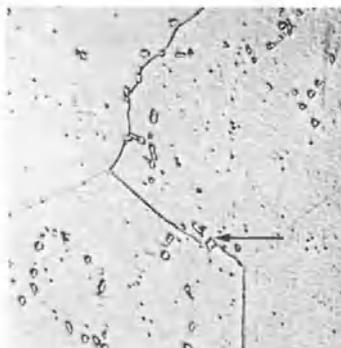
b



e



c



f

Abwechselndes Ätzen und Polieren zwecks Entfernung der Bearbeitungsschicht, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstellen.

Abb. 3a. Stahl (0,13% C) nach dem ersten Polieren geätzt mit alkoholischer Salpetersäure. Infolge der das Gefüge noch überdeckenden Bearbeitungsschicht weder Ferrit noch Perlit erkennbar. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 3b. Dasselbe abpoliert und nochmals geätzt. Gefügeeinzelheiten schwach erkennbar. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 3c. Dasselbe nach dreimaligem Ätzen und Abpolieren. Ferritische Grundmasse mit vereinzelten Perlitinseln. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 3d—f. Chrom-Silizium-Stahl (0,08% C, 0,4% Si, 10% Cr) nach einmaligem, dreimaligem und fünfmaligem Ätzen und Abpolieren. Grundmasse aus Chromferrit mit vereinzelten Karbiden. Ätzmittel Sparbeize in Verdünnungslösung. (Vergr. $\times 500$.)

Dicke bis zu 0,5 mm festgestellt. In vorliegendem Handbuch wird diese Schicht als Bearbeitungsschicht bezeichnet.

Daß es sich bei der das unveränderte Gefüge überdeckenden Bearbeitungsschicht nicht allein um verformtes Metall, sondern auch um eine chemisch veränderte Werkstoffschicht handeln kann, hat WIESTER festgestellt. Da-

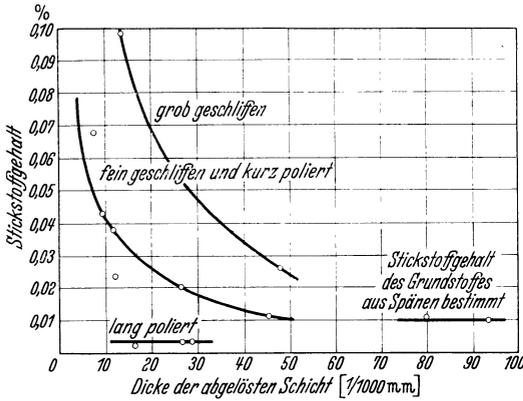


Abb. 4. Mikroanalytisch bestimmte Stickstoffgehalte in der Oberfläche von geschliffenen und polierten Weich-eisenschliffen in Abhängigkeit von der Dicke der abgelösten Schicht (nach WIESTER).

Es ist anzunehmen, daß die Stickstoffaufnahme des Eisens durch die Erwärmung der Schliffprobe beim Schleifen gefördert wird. Wie stark diese Erwärmung sein kann, zeigt F. ROLL in einer Darstellung des Temperaturverlaufes in einem Gußeisenschliff (Abb. 5). Die Meßergebnisse wurden durch Einbringen

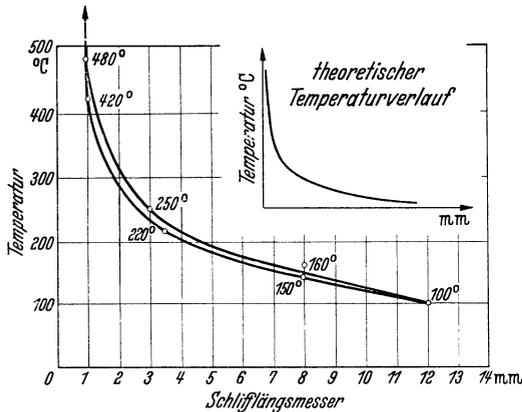


Abb. 5. Temperaturverlauf in einem Gußeisenschliff (30 mm Dmr.) (nach ROLL).

dünnere geeichter Thermoelemente an verschiedenen Stellen der Schliffprobe erhalten. Es war möglich, die Temperatur in 1 mm Abstand von der Schlifffläche zu messen. Hier wurden Temperaturen bis zu 480° festgestellt, und der Verlauf der Kurve läßt unmittelbar an der Schlifffläche noch weit höhere Erwärmung erwarten. Nach KRITZLER können die Temperaturen beim Schleifvorgang bis zu 900° C ansteigen.

nach nimmt die Oberfläche von Stahl- und Eisenproben, wenn beim Schleifen Erwärmung eintritt, Stickstoff auf, der bei höheren Temperaturen im Eisen löslich ist und bei langsamer Abkühlung in Form von Eisennitrid ausfällt. Durch mikroanalytische Untersuchungen wurde festgestellt, daß der Stickstoffgehalt bei grobgeschliffenen Proben am höchsten ist. Abb. 4 zeigt in einer Darstellung nach WIESTER die Dicke der abgelösten Schichten und ihre Stickstoffgehalte bei grobgeschliffenen, feingeschliffenen, kurz polierten und lange polierten Proben.

Es ist deshalb vor allem beim Grobschleifen auf Schmirgelstein darauf zu achten, daß der Stein an der Schleifstelle ständig von Wasser berieselt wird. Eintauchen bereits heißgewordener Proben in Wasser ist zwecklos, ebenso das Abwechseln von Schliffen zur Vermeidung von Erwärmung. Wenn der Schliff in der Hand heiß wird, ist an der Schlifffläche bereits zu starke Erwärmung erfolgt.

Schliffvorbereitung mit der Feile ist deshalb dem Grobschleifen auf Schmirgelstein vorzuziehen, wenn Werkstoff und Zeit es erlauben. Zu starker Feilendruck

kann bei Werkstoffen mittlerer Härte bereits bis zu einer gewissen Tiefe Gleitlinien erzeugen.

Bei weichen Metallen und Legierungen (Blei, Zinn, sogar Aluminium) kann man, wenn es sich um Proben mit kleinen Querschnitten handelt, statt der Schliiffproben Mikrotomschnitte herstellen. Dieses Verfahren hat sich besonders bei der Untersuchung von Bleikabelschuhen bewährt, bei denen durch den Messerschnitt so glatte Flächen erzielt werden, daß sie ohne Polieren sogleich geätzt werden können (vgl. S. 212 u. 225).

2. Schleifmittel. Das gebräuchlichste Schleifmittel für metallographische Zwecke ist Schmirgel, ein natürliches Aluminiumoxyd Al_2O_3 in kristalliner Form, das mit etwa 15—33% Eisenoxyd und anderen Beimengungen verunreinigt ist. Die Härte beträgt nach der MOHRschen Härteskala etwa 6—8 (Diamant 10).

Härter und reiner als Schmirgel ist Korund mit etwa 90—95% Al_2O_3 .

Weitere natürliche Schleifmittel sind die rein silikatischen wie Quarz, Sandstein und Tripel (Härte etwa 7) und die gemischt silikatischen (Härte 6,5—7,5), die neben Silikaten verschiedene Basen enthalten. Hierzu gehört der Bimsstein.

Künstliche Schleifmittel sind wegen der größeren Reinheit härter als die natürlichen, der künstliche Korund wird durch Elektroschmelzverfahren aus Bauxit hergestellt und kommt unter Namen wie Abrasit, Aloxit, Diamantin u. a. in den Handel. Härte etwa $9\frac{1}{2}$.

Noch härter als der künstliche Korund ist das Siliziumkarbid (Härte $9\frac{3}{4}$), bekannt unter den Handelsnamen Carborundum, Carbosilit u. a.

Die Schleifmittel kommen entweder als loses Pulver zur Verwendung oder in Form von Schleifscheiben oder Schleifsteinen. Als Bindemittel dienen je nach dem Verwendungszweck vegetabilische (Leim, Öl, Harz, Schellack), mineralische (Natron-Wasserglas-Kitt) oder keramische (Ton, Kaolin oder Feldspat) Stoffe. Zum Feinschleifen dient Schmirgelpapier verschiedener Körnung.

Die bisher gebräuchlichen willkürlich gewählten Bezeichnungen für Schleifmittelfeinheit werden heute durch Maschennummern ersetzt, die sich aus der Feinheit des verwendeten Siebes herleiten, d. h. die Maschennummern entsprechen der Korngröße, die durch ein Sieb mit der genannten Anzahl Maschen je Linearzoll geht. Nach KLEINSCHMIDT.

3. Mechanische Bearbeitung der Schliifffläche. Das Schleifen besteht in einer Behandlung der Schliifffläche mit immer feiner gekörnten Schleifmitteln, wobei die Schleifrichtung beim Übergang von einer Körnung zur anderen senkrecht zur vorhergehenden sein muß. Bei rechteckigen Proben, die beim Schleifen in der Querrichtung leicht kippen oder rund werden, empfiehlt STOCKTON, statt quer zur Längsrichtung in den Diagonalen zu schleifen. Zweckmäßiger ist es jedoch, solche Proben einzuspannen oder einzubetten. Die wichtigste Grundregel für das Schleifen ist, niemals zu einer feineren Körnung überzugehen, bevor nicht alle Schleifbahnen der gröberen Körnung beseitigt sind. Es kommt jedoch nicht nur darauf an, die Schleifbahnen der vorhergehenden Schleifrichtung zu beseitigen, sondern auch die dabei entstandene Bearbeitungsschicht auf geringste Dicke abzuschleifen. Diese Schicht kann bei weichem Eisen als gleich dick mit dem Korn des verwendeten Schleifmittels angesehen werden. LUCAS empfiehlt, auf jeder Körnung so lange zu schleifen, bis die Kratzer der vorhergehenden Schleifrichtung mit sechsfach vergrößernder Handlupe nicht mehr erkennbar

sind. Zweckmäßig wird nach Beseitigung aller Schleifbahnen der vorhergehenden Körnung durch Drehung der Schliffprobe um 90° nochmals senkrecht zur vorhergehenden Schleifrichtung, aber auf der gleichen Körnung geschliffen, diesmal unter Anwendung geringeren Druckes. Reste von nicht gründlich entfernten Schleifbahnen treten später auf den geätzten Schliffflächen deutlich in Erscheinung (s. Abb. 6).

Für Werkstoffe mittlerer Härte und ganz besonders für weiche Werkstoffe empfiehlt sich von Hand zu schleifen, vor allem wenn es sich um die Herstellung



Beispiel für ungenügende Beseitigung von Schleifbahnen größerer Schmirgelkörnungen.

Abb. 6. Geglühtes Elektrolytisen. Ätzung: Ammoniumpersulfat 10%. Die einzelnen Ferritkristalle zeigen Translationsstreifen, die an den Korngrenzen aufhören oder in einem anderen Winkel entsprechend der Kristallachsenlage weiterverlaufen. Vereinzelt größere Schleifkratzer treten störend in Erscheinung, sie könnten mit den Translationsstreifen verwechselt werden, sind aber daran zu erkennen, daß sie in unveränderter Richtung mehrere Körner schneiden, vgl. Zeichen *a—a*. Die Spuren einer feineren Schmirgelkörnung, die sich über die ganze Schlifffläche gleichmäßig hinziehen, verlaufen in der Richtung *b—b*.

von Schliffflächen für stärkere Vergrößerungen handelt. Hier kommt es besonders darauf an, daß die Bearbeitungsschicht möglichst dünn gehalten wird, ferner daß keine Gefügebestandteile herausgerissen werden.

Auf der feinsten Schmirgelpapierkörnung ist mit etwas Öl zu schleifen, auf diese Weise werden die Schleifbahnen feiner und sind bei nachfolgendem Polieren leichter zu entfernen.

Die üblichen Verfahren des Schleifens sind vielfach für besondere Zwecke entwickelt und abgeändert worden. So wertvoll diese Sonderverfahren sind, so sind sie doch dort schwer anwendbar, wo sehr verschiedene Werkstoffe zur Untersuchung gelangen oder wo die Ausrüstung beschränkt ist. Die Erfahrung hat gelehrt, daß eine geschickte und sorgfältig arbeitende Hand mit den einfachsten Hilfsmitteln oft bessere Ergebnisse zu erzielen imstande ist als eine ungeschickte oder ungeübte Hand mit den vollkommensten Vorrichtungen.

Bei größeren Schlißflächen oder sehr harten Werkstoffen werden Schleifmaschinen benutzt, da es sehr zeitraubend ist, diese von Hand zu schleifen. Bei rasch drehenden Scheiben ist ebenso wie beim Grobschleifen darauf zu achten, daß keine Erhitzung der Schlißprobe eintritt, um die Aufnahme von Stickstoff an der Oberfläche und Veränderungen des Gefüges zu vermeiden (z. B. Anlaßwirkung bei gehärteten Stählen).

Gehärtete Schlißproben mit martensitischem Gefüge scheiden Karbide ab, nach LUCAS erscheinen die Martensitnadeln gesprenkelt oder braun statt weiß, wenn eine Anlaßwirkung beim Schleifen eintrat. Es empfiehlt sich deshalb, solche Proben vor dem Härten zu schleifen und beim nachfolgenden Härten Oberflächenentkohlung und Verzunderung zu vermeiden. Das Schleifen nach dem Härten erfolgt auf Papier mit Wasser oder Glycerin. Neues Schmirgelpapier enthält oft einzelne gröbere Körnchen, die nach STOCKTON leicht festgestellt werden können, wenn das Papier auf eine sauber abgewischte Planglasplatte gelegt und mit leichtem Druck mit einem Lineal abgestrichen wird. An den Stellen, wo sich gröbere Körner befinden, wird die Papieroberfläche leicht aufgebrochen.

Sehr wichtig ist es, Schleifmittel feinerer Körnung vor Verunreinigung mit dem Schleifmittel gröberer Körnung zu schützen. Vor dem Übergang auf eine neue Körnung sind Glasplatte und Schmirgelpapier sauber abzuwischen, ebenfalls Schlißprobe, Hände und Schleifbank.

Vor dem Polieren sind Hände und Schlißprobe sorgfältig zu waschen.

Auf besonders erprobte Verfahren zum Schleifen von Aluminium, Magnesium und ganz weichen Metallen ist bei den einzelnen Abschnitten für die Ätzverfahren dieser Werkstoffe besonders hingewiesen.

C. Vorbereitung von Schlißproben für starke Vergrößerungen.

Beim Schleifen und Polieren spielt die Beschaffenheit der Unterlage eine wichtige Rolle, vor allem bei der Vorbereitung von Schlißproben für starke Vergrößerungen, da solche Schlißflächen möglichst eben sein müssen. Auf Schmirgelpapier und Tuch werden die Schlißränder infolge der Nachgiebigkeit der Unterlage leicht rund und die Schlißfläche gewölbt. Polieren auf nassem Filz läßt härtere Bestandteile zu stark hervortreten. Auf dieser Wirkung beruht das OSMONDSche Reliefpolieren. Die Herrichtung einer möglichst ebenen Schlißfläche verlangt eine wenig nachgiebige Unterlage. Nach DOWDELL und WAHL eignen sich für diesen Zweck Schleif- und Polierscheiben mit Paraffinschicht, nach BENEDICKS solche aus Blei.

Verfahren nach DOWDELL und WAHL:

1. Schleifen auf Schmirgelpapier bis zur Körnung 0 ohne Wasseranfeuchtung.
2. Feinschleifen auf Scheiben von 20 cm \varnothing , auf die eine Mischung von Paraffin und Schmirgelpulver gegossen und der Erstarrung überlassen wird. Es genügen zwei Scheiben mit den Schmirgelkörnungen 150 und 400. Zur Herrichtung dieser Scheiben wird Paraffin geschmolzen und mit Schmirgelpulver zu einem dicken Brei verrührt. Um diese Scheiben wird ein als Gußform dienendes, über den Scheibenrand ragendes Metallband von etwa 10 mm Höhe gespannt. Das Schmirgelpulver setzt sich nach dem Aufgießen der Mischung rasch ab, so daß die obere Schicht nach erfolgter Erstarrung aus fast reinem Paraffin besteht. Diese Schicht

wird mit einem scharfkantigen Werkzeug entfernt, nachdem das Metallband abgenommen ist. Die Scheiben sind nun gebrauchsfertig und bei normaler Beanspruchung mehrere Monate verwendbar. Die Vorteile dieses Verfahrens gegenüber Schmirgelpapier bestehen darin, daß das Schmirgelpulver sich nicht in die Oberfläche weicher Metalle eindrückt, daß es außerordentlich wirtschaftlich ist, daß die Schliffproben sich beim Schleifen weder erhitzen noch zuschmieren, wenn ein stärkerer Druck ausgeübt wird, und daß es wenig Zeit beansprucht. Für Aluminium, Magnesium, Kupfer und Stahl ist nur ein Drittel der sonst üblichen Vorbereitungszeit erforderlich.

VILELLA empfiehlt statt der mit Paraffinschicht bedeckten Metallscheibe tuch- oder kanevasbespannte Scheiben, die mit Paraffin getränkt sind. Der in flüssiges Paraffin getauchte Stoff wird noch warm über die Metallscheibe gespannt und mit Ring festgehalten. Auf der Kanevasscheibe wird mit gröberem, auf der Tuchscheibe mit feinerem Schmirgel geschliffen. Die Vorteile dieses Verfahrens sind: Erhaltung nichtmetallischer Einschlüsse, keine Kantenabrundung, geringere Verformung der Oberfläche.

Nach ELLINGER und ACKEN sind Paraffinüberzüge als Träger des Schleifmittels zu weich. Besser geeignet sind Metallscheiben mit einer Deckschicht aus einer 50:50-Blei-Zinn-Legierung. Diese wird in gleicher Weise wie die Paraffinschicht auf die Metallscheibe gebracht und nach der Erstarrung abgedreht. Aufgestreutes Schmirgelpulver wird mittels einer zweiten Scheibe aus hochwertigem Gußeisen in drehender Bewegung etwa 30 sec lang in die Blei-Zinn-Schicht eingerieben.

Verfahren nach BENEDICKS und WRETBLAD. In diesem Verfahren werden Bleischeiben mit 400—900 Umdr/min verwendet, in deren Oberfläche zwei gleichlaufende Rillen in Spiralen eingeschnitten werden. Die Steigung der Spirale beträgt 12 mm, die Entfernung der beiden Rillen voneinander beträgt die Hälfte der Steigung. Die Rillen sind 0,5 mm breit und 0,5 mm tief, in der Tiefe sind sie sorgfältig abgerundet. Ihre Aufgabe besteht in der Aufnahme des überschüssigen Schmirgelpulvers. Die spiralenförmige Anordnung der Rillen erleichtern das Säubern der Scheiben. Bei Verwendung solcher Scheiben mit den handelsüblichen Schmirgelpulvern oder mit besonders vorbereiteten Pulvern mit sehr gleichmäßiger Korngröße können Stahlproben sehr rasch völlig eben geschliffen und mit einer Oberfläche versehen werden, die in der üblichen Weise durch Polieren auf nassem Tuch für mikroskopische Untersuchungen fertigpoliert wird.

Verfahren nach AMBERG. In einem Verfahren nach K. AMBERG werden Bleischeiben verwendet, auf die als Schleifmittel Schmirgelpulver oder Wolframkarbid aufgetragen und mit einem in Benzol gelösten Eisenfirnis festgehalten wird. Arbeitsgang des Verfahrens:

1. Grobschleifen.
2. Schleifen mit Schmirgelpulver von 100—40 μ Korngröße.
3. Schleifen mit Schmirgelpulver von 50—25 μ Korngröße.
4. Schleifen mit Wolframkarbid mit weniger als 4 μ Korngröße.

Abgenutzte Scheiben werden durch Überstreichen mit einem in Benzol getauchten Pinsel rasch wieder gebrauchsfertig gemacht. Der Firnis löst sich und die Schleifkörner treten wieder hervor, zugleich wird der Schleifstaub in der

Unterlage gebunden. Nach einer Minute ist die Scheibe wieder zu benutzen. Es kann von Hand und auch auf drehenden Scheiben geschliffen werden.

Durch Feinschleifen mit Wolframkarbid wird die Polierdauer erheblich verkürzt.

D. Vorbereitung von Schliffproben für die Untersuchung nichtmetallischer Einschlüsse.

Die sorgfältige Vorbereitung, die die Untersuchung nichtmetallischer Einschlüsse in Metallen und Legierungen erfordert, führte zu der Entwicklung von Schleif- und Polierverfahren, die das Ausbröckeln der Einschlüsse nach Möglichkeit verhindern und ihre natürliche Farbe erhalten sollen, damit sie mit größerer Sicherheit erkannt werden können. Von diesen Gesichtspunkten aus wird Trockenschleifen und nach Möglichkeit auch Trockenpolieren bevorzugt. Flüssigkeiten sollen möglichst nicht in Berührung mit der Oberfläche kommen, da ihr Eindringen zwischen Metall und Einschluß die Lockerung der Einschlüsse fördern könnte, und zwar um so mehr, je dünnflüssiger sie sind. Aber auch Öl und Vaseline sind zu vermeiden.

Nach GOERENS genügen die üblichen Verfahren, wenn auf geringen Anpreßdruck und häufigen Wechsel der Polierrichtung geachtet wird. Es ist zweckmäßig, Schliffproben, die zur Einschlußbestimmung dienen sollen, kürzere Zeit zu polieren, als für Gefügeuntersuchung notwendig ist. Da sich beim Polieren weicher Stahlproben leicht etwas Metall über die Einschlüsse zieht, das sie teilweise verdeckt und deshalb kleiner erscheinen läßt, wird empfohlen, nach dem ersten Polieren leicht mit Pikrinsäure zu ätzen (nicht länger als 5 sec) und nochmals kurz nachzupolieren.

Nach PORTEVIN und CASTRO bedarf es zur Vorbereitung von Schliffproben mit Einschlüssen keiner besonderen Technik, vielmehr genügen die üblichen Verfahren des Vorschleifens auf Schmirgelstein und Schmirgelpapier und des nachfolgenden Polierens mit zwei verschiedenen Tonerdekörnungen. Wichtig ist, daß kein frisches, sondern nur abgenutztes Schmirgelpapier verwendet wird, daß beim Schleifen kein Druck ausgeübt und zum Schluß längere Zeit auf fast trockenem Tuch poliert wird.

Nach M. A. SCHEIL, M. BAEYERTZ und I. R. VILELLA ist graphitbestrichenes Schmirgelpapier mit einiger Vorsicht anzuwenden, da leicht etwas Graphit in der Schlifffläche festgehalten wird. Nach dem Polieren kann dieser Graphit für Einschlüsse angesehen werden, zumal er bei polarisiertem Licht und gekreuzten Nichols anisotrop erscheint.

Schliffproben für die Untersuchung von Einschlüssen bei polarisiertem Licht sind nach beendetem Polieren sorgfältig zu säubern und zu trocknen. Angetrocknete Feuchtigkeitsspuren erscheinen bei gekreuzten Nichols als helle Flächen, Spuren des Poliermittels können ebenfalls zu Fehlschlüssen führen. Ätzen, Anlassen oder andere Oberflächenfärbungen der zu untersuchenden Schliffflächen sind nicht ratsam, da hierdurch Oxydhäute auf den Einschlüssen entstehen und Polarisationseffekte erzeugt werden können. Hierdurch kann die Schwingungsebene des einfallenden Lichtes verändert und eine pseudo-anisotrope Wirkung erzielt werden.

BENEDICKS und WRETBLAD führen das leichte Ausbröckeln der Einschlüsse auf das verschiedene Wärmeausdehnungsvermögen von Schlacke und umgeben-

dem Metall zurück. Wenn das Metall sich bei der Abkühlung stärker zusammenzieht als die Schlacke, was in der Regel der Fall ist, erleiden die Schlackeneinschlüsse einen zu starken Druck, wodurch sie aus der Oberfläche herausgequetscht werden, sobald sie beim Schleifen freigelegt werden. Zieht das Metall sich dagegen weniger zusammen als die Schlacken, so können die Schlackeneinschlüsse lose werden und leicht herausfallen.

BENEDICKS und WRETBLAD empfehlen deshalb für die Vorbereitung von Schliffproben für die Untersuchung von Einschlüssen ein besonderes Verfahren, bei dem jede Anfeuchtung zu vermeiden ist. Als Unterlage beim Schleifen und Polieren dienen Glasscheiben mit einem Überzug von Zelluloselack. Zur Herichtung solcher Scheiben wird eine bestimmte Menge verdünnten Lacks (etwa 6 cm³ für eine Scheibe von 18 cm Ø) über die waagrecht gelagerte Scheibe gegossen und in einem staubfreien Raum etwa 24 Stunden in den Verdunstungsdämpfen des Lacklösungsmittels langsam trocknen gelassen. Nach erfolgtem Trocknen wird der Lack mit Schmirgelpulver bestreut, das mit einer weichen Bürste in die Lackfläche eingerieben wird. Der Überschuß an Pulver wird abgestrichen, das haftende Pulver wird durch leichtes Überspritzen mit dem Lackverdünnungsmittel festgehalten. Danach wird die Scheibe eine halbe Stunde getrocknet. Dieses Einreiben von Schmirgelpulver, Überspritzen und Trocknen wird sechsmal wiederholt. Nach anschließendem 24stündigem Trocknen ist eine solche Scheibe gebrauchsfertig. Um ein Kleben der Schliffproben auf der Lackfläche zu verhindern, wird beim Schleifen etwas ausgewaschener Graphit (etwa 3—4mal in der Stunde) auf die Scheibe gebracht. Das Schleifen erfordert eine gewisse Zeit, auf jede Schmirgelnkörnung sind 1—2 Stunden zu rechnen.

Das Verfahren ist besonders dann zu empfehlen, wenn Mikroaufnahmen bei mehr als tausendfacher Vergrößerung angefertigt werden sollen.

Ein Nachteil des Trockenschleifens besteht in der Bildung einer feinen Oxydhaut auf der Schlifffläche, deshalb ist der lose Schleifstaub öfter mittels Rollquetscher zu entfernen oder es ist in Stickstoffatmosphäre zu arbeiten.

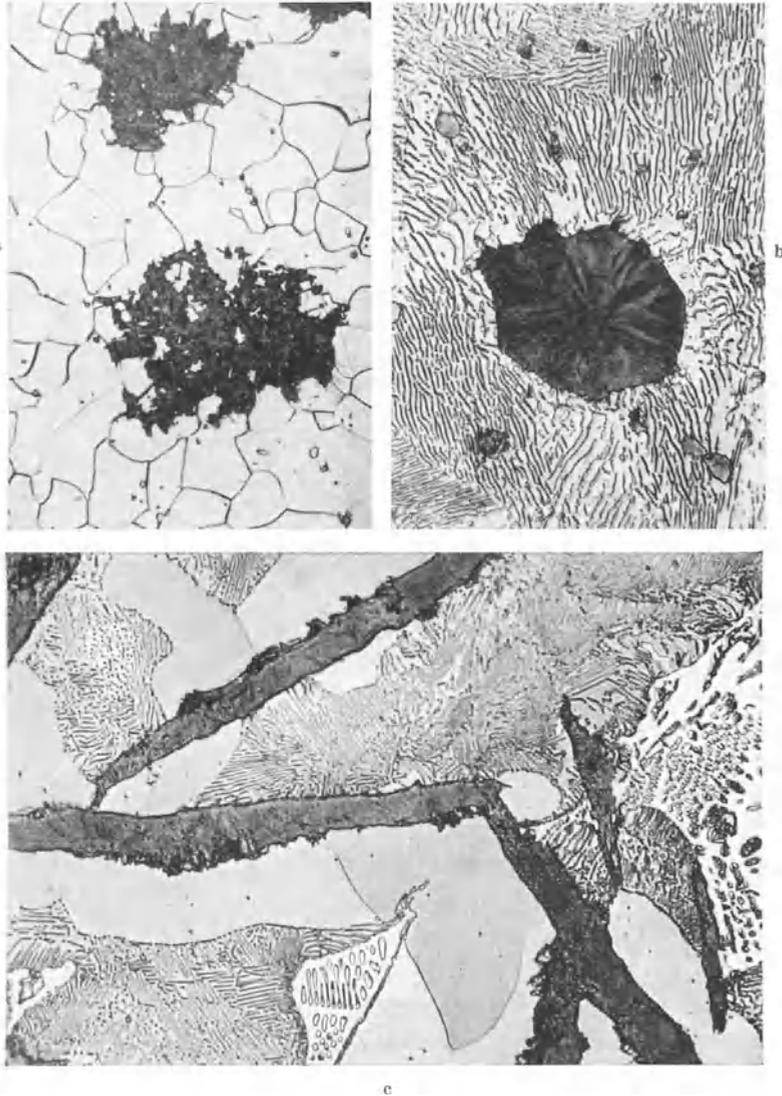
E. Das Schleifen von Gußeisenproben.

Die Vorbereitung von Gußeisenschliffproben bereitet besondere Schwierigkeiten, da der weiche bröcklige Graphit und die Temperkohle beim Schleifen herausgerissen werden, wobei die zurückbleibenden Hohlräume den Graphit- bzw. Temperkohlegehalt höher erscheinen lassen, als er in Wirklichkeit ist. Dies ist besonders bei naß geschliffenen und vorgepolierten Proben der Fall. Bei sehr breitem und verästeltem Graphit ist es fast unmöglich, das Ausbröckeln zu verhindern. Feinere Graphitadern werden beim Schleifen und Polieren leicht zugeschmiert und erscheinen schmal und undeutlich begrenzt. Bei richtiger Schliffvorbereitung erscheint Graphit hellgrau mit deutlich erkennbarem Aufbau und scharfer Begrenzung. Ein solches Bild wird erhalten durch vorsichtiges Polieren und leichtes Ätzen in mehrfachem Wechsel, bis sowohl der Graphit wie auch die perlitische oder ferritische Grundmasse des Gußeisens klar sichtbar werden (vgl. Abb. 7a—c).

Einige besondere Verfahren zur Vorbereitung von Gußeisenschliffen werden nachstehend angeführt:

1. Verfahren nach URBAN und SCHNEIDEWIND.

- a) Leichtes Schleifen auf einer feinen Schmirgelscheibe.
- b) Schleifen auf einer Lederscheibe mit einer Mischung von Tonerde und Bimsstein in Stearinsäure.
- c) Polieren auf Leder- oder Tuchscheibe mit Juwelierrot in Stearinsäure, wobei Wasser nur in sehr sparsamen Mengen aufgetropft wird.
- d) Fertigpolieren auf Billardtuchscheiben mit Juwelierrot in Stearinsäure.



Beispiele für einwandfreie Wiedergabe von Graphit und Temperkohle.

Ätzung: alkoholische Salpetersäure bei allen drei Abbildungen.

Abb. 7a. Tempergußprobe mit Temperkohle. Schwarzkernguß.

Abb. 7b. Weißkernguß mit Temperkohle.

Abb. 7c. Graugußprobe mit groben Graphitnadeln.

Zur Verwendung kommt Leder, wie es die Galvanische Industrie zum Polieren benutzt. Das Verfahren erstrebt die Vermeidung von losem Schmirgelpulver und Wasser, wodurch Graphit und Schlackeneinschlüsse in der Schlißfläche festgehalten werden. Das Arbeiten auf Lederscheiben ist sehr zeitsparend. Mit einiger Übung lassen sich Schliße mit weniger abgerundeten Kanten als bei den üblichen Naß-Polierv Verfahren herstellen. Nach URBAN und SCHNEIDEWIND können so hergestellte Tempergußproben bis zur äußersten Schlißkante untersucht werden, ohne daß Verstellen der Feineinstellungsschraube nötig ist.

2. Verfahren nach PRIESTLEY.

PRIESTLEY gibt ebenfalls ein Verfahren an, in dem Polierrot in Stearinsäure zum Trockenpolieren von Gußeisenschliffen verwendet wird. Nach PRIESTLEY sind Graphitnadeln und Schlackeneinschlüsse bei Gußeisenproben noch in der Schlißfläche festgehalten, wenn diese die Schmirgelkörnung 000 verlassen, sie werden aber durch nasses Polieren mit Tonerde und Wasser herausgerissen. Bei Anwendung von Polierrot in Stearinsäure auf Polierscheiben mit mittelweichem Tuch oder Samt und einer Drehgeschwindigkeit von 400—600 Umdr/min tritt das Ausbröckeln der erwähnten Bestandteile nicht auf, das bestätigt die von URBAN und SCHNEIDEWIND gemachten Beobachtungen.

3. Verfahren nach VILELLA.

a) Schleifen bis Körnung 000 bei mäßiger Geschwindigkeit, wobei sorgfältig darauf zu achten ist, daß bei dieser Körnung keine tieferen Kratzer entstehen.

b) Schleifen auf derselben Körnung mit Graphit oder Seifenstein unter Vermeidung von Druck.

c) Polieren mit feingemahlener Tonerde oder Magnesiumoxyd (ponderosum) auf der matten Seite von schwerem Seidensatin. Das Polierpulver wird trocken auf den angefeuchteten Stoff gebracht und mit den Fingern eingerieben, wobei alle härteren Körnchen abgestrichen werden. EPSTEIN gibt an, daß Baumwollsamt ebenso gute Ergebnisse liefert wie der teure Seidensatin.

4. Verfahren nach ZIFFRIN.

a) Vorschleifen auf Schleifscheibe mit Alundumpulver (120 Maschen) zum Ebenen der Schlißfläche und Entfernen der Sägespuren (1250 Umdr/min).

b) Vorschleifen auf Scheiben mit Paraffinüberzug mit Tonerde in Seifenwasser-Glyzerin (650 Umdr/min).

c) Polieren auf Scheiben mit Seidensatinbespannung (matte Seite nach außen) und einer Paste aus Magnesiumoxyd, das in den Satin gerieben und mit so viel Wasser vermischt wird, daß die Probe eben gleitet (350 Umdr/min).

Das Feinpolieren erübrigt sich, wenn die Schlißproben nur für Beobachtung im Mikroskop, nicht für Aufnahme von Gefügebildern bestimmt sind.

5. Verfahren nach ALLEN. Nach A. M. ALLEN ist es zweckmäßig, Gußeisenproben nach dem Schleifen auf Körnung 00 zunächst auf frischer Körnung 000 zu schleifen, bis diese abgenutzt ist, danach wird die Schlißprobe um 90° gedreht und auf dem abgenutzten Papier fertig geschliffen.

6. Nach BERGEKOFF und FORGENG kann das Ausbröckeln von Graphit in den ersten Schleifstufen vermieden werden, wenn längere Zeit auf Schmirgelpapier 2, möglichst auf abgenutztem Papier, geschliffen wird. Richtig geschliffene Proben sollen nach dem letzten Schleifen auf Körnung 3/0 bei 100facher Vergrößerung keine dunklen Stellen, verursacht durch ausgebröckelten Graphit,

zeigen. Um Ausreißen von Graphit wie auch von Einschlüssen beim Polieren zu verhindern, wird ein Vorpolieren auf einem wenig nachgiebigen Stoff mit Tonerde oder Magnesiumoxyd empfohlen; als besonders geeignet wird eine Art Segeltuch, wie es zur Bespannung von Flugzeugflügeln dient, angegeben. Graphithaltige Proben sind nicht in Gegenbewegung um die Scheibe zu führen, sondern nur in einer Richtung hin und her zu bewegen. Als Polierdauer wird für Gußeisenproben von etwa 12 mm² Schlißfläche 10—20 min, für Tempergußproben gleicher Größe 40—50 min angegeben. Die letzten feinen Polierkratzer können auf Seidensamt mit den gleichen Poliermitteln entfernt werden.

Vorher ist das abgenutzte Papier mit Spiritus abzuwaschen, mit der Hand abzustreichen und nochmals mit Spiritus abzuspülen, um allen losen Schleifstaub zu entfernen. Auf so behandeltem Papier fertiggeschliffene Gußeisenproben sind leicht zu polieren.

F. Selbsttätiges Schleifen und Polieren.

Wenn gleichzeitig mehrere Proben aus gleichen oder ähnlichen Werkstoffen reihenmäßigen Untersuchungen unterworfen werden, bringt die Anwendung selbsttätiger Schleif- und Polierverfahren neben beträchtlicher Zeitersparnis den Vorteil, daß sämtliche gleichzeitig gefertigten Proben wegen der gleichartigen Behandlung für Vergleichszwecke sehr geeignet sind.

Die Proben werden zunächst in üblicher Weise vorgeschliffen. Danach erfolgt das weitere Schleifen und Polieren selbsttätig. Beim Schleifen werden die Proben meistens durch ein Magnetfutter in der Schleifscheibe oder durch magnetische Halter gehalten. Durch diese Halteeinrichtungen werden völlig ebene Schlißflächen erzielt, was beim Handschleifen nicht unbedingt erreicht wird. Die Proben werden während des Schleifens und Polierens in einer drehenden Bewegung gehalten, bewirkt durch Halteringe sowie durch Hin- und Herbewegung der Haltearme.

Nach GUTHRIE hat sich folgendes Verfahren bewährt:

1. Feinschleifen auf Polierscheiben mit Paraffinschicht, in die radial angeordnete Vertiefungen in V-Form eingeschnitten werden. Als Schleifmittel dient Carborundumpulver (180 Maschen) in Seifenlösung. Umlaufgeschwindigkeit der Scheiben etwa 1500 Umdr/min. Eine Schleifdauer von 1—2 min soll genügen, um alle Schleifbahnen des vorhergehenden Schleifmittels zu beseitigen.

2. Vorpolieren auf Tuchscheibe mit Tonerde und Seifenlösung bei 500 bis 1500 Umdr/min je nach der Art des Werkstoffes. 2—5 min genügen zur Beseitigung der Schleifbahnen und zur Erzeugung einer glänzenden Oberfläche mit wenigen feinen Polierkratzern.

3. Feinpolieren mit MERCK'schem Magnesiumoxyd (p. anal. sulfatfrei) in Seifenlösung. 1—3 min genügen zur Beseitigung der letzten feinen Kratzer und zur Erzielung von Hochglanzschlißflächen.

Die Einrichtung für das selbsttätige Schleifen und Polieren besteht aus einem magnetischen Probenhalter, der in einen Haltearm eingesetzt wird. In die Schleif- und Polierscheiben sind Nickelplättchen eingelegt. Infolge der magnetischen Wirkung zwischen diesen Nickelplättchen und dem magnetischen Probenhalter wird der Auflagedruck der Proben vermehrt, gleichzeitig erfolgt dadurch während des Betriebes die Drehbewegung der Probe auf der Schleif- und Polierscheibe.

Der magnetische Probenhalter gewährleistet eine selbsttätige Einstellung der Proben in die einmal eingenommene Schleif- und Polierebene — auch nach

wiederholtem Entfernen und Wiederaufbringen — und bewirkt einen immer gleichmäßigen Druck.

DIERGARTEN und ERHART¹ verwenden zur Aufnahme der Proben Halteringe von 90 mm Durchmesser, in die 5—20 Schlißproben je nach Größe eingebettet werden können. In den Haltering wird zuerst etwas flüssiges Wachs gegossen, in das die Schlißproben eingesetzt werden. Nach dem Erkalten des Wachses werden die freien Räume zwischen den Proben und dem Haltering mit Gips ausgefüllt. Sobald dieser fest geworden ist, wird das Wachs verflüssigt, so daß nun die zu schleifenden Flächen über den Gips vortreten.

Die Halteringe werden auf ein waagrecht angeordnetes Magnetfutter gebracht. Während des Schleifens und Polierens drehen sie sich in einer Haltevorrichtung um ihre eigene Achse.

Das Gewicht der Halteringe, die Drehzahl des Magnetfutters und der Schleif- und Polierscheibe müssen den zu untersuchenden Werkstoffen angepaßt werden.

Bei Anbringung von 6 Halteringen können 60—90 Schliße auf einmal geschliffen und poliert werden.

Nach beendetem Polieren werden die Schlißproben aus dem Gips gedrückt, um einzeln geätzt und untersucht zu werden.

G. Verfahren zur Trennung und Bestimmung der Korngrößen von Schleif- und Poliermitteln.

Die Verbesserungen in der Schleif- und Poliertechnik und die Anwendung automatischer Verfahren erfordern sorgfältig gestufte Schleif- und Poliermittel. Die Nachteile und der Zeitverlust, der durch vereinzelte gröbere Körnchen beim Schleifen und Polieren entstehen kann, sind genügsam bekannt.

RODDA beschreibt ein einfaches Hilfsmittel zur möglichst scharfen Trennung bestimmter Korngrößen bei Schmirgelpulvern und Poliermitteln. Eine Aufschwemmung des betreffenden Pulvers wird eine Zeitlang stehengelassen. In bestimmten Zeitabständen wird die Flüssigkeit von der aufgeschwemmten Lösung bis zu einer bestimmten Tiefe abgesaugt. Zeit und Menge sind nach der gewünschten Korngröße zu bestimmen. Feinste Verteilung des Pulvers kann durch Anwendung einer Kolloidmühle erreicht werden. Zur Vermeidung von Flockenbildung in der Aufschwemmung wird ein geringer Zusatz von Natriumsilikat beigemischt. Bei Tonerde kommt auf eine Aufschwemmung von 100 g Tonerde in 500 cm³ Wasser 1 cm³ einer 40proz. Natriumsilikatlösung.

BENEDICKS und WRETBLAD geben ein Mikrofällungsverfahren an, mittels dessen die Korngröße der Abstufungen von Schmirgel- und Polierpulvern bestimmt werden kann.

Eine Probe von etwa 1 mg Gewicht fällt durch eine Lösung in einem Vertikalrohr, dessen verschiedene Temperaturbereiche eine ständige Zunahme der Dichte der Lösung von oben nach unten bewirken. Die Gewichte der verschiedenen Korngrößen werden durch die in der mikrochemischen Technik üblichen Verfahren bestimmt. Messungen feiner Schleifmittel nach diesem Verfahren stimmen mit mikroskopischen Messungen nahezu überein.

¹ Weitere Angaben über selbsttätig arbeitende Schleif- und Poliermaschinen: EPSTEIN, S., und J. P. BUCKLEY: *Bur. Stand. J. Research* **3**, 783 (1929); *Stahl und Eisen* **50**, 1001 (1930). — JARRETT, T. C.: *Trans. Amer. Soc. Met.* **27**, 758 (1939); *Stahl und Eisen* 1940.

IV. Vorpholiervfahren.

Es ist in zahlreichen Fällen ratsam, nach dem Schleifen auf Schmirgelpapier und vor dem Polieren eine Zwischenbehandlung einzuschleifen, die vor allem die Entfernung der beim Schleifen entstandenen Bearbeitungsschicht bezweckt. Auch wird durch diese Vorbehandlung das Polieren selbst verkürzt und die Entstehung eines Oberflächenreliefs durch zu langes Polieren vermieden. Von der Art des Werkstoffes hängt es ab, ob dieses Vorpholieren möglichst naß oder möglichst trocken auszuführen ist.

Für Eisen und Stahl eignet sich nach GOERENS das folgende Verfahren:

Zwei geschliffene Spiegelglasplatten werden mit mehreren Lagen dünnen Flanells oder Poliertuches bespannt, die man auf der Rückseite der Platten mit starkem Zwirn vernäht. Die Größe der Platten wird zweckmäßig so gewählt, daß sie in flache Schalen, wie sie zur photographischen Entwicklung benutzt werden, passen.

Loses Schmirgelpulver (1 min und 120 min geschlämmt) wird mit dem Finger in das Tuch eingerieben, etwa 5 g für die Platte. Danach wird etwas Seifenlösung, die in kaltem Zustand dickflüssig sein muß, auf jede Platte gegossen und ebenfalls mit dem Finger verrieben.

Die bis zur Schmirgelkörnung 00 vorgeschliffenen Proben werden zuerst auf dem gröberen Schmirgelbrei geschliffen, bis alle Kratzer der Körnung 00 verschwunden sind, dann auf der Platte mit dem feineren Brei weitergeschliffen und danach in üblicher Weise poliert.

Statt dieses Handpolierens kann auch in gleicher Weise auf langsam drehenden Horizontalscheiben vorpholiert werden.

Ein trockenes Vorpholiervfahren bewährt sich besonders für Nichteisenmetalle und deren Legierungen.

Als Unterlage dienen ebenfalls zwei Spiegelglasplatten, die mit weichem Baumwollstoff bespannt werden. Als Poliermittel dienen Dujardin-Polierpasten Nr. 1 und 2. Bei sehr weichen Metallen, wie Blei, wird mit reichlicher Anfeuchtung durch Spiritus gearbeitet. Bei Metallen von der Härte des Kupfers und Aluminiums werden in wenigen Minuten spiegelblanke Oberflächen erzielt, bei weicheeren Metallen ist längere Zeit erforderlich (A. MEYER).

Das Vorpholieren auf drehenden Scheiben erfolgt am besten bei 300 bis 600 Umdr/min. Die Scheiben werden mit Tuch bespannt, als Poliermittel kommt geschlämmter Schmirgel (120 min) in Betracht.

Tücher auf Polierscheiben sind immer sehr fest zu spannen, da die Schliffprobe sonst hängenbleibt und heftig aus den Fingern gerissen wird, auch leicht das Tuch einreißen kann.

Vorpholieren und Nachpolieren ist niemals auf derselben Tuchscheibe vorzunehmen, da es nicht möglich ist, alle Spuren des Vorpholiermittels aus der Scheibe zu entfernen.

Zum Vorpholieren von graphit- und temperkohlehaltigen Gußeisen-Proben wie auch von Proben für die Untersuchung von Einschlüssen empfehlen BERGEKOFF und FORGENG einen wenig nachgiebigen segeltuchartigen Stoff (Bespannungsstoff für Flugzeugflügel) oder ungebleichten Nessel. Bei Proben mit leicht ausbröckelnden Einschlüssen, wie Aluminiumoxyd, ist zu Anfang nur wenig feucht, zuletzt fast trocken zu polieren. Dasselbe gilt auch für Bleibronze.

Beim Vorpolieren werden die Schliffproben mit leichtem Druck von der Mitte der Scheibe zum Rand und wieder zurück geführt, die Schliffprobe wird so gehalten, daß die Schleifbahnen der vorhergehenden Schmirgelkörnung im rechten Winkel geschnitten werden. Trockenpolieren und Reliefpolieren ist zu vermeiden, zu langes Polieren reißt die feineren Einschlüsse heraus, bewirkt Lochbildung und läßt die Korngrenzen hervortreten. Sind nach 5—10 min langem Polieren die Mehrzahl der Schmirgelpapierkratzer entfernt und bleiben einige übrig, so ist es zwecklos, weiter zu polieren. Es ist dann notwendig, auf die letzte oder vorletzte Schmirgelkörnung zurückzugehen und rechtwinklig zu diesen Kratzern zu schleifen.

Zeigt die Schliffprobe keine Schleifbahnen von der letzten Schmirgelkörnung mehr, sondern nur die Richtung der Vorpolierscheibe, so wird sie jetzt einige Minuten entgegengesetzt zur Drehrichtung um die Scheibe bewegt, bis die Bahnen der ersten Vorpolierrichtung entfernt sind. Danach wird die Probe gründlich gewaschen und getrocknet.

Ob als Verdünnungsmittel für das Poliermittel Wasser, Seifenwasser oder eine Mischung von Wasser und Spiritus anzuwenden ist, hängt von der Art des zu polierenden Werkstoffes ab.

Bei Dauergebrauch sind die Polierscheiben ab und zu abzuwaschen und gründlich abzubürsten. Bei Nichtbenutzung darf das Poliermittel auf den Scheiben nicht antrocknen, sie sind deshalb feucht zu halten oder vor dem Beisettesetzen gut auszuwaschen.

Es ist bereits auf S. 14 auf die Notwendigkeit mehrfachen Polierens mit abwechselndem Ätzen zur Entfernung der Bearbeitungsschicht von Schliffproben hingewiesen, wie sie bei Werkstoffen geringer und mittlerer Härte durch den Schleifvorgang erzeugt wird. PULSIFER entwickelte ein Verfahren zur raschen Herstellung von Schliffproben, von dem Gedanken ausgehend, daß das Polieren nur eine Vorarbeit ist, und daß die Beseitigung der letzten feinen Risse von den Ätzmitteln übernommen werden muß.

Die Schliffproben werden zuerst gefeilt, dann von Hand auf Schmirgelpapier weiter bearbeitet bis zur Schmirgelkörnung 000. Eisen- und Stahlproben werden danach leicht geätzt, bevor die Weiterbehandlung vorgenommen wird, die das übliche Polieren auf drehenden Tuchscheiben ersetzen soll. Diese Behandlung erfolgt auf paraffinüberzogenen Holzbrettchen, die mit Tuch oder Waschleder bespannt werden. Zwei solcher Brettchen sind erforderlich, da zwei verschiedene Poliermittel zur Anwendung kommen:

- a) Carborundumpulver 600,
- b) Tripoli (Tripel).

Beide Vorpolierpulver werden gründlich gewaschen, dann jedes für sich zu einem dicken Brei verrührt. Ein größerer Vorrat von gewaschenem Schmirgelpulver ist in Flaschen vorrätig zu halten.

Die Brettchen haben eine Fläche von etwa 15 cm² bei einer Dicke von 15 bis 20 mm. Von dem Vorpolierbrei wird so viel aufgetragen, daß eine Fläche von 3—5 cm² etwa 0,3 mm dick bedeckt wird. Beim Schleifen ist nur so stark zu drücken, daß der Schliff auf der Paste gleitet, ohne das Tuch bzw. Leder zu berühren. Nachdem die Probe etwa 100mal schnell hin und her gerieben ist, wird eine Ätzung mit einem für den Werkstoff geeigneten Ätzmittel vorgenommen

und dieses abwechselnd 3 mal wiederholt auf jeder Paste. Bei Nichteisenmetallen genügt es, nur mit Tripoli zu arbeiten. Bei Werkstoffen, die die Tripolipaste bei einfachem Reiben schwärzen, kann das Zwischenätzen fortgelassen werden. Auf einem Flückschen Paste können Hunderte von Schlifften hergestellt werden, es ist nur von Zeit zu Zeit notwendig, die obere Schicht etwas zu erneuern, besonders zum Schluß des Polierens. Die Paste auf dem Schleifbrett braucht nur angefeuchtet zu werden und ist fertig zum Polieren. Durch das Zwischenätzen während des Polierens wird die Schliffherstellung sehr beschleunigt. Die Bearbeitungsschicht und überdeckte Schleifkratzer werden auf diese Weise entfernt, so daß nach dem letzten Polieren nur noch kurzes Ätzen erforderlich ist. Nach PULSIFER kann eine Probe in 2—5 min mit einer zur Herstellung von Gefügeaufnahmen geeigneten Schlifffläche versehen werden.

Das Verfahren hat den Vorteil, daß sich sehr schnell Schlitze ganz von Hand herstellen lassen, da keine Schleif- und Poliermaschinen benutzt werden. Die erhaltenen Schliffflächen erscheinen jedoch nicht poliert, sondern matt, und die Ätzung muß ziemlich tief sein, wenn das Gefüge klar herauskommen soll. Die so hergestellten Schliffflächen eignen sich gut für orientierende Gefügeuntersuchungen und für Aufnahmen bei schwachen Vergrößerungen.

Die von PULSIFER verwendeten Ätzmittel sind folgende:

Für Eisen und Stahl: Alkoholische Salpeter- oder Pikrinsäure oder eine gesättigte Kaliumchloratlösung, der auf 100 cm³ 0,5 cm³ Schwefelsäure zugesetzt werden.

Für nichtrostende Stähle: Konzentrierte Salzsäure mit geringem Zusatz von Chromsäure(anhydrid).

Für Kupferlegierungen (einschließlich Kupfer-Nickel und Berylliumbronze): Konzentrierte Salpetersäure mit einem geringen Zusatz von Chromsäureanhydrid. Bei Legierungen mit zwei Kristallarten kann ein kurzes Nachätzen mit folgender Lösung eine Dunkelfärbung des β -Bestandteils und stärkere Betonung von Zwillingsbildungen bewirken:

Wasser	100 cm ³
Salzsäure, konz.	1 „
Eisenchlorid	10 g
Chromsäureanhydrid	1 g

Für Zinklegierungen: Das PALMERTON Ätzmittel s. S. 202.

V. Polierverfahren.

Das Polieren von Schliffproben hat den Zweck, die feinen Kratzer von der letzten Schmirgelkörnung (Schmirgelpapier 5/0 mit Öl getränkt) oder vom Vorpolieren zu beseitigen. Abwechselndes Polieren und leichtes Ätzen beseitigt auch die beim Schleifen entstandene Bearbeitungsschicht, wenn sie nicht schon durch das Vorpolieren entfernt wurde. Die Betrachtung polierter Schliffproben im Mikroskop zeigt häufig eine völlig kratzerfreie Schlifffläche, während nach dem ersten leichten Ätzen zahlreiche Kratzer auftreten. Dies ist besonders bei weichen Schliffproben der Fall, zu denen auch ferritische und austenitische Stähle zu rechnen sind. Es erklärt sich daraus, daß auch beim Polieren noch ein leichtes Fließen und Schmierens des Metalls stattfindet, wodurch die Kratzer überdeckt

werden. Beim Ätzen wird dieses über die Kratzer geschmierte Metall zuerst aufgelöst, wodurch sie wieder in Erscheinung treten.

Bei fortschreitendem Ätzangriff verschwinden zuerst die feineren Kratzer, allmählich auch die gröberen, dies jedoch nur, wenn ein stärkerer Abbau des Gefüges erfolgt. Bei einfacher Korngrenzenätzung werden die Kratzer nicht beseitigt.

Das auf polierten ungeätzten Schlißflächen oft sichtbare Relief ist nicht immer eine Folge unsachgemäßen Polierens. Auch sorgfältig vorgeschliffene und kurz polierte Schlißproben mit nur einer Kristallart zeigen Relief, wenn leichte Schrägbeleuchtung angewendet wird. Das ist darauf zurückzuführen, daß die einzelnen Kristallite je nach der Lage ihrer Kristallachsen dem Schleifdruck mehr oder weniger Widerstand entgegensetzen. Dadurch entsteht schon beim Schleifen ein gewisses Relief, bei dem die Kornflächen höher und tiefer in der Schlißebene liegen, je nach der Kristallachsenrichtung und deren Lage zur Schnittfläche. Bei dem auf das Schleifen folgenden Polieren werden die Schleifkratzer zuerst von den höher liegenden Körnern entfernt, allmählich auch von den tiefer liegenden, je nach der Beschaffenheit des Poliertuches. Ist das Tuch schon zu stark abgenutzt oder wird kein geeignetes Poliermittel verwendet, so werden die tiefer liegenden Körner beim Polieren nicht erfaßt und infolgedessen auch nicht kratzerfrei (vgl. Abb. 8a—d).

1. Poliermittel. Das gebräuchlichste Poliermittel ist Tonerde (Aluminiumoxyd), die im Handel in verschiedenen Feinheitsgraden erhältlich ist. Nach LE CHATELIER nimmt die Angriffsgeschwindigkeit der nachstehenden Poliermittel in nachstehender Reihenfolge ab:

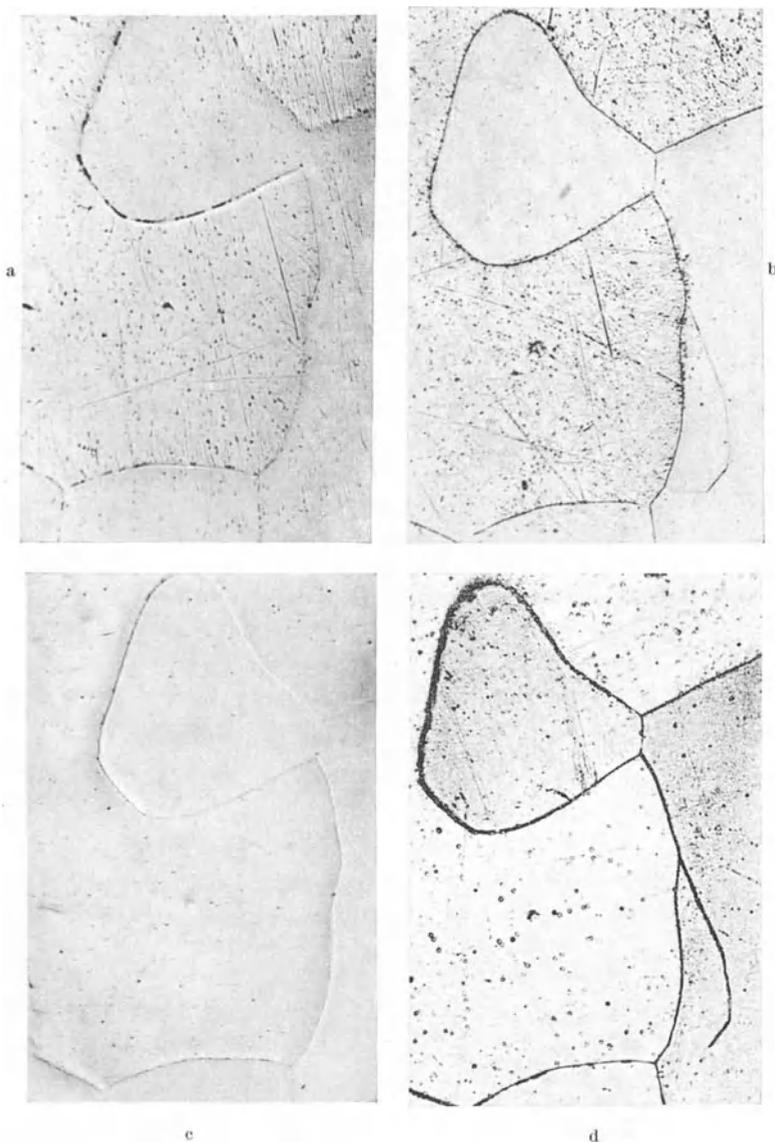
Aluminiumoxyd
Chromoxyd
Eisenoxyd (Polierrot).

In neuerer Zeit wird auch Magnesiumoxyd vielfach als Poliermittel verwendet, besonders für weiche Metalle und Leichtmetalle, es erfordert jedoch besondere Sorgfalt wegen seiner Neigung zu Karbonatbildung, sobald es Luft und Feuchtigkeit ausgesetzt ist.

Zum Polieren wird frisch geglühtes oder unter Luftabschluß aufbewahrtes Magnesiumoxyd auf das vorher angefeuchtete Poliertuch gestreut und nach Zugabe von einigen Tropfen Wasser mit den Fingern verrieben. Auf diese Weise können harte Teilchen entfernt werden. Poliert wird auf langsam drehenden Scheiben, zuletzt auf dem ausgewaschenen Tuch fast ohne Magnesiumoxyd. Bei Verwendung von Magnesiumoxyd ist stets mit destilliertem oder gekochtem Wasser zu arbeiten, da es sich leicht mit der Kohlensäure des Leitungswassers verbindet. Das gebildete Magnesiumkarbonat besteht aus groben Körnern, die tiefe Kratzer auf der Schlißfläche hervorrufen. Das Poliertuch ist nach dem Polieren sogleich auszuwaschen und in verdünnte Salzsäure (1—3%) zu legen.

LUCAS empfiehlt, zur Prüfung von Magnesiumoxyd eine Messerspitze davon auf die Zunge zu nehmen und unter dem Gaumen zu verreiben.

Um das Trockenwerden der Polierscheiben zu verhindern, kann der wässrigen Aufschwemmung von Magnesiumoxyd Glycerin zugesetzt werden, der Angriff beim Polieren wird dadurch allerdings herabgesetzt, weshalb es für manche Werkstoffe nicht anwendbar ist.



Beispiel für fortschreitende Polierwirkung, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle.

Abb. 8a. Geglühtes Elektrolyteisen. Bei Verwendung eines abgenutzten Poliertuches werden nur die höher liegenden Oberflächenelemente von der Polierwirkung erfaßt. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 8b. Verwendung eines neuen Poliertuches der gleichen Stoffbeschaffenheit wie das vorhergehende bedeutet keine nennenswerte Verbesserung der Polierwirkung. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 8c. Verwendung eines feineren Tuches mit weicher Behaarung bewirkt ein gleichmäßiges Polieren der ein Relief darstellenden Schlißfläche. Infolge der Höhenunterschiede der einzelnen Körner werden die Korngrenzen bereits bei den ungeätzten Schlißproben sichtbar. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 8d. Ätzung mit alkoholischer Salpetersäure (1 min) läßt in diesem Fall keine latenten Schleif- und Polierkratzer sichtbar werden, die Korngrenzen erscheinen schärfer umrissen und einzelne Körner beginnen sich leicht zu färben. (Vergr. $\times 200$.)

STOCKTON empfiehlt Chromsesquioxyd als billiges und für laufenden Gebrauch geeignetes Poliermittel; es wird durch Ausglühen von sehr reinem Ammoniumbichromat und Zerreiben zwischen den Handflächen hergestellt. Die Aufbewahrung erfolgt in einer weithalsigen Stopfenflasche. Die Weiterverwendung erfolgt wie bei Magnesiumoxyd. Es ist darauf zu achten, daß die Probe ohne Ansaugen auf dem Poliertuch immer leicht gleitet.

Eine Mischung von Chromoxyd und Wachs wird besonders zum Polieren von Nichteisenmetallen verwendet. Die bis zur Schmirgelkörnung 4/0 vorgeschliffenen Proben werden auf drehenden Scheiben mit feinem Tuch und Chromwachs fertigpoliert. Vor dem Polieren wird die drehende Scheibe kräftig mit Chromwachs bestrichen, so daß etwa ein Drittel des Scheibendurchmessers damit bedeckt ist. Diese Schicht wird mit Spiritus getränkt, der mittels Spritzflasche oder Wattebausch aufgebracht werden kann. Während des Polierens ist die Scheibe gut feucht zu halten, um Anlaufen der Schliffproben zu vermeiden. Zu Anfang werden die Schliffproben (insbesondere Al-Legierungen) mit kräftigem Druck von innen nach außen bewegt. Sobald die Schlifffläche blank wird, ist der Druck zu verringern und weiter zu polieren, bis die bei dem kräftigen Andrücken entstandenen Polierkratzer entfernt sind. Bei zu trockenem Polieren haftet die Paste an der Schlifffläche, diese ist dann mit Alkohol und Watte sogleich zu säubern. Leicht oxydierende Metalle und Legierungen wie Kupfer, Aluminium, Magnesium, Zink, Blei und ihre Legierungen sind zunächst mit viel Wachs und viel Spiritus vorzupolieren. Stahlproben können trockener poliert werden. Von Zeit zu Zeit ist die Polierscheibe mit einem in Spiritus getränkten sauberen Wattebausch abzuziehen, damit sich nicht zuviel alte Paste darin festsetzt.

Sobald die Schlifffläche spiegelblank erscheint, ist zur Entfernung letzter feiner Polierkratzer auf einer sauberen Tuhscheibe mit Alkohol und sehr wenig Chromwachs oder nur mit Alkohol nachzupolieren. Diese Fertigpolierscheibe ist in der vorerwähnten Weise mehrmals zu reinigen. Das letzte Feinspolieren kann auch mit Tonerde 2 oder 3 vorgenommen werden.

Die polierte Schlifffläche ist vor dem Ätzen sorgfältig von Wachsspuren zu befreien. Zweckmäßig wird die Schliffprobe vor dem Ätzen auf einem Tuch- oder Lederlappen mit einem dicken Tonerdebrei leicht hin und her gestrichen, um sie zu entfetten. Nach persönlicher Mitteilung von M. UNGERER.

Als Verdünnungsmittel beim Polieren kommt meistens Wasser in Frage. Seifenzusatz beschleunigt den Angriff beim Polieren, erschwert aber durch Schlüpfrigkeit das Halten der Schliffproben und ist deshalb für rasch drehende Vertikalscheiben weniger zu empfehlen.

Für Blei, Zinn und Magnesium, auch für Aluminium empfiehlt sich wie beim Vorpolieren Spirituszusatz.

2. Polierunterlagen. Am besten eignet sich für Polierzwecke Tuch mit feiner Behaarung, die um so feiner zu sein hat, je weicher der zu polierende Werkstoff ist. Für Leichtmetalle und ganz weiche Metalle ist Samt (Baumwollsamt) vorzuziehen. Von Wichtigkeit ist die Faserauflage des Polierstoffes; sobald diese abgenutzt ist, ist die Polierwirkung des Stoffes erschöpft, er kann nur noch als Unterlage beim Vorpolieren dienen.

Für harte Schliffproben kommt dickes festes Poliertuch in Frage, während sich für weiche Proben dünneres Tuch empfiehlt, um zu starke Reliefbildung zu vermeiden.

3. Das Polierverfahren. Die nach dem Schleifen und Vorpolieren sorgfältig abgewaschenen und abgewischten Schliffproben werden entgegengesetzt zur Scheibendrehrichtung langsam um die Scheibe bewegt. Dabei wird das Poliermittel durch einen Zerstäuber auf die Scheibe geblasen. Die Drehgeschwindigkeit der Scheibe richtet sich nach der Härte des Werkstoffes. Für gehärtete Stahlproben und Werkstoffe ähnlicher Härte sind hohe Umdrehungsgeschwindigkeiten (1200—1700 Umdr/min) notwendig, um nicht auf zu lange Polierzeiten zu kommen. Dauert das Polieren bei Eisen- und Stahlproben länger als 5 min, so sind beim vorhergehenden Schleifen Fehler gemacht worden, die erst beseitigt werden müssen, ehe eine einwandfreie Oberfläche beim Polieren erzielt werden kann. Mit Ausnahme von ferritischen und austenitischen Stählen und Gußeisen ist für Eisen- und Stahlproben meistens kein Vorpolieren erforderlich, wenn richtig geschliffen wurde. Tritt beim ersten Ätzen nicht gleich das wahre Gefüge zutage, so genügt in den meisten Fällen einmaliges Abpolieren, um beim nachfolgenden Ätzen ein einwandfreies Ätzgefüge zu erhalten.

Bei weicheren Werkstoffen sind Scheiben mit geringeren Umdrehungsgeschwindigkeiten angebracht, für Reinaluminium und weiche Aluminiumlegierungen eignen sich 80—300 Umdr/min.

Besonders empfindliche Schliffproben können von Hand auf Samt poliert werden.

4. Reliefpolieren. OSMOND bediente sich dieses Verfahrens zur Unterscheidung von Gefügebestandteilen verschiedener Härte. Als Polierunterlage dient Gummi oder Pergament, das Poliermittel ist dem Werkstoff anzupassen. Durch Zusatz von Süßholzextrakt oder Ammoniumnitratlösung kann die Wirkung verstärkt werden.

5. Säubern und Trocknen der Schliffproben nach dem Polieren. Nach dem Polieren sind die Schliffproben sorgfältig von anhaftendem Poliermittel zu befreien, am zweckmäßigsten geschieht dies in fließendem Wasser sogleich nach dem Polieren. Spuren von leicht angetrocknetem Poliermittel sind nur schwer zu entfernen. Nach dem Abspülen mit Wasser wird die Schlifffläche am besten mit Alkohol betropft und, wenn die Art des Ätzmittels es zuläßt, ohne Abtrocknen sogleich geätzt. Soll eine größere Anzahl von Schliffproben gleichzeitig geätzt und untersucht werden, so empfiehlt es sich, die in Wasser abgespülten Proben in einem zugedeckten Gefäß in Alkohol aufzubewahren. In den meisten Fällen gelingt die Ätzung besser, als wenn die Proben vor dem Ätzen abgetrocknet werden, da die Schlifffläche sonst leicht oxydiert oder Gase aufnimmt. Nur in einigen Fällen, die später erwähnt werden, ist die Ätzung nicht sofort nach dem Polieren vorzunehmen.

Zu trocknende Schliffproben werden nach dem Abspülen mit Alkohol abgetropft und am Föhn getrocknet. Wirksamer ist die Anwendung von heißem Wasser und Preßluft.

Trocknen mit weichem Leinen, Zellstoff oder Waschleder ist auch zulässig, diese müssen jedoch völlig sauber sein. Waschleder enthält im käuflichen Zustand meistens beträchtliche Mengen Fett, es ist deshalb vor Gebrauch in Benzin zu waschen.

6. Elektrolytisches Polieren. Ein elektrolytisches Verfahren zur Entfernung der beim Schleifen entstandenen Bearbeitungsschicht wurde von JAQUET entwickelt. Es beschränkt sich auf reine Metalle oder Legierungen mit einer Kristallart. Für Legierungen mit mehreren Kristallarten oder Gefügebestandteilen ist es wegen der verschiedenen Lösungsgeschwindigkeiten nicht geeignet; ebenso werden sich Schwierigkeiten bei nichtmetallischen Einschlüssen ergeben.

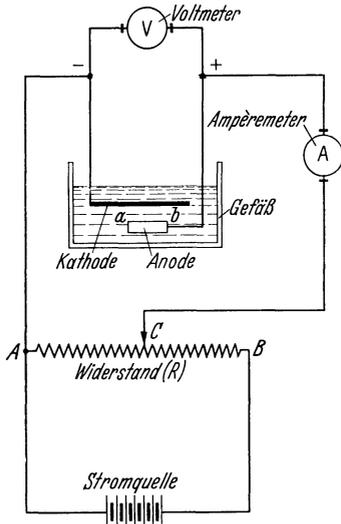


Abb. 9.

Für elektrolytisches Polieren von Reinkupfer und α -Messing wird Pyrophosphorsäure als Elektrolyt verwendet. Die vorgeschliffene Probe wird mit einem organischen Lösungsmittel entfettet und waagrecht mit der zu polierenden Fläche nach oben in den Elektrolyten gesetzt. Als Kathode dient ein in etwa 8—10 mm Abstand waagrecht über der als Anode geschalteten Schliffprobe angebrachtes Kupferblech (Abb. 9). Senkrechte Anordnung von anodischer Schliffprobe und Kathode erfordert höhere Stromdichten. Die nicht zu polierenden Flächen der Schliffprobe werden mit einem Lacküberzug isoliert. Bei einer Schlifffläche von 1 cm^2 kann die Kathodenfläche 8—10 cm^2 betragen.

Abb. 10 zeigt eine für Kupfer geltende Darstellung der Beziehung von Spannung und Stromdichte. Bis zum Punkt *D* erfolgt Lösung der Anode unter Bildung einer matten Oberfläche. Über Punkt *C* hinaus entsteht eine glatte glänzende Schlifffläche, die einer mechanisch polierten Schlifffläche gleichkommt. Bei Punkt *D* beginnt Gasblasenentwicklung, die blanke Schlifffläche wird durch zahlreiche Pünktchen, entstanden durch anhaftende Gasblasen, zerstört. Die günstigste Behandlung erfolgt unter den Bedingungen, die dem Kurvenabschnitt *C—D* entsprechen. In diesem Abschnitt beeinflusst allein die Spannung den elektrolytischen Vorgang, die Stromdichte ändert sich nicht bis zum Auftreten von Gasblasen in Punkt *D*. Da sich

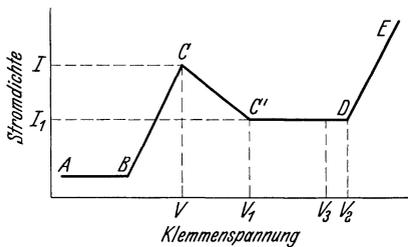


Abb. 10.

die Spannung leicht bestimmen läßt, braucht man zur Durchführung der richtigen Behandlung nur eine Spannung etwas unterhalb der zu *D* gehörigen Spannung anzulegen. Man wählt für V_3 eine Spannung von 1,8—1,9 V, wenn die Spannung bei V_2 2,1 V beträgt.

Mit einer Lösung von 530 g Pyrophosphorsäure ($\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_7$) auf den Liter Wasser, die als Elektrolyt dient, dauert das elektrolytische Polieren von vorgeschliffenen (bis 5/0) Kupfer- und Messingproben bei einer Spannung von 1,9 V 10—15 min. Gasblasenentwicklung setzt bei etwa 2,1 V ein. Bei dieser Höchstspannung beträgt die Stromdichte bei waagerechter Anordnung für Kupfer $0,6 \text{ A/cm}^2$, für Messing $1,3—1,5 \text{ A/cm}^2$. Bei senkrechter Anordnung

ist für Polieren unter sonst gleichen Bedingungen eine Stromdichte von $0,95 \text{ A/cm}^2$ erforderlich.

Entsteht beim Waschen und Trocknen ein weißer Schleier auf der Schlißfläche, so kann er durch Eintauchen in verdünnte Phosphorsäure gelöst werden.

Die Gefügeentwicklung nach dem Polieren wird mit den üblichen Ätzmitteln oder auf elektrolytischem Wege vorgenommen. Letzteres erfolgt in der gleichen Lösung wie das Polieren bei einer Stromdichte von $0,1\text{--}0,15 \text{ A/cm}^2$ und einer Ätzdauer von wenigen Sekunden.

Für α - β -Messing gelten die gleichen Versuchsbedingungen, wie vorstehend angegeben, es wird jedoch keine glänzende Oberfläche erzielt, ebensowenig bei α -Messing mit hohen Gehalten an Eisen oder Blei. Die elektrolytisch polierte Schlißfläche ist jedoch frei von Schleifkratzern und zeigt beginnende Gefügeentwicklung, die durch kurze Behandlung bei geringerer Stromdichte in der gleichen Lösung verstärkt werden kann.

Für Bronze ist das Verfahren weniger geeignet als für Kupfer oder α -Messing. Es ist schwierig, alle Schleifkratzer zu entfernen, da die Einwirkungsdauer wegen der unterschiedlichen Angriffswirkung auf die verschiedenen Gefügebestandteile eine beschränkte sein muß.

Als Elektrolyt für Bronze dient eine Lösung von 990 g Orthophosphorsäure (H_3PO_4) auf den Liter Wasser bei $0,1\text{--}0,2 \text{ A/cm}^2$.

Für Blei, Zinn und Blei-Zinn-Legierungen dient eine Mischung von 650 bis 750 cm^3 Eisessig und $250\text{--}350 \text{ cm}^3$ Überchlorsäure von 55° B als Elektrolyt.

Blei wird drei aufeinanderfolgenden Behandlungen bei $0,20\text{--}0,25 \text{ A/cm}^2$ ausgesetzt. Zwischen jeder Behandlung wird gewaschen und getrocknet.

1. 1—2 min. Die entstandene braune Schicht muß abgewaschen werden.

2. 3—5 min. Die Schleifkratzer sind entfernt, aber das Metall ist stark angegriffen.

3. Wenige Sekunden. Die Probe wird genau beobachtet und rasch herausgenommen, sobald sie ein glänzendes Aussehen zeigt.

Das Gefüge von Blei kann durch längere Behandlung nach 3. bei geringer Stromdichte oder durch kurzes Aussetzen der Probe an Luft entwickelt werden.

Die Säuremischung ist häufig zu erneuern, da zu starke Anreicherung mit Blei Kristallauswüchse an der Kathode entstehen läßt.

Bei Blei-Zinn-Legierungen treten die gleichen Schwierigkeiten auf wie bei Bronze. Niedrige Stromdichte setzt die unterschiedliche Angriffswirkung etwas herab.

Als Elektrolyt für Eisen und Stahl kommt folgende Lösung zur Anwendung: 765 cm^3 Eisessig werden langsam in kleinen Mengen in ein gekühltes Gefäß mit 185 cm^3 Überchlorsäure (65—66%, sp. G. 1,61) gegeben. Danach werden 50 cm^3 dest. Wasser zugesetzt. Diese Mischung ist 24 Stunden vor Gebrauch anzusetzen, da die Reaktion des Wassers mit dem Eisessig ziemlich langsam erfolgt. Wenn die Lösung nach längerem Gebrauch weniger gut arbeitet, kann die Wirkung durch Zusatz geringer Wassermengen (etwa 1%) wieder verstärkt werden.

Die Lösung hat einen hohen Widerstand, deshalb ist für das elektrolytische Polieren vorgeschliffener Stahlproben eine Gleichstromquelle von wenigstens 50 V zu benutzen. Die Stromdichte liegt zwischen $4\text{--}6 \text{ A/dm}^2$. Während der

Elektrolyse ist die Temperatur von 30°C nicht zu überschreiten. Die Lösung ist leicht zu bewegen.

Bei Schliﬀproben, die bis zur Schmirgelkörnung 3/0 geschliﬀen wurden, ist eine Polierdauer von etwa 4—5 min erforderlich. Bei gefeilten oder auf grobem Stein vorgearbeiteten Proben erhöht sich die Polierdauer beträchtlich. Als Kathode dient Eisen- oder Aluminiumblech.

Beim Herausnehmen der anodischen Schliﬀprobe zeigt sie sich von einer bräunlichroten Schicht bedeckt, die sogleich unter fließendem Wasser zu entfernen ist, danach wird in dest. Wasser und Alkohol nachgespült. Eine Gefügeentwicklung findet bei diesem Verfahren kaum statt, hierfür ist mit den üblichen Ätzmitteln nachzubehandeln.

Das Verfahren eignet sich für weiche, unter- und übereutektoide Stähle im gegliihten Zustand, ferner für martensitische, sorbitische und perlitische Stähle. Für Temperguß ist es wegen örtlicher Korrosion an den Temperkohlenestern nicht geeignet.

Bei Kohlenstoffstählen wird empfohlen, vor jeder Elektrolyse 0,5 g Aluminium zuzusetzen und bei nur 3 A/dm^2 zu arbeiten. Der Angriff wird dadurch beschleunigt.

Nickel- und Nickel-Chrom-Stähle (z. B. V 2 A) können in der gleichen Lösung bei einer Stromdichte von wenigstens 10 A/dm^2 poliert werden, geeigneter ist folgende Lösung:

665 cm³ Eisessig
335 cm³ Überchlorsäure (65%).

Bei dieser Lösung ist mit einer Stromdichte von 6 A/dm^2 zu arbeiten. 3proz. Siliziumstahl ist ebenfalls mit dieser Lösung und der angegebenen Stromdichte zu polieren.

Sobald eine gewisse Erfahrung gewonnen ist, bedeutet das elektrolytische Polieren von Stahlproben eine Zeitersparnis. Die nachfolgende Anwendung der üblichen Ätzmittel wirkt viel rascher als bei mechanisch polierten Proben, auch werden bessere Kontraste erzielt.

Zweiter Abschnitt.

Das Ätzen.

Eine glattgeschliﬀene und polierte metallische Oberfläche zeigt für gewöhnlich kein Gefüge, da das auftreffende Licht von der gesamten Fläche gleichmäßig zurückgestrahlt wird. Eine Ausnahme bilden solche Legierungen, die verschiedenfarbige Gefügebestandteile enthalten, beispielsweise die Legierungen Kupfer und Wismut, Kupfer-Kupferoxydul u. a.

Das Ätzen hat den Zweck, Stellen verschiedener chemischer oder physikalischer Beschaffenheit sichtbar zu machen, indem es die verschiedenen Gefügebestandteile infolge stärkerer Angreifbarkeit oder Färbung des einen oder anderen durch das Ätzmittel unterscheiden läßt.

Eine gewisse Reliefbildung wird — oft unfreiwillig — durch mechanische Einwirkung beim Schleifen und Polieren hervorgerufen, wenn Gefügebestandteile von verschiedener Härte vorliegen. Diese mechanisch erzeugte Reliefbildung ersetzt früher vielfach das Ätzen.

Die meisten Ätzverfahren beruhen auf der chemischen Einwirkung des Ätzmittels auf die polierte Schlißfläche, wobei entweder ein Oberflächenabbau oder eine Oberflächenfärbung oder Angriff von Ausscheidungen an den Korngrenzen stattfindet.

I. Chemische Vorgänge beim Ätzen.

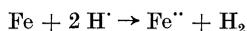
Die bei den metallographischen Arbeitsverfahren üblichen Ätzmittel sind meistens Lösungen in Wasser oder in Äthylalkohol oder in Mischungen beider Flüssigkeiten. In einigen Fällen kommen auch Methyl- und Amylalkohol, Glycerin oder Azeton als Lösungsmittel in Frage.

Bei den Ätzvorgängen ist die Angriffswirkung nicht nur von der Art und Konzentration des Ätzmittels, sondern auch vom Lösungsmittel abhängig. Die Angriffsgeschwindigkeit hängt vom Dissoziationsgrad des Ätzmittels, von der elektrischen Leitfähigkeit der Lösung und ihrer Dünflüssigkeit ab, welche letztere die Diffusionsgeschwindigkeit bestimmt. Einen weiteren Einfluß auf die Angriffsgeschwindigkeit hat es auch, ob die Lösung bewegt wird. Je nach der Natur des Verdünnungsmittels wird eine ganz verschiedene Wirksamkeit entwickelt. Der Wassergehalt alkoholischer Lösungen ist deshalb von großer Bedeutung. Dieses wird erläutert durch Forschungen von BENEDICKS und SEDERHOLM. Eine wenig in Ionen aufgespaltene Lösung von 0,1proz. Salpetersäure in absolutem Alkohol verursacht die Bildung einer sauerstoffhaltigen Schicht, die vor weiterem Angriff schützt. Ein größerer Wassergehalt in einer gleich starken Säurelösung läßt diese Erscheinung dagegen nicht auftreten.

Alkoholische Lösungen haben infolge ihres geringeren Dissoziationsgrades den Vorteil, daß sie in stärkerer Konzentration verwendet werden können als wässrige Lösungen, ohne in ihrer Wirkung zu kräftig zu werden. Da sich alkoholische Lösungen weniger aufspalten, ist eine bestimmte Menge einer alkoholischen Ätzlösung länger verwendbar als eine gleiche Menge einer wässrigen Lösung.

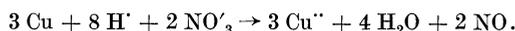
Vom praktischen Standpunkt aus ist zu beachten, daß eine wässrige Lösung ungleichmäßiger angreift als eine alkoholische. Das wird in erster Linie dadurch bedingt sein, daß auf der Schlißfläche vorhandene Fettspuren durch den Alkohol leichter gelöst werden.

Am häufigsten werden Säuren als Ätzmittel verwendet. Salzsäure, Flußsäure und Schwefelsäure setzen sich nach der Formel um:



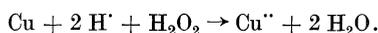
infolge der Anwesenheit von Wasserstoffionen.

Die anderen Säuren haben meistens eine oxydierende Wirkung. Salpetersäure löst beispielsweise Kupfer in folgender Weise:



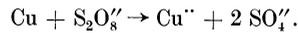
Chromsäure und Pikrinsäure verhalten sich ähnlich, ebenso Schwefelsäure bei höheren Temperaturen.

Verdünnte Lösungen von Salzsäure oder Schwefelsäure greifen bekanntlich Kupfer bei Wasserstoffentwicklung nicht an. Sobald jedoch ein oxydierendes Mittel wie Wasserstoffsuperoxyd oder Ammoniumpersulfat hinzugesetzt wird, löst sich das Kupfer wie folgt:

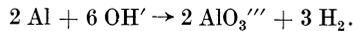


Sogar der Luftsauerstoff kann als oxydierendes Mittel benutzt werden, die Reaktion verläuft dann aber sehr langsam.

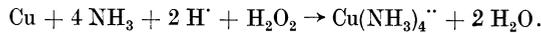
Eine Ammoniumpersulfatlösung hat auch ohne Säurezusatz eine lösende Wirkung:



In manchen Fällen werden alkalische Lösungen als Ätzmittel verwendet. Bestimmte Metalle, wie Aluminium, Zinn oder Zink, deren niedrige Oxydstufen amphotere Elektrolyte bilden, können in alkalischen Lösungen unter Wasserstoffentwicklung gelöst werden, während das Metall selbst zum Anion wird:

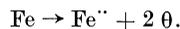


Die Lösung von Kupfer in Ammoniak ist ganz anderer Art. Kupfer löst sich erst, wenn ein oxydierendes Mittel vorhanden ist. Sauerstoff der Luft kann genügen, gewöhnlich wird aber Wasserstoffsuperoxyd hinzugesetzt, und der Vorgang ist dann folgender:



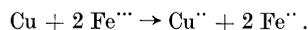
Die Reaktion verläuft so, weil das Kupfer Kationen und nicht Anionen bildet.

Die genannten oxydierenden Angriffsmittel haben alle ein ziemlich hohes Reaktionspotential, außerdem haben sie die Eigenschaft, unmittelbar Sauerstoff zu entwickeln. Beim Ätzen von Chromlegierungen tritt beispielsweise leicht Passivität ein. Nun beruht die Oxydation eines Metalles darauf, daß jedes Atom ein oder mehrere Elektronen verliert, was sich etwa folgendermaßen darstellt:



Wenn dies so ausgeführt wird, daß man das Metall in einem geeigneten Elektrolyten zur Anode macht, kann das Reaktionspotential vollkommen geregelt werden durch Veränderung der Stromdichte.

Häufig wird FeCl_3 als schwaches Oxydationsmittel benutzt. Beim Ätzen von Kupfer verläuft die Reaktion beispielsweise so:

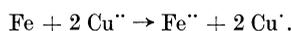


Sie verläuft, ohne die Azidität der Flüssigkeit zu verändern, deshalb treten keine Wasserstoffionen in die Gleichung ein. Gleichzeitig hat jedoch der Sättigungsgrad der Cl-Ionen einigen Einfluß infolge der Bildung komplexer Ionen von CuCl'_3 . (Die Lösung muß natürlich leicht sauer sein, um Hydrolyse des FeCl_3 zu verhindern.)

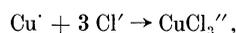
CuCl_2 verhält sich fast ebenso wie FeCl_3 . Beim Ätzen von Eisen ergibt sich folgende Reaktion:



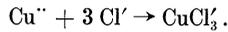
Dabei wird Kupfer auf dem Eisen niedergeschlagen. Wenn jedoch Salzsäure in genügender Menge hinzugesetzt wird, scheidet sich kein Kupfer ab, und die Reaktion verläuft folgendermaßen:



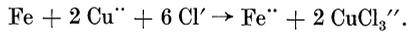
Wenn keine Wasserstoffionen an der Reaktion teilnehmen, beeinflußt die Azidität der Lösung das Gleichgewicht nicht, aber die Sättigung des Chlorions hat eine Einwirkung. Kupferionen können verschiedene Gruppen bilden gemäß der Gleichung



und in diesem Falle ist das Gleichgewicht weiter nach rechts verlagert als in der Reaktion

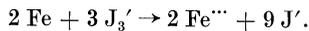


Deshalb sollte die Gleichung für die Ätzreaktion bei Lösungen mit starker Anreicherung von Chlorionen folgendermaßen geschrieben werden:



Im vorstehenden sind nur wässrige Lösungen berücksichtigt worden, bei den praktischen Arbeiten mit kupferhaltigen Ätzmitteln werden jedoch häufig Mischungen von Alkohol und Wasser als Lösungsmittel verwendet. Das ist von starker Wirkung auf die Dissoziationskonstanten, bleibt aber in bezug auf die Reaktionen dasselbe.

Neben den obenerwähnten Oxydationsmitteln können auch freie Halogene gelegentlich als Ätzreagenzien in Anwendung kommen, Jod in alkoholischer Lösung oder in einer wässrigen Lösung von Jodkalium, Brom und Chlor in Wasser oder Alkohol gelöst. Die Lösungen brauchen nicht angesäuert zu sein (wenn sie nicht notwendig Säure erfordern, um die Fällung basischer Salze zu verhindern). Die Gleichungen für diese Reaktionen entsprechen dem folgenden Typus:



Bei elektrolytischen Ätzungen sei noch darauf hingewiesen, daß die Natur des Elektrolyten keine Rolle spielt (genügend hohe Leitfähigkeit vorausgesetzt), solange die Reaktion der Anode nur in der Ladung und Abstoßung von Metallatomen als Ionen besteht. Die Natur der Anionen bestimmt die erforderliche Spannung an der Anode und ist ebenso von Bedeutung, wenn hier Nebenreaktionen auftreten. Andererseits sollte die Natur der Kationen ohne Einfluß sein; schwierig zu erklären ist jedoch die Wirkung, die in einigen Fällen dem Zusatz von FeCl_3 zugeschrieben wird.

Die Wasserstoffionenkonzentration der Lösung ist dagegen von einigem Einfluß, da die Reaktion an der Kathode häufig dazu neigt, die Lösung weniger sauer zu machen.

II. Kornätzung.

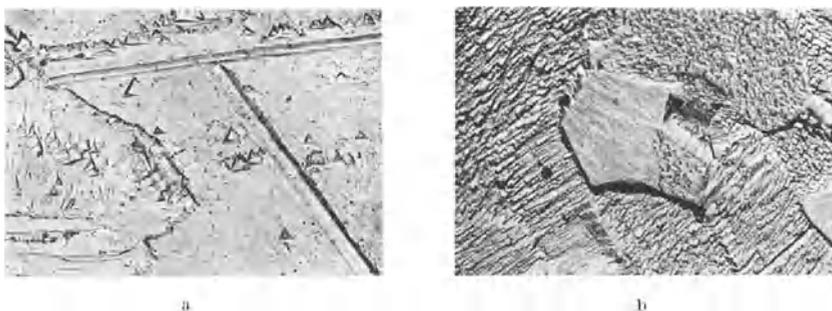
A. Korngrenzen- und Kornflächenätzung.

Enthält der zu untersuchende Werkstoff mehr als eine Kristallart, so werden die einzelnen Kristallarten oder Phasen im allgemeinen verschieden angegriffen. Die stärker angegriffenen Flächen werden stärker aufgeraut und erscheinen infolgedessen dunkler. In manchen Fällen tritt auch eine Färbung des einen oder anderen Bestandteils auf.

Besteht ein Werkstoff nur aus einer Kristallart, so erscheinen die einzelnen Kristallite gewöhnlich nach dem Ätzen verschieden hell, je nach der Lage der Kristallachsen zur Schlißfläche und der davon abhängigen Rückstrahlung des Lichts. Die Aufrauhung der einzelnen Kristallite in verschiedener Weise beruht auf der Freilegung einzelner Oberflächenelemente, die in jedem Kristallit gleichgerichtet sind und das Licht in gleicher Weise zurückstrahlen. Im Nachbarkristallit mit anders gelagerten Kristallachsen haben die einzelnen Oberflächenelemente eine entsprechend andere Form und Neigung zur Schlißebene, deshalb

wird das Licht in anderer Weise zurückgeworfen. Die Aufrauhung der Oberfläche kann so gering sein, daß sie selbst bei stärkeren Vergrößerungen kaum wahrnehmbar ist. Werden die einzelnen Oberflächenelemente jedoch beim Ätzen so deutlich entwickelt, daß sie im einzelnen wahrgenommen werden können, so ergibt sich die dem Mineralogen bekannte Erscheinung der „Kristallfigurenätzung“ (vgl. Abb. 11a u. b, 41a u. b, 46a u. b).

Die Lage der Kristallachsen zur Schlieffläche beeinflußt außer der Form der Ätzfiguren auch die Geschwindigkeit des Ätzabbaus. Dieser erfolgt jedoch bei den verschiedenen Ätzmitteln nicht in gleicher Weise. Während alkoholische Salpetersäure und Pikrinsäure bei ferritischem Gefüge als ausgesprochene Korngrenzenätzmittel wirken, gilt Ammoniumpersulfat als besonders geeignetes Ätz-



Beispiele für Kristallfigurenätzung.

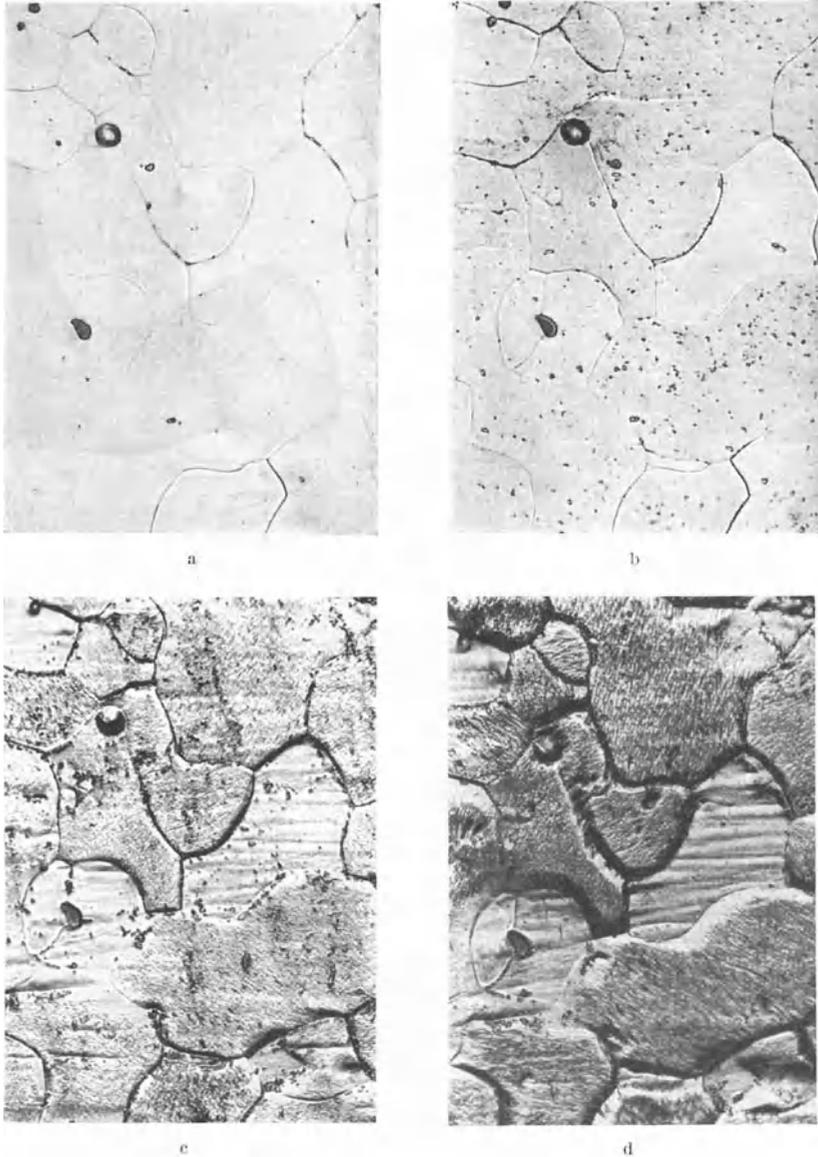
Abb. 11a. Elektrolytkupfer, Ätzung: Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 11b. Platin-Rhodium-Draht, 0,5 mm. Ätzung: kochendes Königswasser. (Vergr. $\times 1000$.)

mittel für Kornflächenätzung, weil es einen stärkeren Kristallabbau bewirkt als die vorgenannten Ätzmittel, es ist deshalb besonders geeignet zur Entwicklung der Kristallfigurenätzung. Auch eine Mischung von Pikrinsäure und Salzsäure in Alkohol hat sich für diesen Zweck als brauchbar erwiesen, der Angriff ist nicht so stark wie bei Ammoniumpersulfat und deshalb besonders für starke Vergrößerungen geeignet (s. S. 106). Abb. 12a—d zeigen eine Reihenätzung der gleichen Stelle einer Tempergußprobe mit alkoholischer Pikrin-Salzsäure. Bei kurzer Vorätzung mit alkoholischer Salpetersäure bleibt die Schlieffläche hell bis auf ein Netzwerk von dunklen Linien, den Korngrenzen. Fortschreitendes Ätzen mit Salpetersäure würde eine Verbreiterung der Korngrenzen bewirken, während die Kornflächen hell bleiben (s. S. 109). Fortschreitender Ätzabbau und Anwendung von Schrägbeleuchtung läßt deutlich erkennen, daß die Erscheinung der Korngrenzen nicht auf einem bevorzugten Angriff des Ätzmittels auf diese Korngrenzen, sondern auf den durch Ätzabbau entstandenen Höhenunterschieden der einzelnen Kristallitflächen beruht. Je größer diese Unterschiede sind, um so breiter erscheinen die wie Bänder aussehenden Stufen. Bei längerem Ätzen mit alkoholischer Pikrin-Salzsäure wird durch Entwicklung von Ätzfiguren die verschiedene Lage der einzelnen Kristallite erkennbar (s. Abb. 12d).

Je nach dieser Achsenlage tritt die Grenze zwischen zwei Kristalliten als Stufe, als Vertiefung oder — bei gleichliegenden Achsen — kaum wahrnehmbar in Erscheinung. Stoßen zwei Kristallite in spitzem Winkel aufeinander, so kann

die Korngrenze auch als hochstehender Grat auftreten. Beispiele hierfür geben die Abb. 12d und 13a u. b von verschiedenen Werkstoffen.



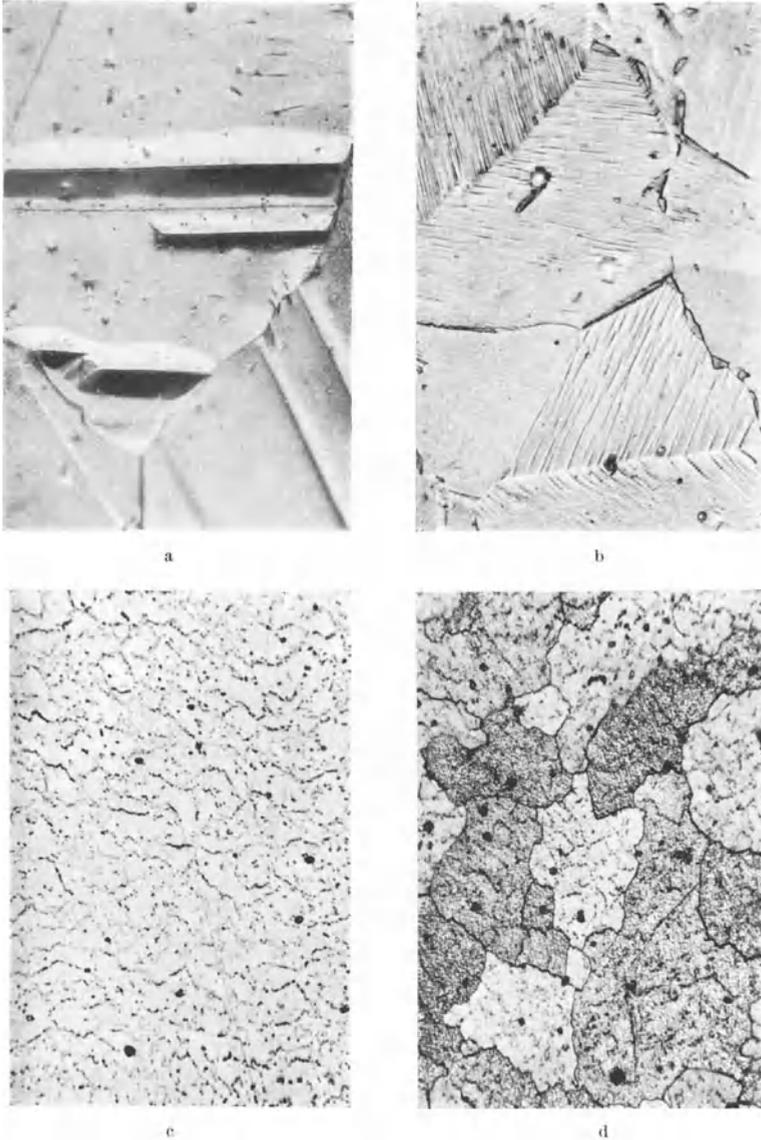
Beispiel für Korngrenzen- und Kornflächenätzung durch fortschreitenden Kristallabbau, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle.

Abb. 12a. α -Eisen (Tempergußprobe). Korngrenzenätzung mit alkoholischer Salpetersäure (20 sec). (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 12b. Beginnende Kornflächenfärbung durch kurzes Ätzen mit Pikrin-Salzsäure (5 sec). (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 12c. Kornabbau mit gleichzeitiger Entwicklung der einzelnen Oberflächenelemente in den verschiedenen Körnern. Pikrin-Salzsäure 2 min. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 12d. Pikrin-Salzsäure 5 min. Schräge Beleuchtung (Lichteinfall von oben). Die als Stufen in Erscheinung tretenden Begrenzungen der einzelnen Körner sind je nach der Lage der Kristallachsen in verschiedenen Winkeln geneigt. (Vergr. $\times 1000$.)



Beispiele für Korngrenzen- und Kornflächenätzung.

Abb. 13a. Messing (67% Cu) α -Kristalle mit Zwillingsbildung, geätzt mit Ammoniumpersulfat-Wasserstoff-superoxyd. Die schräge Beleuchtung (Lichteinfall von oben) läßt die Zwillingsbildung plastisch hervortreten und zeigt, daß die Korngrenze in diesem Fall gratartig hervortritt. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 13b. Messing (62,5% Cu), gleiche Ätzung wie Abb. 13a, geringe Ausscheidung von β an den Korngrenzen. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 13c. Cr-Si-Stahl mit ferritischer Grundmasse. Karbidätzung läßt das γ -Netzwerk und die Verformung durch Verschmiedung erkennen. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 13d. Nachätzung der gleichen Stelle wie Abb. 13c mit VOGEL'Scher Sparbeize in Verdünnungslösung (60°C) läßt die durch Rückkristallisation gewachsenen Ferritkristalle sichtbar werden. (Vergr. $\times 200$.)

Bei den vorstehenden Beispielen handelt es sich um sekundäre Korngrenzen. Bevorzugter Ätzangriff an primären wie an sekundären Korngrenzen erfolgt, wenn sich in diesen Korngrenzen Verunreinigungen oder Ausschei-

dungsbestandteile befinden, Beispiele hierfür geben die Abb. 13c, 15b und 16c u. d.

Bei primären Korngrenzen erfolgt bevorzugter Ätzangriff auch, wenn infolge Kristallseigerung ein anderes Lösungspotential an den Korngrenzen besteht als im Innern der Kristallite (s. Abb. 15b u. 16c u. d).

Es ist bei der Wahl eines Ätzmittels stets zu bedenken, welche Gefügeerscheinung untersucht und sichtbar gemacht werden soll. Oft ist es notwendig, zwei verschieden wirkende Ätzmittel zu verwenden, wenn Aufschlüsse über den Werdegang eines Werkstoffes gesucht werden (vgl. hierzu Abb. 13c u. d).

Die Verschiedenheit im Ätzangriff kann auch Farbenunterschiede zwischen den Kristalliten hervorrufen, indem sich durch den Ätzzvorgang auf den einzelnen Kristalliten farbige, mehr oder weniger lösliche Häute bilden, wie es beim Ätzen von weichem Eisen mit Salpetersäure in Amylalkohol oder mit Ammoniummolybdat der Fall ist (vgl. Abb. 20, S. 58).

B. Ätzmittel zum Nachweis von Äderung.

1. **Ätzmittel zum Nachweis von Äderung im Ferrit.** Die Natur der im Ferrit häufig auftretenden Äderung bei Reineisen oder Stählen mit geringem C-Gehalt ist noch nicht geklärt. Der Annahme, daß es sich um eine Feinausscheidungsart wie Zementit und Nitrid handelt (HANEMANN und SCHRADER), steht die Auffassung gegenüber, daß es sich um Störungen des Gitters infolge innerer Spannungen handelt (TANGERDING, EILÄNDER und CORNELIUS). Hierfür spricht die höhere Koerzitivkraft in Proben mit Äderung gegenüber äderungsfreien Proben. Äderung tritt sowohl in langsam abgekühlten wie in abgeschreckten Proben auf, in letzteren sogar in stärkerem Maße. Nach AMMERMAN und KORNFELD kann Äderung durch Rekristallisation beseitigt und durch nachfolgende Glühung im γ -Gebiet von neuem hervorgerufen werden. Der Reinheitsgrad des Eisens hat keinen Einfluß auf das Auftreten von Äderung; ein durch Sublimierung im Vakuum erzeugtes Eisen zeigte stärkere Äderung als Elektrolyteisen. Nach NORTHOTT handelt es sich um Ausscheidungsvorgänge oxydischer Bestandteile. OBERHOFFER (S. 75) beobachtete bei der Untersuchung sauerstoffarmer und sauerstoffreicher Stähle Äderung des Ferrits nur in letzteren. Durch Glühen im Wasserstoffstrom kann die Äderung des Ferrits nach NORTHOTT verringert bzw. beseitigt werden. So behandelte Proben zeigen äderungsfreie Ränder; poröse Proben, in denen der Wasserstoff leichter diffundieren kann, sind nach der Glühung im Wasserstoffstrom äderungsfrei.

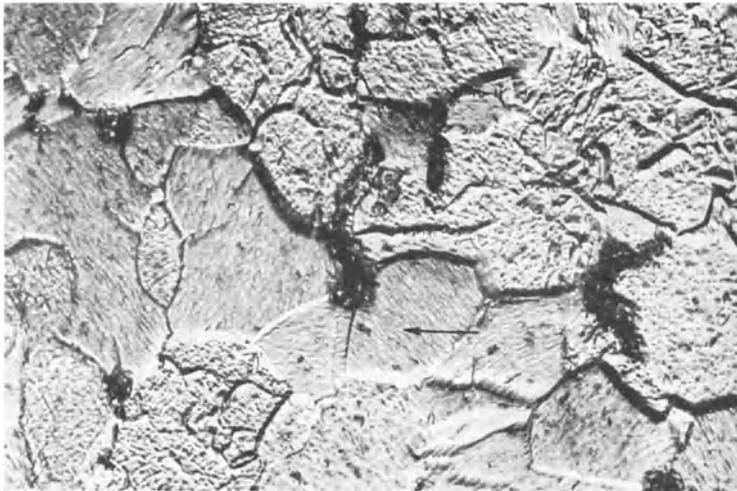
Nach NORTHOTT kann Äderungsgefüge auch in Nichteisenmetallen und ihren Legierungen beobachtet werden, ebenso beobachtete R. VOGEL Äderung im Kadmium, das auch keine polymorphe Umwandlung aufweist.

Bei den üblichen Ätzungen ferritischer Gefüge tritt die Äderung nicht in Erscheinung. Erst längeres Ätzen mit alkoholischer Pikrin- oder Salpetersäure läßt Äderung sichtbar werden. Auch alkoholische Pikrin-Salzsäure (Abb. 14a u. b) sowie die kupferhaltigen Ätzmittel nach FRY und STEAD sind geeignet. TRITTON empfiehlt zur Entwicklung von Äderungsgefüge in gut polierten Proben eine Ätzung von 5 min in 0,5proz. Salpetersäure. Nach NORTHOTT läßt wiederholtes Ätzen mit Pikrinsäure die Äderung besser sichtbar werden als längeres Eintauchen der Schlißprobe auf einmal, besonders bei rein ferritischen Gefügen. Für Stähle

mit niedrigem Kohlenstoffgehalt empfiehlt NORTHCOTT Wechselätzungen mit Pikrinsäure und STEADScher Ätzlösung:



a



b

Beispiele für Äderung im α -Eisen.

Abb. 14a. Weicheisen (Kesselblech). Ätzung mit alkoholischer 2proz. Salpetersäure läßt Korngrenzen, aber noch keine Äderung erkennen. Senkrechte Beleuchtung. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 14b. Nachätzung der gleichen Probenstelle mit Pikrin-Salzsäure läßt in einigen Kristalliten Äderung in Form unregelmäßiger Spaltbildung deutlich werden. Die schräge Beleuchtung (Lichteinfall von oben) gibt ein plastisches Bild der Kristallage und der durch den Kristallabbau bewirkten Oberflächenunterschiede. (Vergr. $\times 500$.)

1. Gesättigte Lösung von Pikrinsäure in Alkohol.
2. STEADSches Ätzmittel, zur Hälfte verdünnt mit 50proz. Ammoniaklösung in destilliertem Wasser. Fünf Ätzungen von je 30 sec mit jedem Ätzmittel genügen in der Regel zur Entwicklung von Äderungsgefüge. Bei Fleckenbildung

ist auf einer feuchten Magnesiumoxydpaste leicht abzupolieren und weiterzuätzen.

Legierte Stähle sind nach NORTHOTT mit 5proz. Salpetersäure in Alkohol zu ätzen, nichtrostende Stähle mit einer Lösung von 10% Ammoniumpersulfat und 10% Salzsäure. Stärkerer Säurezusatz beschleunigt die Ätzwirkung.

2. Ätzmittel zum Nachweis von Äderung in Nichteisenmetallen und ihren Legierungen. Das im Ferrit häufig auftretende Äderungsgefüge (vgl. S. 43) kann nach NORTHOTT in zahlreichen reinen Metallen wie auch in Legierungen entwickelt werden, wenn die geeigneten Ätzmittel zur Anwendung kommen. Die Erscheinung des Äderungsgefüges wird auf die Feinausscheidung von oxydischen Bestandteilen zurückgeführt. Durch Glühen im Wasserstoffstrom kann dieses Gefüge beseitigt werden, wobei das Verschwinden des Äderungsgefüges vom Rande nach der Mitte zu fortschreitet.

Aluminium: Verdünnte wässrige Flußsäure.

Antimon: 30proz. Salzsäurelösung mit etwa 5% Wasserstoffsperoxyd.

Kadmium: 1proz. alkoholische Salpetersäurelösung, anschließend Ammoniumpersulfat und Ammoniak, leichtes Nachätzen mit verdünnter alkoholischer Eisenchloridlösung.

Kupfer: 10% Ammoniumpersulfat in 50proz. Ammoniak. Stärkere Verdünnung verringert die Ätzgrubenbildung etwas, bringt aber das Äderungsgefüge weniger deutlich zum Ausdruck.

Kupfer-Aluminium-Legierungen: Längeres Ätzen mit der vorstehend angegebenen sauren Ammoniumpersulfatlösung.

Kupfer-Beryllium: Verdünnte alkoholische Eisenchloridlösung oder 5proz. alkoholische Salpetersäurelösung.

Kupfer-Phosphor und Kupfer-Arsen: Ammoniakalische Ammoniumpersulfatlösung und leichtes Nachätzen mit saurer Ammoniumpersulfatlösung.

Kupfer-Silizium: Ammoniakalische Ammoniumpersulfatlösung wie für Kupfer-Zink, gefolgt von Ätzwaschen in sehr verdünnter Flußsäurelösung. Für Legierungen bis 1% Silizium ist saure Ammoniumpersulfatlösung (s. Kupfer-Zinn-Legierungen) vorzuziehen.

Kupfer-Zink-Legierungen: 10% Ammoniumpersulfat in 50proz. Ammoniaklösung.

Kupfer-Zinn-Legierungen: Ammoniumpersulfatlösung wie vorstehend. Für zinnreiche Legierungen ist 10% Ammoniumpersulfat in 30proz. Schwefelsäurelösung vorzuziehen.

Magnesium: 5proz. alkoholische Salpetersäurelösung.

Nickel: Königswasser.

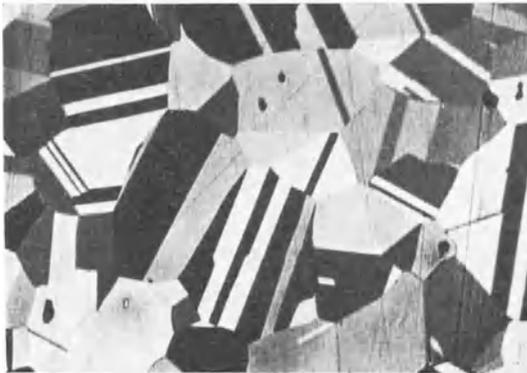
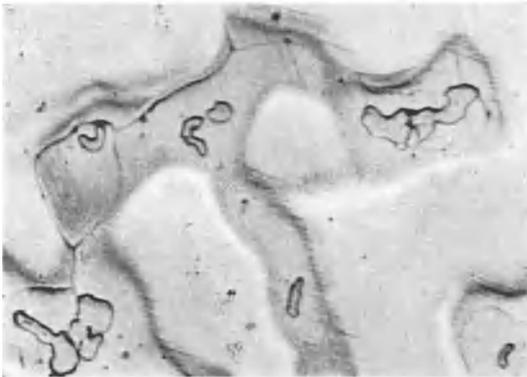
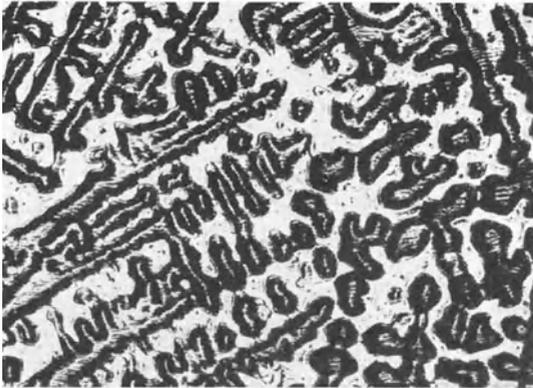
Nickelreiche Nickel-Kupfer-Legierungen: Eisenchloridlösung; 10 g Eisenchlorid, 30 cm³ Salzsäure, 120 cm³ Wasser.

Nickelarme Kupfer-Nickel-Legierungen: 10% Ammoniumpersulfat in 20proz. Ammoniak oder Eisenchloridlösung.

Silber: 10proz. Schwefelsäurelösung mit 1—2 Chromsäurekristallen.

Zink: 10proz. Schwefelsäurelösung mit 1—2 Chromsäurekristallen.

NORTHOTT weist darauf hin, daß manchmal ein scheinbares Äderungsgefüge beobachtet wird, das von Ribbildung in einer beim Ätzen mit Ammoniumpersulfat entstandenen Oberflächenschicht vorgetäuscht werden kann. Kupfer-



Guß- und Knetgefüge von Phosphorbronze.

Abb. 15a. Bronze für Webedraht, Gußzustand, Tannenbaumgefüge durch Ätzung mit alkoholischer Eisenchloridlösung (5%) entwickelt. Die kupferreichen Zonen erscheinen dunkel. (Vergr. $\times 50$.)

Abb. 15b. Dasselbe, geätzt mit Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd. Die zuerst erstarrten, kupferreichen Zonen erscheinen bei dieser Ätzung hell. In den zinnreichen Zonen Eutektoid. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 15c. Gefüge der gleichen Bronze nach erfolgtem Auswalzen und Glühen, entwickelt durch Ätzung mit alkoholischer Eisenchloridlösung. Homogene α -Mischkristalle, kein Primärgefüge mehr erkennbar. (Vergr. $\times 200$.)

legierungen mit Aluminium, Silizium oder Zinn neigen besonders zu dieser Hautbildung. Die Haut ist leicht zu entfernen durch leichtes Ätzwaschen mit verdünnter Flußsäure oder einer stark angesäuerten Ammoniumpersulfatlösung. Durch Ritzen der Oberfläche mit einer Nadel und Beobachtung bei schwacher Vergrößerung läßt sich eine solche Haut leicht nachweisen.

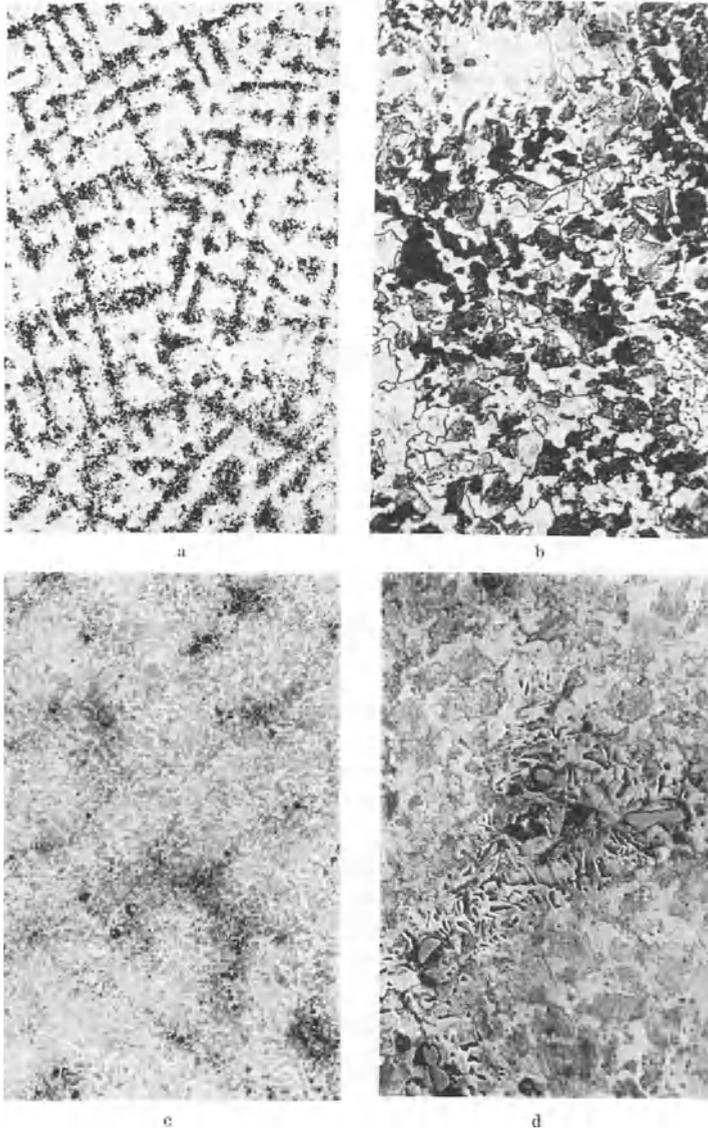
Bei sehr leicht oxydierenden Metallen wie Magnesium und seinen Legierungen kann auch beim Ätzen mit verdünnter alkoholischer Salpetersäurelösung (0,5%) eine feine Haut entstehen, die beim Trocknen der Probe im Luftstrom einreißt und ein Äderungsgefüge vortäuschen kann. Es ist eine ähnliche Erscheinung wie bei der Ammoniummolybdatätzung, ohne daß ein Umklappen der eingerissenen Hautteile eintritt (vgl. S. 58 und S. 247).

III. Primärgefügeätzung.

Die Erscheinung der Kristallseigerung, die den Erstarrungsvorgang einer Legierung begleitet, bedingt fast immer Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung zwischen den zuerst und den zuletzt erstarrenden Zonen bei jedem Kristallit. Mittels eines geeigneten Ätzmittels kann diese Kristallseigerung sogar in Legierungen mit nur einer Kristallart sichtbar gemacht werden, beispielsweise bei kupferreichem Messing oder Bronze (Abb. 15a—c) oder bei Eisen

mit einem gewissen Phosphorgehalt (Abb. 16 a—d; vgl. auch Sn-Bi-Legierungen, S. 208).

Spätere Wärmebehandlung kann diese Kristallseigerung mehr oder weniger ausgleichen, in Kupferlegierungen gelingt dies leicht, im System Eisen-Phosphor-



Primärgefüge und Sekundärgefüge in Stahlformguß.

Abb. 16 a. Stahlformguß (0,52% C) gegläht, Primärgefügeätzung nach OBERHOFFER, P-reiche Zonen hell. Die Glühung hat keinen vollständigen Ausgleich der P-reichen und P-armen, durch Kristallseigerung entstandenen Zonen bewirkt. (Vergr. $\times 15$.)

Abb. 16 b. Dasselbe, geätzt mit alkoholischer Salpetersäure, Sekundärgefüge, die hellen, sulfidhaltigen Stellen entsprechen den primären Korngrenzen. (Vergr. $\times 250$.)

Abb. 16 c. Dasselbe, geätzt mit alkoholischer Pikrinsäure (0,1%, 24 Stunden). Das Sekundärgefüge (Ferrit und Perlit) beginnt schwach sichtbar zu werden, ein bevorzugter Angriff hat an den primären Korngrenzen stattgefunden. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 16 d. Dasselbe, Ätzgefüge wie Abb. 16 c, stärker vergrößert. (Vergr. $\times 500$.)

Kohlenstoff dagegen kaum. Auf Grund dieser Seigerungserscheinungen kann man bei letzteren ein deutliches Bild des Gußgefüges erhalten, selbst wenn die Kristalle bei der Untersuchung infolge von polymorphen Umwandlungen oder von Rekristallisation eine andere Orientierung haben.

OBERHOFFER prägte die Bezeichnung „Primärätzung“ für eine Ätzung, die diese Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung der Primärkristalle sichtbar werden läßt (s. Abb. 15a und 16a). Diese Bezeichnung ist allgemein gebräuchlich. Der entsprechende, ebenfalls von OBERHOFFER eingeführte Ausdruck „Sekundärätzung“ wird selten angewendet. Er bezieht sich auf die Kornflächen- und die Korngrenzenätzung und soll ausdrücken, daß eine Umwandlung oder Rekristallisation stattgefunden hat.

In der Regel bewirkt ein Ätzmittel nicht nur eine Kornflächen- oder Korngrenzenätzung oder nur eine Primärätzung, sondern beide Arten zugleich. Durch die Auswahl eines geeigneten Ätzmittels kann jedoch die eine oder andere Art stärker ausgeprägt werden.

IV. Beeinflussung der Ätzergebnisse.

Das Ergebnis der Ätzung hängt außer von der chemischen Natur von Werkstoff und Ätzmittel noch von anderen Einflüssen ab, dazu gehören: Beschaffenheit der Schlißfläche, Ätzdauer, Temperatur von Schlißprobe und Ätzmittel, ferner die Bewegung des Ätzmittels während des Ätzens.

Durch Kaltbearbeitung des Werkstoffes werden die Eigenschaften einer Schlißprobe sehr stark beeinflußt. Je stärker die Kaltbearbeitung des Werkstoffes war, um so weniger Licht wird vom geätzten Schliß zurückgeworfen, bis schließlich nur noch eine diffuse Reflexion erfolgt, die unabhängig von der Richtung des auffallenden Lichtes ist.

Eine geätzte Schlißfläche von stark verformtem Werkstoff läßt keinerlei Kornaufbau erkennen; nur Gefügebestandteile, die in ihrer chemischen Zusammensetzung voneinander abweichen, können unterschieden werden, z. B. Ferrit und Zementit in kaltgewalztem Stahl.

Bei weichen Werkstoffen, bei denen sich eine leichte Kaltbearbeitung während der Schlißherrichtung schwer vermeiden läßt, ist es manchmal ratsam, den Schliß leicht zu erwärmen, wodurch die Schleifkratzer der Oberflächenschicht entfernt werden können. Diese Erwärmung muß natürlich sehr sorgfältig vorgenommen werden, damit keine Gefügeveränderung eintreten kann. So kann z. B. das Erscheinen „latenter“ Schleifkratzer beim Ätzen von Weicheisen vermieden werden, wenn der Schliß nach normaler Vorbereitung 1—2 Stunden in einem Ölbad auf 200—300° C erhitzt wird. Danach ist ein leichtes, aber gründliches Nachpolieren vorzunehmen. Dieselbe Wirkung wird erzielt, wenn der Schliß nach dem Polieren längere Zeit gelagert wird.

Hinsichtlich der Einflüsse von Ätzdauer und Ätztemperatur hat LOSKIEWICZ eine Reihe von Untersuchungen beim Ätzen von Kohlenstoffstahl in verschiedenen Lösungen von Salpetersäure und Pikrinsäure vorgenommen. Die Ätzdauer wurde nach dem Zeitraum bemessen, der notwendig war, um streifigen Perlit und die Korngrenzen von Ferrit deutlich werden zu lassen, während die Flächen der Ferritkörner noch nicht angegriffen waren.

Die erforderliche Zeitdauer zur Erzielung der besten Ätzung bei einer bestimmten Temperatur wurde dadurch gefunden, daß man den Verdünnungsgrad der Lösungen stark abwandelte. Bei einem Stahl mit 0,3% Kohlenstoff ergaben sich die in Abb. 17 dargestellten Verhältnisse. Die Ätzdauer ist annähernd eine lineare Funktion der Temperatur des Ätzmittels. Bei 15 °C dauert die Ätzung etwa doppelt so lange wie bei 35 °C.

Zu den Ergebnissen der Versuche von LOSKIEWICZ mag noch erwähnt werden, daß die Ätzwirkung von Salpetersäure noch in viel stärkerem Maße von der Temperatur abhängt, als aus der obigen Darstellung hervorgeht. Bei niedrigen Temperaturen wirkt Salpetersäure als Korngrenzen-Ätzmittel, bei höheren Temperaturen dagegen als Kornflächen-Ätzmittel. Die Übergangstemperatur zwischen diesen beiden Wirkungsgraden liegt ungefähr bei Zimmertemperatur.

Bewegung des Ätzmittels während des Ätzens beeinflusst beträchtlich die Geschwindigkeit der Ätzreaktion und manchmal auch das Ergebnis. So kann man beim Ätzen mit alkoholischer Pikrinsäure beobachten, daß sich bei unbewegter Flüssigkeit bald eine dunkle Schicht von mehr oder weniger unlöslichen Stoffen auf der Schlißfläche absetzt, die den Ätzangriff verzögert. Wenn man die Schlißproben während des Ätzens bewegt, werden diese abgelegten Stoffe entfernt und die Ätzung geht rascher vor sich. Abb. 18a—d zeigt die Wirkung von bewegter und unbewegter Ätzlösung auf eine gleiche Schlißstelle von Elektrolyteisen.

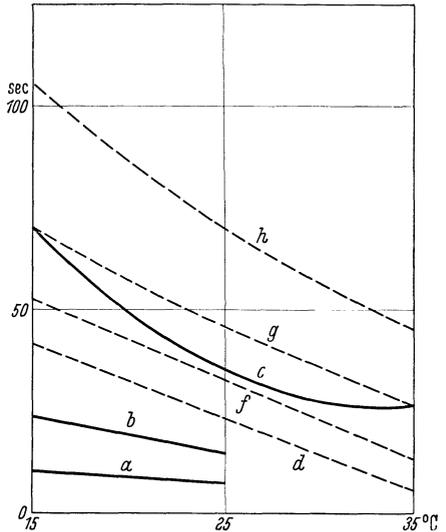


Abb. 17. Einfluß der Temperatur auf die Ätzdauer von Perlit in Stahlproben mit 0,30% C (nach LOSKIEWICZ).
 — alkohol. Salpetersäure.
 - - - „ Pikrinsäure.
 a = 10% Salpetersäure; b = 5% Salpetersäure;
 c = 2% Salpetersäure; d = gesätt. Pikrinsäure;
 e = $\frac{3}{4}$ gesätt. Pikrinsäure; f = $\frac{1}{2}$ gesätt. Pikrinsäure; g = $\frac{1}{4}$ gesätt. Pikrinsäure; h = $\frac{1}{4}$ gesätt. Pikrinsäure.

V. Ätzgefäße und Schliffhalter.

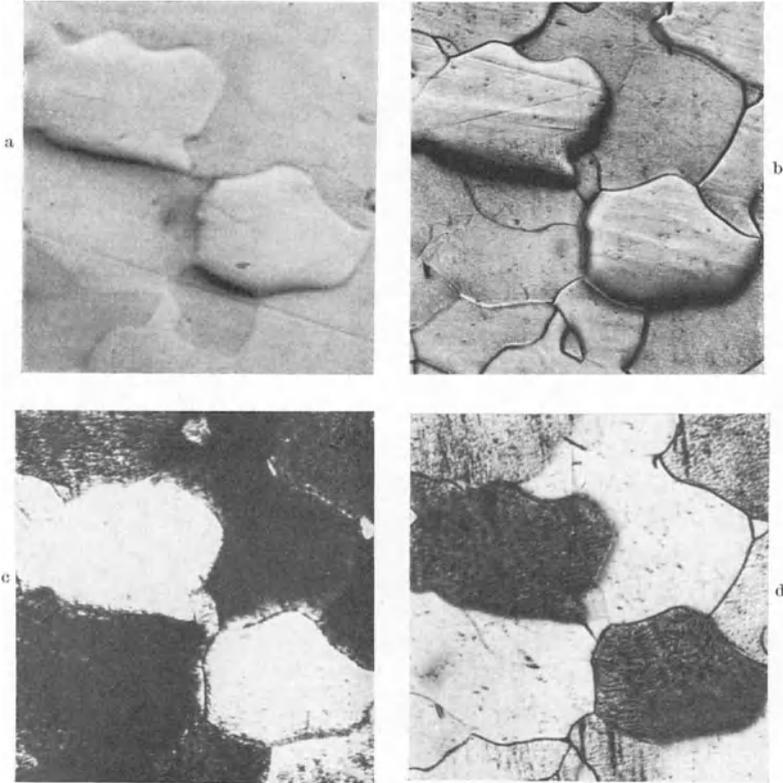
In den meisten Fällen kommen für Ätzzwecke Glas- oder Porzellengefäße in Frage. Kristallisierschalen mit Deckel sind besonders geeignet. Für Makroätzungen von großen Probestücken können Holzgefäße mit Paraffinüberzug benutzt werden.

Ätzungen mit Flußsäure und mit flußsäurehaltigen Lösungen müssen in Gefäßen aus Hartgummi oder aus Paraffin vorgenommen werden. Man kann dazu gut die abgeschnittenen Böden der Flußsäureflaschen verwenden. Auch Glasschalen mit Paraffinüberzug sind geeignet, ebenfalls sind die Meßgefäße mit Paraffin zu überziehen. Für sehr verdünnte Flußsäurelösungen können gewöhnliche Glasschalen verwendet werden; es empfiehlt sich, die Lösung kurz vor Gebrauch jedesmal frisch anzusetzen.

Gefäße aus Platin und anderen Metallen sind wegen der Gefahr einer störenden elektrolytischen Wirkung weniger zu empfehlen. Behälter aus Bleiblech

werden oft angewandt, wenn besonders große Stücke in Flußsäure oder Schwefelsäure geätzt werden sollen.

Während der Ätzung hält man die Schilfe mit der Hand, wobei die Finger durch Gummihandschuhe zu schützen sind — oder mit besonderen Ätzzangen



Einfluß stehender und bewegter Ätzlösung, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle.

Abb. 18a. Geglühtes Elektrolyteisen, poliert, ungeätzt. Verschiedene Höhenlage einzelner Kristallite. Lichteinfall schräg von oben. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 18b. Ätzung 30 sec in alkoholischer Salpetersäure bei bewegter Lösung. Deutlich umrissene Korngrenzen keine Aufrauung der Kornflächen. Lichteinfall wie bei Abb. 18 a. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 18c. Ätzung 2 min in alkoholischer Pikrin-Salzsäure bei stehender Lösung und nicht bewegter Probe. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 18d. Ätzung weitere 2 min in der gleichen, diesmal bewegten Lösung. Die bei der vorhergehenden Behandlung hellen Körner erscheinen jetzt dunkel; die umliegenden Körner zeigen verschiedene Grade der Färbung und Aufrauung, während sich bei der Ätzung in unbewegter Lösung nur vereinzelte hochliegende Kornflächen hell von der überwiegend dunkel erscheinenden Schlißfläche abheben. (Vergr. $\times 100$.)

aus nichtleitenden Stoffen, wie Holz, Elfenbein, Hartgummi oder Porzellan. Auch Photoklammern können zweckdienlich sein.

In den meisten Fällen können jedoch Pinzetten und Zangen aus Metall benutzt werden, es ist aber darauf zu achten, daß sich keine Lokalelemente bilden, die die Ätzung störend beeinflussen. Aus diesem Grunde ist es auch oft notwendig, in metallische Einbettmittel eingegossene Schlißproben aus der Einbett-

masse herauszunehmen, deshalb ist die Verwendung nichtmetallischer Einbettmassen vorzuziehen. Tiegelzangen aus Nickel-Chrom-Stahl sind zum Halten von Schliffproben sehr geeignet. Beim Ätzen mit sehr starken Säuren sind dabei Gummischützer, Platinschuhe oder ein Überzug von Paraffin zu empfehlen.

VI. Ätzarten.

A. Ätzen durch Eintauchen.

Die einfachste und gebräuchlichste Art des Ätzens besteht darin, die Schliffprobe einzutauchen. Eine bestimmte Menge Ätzflüssigkeit wird in eine Schale gegossen, deren Abmessung der Größe der zu ätzenden Schliffprobe angepaßt ist. Die Schliffprobe wird mit der Schlifffläche nach oben hineingelegt. Diese muß ganz von der Ätzlösung bedeckt sein. Man tut gut, die Ätzschale zu bewegen, damit sich während der Ätzung keine örtlichen Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung der Ätzlösung bilden, wodurch die normale Ätzwirkung beeinträchtigt oder verändert werden kann. Man kann auch die Schliffprobe in der Ätzflüssigkeit bewegen, um dem vorzubeugen. In manchen Fällen ist es ratsam, Schliffprobe und Ätzschale stehenzulassen und die Oberfläche des Schliffes mit einer weichen Bürste oder einem Holzstäbchen mit Wattebausch leicht abzureiben. Man erhält dafür geeignete Holzstäbchen beim Drogisten. Dieses Abwischen der Schlifffläche ist besonders bei solchen Ätzmitteln angebracht, die wie die schon erwähnte Pikrinsäureätzung beim Eisen unlösliche Stoffe auf der Schlifffläche absetzen.

B. Tropfenätzung.

Bei diesem Verfahren wird die Schlifffläche waagrecht gehalten und so viel Ätzlösung darauf getropft, wie die Fläche hält; am besten dient dazu eine Tropfflasche. Diese Art des Ätzens hat den Vorteil, daß nur wenig Ätzlösung gebraucht wird, sie kommt aber nur bei Ätzmitteln mit kurzer Ätzdauer in Betracht. Bedingung für das Gelingen einer solchen Ätzung ist, die Schliffprobe vorher vollständig zu trocknen.

C. Ätzwaschen.

Diese Art des Ätzens wird oft angewendet, wenn keine geeignete Ätzschale verfügbar ist und die Tropfenätzung kein befriedigendes Ergebnis liefert. Man hält die Schlifffläche nach oben, leicht schräg geneigt, und läßt die Ätzflüssigkeit aus einer Tropfflasche vom oberen Rand des Schliffes nach unten fließen, bis der gewünschte Ätzgrad erreicht ist. Dieses Ätzwaschen findet in größerem Ausmaße Anwendung, wenn es sich darum handelt, aufgeschnittene Gußblöcke zu ätzen oder wenn vorgeschliffene größere Proben geätzt werden sollen.

Ätzwaschen findet auch Anwendung bei starker Gasentwicklung beim Ätzen kleiner Schliffproben. Es empfiehlt sich, das Festsetzen der Gasblasen entweder durch leichtes Abwischen mit Wattebausch oder durch rasches Abgießen der Ätzlösung in ein zweites Gefäß und erneutes Übergießen der Schliffprobe zu verhindern.

Ein Verfahren, das die drei vorstehend beschriebenen Ätzarten in sich vereinigt, besteht darin, den Schliff mittels einer Zange mit der Schlifffläche nach unten in das mit der Ätzlösung gefüllte Gefäß zu tauchen. Nach kurzer Zeit

wird die Schliffprobe herausgenommen und das Fortschreiten der Ätzung betrachtet, danach wieder eingetaucht und das Eintauchen und Herausnehmen so lange wiederholt, bis ein befriedigendes Ergebnis erzielt ist. Bei diesem Verfahren kann der Sauerstoff der Luft mitwirken, was oft für das Ätzergebnis von Bedeutung ist.

D. Ätzen unter Reibwirkung.

Hierbei wird die Oberfläche des Schliffes mehr oder weniger stark mit einem Wattebausch gerieben, der in die Ätzlösung getaucht und leicht ausgedrückt wird. Der Druck beim Reiben ist davon abhängig, ob beim Ätzen entstehende Niederschläge oder festhaftende Überzüge entfernt werden sollen. Je stärker solch ein Überzug haftet, um so stärker ist zu reiben, aber möglichst so, daß die Schlifffläche dabei nicht durch Kratzer beschädigt wird. Nötigenfalls ist der Wattebausch mehrmals mit der Ätzlösung zu tränken. Bei diesem Verfahren spielt der Luftsauerstoff ebenfalls eine wichtige Rolle.

E. Ätzpolieren.

OSMONDS Verfahren des Ätzpolierens ist eigentlich eine stärkere Form des Ätzens mit Reibwirkung, aber mit der Abweichung, daß die Luft weniger Gelegenheit hat, auf die Schlifffläche einzuwirken. Beim Ätzpolieren wird eine angemessene Menge der Ätzflüssigkeit auf das Poliertuch gespritzt (an Stelle von Tuch kann auch Gummi oder Pergament genommen werden) und die bereits vorpolierte Probe darauf poliert. Das Ergebnis ist eine Verbindung von Ätz- und Reliefpolierwirkung.

Je nachgiebiger die Unterlage ist, um so stärker ist die Reliefwirkung.

F. Ätzen durch Elektrolyse.

Dieses Verfahren der Gefügeentwicklung wurde zuerst von LE CHATELIER (1896) angewendet. Die Ätzung erfolgt durch die Einwirkung des elektrischen Stromes auf die als Anode geschaltete Schliffprobe.

Das Verfahren ist besonders nützlich in solchen Fällen, wo der Werkstoff eine besondere Widerstandsfähigkeit gegen chemische Angriffe aufweist, wie bei hochlegierten Stählen, Nickel-Chrom-Legierungen, Stellite u. a. Metalle und Legierungen, die als Anode schnell passiv werden, werden zunächst bei kräftigem Strom als Kathode geschaltet.

Als Ätzgefäß für elektrolytische Ätzungen dient am besten ein Platintiegel. Die Schliffprobe wird mit der Schlifffläche nach oben hineingelegt, so daß sie in metallischer Berührung mit dem an den positiven Pol angeschlossenen Platintiegel steht. Als Kathode dient ein Stückchen Platinblech oder Platindraht. Ist kein Platingefäß verfügbar, so kann statt dessen ein Glasgefäß verwendet werden. In diesem Fall wird der Schliff auf ein Stück Platinfolie gelegt, das im rechten Winkel gebogen und mit dem positiven Pol verbunden wird.

Wenn das elektrolytische Ätzverfahren nur gelegentlich einmal zur Anwendung kommt, kann man auch ohne Platinelektroden zu einem befriedigenden Ergebnis kommen, man muß dann nur möglichst unlösliche Elektroden benutzen, damit keine sekundären Reaktionen das Ätzergebnis störend beeinflussen. Man kann z. B. die Schliffprobe auf einem gebogenen Bleiblech, das mit einem Bleidraht verbunden ist und zugleich als Halter und als Stromzuleiter dient, in den

Elektrolyt hängen und den Strom durchfließen lassen, oder einfach mittels einer Tiegelzange aus Nickelchrom, die in einen Stromkreis eingeschaltet wird. Auch Graphit, z. B. in der Form von Bogenlampenkohle, kann sehr gut als Elektrode dienen.

Als allgemeine Regel für elektrolytisches Ätzen ist zu beachten, daß die Schliffprobe zur Vermeidung raschen Passivwerdens zunächst als Kathode und während des eigentlichen Ätzens als Anode geschaltet wird. Auf diese Weise werden auch gleichmäßigere Ätzungen erzielt.

Den elektrischen Strom entnimmt man am besten einer 4 V-Akku-Batterie; für gelegentliche Versuche genügt aber auch eine gewöhnliche Trockenbatterie. Ist Netzgleichstrom verfügbar, kann man den Strom potentiometrisch abzapfen, dabei ist Sorge zu tragen, daß dieses vom geerdeten Teil der Leitung geschieht. In den meisten Fällen können elektrolytische Ätzungen mit Erfolg ausgeführt werden, indem man unter Vorschaltung von Glühlampen direkt an Netzgleichstrom anschließt. Der Halter für die als Anode geschaltete Schliffprobe muß dann mit einem isolierten Handgriff versehen sein, damit der Schliff in den Elektrolyten eingetaucht werden kann, ohne daß der den Versuch Ausführende Stromschluß erhält.

Eine ständige Elektrolysenanlage für Ätzzwecke sollte mit einem feinen Regulierwiderstand und einem Amperemeter versehen sein, das Stromstärken von 0,001—1 A anzeigt. Nach GOERENS rechnet man 0,001—0,01 A je Quadratcentimeter, um in einigen Minuten das Gefüge erscheinen zu lassen.

Nach A.S.T.M. wird ein ganz einfaches Verfahren für elektrolytisches Ätzen angegeben:

Die mit dem positiven Pol verbundene Schliffprobe wird mit der Schlifffläche nach oben gelegt, letztere mit der als Elektrolyt dienenden Ätzlösung betropft, bis sie bedeckt ist, und ein als Kathode dienender Platindraht in die Flüssigkeit getaucht. Um eine gleichmäßige Ätzung zu erzielen, wird der Draht während der Dauer der Ätzung bewegt. Die Methode ist etwas grob, aber leicht ausführbar, und sie gelingt meistens gut.

Aus der gleichen Quelle stammt das nachfolgende Verfahren, das den älteren, bei denen die Schliffprobe ganz in den Elektrolyten eingetaucht wurde, beträchtlich überlegen ist. Hierbei wird der Schliff mit der polierten Fläche nach unten an einem Halter mit Stromanschluß nur so weit in den Elektrolyten eingetaucht, daß die Flüssigkeit eben die Schlifffläche benetzt, und dann so weit wieder hochgezogen, wie die Oberflächenspannung zuläßt, ohne daß die Verbindung mit dem Elektrolyten unterbrochen wird. Eine Federklammer aus Metall kann als Schliffprobenhalter dienen.

Die gebräuchlichsten Elektrolyte sind Lösungen mit 10% Ammoniumchlorid oder -sulfat, 0,5% Natriumhydroxyd, 1% Salzsäure oder Schwefelsäure u. a.

Nach VELGUTH kann Nickel-Chrom sehr gut elektrolytisch geätzt werden, wenn es zuerst in einer Lösung von 10% Natriumhyposulfit als Kathode geschaltet wird und sogleich danach als Anode in einer Lösung von 10% Salzsäure (s. S. 197).

Dieses Verfahren eignet sich wahrscheinlich noch für verschiedene andere Werkstoffe, beispielsweise für Eisen-Chrom-Legierungen, die leicht passiv werden.

Angaben über elektrolytisches Ätzen von nichtrostenden Chrom-Nickel-Stählen finden sich S. 130, 131.

G. Das Ätz-Anlaß-Verfahren.

Beim Erhitzen einer polierten metallischen Oberfläche erscheinen mit beginnender Oxydation sog. „Anlaßfarben“, die auf der Interferenz des Lichtes in der dünnen Oxydhaut beruhen und ihrer Natur nach den NEWTONSchen Ringen entsprechen.

Die Anlaßfarben ändern sich mit der Dicke der Oxydschicht. Nach REISER ergeben sich für polierte Stahlproben die genannten Anlaßfarben bei folgenden Temperaturen:

Hellgelb	220—230° C
Dunkelgelb	240°
Braungelb	255°
Purpurrot	275°
Braunrot	265°
Violett	285°
Kornblumenblau	295°
Hellblau	315°
Silbergrau	330°



Abb. 19a. Tempergußprobe mit Resten von Zementit. Ätzung: alkoholische Salpetersäure mit darauffolgendem Anlassen. Der Zementit hebt sich hell von der auf gelbbraun angelassenen ferritischen Grundmasse mit verschieden getönten Kristalliten ab. Schräg von oben beleuchtet, vgl. Schattenlage der Zementitnadeln, Beispiel für Feststellung des Lichteinfalls bei Schrägbeleuchtung (hierzu S. 3).



Abb. 19b. Weicheisen, Beispiel für Rekristallisation kritisch beanspruchter Zonen. Ätzung: alkoholische Salpetersäure mit folgendem Anlassen. Das Verfahren ist besonders geeignet, wenn Aufnahmen von ungleichmäßiger Kristallisation bei schwachen Vergrößerungen zu machen sind; es werden feinere Einzelheiten bei oberflächlicher Ätzung erzielt, als beim Ätzen mit Ammoniumsulfat, das eine stärkere Tiefenwirkung erfordert.

Wird eine Schlißprobe längere Zeit bei gleichbleibender Temperatur erhitzt, so spielt die Dauer eine entscheidende Rolle. Eine bei 230° C angelassene Schlißprobe zeigt folgende Anlaßfarben:

nach 15 min	Hellgelb
„ 30 „	Rot
„ 45 „	Blau
„ 60 „	Hellblau

Enthält ein Werkstoff mehrere Gefügebestandteile mit verschiedener Oxydationsgeschwindigkeit, so können diese durch Anlaßfarben unterschieden werden. Das Verfahren ist zuerst von MARTENS angegeben, später von BEHRENS und OSMOND außer für Eisen und Stahl auch für Legierungen, insbesondere Kupferlegierungen, verwendet worden. STEAD benutzte das Anlaßverfahren, um Eisenphosphid nachzuweisen. Seine Beobachtungen sind in nachstehenden Tabellen wiedergegeben. Nach ihm erhielt das ternäre Phosphideutektikum den Namen Steadit. Beispiele für dieses Verfahren zeigen Abb. 19a u. b.

Anlaßfarben bei stetigem Temperaturanstieg von 200—400°C.

Perlit 0,6% P 0,75% C	Ferrit	Zementit	Eisenphosphid	Mangansulfid
weiß	weiß	weiß	weiß, gelblich gefärbt	blasses lavendelblau
blaßgelb	„	„	„	„
blaßgelb	„	„	„	„
gelb	blaßgelb	„	„	„
gelbbraun	gelb	blaßgelb	„	„
braun	gelbbraun	gelb	„	„
purpurrot	braun	„	blaßgelb	zwischen blaß- gelb und gelb
purpurrot	purpurrot	gelbbraun	„	„
blau	„	„	zwischen gelb und blaßgelb	„
blau	blau	braun	gelb	„
hellblau	„	„	lachsfarben	„
hellblau	hellblau	rotbraun	heliotrop	weißbräunlich
helles erbsen- grün	„	purpurrot	grünlich	„
helles erbsen- grün	helles erbsen- grün	blau	gelb	„
blaßgelb	blaßgelb	—	—	—
weiß	weiß	—	—	—

GOERENS und DOBBELSTEIN beobachteten in verschiedenen Fällen, daß die dünne Oxydschicht auf metallischen Oberflächen von Schliffproben nicht gleichmäßig festhaftet. In einigen Fällen kann man durch ein leichtes Nachpolieren nach dem Anlassen einzelne Bestandteile heller hervortreten lassen, wodurch für die Mikrophotographie größere Gegensätze erzielt werden.

Schliffproben, von denen Gefügaufnahmen angefertigt werden sollen, können vorher leicht geätzt werden, damit die Umrisse der einzelnen Bestandteile deutlicher hervortreten.

Zur Erzielung guter Ergebnisse beim Ätzanlassen muß die Schlifffläche vollständig sauber und trocken sein. Es ist daher ratsam, die Probe zunächst auf etwa 120°C zu erwärmen und vor dem eigentlichen Anlassen mit einem warmen Flanellappen abzureiben, so daß sich keine Feuchtigkeit mehr auf der Schlifffläche niederschlägt.

Das Anlassen geschieht am besten auf einem erhitzten Blech, einer Heizplatte oder im Sandbad; es kann jedoch auch in einem Metallbad vorgenommen werden, wenn man die Temperaturen genau einzuhalten wünscht. Geschmolzenes Zinn eignet sich dafür sehr gut. STEAD benutzte eine kleine elektrische Heizplatte,

Anlaßfarben bei gleicher Temperatur und verschiedener Anlaßdauer.
(STEAD)

	Perlit 0,6% P 0,75% C	Ferrit	Zementit	Eisenphosphid
a) Anlassen bei 232°C				
1 min	zart blaßgelb	weiß	zart blaßgelb	weiß
4 min	gelbbraun	zart blaßgelb	blaßgelb	„
10 min	„	dunkler gelb	„	„
b) Anlassen bei 280°C				
1 min	braun	gelb	bräunlichgelb	weiß
2 min	purpur	rötlichbraun	„	„
3 min	dunkler purpur	braun	„	„
4 min	blau	purpur	„	zart blaßgelb
6 min	„	„	orangebraun	hellgelb
11 min	„	blau	rotbraun	hell lachsfarben
15 min	hellblau	„	Sienabraun	„ „
30 min	blaßblau	hellblau	purpurbraun	heliotropblau
c) Anlassen bei 326°C				
1 min	purpurrot	rot	gelbbraun	zart blaßgelb
2 min	dunkelblau	purpurrot	rotbraun	blaßgelb
3 min	„	„	„	„
4 min	„	„	„	„
5 min	„	dunkelblau	„	blaß lachsfarben
6 min	blaßblau	blaßblau	purpurrot	lachsfarben
7 min	blaß erbsengrün	zart blaßblau	purpur	„
8 min	„ „	„ „	„	„
9 min	blaßgelb	„ „	„	purpur
10 min	blaßgelb	„ „	„	heliotrop blau

die er isoliert auf den Tisch eines Handmikroskops stellte, um den Verlauf des Anlassens genau verfolgen zu können. Wird das Verfahren laufend angewendet, so ist es zweckmäßig, dafür einen Ofen mit Temperaturregler aufzustellen.

Ist die gewünschte Anlaßfarbe erreicht, so empfiehlt es sich, weiteres Anlaufen durch Abkühlen der Probe in Quecksilber (Hg-Dämpfe!) oder Wasser zu verhindern, wobei die Schlifffläche jedoch nicht in Berührung mit der Abkühlungsflüssigkeit kommen darf, sonst entstehen Flecken. Es ist jedoch im allgemeinen ratsamer, keine höhere Temperatur zu wählen als die, bei welcher die gewünschte Anlaßfarbe in 10—15 min erreicht wird. Bei diesem langsamen Fortschreiten der Oxydation genügt es, Proben von normaler Größe auf eine kalte Metallunterlage zu setzen, um den Anlaßvorgang abzurechnen.

Ein dem Ätzen ähnliches Verfahren besteht in der Erzeugung dünner Häute auf einer polierten metallischen Oberfläche durch Brom- oder Joddämpfe oder Schwefelwasserstoff. Das Verfahren ist jedoch nur in beschränktem Maße praktisch verwendbar.

H. Ätzen mit färbender Wirkung.

1. Ammoniummolybdat. Nach MALETTE bewirkt Ätzen mit Ammoniummolybdatlösung die Färbung der Gefügebestandteile in ähnlicher Weise wie das Ätzenlassen. Das Verfahren hat den Vorteil, daß keine Erhitzung der Proben stattfindet.

Das Ätzmittel wird folgendermaßen hergestellt:

Vorratslösung: 15 g reines Ammoniummolybdat in dest. Wasser lösen und auf 100 cm³ auffüllen, mit 100 cm³ Salpetersäure (sp. G. 1,2) vermischen, 4 Tage stehen lassen und abfiltrieren.

Gebrauchslösung:

a) rasch wirkend: 2 cm³ Vorratslösung, 100 cm³ Äthylalkohol (95%),

b) langsam wirkend: 0,5—1 cm³ Vorratslösung, 100 cm³ Äthylalkohol (95%).

Die Ätzdauer hängt von der Art der zu ätzenden Probe ab. MALETTE empfiehlt das Fortschreiten der Färbung durch Unterbrechung der Ätzung, Abspülen und Trocknen der Probe und Beobachtung im Mikroskop zu überwachen. (Hierbei treten sehr leicht irisierende und fleckige Färbungen auf, es ist für das Gelingen der Ätzung vorteilhafter, so lange zu ätzen, bis ein dem Auge wünschenswerter Ätzgrad erreicht ist. Da das Ätzmittel eine zugleich ätzende und färbende Wirkung hat, ist damit meistens auch die günstigste Färbung erzielt, bei der sich die Gefügebestandteile am günstigsten voneinander abheben. Während des Ätzens erscheinen die Schliefflächen farblos, erst nach dem Trocknen wird die Färbung sichtbar. Das Trocknen ist sehr vorsichtig auszuführen, Trocknen mit Föhn oder Gebläse ist zu vermeiden, da die feine, die Schlieffläche bedeckende Haut leicht reißt und durch Rißlinien und umgelegte Hautteilchen leicht zu Fehlschlüssen in der Gefügebeurteilung führen kann. Die Abb. 20 a—f zeigen richtig ausgeführte Ätzungen und einige der genannten Fehlererscheinungen. Es empfiehlt sich, die geätzten Proben in Alkohol, danach in Äther abzuspülen und durch Schwenken an Luft zu trocknen. A. MEYER.)

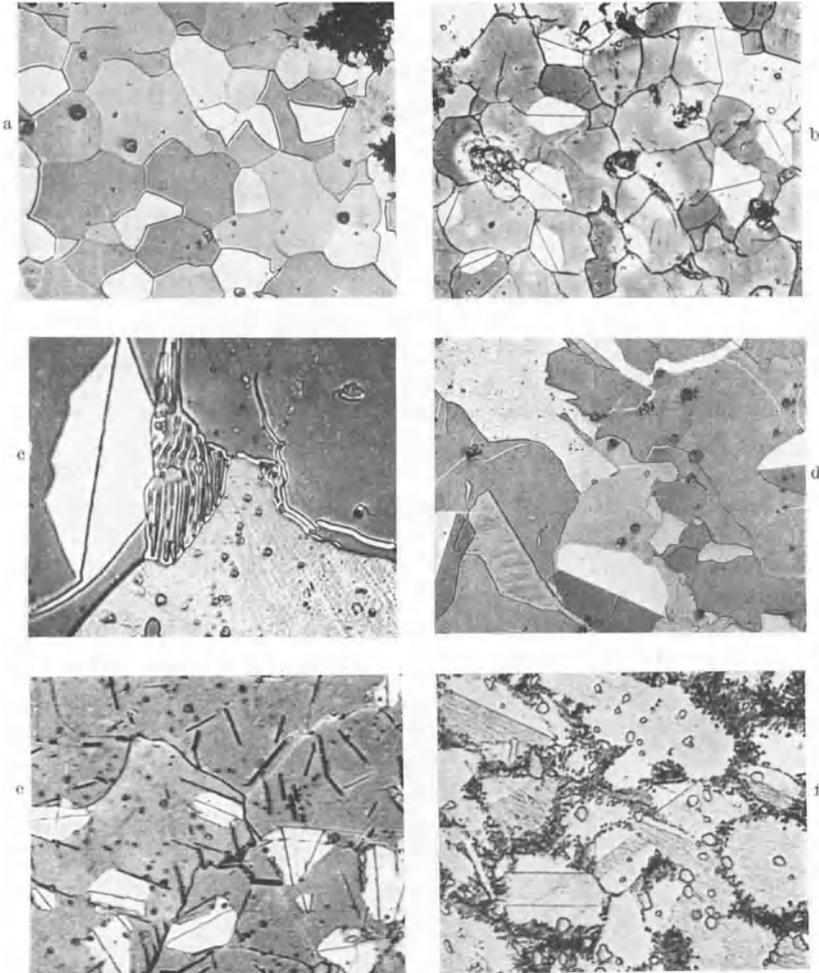
Lösungen von Ammoniumsalzen des Urans und Vanadiums sind ebenfalls als Ätzmittel mit färbender Wirkung zu verwenden.

2. Ätzen mit Gelatineüberzug und nachfolgender Färbung. Dieses von WALLDOW und BENEDICKS (3) eingeführte Verfahren beschreibt letzterer folgendermaßen:

Eine 4proz. Gelatinelösung wird auf 60° C erwärmt und in dünner Schicht auf die Schlieffläche der leicht erwärmten Probe gegossen. Nach dem Trocknen der Deckschicht wird diese eine halbe bis 3 min in einer 3proz. Formalinlösung gehärtet. Die so vorbereitete Schlieffprobe wird in verdünnter Säure, meistens in alkoholischer Lösung, geätzt. Nach einer Ätzdauer von 1—2 min wird die Schlieffprobe in Alkohol abgespült und darauf mit einer Lösung behandelt, deren Zusammensetzung kennzeichnende Färbung der beim Ätzen entstandenen, von der Gelatineschicht festgehaltenen Ablagerungen hervorruft (vgl. S. 133).

Nach WALLDOW (private Mitteilung) kann an die Stelle von Gelatine Nitrozellulose treten. Farbloser Lack aus Nitrozellulose wird mit Amylazetat verdünnt und auf die Schlieffläche gegossen. Nach dem Trocknen ist das Verfahren das gleiche wie beim Gelatineüberzug.

3. Ätzen mit Gelatineüberzug und gleichzeitiger Färbung. Dieses Verfahren wird meistens in der Weise ausgeführt, daß die Gelatinelösung das Ätzmittel und das Färbemittel zugleich enthält. Die Gelatinelösung wird gewöhnlich folgendermaßen hergestellt: 5 g Gelatine etwa eine halbe Stunde in 20 cm³ dest. Wassers quellen lassen und dann durch gelindes Erwärmen im Wasserbad



Ätzen mit färbender Wirkung (Ammoniummolybdat).

Abb. 20a. Tempergußprobe mit Temperkohleflerken. Ätzung Ammoniummolybdat, Färbung der Ferritkristalle. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 20b u. c. Zwei Stellen der gleichen geätzten Probe mit Rissen und Umklappungen der durch die Ätzung gebildeten farbigen Haut. Die Umklappungen erscheinen als Spiegelbilder der freigelegten Schlißfläche. Diese Erscheinung kann leicht zu Fehldeutungen führen, die Rißstellen können in diesem Fall als Zementit angesehen werden, die Umklappungen für Zwillingsbildungen gehalten werden, obwohl diese im Ferrit kaum auftreten, während sie in Kupfer und Kupferlegierungen zahlreich vorkommen und, wie Abb. 20f zeigt, oft in ähnlicher Form. (Vergr. $\times 200$ u. $\times 1000$.)

Abb. 20d. Grobkristallines Weicheisen mit zahlreichen Sulfideinschlüssen. Ätzung: Ammoniummolybdat. Während in Abb. 20b das Einreißen der Haut vorwiegend an den Grenzen der Ferritkörner erfolgte, treten die Risse und Umklappungen hier regellos innerhalb der großen Ferritfelder auf. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 20e. Nitrid- und sulfidhaltige Weicheisenprobe. Ätzung: Ammoniummolybdat. Die Nitride heben sich dunkel von der gefärbten Schlißfläche ab. Die Knickstellen der umgelegten Haut können mit Nitridnadeln verwechselt werden. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 20f. Aluminiumbronze (10% Al, 5% Fe, 2,5% Ni, 0,5% Mn). Ätzung: Ammoniumpersulfat-Wasserstoff-superoxyd. Die Zwillingsbildungen der α -Mischkristalle sind denen der Umklappungen in Abb. 20b u. d sehr ähnlich. (Vergr. $\times 500$.)

lösen. Nach erfolgter Lösung werden 10—20 cm³ Glycerin hinzugesetzt. Diese Vorratslösung wird zum Gebrauch durch leichtes Erwärmen flüssig gemacht und dann mit den geeigneten in einer möglichst geringen Wassermenge gelösten Zusätzen gemischt. Die Gelatine zersetzt sich leicht, insbesondere wenn vorher Säuren zugesetzt werden.

Das Gelatineätzmittel wird mit einem Glas- oder Holzstäbchen auf die Schlißfläche der leicht erwärmten Probe gebracht und in dünner Schicht ausgestrichen. Falls sofort mikroskopische Beobachtungen vorgenommen werden sollen, muß die Gelatineschicht mit einem Deckglas bedeckt werden. In diesem Fall ist zu bedenken, daß Objektive mit einer Brennweite unter 16 mm für das Deckglas korrigiert werden müssen. Soll ein solches Objektiv verwendet werden, so wird ein Tropfen der Gelatinelösung in die Mitte der Schlißfläche gebracht und das Deckglas darauf gelegt. Die Lösung muß so beschaffen sein, daß das Deckglas infolge von Kapillaranziehung dicht auf der Schlißfläche liegt. Die Gelatineschicht zwischen Schlißprobe und Deckglas darf deshalb nicht zu dick sein.

In zahlreichen Fällen kann die Gelatinemischung nach einer gewissen Einwirkungsdauer einfach mit heißem Wasser abgewaschen und die mikroskopische Untersuchung in der üblichen Weise vorgenommen werden.

Das Verfahren ist der mikrochemischen Analyse ähnlich, es findet Anwendung zum Nachweis von Sulfideinschlüssen in Eisen und Stahl (S. 160).

I. Ätzabdruckverfahren.

Hierbei wird Papier mit einem Gelatineüberzug versehen, der Silber- oder Quecksilbersalz, Ferrizyankalium oder ähnlich wirkende Stoffe enthält. Das so vorbereitete Papier wird in einer geeigneten verdünnten Säure getränkt und auf die Schlißfläche gelegt. Die durch den Säureangriff gebildeten Stoffe wirken örtlich auf die Salze in der Gelatineschicht und rufen bestimmte Färbungen hervor.

Nachdem das Papier von der Probe abgezogen ist, zeigt sich die Verteilung der Bestandteile, die die Farbflecke entstehen lassen. Natürlich ist das Verfahren hauptsächlich makroskopisch auswertbar (S. 94, 95).

GLAZUNOW veröffentlichte eine Abänderung des Verfahrens. Dabei wird das Papier mit der Lösung eines geeigneten Salzes, z. B. Ferrizyankalium, ohne Säurezusatz, getränkt. Das feuchte Papier wird dann zwischen die Schlißfläche und eine andere glatte metallische Oberfläche gelegt. Durch Elektrolyse, wobei die Schlißprobe als Anode geschaltet wird, werden bestimmte Bestandteile der Probe gelöst, die eine Farbwirkung auf dem Papier hervorrufen (vgl. S. 102).

K. Ätzen mit geschmolzenen Salzen.

SANITER ätzte Eisen und Stahl unter gleichzeitiger Anlaßwirkung durch Eintauchen der Schlißprobe in einen Platintiegel mit geschmolzenem Kalziumchlorid. Von BECK wird dieses Verfahren unter Verwendung von Natriumchlorid und gleichzeitiger Elektrolyse zur Gefügeentwicklung von Platin und Platinlegierungen empfohlen, vgl. S. 219.

L. Gefügeentwicklung bei hohen Temperaturen (Vakuum, neutrale Gase).

Nach Erhitzung und Abkühlung polierter Schlißproben im Vakuum oder in neutraler Atmosphäre können die Korngrenzen wahrgenommen werden, die die Proben bei den erreichten Temperaturen aufwiesen. Häufig werden Doppelnetz-

werke beobachtet. KJERRMAN nimmt an, daß diese Erscheinung auf einer Ätzwirkung durch Gasentwicklung aus den Schlißproben beruht. Nach SAUERWALD, SCHULZE und JACKWIRTH sind diese Korngrenzenetzwerke durch Rekrystallisation und Volumenänderungen bedingt, da Doppelnetzwerke auch in Metallen ohne polymorphe Umwandlungen auftreten, wie durch Parallelversuche an Reinkupfer und umgeschmolzenem Elektrolyteisen festgestellt wurde.

Elektrolytkupfer zeigte Doppelnetzwerke sowohl bei Glühung im Vakuum wie in Wasserstoff, nicht aber bei Glühung in einer Schmelze aus Natrium- und Kaliumchlorid. Es wird angenommen, daß nur ein Netzwerk erkennbar ist, da die Oberfläche der Schlißprobe beim Glühen in Salzschnmelzen nicht so rein bleibt wie beim Glühen in Gasen oder im Vakuum. Bei Heißätzungen in Salzschnmelzen treten breite Korngrenzen auf, während Heißätzungen im Vakuum oder in Gasen feine Korngrenzen ergeben. Diese Erscheinung wird auf das Eindringen von Salz in die Kornfugen zurückgeführt, die sich bei Umkrystallisation infolge ungleicher Ausdehnung und Schwindung bilden.

Ein von ESSER und CORNELIUS ausgearbeitetes Verfahren besteht in einem Vakuumheiztisch, der in Verbindung mit einem Mikroskop die Beobachtung von Proben im luftverdünnten Raum bis zu 1100° C ermöglicht. Eine Ätzwirkung findet nicht statt.

Zwischen magnetischem und unmagnetischem α -Eisen ist keine Unterscheidung durch Heißätzverfahren möglich. Die A_3 -Umwandlung wird durch ein plötzlich auftretendes Relief sichtbar, das wahrscheinlich durch die mit der Umwandlung verbundene Volumenänderung bedingt ist. Das Gefüge des γ -Eisens unterscheidet sich von dem des α -Eisens durch Zwillingsbildung. Am deutlichsten können beide Gefügearten des Eisens nebeneinander sichtbar gemacht werden durch Glühung einer bei Raumtemperatur mit Salpetersäure vorgeätzten Schlißprobe im Wasserstoffstrom oberhalb der A_3 -Umwandlung (KÖSTER). Das im γ -Gebiet vorhandene Korn wird durch Zwillingsbildung und stärkere Aufräuhung kenntlich.

Kohlenstoffhaltige Eisenlegierungen erleiden sowohl beim Glühen in Gasen wie Wasserstoff und Stickstoff wie auch in Salzschnmelzen eine Entkohlung.

ELAM beobachtete, daß an sauerstoffhaltigen Kupferproben beim Erhitzen im Vakuum Gefügeerscheinungen auftreten, die einer Ätzwirkung gleichkommen. Es werden sowohl Korngrenzen wie Zwillingsbildung und ausgeprägte Parallelstreifungen in Kornflächen und Zwillingen entwickelt. Bei gleicher Behandlung von Reinkupfer tritt diese Erscheinung nicht auf, wohl aber durch Glühen der Proben in sauerstoffhaltiger Atmosphäre.

HANEMANN weist darauf hin, daß es sich bei den verschiedenen Verfahren um neugebildete Oberflächen, nicht um abgebaute Schlißflächen handelt.

M. Ätzen bei hohen Temperaturen durch Angriff von Gasen.

OBERHOFFER (1), BAYKOFF, WARK u. a. haben Eisen und Stahl geätzt, indem sie die Schlißprobe zunächst im Vakuum oder in einem neutralen Gas, wie Stickstoff, erhitzten und dann eine geringe Menge Chlorwasserstoffgas hinzufügten.

N. Ätzen durch kathodische Zerstäubung.

SMITH berichtet, daß bei bestimmten Legierungen eine befriedigende Ätzung durch kathodische Zerstäubung erreicht wird. Dabei dient die Probe als Kathode

in einer Röhre (0,05—0,005 mm Hg), deren Anode aus Aluminium besteht. An die Röhre wird eine Spannung von 2000—7500 V Gleich- oder Wechselstrom gelegt bei einer Versuchsdauer von 15 sec bis 10 min.

Das Verhalten der so behandelten Proben ist verschieden. Bei Kupfer-Silber-Legierungen wird in 15 sec eine gute Ätzung erzielt, wobei die kupferreichen Mischkristalle dunkelbraun gefärbt werden. In gegossenen Proben erscheinen sowohl die primär ausgeschiedenen als auch die eutektischen Bestandteile besonders klar. Vorbedingung für das Gelingen einer Ätzung scheint zu sein, daß eine Legierung zwei Bestandteile mit deutlich verschiedenem Verhalten bei ihrer Zerstäubung aufweisen muß. Legierungen mit nur einer Kristallart können auf diese Weise nicht geätzt werden.

Eine Kupfer-Zink-Legierung mit 28% Cu ließ sich durch eine Behandlung von 10 min gut ätzen, während die eutektischen Legierungen des Kadmiums mit Zink, Blei oder Zinn durch dieses Verfahren nicht geätzt werden konnten. Bei heterogenen Platinlegierungen wird das Verfahren mit Erfolg angewandt.

Ein ähnliches elektrisches Zerstäubungsverfahren — nur für makroskopische Beobachtung geeignet — wurde von BENEDICKS (5) erprobt.

Die bei der kathodischen Zerstäubung beobachteten Vorgänge haben zur Entwicklung des Elektronenmikroskopes geführt, mit dessen Hilfe es möglich ist, den Kristallaufbau sowie Umwandlungen bei höheren Temperaturen und Rekristallisation auf einem Fluoreszenzschirm bei Vergrößerungen, die zehnfach und mehrfach über das Auflösungsvermögen eines Glaslinsenmikroskopes hinausgehen, zu beobachten und sogar kinematographisch aufzunehmen.

Dritter Abschnitt.

Ätzverfahren für makroskopische Untersuchungen von Eisenlegierungen.

I. Allgemeines.

Eins der wertvollsten Hilfsmittel zur Feststellung der Gefügebeschaffenheit ist die Durchführung einer Makroätzung bei Eisen und Stahl, wodurch gröbere Unterschiede chemischer oder physikalischer Art sichtbar gemacht werden können.

Dabei sind folgende Verfahren zu unterscheiden: 1. Tiefätzen mit starken Säuren und langer Ätzdauer. 2. Gewöhnliches Makroätzen (Flachätzen). 3. Abdruckverfahren.

Die Makroätzungen lassen häufig bis zu einem gewissen Grade den Werdegang eines Werkstoffes vom Guß bis zum Enderzeugnis erkennen. Von besonderem Wert ist es, daß vielfach das Auftreten von Faser- oder Zeilengefüge die Verformung des Werkstoffes in geschmiedeten oder gepreßten Teilen erkennen läßt.

Als Ätzmittel dienen Säuren, Jodlösungen, Ammoniumpersulfat und neutrale oder säurehaltige Lösungen von Kupfersalzen. Aus Gründen der Billigkeit und der einfachen Handhabung werden vorwiegend Säuren verwendet, ganz besonders wenn es sich um Werkstoffprüfungen in größerem Maßstab handelt. Jodlösungen waren früher in stärkerem Maße gebräuchlich, heute bedient man sich ihrer nur in einzelnen Fällen. Ammoniumpersulfat ist besonders zur Entwicklung des

Korngefüges geeignet, ebenfalls zur Untersuchung von Schweißnähten. Die kupferhaltigen Lösungen dienen hauptsächlich zur Entwicklung des Primärgefüges, für den Nachweis von Phosphorseigerungen und von Kaltbearbeitung, auch für die Untersuchungen von Schweißnähten.

II. Vorbereitung der Proben für makroskopische Untersuchungen.

Die folgenden Angaben sind eine Ergänzung zu dem bereits im Einführungsteil über die Probenvorbereitung Gesagten (s. JOHNSON, KESHIAN, Bureau of Standards u. a.).

Bei der Herrichtung von Proben für Makroätzungen ist von vornherein zu beachten, welcher Art die Wirkung des Ätzmittels ist und in welcher Hinsicht Aufschlüsse gesucht werden.

Es ist unnötig, für eine Tiefätzung mit starker Säure eine feingeschliffene Fläche herzustellen, da in solchen Fällen meistens schon ein Abdrehen oder Feilen ausreichend ist. Dagegen erfordert eine Behandlung mit gewissen kupferhaltigen Lösungen eine sorgfältig geschliffene und polierte Oberfläche, wenn es sich um Prüfung besonderer Einzelheiten handelt. Als Hauptregel gilt, daß die Probenvorbereitung um so sorgfältiger sein muß, je mehr die Ätzwirkung an der Oberfläche bleibt.

Soll aber beispielsweise die Oberfläche von gehärtetem Stahl auf weiche Stellen untersucht werden, so genügt es schon, die Oxydhaut zu entfernen, bis die metallische Oberfläche darunter zutage tritt. In vielen Fällen ist kaum eine Vorbereitung der zu untersuchenden Fläche notwendig. Um z. B. Lunker in einem schweren Walzbarren festzustellen, genügt eine Tiefätzung eines mit der Warmsäge abgetrennten Abschnittes. Bei Walz- oder Schmiedestücken mit kleineren Abmessungen, die auf grobe Seigerungen und Lunker zu prüfen sind, können die Versuchsproben kalt abgetrennt und auf der Schnittfläche untersucht werden. Zur Feststellung von Oberflächenfehlern, z. B. Walzfehlern, kann ein längerer Abschnitt des Walzgutes ohne jede Oberflächenvorbereitung geätzt werden, weil durch das Ätzmittel die beim Walzen in den Werkstoff eingedrückten Walzschuppen herausgelöst und dadurch nachgewiesen werden.

Wird aber sorgfältigere Untersuchung des Werkstoffes auf Seigerungen, Risse, Primärgefüge u. a. verlangt, so ist die zu untersuchende Probenfläche zu schlichten und vorzuschleifen. In manchen Fällen ist auch Feinschleifen oder sogar Polieren erforderlich.

Bei der Prüfung von Rundstangen empfiehlt es sich, den Durchmesser treppenartig zu verkleinern, indem man die Stangenprobe auf der Drehbank mit einer Anzahl von Stufen versieht und jeder Stufe mit dem letzten Span eine möglichst glatte Oberfläche gibt. Fasergefüge und Schlackenzeilen sind auf diese Weise besser zu untersuchen als bei gewöhnlichen Längsschnitten, da Mittel und Randzonen verglichen werden können. Es empfiehlt sich, nach dem Drehen noch zu beizen (10proz. Salzsäure), um Fehler und verschmierte Ungängen aufzudecken.

Aluminiumoxyd in größeren Mengen sowie Schlacken überhaupt lassen sich mit einiger Übung auf einer fein abgedrehten, ungeätzten Fläche wegen ihres verschiedenen Rückstrahlungsvermögens gut erkennen. Sie erscheinen als lange oder kurze, der Walzrichtung gleichlaufende Zeilen.

A. Säubern der Oberfläche.

Nach der Vorbereitung der Probe darf die Oberfläche keinerlei Fettspuren aufweisen. AST (s. FRÉMONT) empfiehlt zum Entfetten eine Lösung von Natrium- oder Kaliumhydroxyd in Alkohol. Es genügt aber auch, die Probe unmittelbar vor dem Ätzen mit Schmirgelpapier abzureiben oder mit einem sauberen Lappen, der mit einem Brei aus Schmirgelpulver und Spiritus oder aus Kreide und Wasser getränkt wird.

Sobald das Ätzmittel einzuwirken beginnt, ist darauf zu achten, ob infolge zurückgebliebener Fettspuren Flecken auftreten. In solchem Fall muß die Probe aus dem Ätzmittel genommen und abgespült werden; das Abreiben mit Schmirgelpapier oder mit dem Säuberungsbrei ist zu wiederholen, und erst dann ist weiterzuätzen.

B. Schutzmaßnahmen.

Bei der Ausführung von Tiefätzungen, insbesondere bei Verwendung heißer Säuren, ist nach Möglichkeit unter einem Abzug zu arbeiten. Auf jeden Fall ist für Ableitung der sich entwickelnden Gase Sorge zu tragen, wenn diese in größeren Mengen entwickelt werden, da sie feine Säurepartikelchen mit sich führen und gesundheitsschädlich sind. Auch ist es ratsam, beim Ausführen von Makroätzungen Gummihandschuhe zu tragen.

III. Tiefätzungen.

Mit „Tiefätzung“ werden solche Ätzungen bezeichnet, bei denen eine entschieden destruktive Einwirkung stattfindet.

Diese Ätzungen geben Aufklärung über die allgemeine Beschaffenheit des Werkstoffes. Die Wirkung des Ätzmittels auf den Werkstoff kann außerordentlich verschieden sein, da sie sowohl vom Verdünnungsgrad des Ätzmittels wie auch von der Dauer der Einwirkung abhängig ist. Nach RAWDON gilt als Regel, daß starke Säuren und rascher Ätzangriff bessere Gegensätze erzielen lassen als verdünntere Säuren, die eine längere Ätzdauer erfordern.

A. Ätzmittel.

Die gebräuchlichsten Säuren sind Schwefelsäure oder Salzsäure oder Mischungen derselben. Der Spielraum der verschiedenen Verdünnungsgrade ist sehr groß, ebenso die Vermischung der einzelnen Säuren miteinander zu einer Anzahl verschiedener Ätzmittel.

1. Schwefelsäure. Nach KESHIAN ist eine heiße Lösung von 10—20proz. Schwefelsäure für Makroätzungen geeignet. Sie scheint besonders die Sulfideinschlüsse im Stahl anzugreifen. In ihrer Wirkung als Makroätzung ist sie aber anderen Säuren oder Mischungen derselben unterlegen.

Für die Untersuchung großer Proben, z. B. Knüppelquerschnitte von mehr als 100 mm² wird eine 10proz. wässrige Schwefelsäurelösung bei einer Ätzdauer von etwa 24 Stunden empfohlen. Fast das gleiche Ergebnis wird in 6 Stunden mit einer 20proz. Lösung erreicht. Die Proben brauchen nicht poliert zu sein, Bearbeitung der Oberfläche mit einer Hobel- oder Schleifmaschine genügt.

Makroätzungen mit Schwefelsäure entsprechen der Baumann-Probe auf Bromsilberpapier, sie sind der letzteren vorzuziehen, wenn auf Lunker, Gasblasen, Poren oder auch Primärgefüge geprüft wird.

2. Salzsäure. Nach KESHIAN eignet sich eine heiße Lösung von Salzsäure und Wasser 1:1 für Tiefätzungen. Die Probe wird mit der Schlißfläche nach oben in eine Porzellanschale gelegt und mit der Lösung übergossen, so daß sie völlig bedeckt ist. Auf einer Heizplatte wird die Ätzlösung $\frac{1}{2}$ —1 Stunde lang nahe unter dem Siedepunkt gehalten. Danach wird die Probe mit einer Zange aus der Ätzlösung genommen, in heißem Wasser abgespült und mit Alkohol getrocknet. Ungleichmäßigkeiten des Werkstoffes werden durch Salzsäure gut herausgebracht. Auch die unverdünnte Säure findet Anwendung, und zwar bei etwa 100° C und einer Ätzdauer von 10—30 min und länger. Nach HARPER werden brauchbare Ätzergebnisse bei Nickelstählen mit 3—3,5% Nickel erzielt, wenn durchweg einheitliche Schlißprobengröße und Ätzverfahren eingehalten werden.

Um weiche Stellen in der Oberfläche gehärteter Stähle festzustellen, werden die Proben nach vorsichtigem Abschleifen etwa 5 sec lang in einer kalten 50 proz. Salzsäurelösung geätzt. Falls weiche Stellen vorhanden sind, erscheinen sie nach dieser Behandlung dunkel gefärbt.

ARPI, KJERRMAN und THALÉN haben nach dem Verfahren von KESHIAN eine Skala für Tiefätzungsproben ausgearbeitet, die nur als Gradmesser für das Auftreten zentraler Ätzgrübchen dienen soll und nur für harte Stähle im ungehärteten Zustand verwendbar ist. Im Zusammenhang mit dieser Skala werden folgende Richtlinien für die Ausführung von Tiefätzungen angegeben:

a) Probenahme. Es ist zu bedenken, daß Abschnitte von Walzstäben aus verschiedenen Teilen des Gußblockes ganz verschiedene Ergebnisse in bezug auf Schlackeneinschlüsse und Seigerungen zeigen können. Probescheiben dürfen nicht in anderer Weise wärmebehandelt werden als der Stab, dem sie entnommen sind.

b) Probenvorbereitung. Das Aussehen der tiefgeätzten Probe wird verhältnismäßig wenig davon beeinflußt, ob die Probescheibe kalt gesägt, gedreht, fein geschliffen oder poliert ist. Empfohlen werden feingedrehte Oberflächen. Vor dem Ätzen ist die Probenfläche mit Benzin, dann mit Alkohol zu reinigen.

c) Ätzmittel. Die Konzentration der aus gleichen Volumenteilen Wasser und Salzsäure (1,19) bestehenden Ätzlösung ist mit Aerometer zu prüfen, bei Raumtemperatur liegt das sp. G. bei etwa 1,10. Die Konzentration der kochenden Lösung entspricht einem sp. G. von etwa 1,104.

Da rohe und chemisch reine Salzsäure praktisch fast gleiche Ergebnisse liefern, wenn nur die Säurekonzentration die gleiche ist, wird im Betrieb fast nur rohe Salzsäure verwendet, die aber nicht durch Arsen verunreinigt sein darf. Durch Zusatz von Säure während des Ätzens ist die Säurelösung immer auf gleicher Konzentration zu halten. Auf je 100 cm² zu ätzender Oberfläche ist eine Ätzmittelmenge von 2 l zu rechnen. Es wird empfohlen, die Säurelösung nur für einen Versuch zu verwenden und die verbrauchte Säure als Zusatz zu den im Betrieb gebräuchlichen größeren Beizbädern weiter auszunutzen. Die beim Ätzen gebildeten Eisensalze sowie das beim Verwenden von Bleigefäßen gebildete Bleichlorid haben einen verhältnismäßig geringen Einfluß auf die Ergebnisse, wenn die vorgeschriebene Säurekonzentration eingehalten wird. Vorzuziehen sind beim Ätzen Gefäße aus säurefesten Legierungen.

Nach B. WESSLÉN verstärkt ein Gehalt von Eisenchlorid in der Ätzlösung die Gewichtsabnahme, während Eisenchlorür und Bleichlorür entgegengesetzt wirken. Ein Gehalt von Arsen in der Ätzlösung gibt ungleichmäßige Ätzwirkungen.

d) Ätztemperatur. Zur Einhaltung gleichmäßiger Ätztemperatur (70° C) ist eine Heizplatte mit selbsttätigem Temperaturregler zu verwenden, da eine Abweichung um 10° eine Erhöhung bzw. Erniedrigung der Wertzahl um eine halbe Einheit der Skala bewirken kann. Als Ätzzeit für Kohlenstoffstähle wird 45 min angegeben.

e) Nachbehandlung. Zum Entfernen aller Säurereste wird Auskochen der Probe in Wasser nach vorhergehendem kräftigen Bürsten empfohlen. Vor dem Trocknen sind die Proben in verdünnte Kalkmilch zu legen. Nach Trocknen im Luftstrom oder Trockenschrank können aufzubewahrende Proben mit verdünntem Kopalfirnis überzogen werden.

3. Schwefelsäure — Salzsäure. Auch Mischungen von Salzsäure und Schwefelsäure werden für Tiefätzungen verwendet, sie sollen nach mehrfachen Beobachtungen bessere Ätzungen liefern als jede Säure allein.

Im A.S.S.T.-Handbuch wird nach SAUVEUR folgende Mischung empfohlen:

3 Teile Wasser,
2 „ Schwefelsäure (konz.),
1 Teil Salzsäure (konz.).

Die Lösung wird fast kochend angewendet, geätzt wird wenigstens eine halbe Stunde oder bis zum Erscheinen der gesuchten Fehler. Die Mischung dient als Ätzmittel zur Entwicklung des Makrogefüges.

In den A.S.T.M.-Standards (1) ist für den gleichen Zweck folgende Mischung angegeben:

10 Teile Salzsäure (1,19),
30 „ Schwefelsäure (1,84),
60 „ Wasser.

Verschiedentlich wird diesen Säuregemischen ein geeignetes Verzögerungsmittel (z. B. Glyzerin) zur Erzielung eines gleichmäßigeren Angriffs zugesetzt, besonders wird dies beim Ätzen von Nickel-Chrom-Stählen empfohlen.

Zum Ätzen von Schienenquerschnitten eignet sich nach WARING und HOFAMMANN folgendes Gemisch:

9 Teile Salzsäure,
3 „ Schwefelsäure,
1 Teil Wasser.

Ätzdauer etwa 2 Stunden in der fast kochenden Lösung.

Nach KESHIAN eignet sich für Tiefätzungen auch folgende Lösung:

500 cm³ Salzsäure,
70 „ Schwefelsäure,
180 „ Wasser.

Legierte Stähle und Stähle mit hohem Kohlenstoffgehalt erfordern eine Ätzdauer von 1—2 Stunden, weichere Stähle 1/2—1 Stunde.

4. Chrom-Schwefelsäure. Nach ENLUND, KJERRMAN und von HOMEYER eignet sich für Tiefätzungsproben von Eisen und Stahl das folgende Verfahren:

800 cm³ dest. Wasser,
75 „ konz. Schwefelsäure,
100 g krist. Chromsäure.

Ätzdauer 10 min und länger bei 50—70° C. Danach in fließendem Wasser gründlich abbürsten, in denat. Spiritus reinigen und mit einem durchsichtigen Rostschutzmittel versehen.

B. Ausführung von Tiefätzungen.

Die immer wieder betonte Tatsache, daß vergleichbare Tiefätzungsergebnisse nur durch äußerste Genauigkeit in der Einhaltung der Versuchsbedingungen erzielt werden können, hat YATSEVITCH Anlaß gegeben, für die Zusammensetzung des Ätzmittels, für die Ätzdauer und für die Menge der Ätzflüssigkeit im Verhältnis zur Probengröße bestimmte Richtlinien aufzustellen.

Verhältnis der Menge an Ätzflüssigkeit zur Größe der zu ätzenden Fläche.

Fläche cm ²	Menge cm ³						
6	75	60	340	310	950	600	1450
12	125	95	440	340	1000	625	1500
18	150	125	540	375	1090	690	1600
24	185	150	610	400	1150	750	1650
30	225	190	680	440	1200	810	1750
36	250	220	750	470	1250	875	1850
42	270	250	820	500	1300	940	1900
48	295	280	880	530	1350	1000	2000
54	310			560	1400		

Bezüglich der Zusammensetzung weist er darauf hin, daß für Tiefätzungen meistens keine chemisch reinen Säuren höchster Konzentration, sondern Säuren für technische Zwecke verwendet werden. Es ist deshalb genau auf die Konzentration der verwendeten Säure zu achten. Für das von ihm als besonders geeignet befundene Tiefätzungsmittel gibt er folgende Zusammensetzungen an:

- Salzsäure (sp. G. 1,14 = 18° Bé = 28% HCl) 50 Raumteile
- Schwefelsäure (sp. G. 1,83 = 66° Bé = 93% H₂SO₄) . . 10 „
- Wasser 40 „

oder

- Salzsäure (sp. G. 1,18 = 22° Bé = 35% HCl) 40 Raumteile
- Schwefelsäure (sp. G. 1,83 = 66° Bé = 93% H₂SO₄) . . 10 „
- Wasser 50 „

Säuren und Wasser werden jedes für sich abgemessen und dann gemischt, wobei die Schwefelsäure zur Vermeidung von zu starker Erwärmung langsam und in Abständen dem Wasser zuzusetzen ist. Nach Abkühlung der Mischung wird die Salzsäure zugesetzt.

Da auch die Menge der Ätzflüssigkeit im Verhältnis zur Ätzfläche eine Rolle spielt, gibt YATSEVITCH die in der Tabelle dargestellten Verhältnismengen an. Wiederholte Verwendung der Ätzflüssigkeit ist bis zu einem gewissen Grade möglich, stärker gebrauchte Lösungen beeinträchtigen jedoch das Ätzergebnis und die Auswertbarkeit desselben.

Einhaltung einer bestimmten Ätzdauer ist sehr wichtig, da zu kurzes Ätzen ein ungenügendes Bild der wahren Probenbeschaffenheit ergeben kann, während zu lange geätzte Proben geringwertiger erscheinen können, als sie tatsächlich sind. Für das obengenannte Ätzmittel dienen folgende Zeitangaben als Anhaltspunkte für verschiedene Stahllarten:

- Kohlenstoffstähle. 10—45 min
- Nickelstähle 30 „
- Chromstähle 30—45 „
- Molybdänstähle 45 „
- Wolframstähle 45 „

Nickel-Chrom-Stähle	45—60 min
Chrom-Vanadium-Stähle	45 „
Silizium-Mangan-Stähle	30 „
Nichtrostende Stähle	30—45 „
Werkzeugstähle	30—45 „

Wenn die Zeit es erlaubt, wird die zu ätzende Probe vor dem Ätzen auf die Temperatur der Ätzlösung gebracht, es kann aber auch mit kalter Probe und kalter Ätzlösung begonnen werden. Die Vorwärmung der Probe auf Ätztemperatur geschieht am besten in einem Gefäß mit reinem Wasser, aus dem sie vorsichtig in das Gefäß mit der gleichfalls zum Kochen gebrachten Ätzlösung hinübersetzt wird. Ist die Probe zu groß oder zu unhandlich für ein Vorwärmen in besonderem Gefäß mit Wasser, so kann sie auch in einem geeigneten Behälter zuerst mit kochendem Wasser übergossen werden, das dann abgegossen und durch kochende Ätzlösung ersetzt wird. Die Ätzdauer ist dann etwas zu verlängern. Nach beendeter Ätzung wird die Ätzflüssigkeit abgegossen und die Probe zuerst in der Schale abgespült. Nach dem Erkalten wird sie herausgenommen und unter fließendem Wasser weitergewaschen. Bei porösen oder zur Aufbewahrung bestimmten Proben empfiehlt es sich, nach dem Ätzen ein Auskochen der Proben vorzunehmen, um alle Spuren von Säure zu entfernen. In solchen Fällen ist auch Trocknen auf einer Heizplatte anzuraten.

Zur Erzielung stärkerer Gegensätze können tiefgeätzte Proben nachträglich mit feinem Schmirgelpapier abgerieben werden, besser jedoch mit einem weichen Gummi. So behandelte Proben halten sich lange. Eine Nachbehandlung mit Natrium- oder Ammoniumzitrat erhält ebenfalls die frisch geätzte Fläche in gutem Zustand, schützt vor Korrosion. Leicht angerostete Flächen lassen sich auf solche Weise gut reinigen. Diese Nachbehandlung erfolgt durch Eintauchen und Abreiben der geätzten Fläche mit 5—20proz. Ammonium- oder Natriumzitratlösung, Nachbürsten und gründliches Waschen mit Wasser und langsames Trocknen auf einer Heizplatte. Gerostete Proben bleiben einige Tage in der Lösung liegen oder werden eine Stunde mit kochender Lösung behandelt.

Sehr feine Einzelheiten können in Proben entwickelt werden, die absichtlich einer Vorbehandlung mit leicht rostender Wirkung unterzogen werden. Die in üblicher Weise vorgeschliffenen Proben werden Dämpfen von Chlor, Brom, Jod oder Wasserstoffsuperoxyd ausgesetzt, danach in der vorstehend beschriebenen Weise mit Zitratlösung behandelt. Dabei kann es vorkommen, daß die gebildete Oxydhaut sich ablöst und die Zeichnung der Makroätzung erkennen läßt. Die Vorteile dieser Behandlung bestehen darin, daß die Proben nicht übermäßig angegriffen werden, daß das erhaltene Ätzbild die Probenbeschaffenheit nicht in übersteigerter Weise veranschaulicht, und daß Sulfideinschlüsse nicht angegriffen werden. Von so behandelten Proben lassen sich nachträglich noch Baumann-Abdrucke herstellen.

C. Beurteilung tiefgeätzter Proben unter Berücksichtigung der Ätzeinflüsse.

Tiefätzungen mit Säuren erfordern zu ihrer Beurteilung nicht nur Erfahrung, sondern auch genaue Kenntnis der Stahlerzeugungs- und Verarbeitungsverfahren und der chemischen und physikalischen Vorgänge, die zur Entstehung der verschiedenen durch Makroätzungen sichtbar werdenden Gefügeerscheinungen führen. Auch die Wirkung der Ätzmittel auf diese Erscheinungen ist zu kennen,

vor allem, ob der wahre Zustand eines Werkstoffes dadurch enthüllt wird oder ob bestimmte Gefügeerscheinungen in übersteigerter Weise zum Ausdruck kommen.

Zeigt ein Werkstoff augenfällige Fehlererscheinungen, die seine Gleichmäßigkeit beeinträchtigen, wie Risse, Lunker, Nähte, Gasblasen, Schlackeneinschlüsse oder ungeschmolzene Reste, so bedürfen diese keiner Erörterung, sobald sie in stärkerem Maße auftreten. Darüber hinaus lassen sich schwer bestimmte Angaben machen.

Ergibt die Tiefätzung eine glatte und gleichmäßige Oberfläche, so ist das im allgemeinen das Kennzeichen für guten Gefügebau, in manchen Fällen kann der Befund jedoch irreführen. Das Ergebnis der Tiefätzung allein ist noch kein zuverlässiger Beweis für die Güte eines Werkstoffes.

Erscheint ein Werkstoff nach der Tiefätzung porös, so kann man bis zu einem gewissen Grade auf chemische Ungleichmäßigkeit schließen; für gewöhnlich tritt diese Erscheinung mehr im Kern der Proben auf. In solchen Fällen kann nur Erfahrung entscheiden, ob ein Werkstoff für seinen Verwendungszweck geeignet ist, da die Art des Walzens oft das Ergebnis der Tiefätzung beeinflusst.

Die Wahl des Tiefätzungsmittels ist von außerordentlicher Wichtigkeit. Die gleiche Probe kann mit einer Säurelösung porös, mit einer anderen ganz dicht erscheinen, je nachdem ob die scheinbare Porosität durch Seigerungen oder Karbide oder durch nichtmetallische Einschlüsse bedingt ist und von dem jeweiligen Ätzmittel sichtbar gemacht wird. In Zweifelsfällen ist es deshalb ratsam, solche Proben im geglähten und gehärteten Zustand zu untersuchen. Sind Einschlüsse die Ursache der scheinbaren Porosität, so erscheinen sie bei geglähten und gehärteten Proben fast gleich.

Da die verschiedenen Säuren die Einschlüsse verschieden angreifen, können Stähle beim Ätzen mit einer Säure frei von Einschlüssen, mit einer anderen dagegen sehr einschlußhaltig erscheinen. So wird der Gehalt eines Stahles an Al-oxydeinschlüssen durch Tiefätzung mit Salzsäure nicht sichtbar, dafür eignet sich besser eine Mischung von 10% Salzsäure und 2% Salpetersäure auf 1000 cm³ Wasser.

GILL und JOHNSTON verwendeten vier verschiedene Säurelösungen zum Ätzen geglähter und gehärteter Proben aus 1proz. Kohlenstoffstahl und 18proz. Wolframstahl:

1. Salzsäure 1:1,
2. Salpetersäure 1:3,
3. Schwefelsäure 1:10,
4. Salzsäure, konz.

Die Versuche ergaben, daß die Proben nach der Ätzung mit Salzsäure ein zu verwerfendes Gefüge, nach der Ätzung mit Schwefelsäure ein ausgezeichnet scheinendes Gefüge aufwiesen, ferner daß Ätzen mit Salpetersäure ein scheinbar gutes Gefüge, aber den doppelten Gewichtsverlust ergab wie Ätzung mit Salzsäure.

Hochlegierte Stähle verhalten sich Salzsäure gegenüber im gehärteten Zustand anders als im geglähten, da ein Teil der Seigerungen in der Grundmasse gelöst und der Stahl infolgedessen homogener ist.

GILL und JOHNSTON betonen, daß laufende Beurteilung von Stahlproben durch Tiefätzung die Ausarbeitung bestimmter Verfahren erfordert, die von

der Herrichtung der Proben bis zur Ausführung der Ätzung unter stets gleichen Bedingungen durchzuführen sind. Es ist ratsam, sich in der Gütebeurteilung eines Werkstoffes nicht nur auf die Ergebnisse eines Verfahrens zu verlassen. Von den verschiedenen Säuren für Tiefätzungs-zwecke wird der 50proz. Salzsäurelösung der Vorzug gegeben, da ihre Verwendung die geringsten Gewichtsverluste und deutlichste Entwicklung von Gefügeunregelmäßigkeiten ergibt. Diese Lösung wird auch von LÜRSEN empfohlen, der sie zur laufenden Untersuchung von Walzknüppeln am besten geeignet fand.

Die Ergebnisse der Tiefätzung sind nach KESHIAN abhängig von folgenden Einflüssen:

1. Einfluß der Werkstoffzusammensetzung. Stähle bis zu 0,5% Kohlenstoff lösen sich rascher als kohlenstoffreichere Stähle. Nach ENDÒ wächst dagegen die Löslichkeit mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt bis zur eutektoiden Zusammensetzung. (Letzteres würde dem Verhalten von Feinschliffen beim Ätzen mit alkoholischer 2proz. Salpetersäure entsprechen. Je mehr Perlit die Proben enthalten, um so rascher greift das Ätzmittel an. A. M.) Nach KESHIAN erscheinen kohlenstoffärmere Stähle nach der Tiefätzung rauher, weniger dicht und von dunklerer Farbe als kohlenstoffreichere Stähle. Legierte Stähle mit 1,5 Wolfram ätzen sich gleichmäßiger und dunkler, auch ist ihr Gefüge dichter als bei einfachen Kohlenstoffstählen. Nickel-Chrom-Stähle und in Öl zu härtende Manganstähle stehen in ihrem Verhalten zwischen kohlenstoffreichen und legierten Stählen. Schnellarbeitsstähle werden stets sehr dunkel und haben das feinste und dichteste Gefüge. Etwas weniger feines Gefüge haben die hitzebeständigen Chromstähle. Vanadiumhaltige Stähle erscheinen etwas dichter als Stähle sonst gleicher Zusammensetzung ohne Vanadium, ein Unterschied in der Farbe ist nicht zu beobachten.

Walzstähle sind leicht an ihrem ausgesprochenen Faseraufbau zu erkennen.

2. Einfluß der Werkstoffherstellung. Tiegelstahl und Elektrostahl zeigen nach der Tiefätzung ein dichteres und gleichmäßigeres Gefüge als Siemens-Martin-Stahl. Letzterer wird beim Ätzen dunkler und erscheint grobkörniger. Die beiden ersteren sind durch Tiefätzung schwer zu unterscheiden.

3. Einfluß des Primärgefüges. Der Verarbeitungsgrad des Werkstoffes ist von großem Einfluß auf das durch Tiefätzung entwickelte Gefügebild. Je gründlicher die Durcharbeitung ist, um so glatter und gleichmäßiger erscheint der geätzte Querschnitt. Das kann leicht an einem Gußknüppel, der zu immer kleineren Abmessungen heruntergewalzt wird, nachgeprüft werden. Ausnahmen bilden Werkstoffe mit ausgesprochenem Fasergefüge, die in Querproben immer den Eindruck eines unzulänglichen Gefüges hervorrufen, auch wenn sie genügend durchgearbeitet sind. Das ist oft der Fall, wenn Knüppel mit sehr ausgesprochenem Tannenbaumgefüge mit starker Querschnittsverminderung heruntergewalzt werden.

4. Einfluß der Wärmebehandlung des Werkstoffes. Gehärtete Stähle zeigen nach der Tiefätzung eine dichte und glatte Ätzfläche. Ein vergüteter Stahl verhält sich beim Ätzen ganz anders als ein gehärteter. Der Einfluß des Anlassens macht sich nach Behandlung der Proben im Temperaturbereich von 150 bis 400° C bemerkbar. Weiteres Anlassen auf 650° C bewirkt hinsichtlich der Ätz-ergebnisse keine Änderung mehr. Sobald der Stahl jedoch völlig weich geglüht ist, wird das Ätzgefüge gröber. Gehärteter Stahl bekommt beim Tiefätzen sehr

leicht Risse, besonders beim Ätzen mit heißen Säuren. Ribbildung tritt häufig noch nach einem Anlassen bis 370° C ein. Deshalb sollten gehärtete Stähle vor Tiefätzungen, soweit möglich, immer hinreichend angelassen werden.

Gewichtsverlust in g/cm² nach 2stündigem Ätzen in einer Lösung von 500 cm³ HCl, 70 cm³ H₂SO₄, 200 cm³ Wasser. (Nach KESHIAN.)

Zusammensetzung des Stahles							Gewichtsverlust in g/cm ² bei Ätztemperatur von		
C	Mn	Si	Cr	Ni	W	V	38°	65°	94°
0,19	0,76	0,14					0,164	0,582	1,369
1,12	0,36	0,19					0,150	0,396	0,803
0,40	1,36	0,18					0,333	1,093	1,757
0,65					17,95	0,79	0,107	0,411	0,771
0,16				3,54			0,097	0,300	0,631
2,05			11,42				0,368	0,705	1,408
1,25			0,56				0,111	0,300	0,594
0,34			13,58				0,300	0,980	1,871
1,30			0,24				0,145	0,424	0,821

5. Einfluß der Temperatur des Ätzmittels. Die Temperatur der Ätzlösung hat auf das Aussehen der geätzten Proben großen Einfluß. Bei höheren Temperaturen erfolgt der Ätzangriff rascher und der Werkstoff erscheint gröber. Die Abhängigkeit der Lösungsgeschwindigkeit von der Temperatur wird in Tabelle (S. 70) veranschaulicht. Die bei den Versuchen verwendeten Proben hatten Zylinderform mit einem Querschnitt von 20 mm und einer Länge von 25 mm.

6. Einfluß der Ätzdauer. Die Ätzdauer beeinflusst ebenfalls das Ergebnis, je länger geätzt wird, um so gröber erscheint die geätzte Fläche. Bei Vergleichsversuchen muß die Dauer der Ätzung immer die gleiche sein. Es ist zu bedenken, daß sogar ein fehlerfreier Werkstoff durch zu langes Ätzen eine aufgerauhte Fläche zeigen kann, und daß die Rauigkeit mit der Ätzdauer zunimmt.

D. Gefügeerscheinungen tiefgeätzter Proben.

1. Risse. Diese als Haarrisie oder Innenrisse, manchmal auch als Flocken bezeichnete Gefügeerscheinung tritt in unlegierten Stählen selten auf, häufig dagegen in legierten Stählen. Über die Ursache ihrer Entstehung sind die Meinungen noch sehr verschieden. In einer großen Anzahl von Stählen lassen sie sich durch langsame Abkühlung vermeiden.

2. Tannenbaumgefüge. Kohlenstoffstähle mit ausgesprochenem Tannenbaumgefüge sind für gewöhnlich besonders rein und frei von oxydischen Einschlüssen. Wenn der Gehalt an Phosphor und Schwefel gering ist, ist das Gefüge nicht zu beanstanden.

Kohlenstoffreichere Stähle scheinen mehr zur Ausbildung von Tannenbaumgefüge zu neigen als kohlenstoffärmere. Legierte Stähle sind in dieser Hinsicht besser als Kohlenstoffstähle, während Nickel-Chrom-Stähle davon oft auszunehmen sind. Schnelldrehstahl zeigt sehr selten Tannenbaumgefüge. Sehr stark ausgeprägt ist solches Gefüge zu beanstanden. Ein Maß ist aber schwer anzugeben, in manchen Fällen spielt das Gußgefüge eine geringere, in anderen dagegen eine sehr wichtige Rolle. Auch kann ein Werkstoff im Querschnitt scheinbar kein Primärgefüge aufweisen, während Längsproben ein sehr ausgesprochenes Primärgefüge zeigen.

3. Seigerungen. Seigerungen erscheinen in der tiefgeätzten Probenfläche als dunkle Stellen von verschiedener Ausdehnung und Anordnung. Die chemische Natur der Seigerung kann durch Tiefätzung nicht näher bestimmt werden, hierfür sind andere Verfahren makroskopischer Art oder chemische Untersuchung, auch mikroskopische Untersuchung heranzuziehen.

Starke Seigerungen sind selbstverständlich Kennzeichen eines minderwertigen Werkstoffes. Treten bei der Tiefätzung geringfügigere Seigerungen auf, so ist es schwierig, ihre wahre Bedeutung zu erkennen; es ist deshalb Vorsicht geboten, wenn es sich darum handelt, die Zulassung oder Verwerfung des Werkstoffes allein vom Befund der Tiefätzung abhängig zu machen.

4. Zeilengefüge. In Längsproben entwickelt Tiefätzung mehr oder weniger tiefe Längsstreifen, die durch stärker angegriffene, gestreckte Seigerungszone oder metallische oder nichtmetallische Einschlüsse bedingt sind.

In Querproben treten diese gestreckten Seigerungsstreifen oder Einschlüsse nur im Querschnitt an die Oberfläche und sind infolgedessen in ihrer Ausdehnung nicht zu beurteilen.

Quer zum Faserverlauf entnommene Proben ätzen sich rascher und erscheinen gröber als gleichlaufend zur Faser entnommene Proben. Deshalb sind Querproben immer dunkler und poröser als Längsproben.

Nach HOUDREMONT und SCHRADER erfordern Querproben nur die Hälfte der Ätzdauer wie Längsproben bei Verwendung eines Ätzmittels, das zuerst von HOFAMMANN und WARING mitgeteilt, später von KESHIAN abgeändert wurde und folgende Zusammensetzung hat (vgl. S. 66):

500 cm ³	konz. Salzsäure,
70 „	konz. Schwefelsäure,
180 „	Wasser.

Längsproben werden mit diesem Ätzmittel bei 95—100° C 2 Stunden, Querproben 1 Stunde gekocht.

Die Tiefätzungsprobe ist zur Beurteilung von Seigerungserscheinungen besser bei Längsproben anzuwenden, während Querproben vorwiegend die Beurteilung von Einschlüssen zulassen und dadurch Rückschlüsse auf die metallurgische Herstellung der Stahlproben ermöglichen.

Nach den Erfahrungen von HOUDREMONT und SCHRADER gelingt die Entwicklung der Seigerungsstreifen durchweg am besten im vergüteten Zustand. In diesem scheint die Art der Schmiedung für die Ausbildung und Herausätzung der Seigerungsstreifen nicht von Bedeutung. Höchstens beim Elektrostahl wird ein geringer Ausgleich der Seigerung bei der heißen Nachschmiedung erzielt.

Bei Proben im geschmiedeten Zustand ist im allgemeinen die Kenntlichmachung der Seigerungsstreifen durch bevorzugten Ätzangriff an den Korngrenzen überdeckt. Diese Wirkung verstärkt sich bei grobem Korn nach überhitzter Schmiedung und führt bei basischem Elektrostahl infolge der etwas schwächeren Seigerung und bei niedrig gekohltem basischen Siemens-Martin-Stahl infolge bevorzugten Angriffes des Ferrits in den Korngrenzen dazu, daß nur schwache Andeutungen der Seigerungsstreifen erhalten bleiben.

5. Korngröße. Zur Beurteilung der Korngröße hat die Tiefätzung wenig Wert, außer bei ungewöhnlicher Kornvergrößerung.

6. Entkohlung. Die entkohlten Stellen werden weniger rasch angegriffen und erscheinen heller. Längeres Ätzen läßt sie im Relief hervortreten.

7. Einsatzhärtung. Die aufgekohlten Stellen verhalten sich bei einer milden Tiefätzung umgekehrt wie entkohlte.

8. Oberflächenfehler. Walznähte pflegen nicht tief zu sein, sich aber in ziemlicher Länge in der Walzrichtung zu erstrecken. Abkühlungsrisse in selbsthärtenden Stählen sind dagegen sehr tief. Überlappungen verhalten sich wie Nähte, sie sind auf rissige oder schlecht vorgearbeitete Oberflächen der Gußknüppel, oft auch auf Gasblasenseigerungen zurückzuführen, hier gibt Nachprüfung mit der OBERHOFFERSchen Ätzung häufig wichtige Aufschlüsse.

9. Schleifrisse. Diese durch unsachgemäßes Schleifen gehärteter Proben verursachten Risse sind meistens an einer gewissen Regelmäßigkeit in der Anordnung zu erkennen.

IV. Verschiedene Ätzverfahren zur Entwicklung makroskopischer Gefügeerscheinungen.

A. Ätzmittel zur Entwicklung von Übersichtsgefüge.

1. Pikrinsäure. 3proz. Pikrinsäure in Äthylalkohol wird häufig verwendet, um Seigerungen nachzuweisen. Die Ätzung dauert 4—5 Stunden bei Zimmertemperatur.

Nach Angabe in der „Hütte“ wird eine Lösung von 1 g Pikrinsäure in 25 cm³ Alkohol mit Zusatz von einem Tropfen Salzsäure empfohlen. Die Lösung wird heiß angewendet.

STEAD empfiehlt das LE CHATELIERSche Verfahren mit einer wässrigen 0,5proz. Pikrinsäurelösung zum Nachweis ungleichmäßiger Phosphorverteilung. Die sich zuerst färbenden Stellen sind am phosphorreichen.

2. Salpetersäure. 10—15proz. Salpetersäurelösungen in Wasser oder Alkohol sind am gebräuchlichsten. Nach KESHIAN sind sie sehr geeignet zum Nachweis von Seigerungen, weniger allerdings für kleinere örtliche Seigerungen. Die Gegensätze sind ziemlich schwach, und eine besondere Reliefwirkung wird nicht erzielt.

Nach LEITNER eignet sich eine 5proz. wässrige oder alkoholische Salpetersäurelösung besonders für Nickel-Chrom-Stähle (S. 82).

Das „Iron and Steel Institute's Heterogeneity Research Committee“ empfiehlt in einem Bericht über Fehler in Gußblöcken das Ätzen mit Salpetersäure für große Flächen, z. B. für ganze Blockquerschnitte, bei denen eine Vorbereitung der zu ätzenden Fläche nicht nötig ist. Die Spuren der Maschinenbearbeitung auf der Schnittfläche werden am besten durch Vorätzen mit einer 2proz. Salpetersäurelösung beseitigt, danach wird eine Zwischenätzung mit 5—8proz. Salpetersäure und eine Schlußätzung mit 10proz. Salpetersäure vorgenommen. Auf diese Weise wird eine schwache Tiefätzung in verhältnismäßig kurzer Zeit und bei größtmöglicher Beseitigung von Bearbeitungsspuren erzielt. Nach A.S.T.M. eignet sich eine Mischung von 25 % Salpetersäure (sp. G. 1,4) und 75 % Wasser gut zur Entwicklung von Übersichtsgefüge.

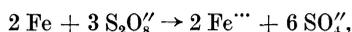
3. Jodlösung. Nach FRÉMONT wurde Jod als Ätzmittel für Eisen und Stahl 1895 durch OSMOND in Form von Jodtinktur eingeführt (Jod in Äthylalkohol gelöst). REINHARDT ersetzte die alkoholische Jodlösung durch eine wässrige

Lösung von Jodkalium. Nach TETMAJER ist das beste Mischungsverhältnis 1 Teil Jod in 2 Teilen Jodkalium und 10 Teilen Wasser.

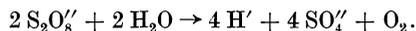
FRÉMONT empfiehlt Jodlösung zum Nachweis von Lunkerbildung. Nach seiner Meinung erzielt dieses Ätzmittel bei Makrogefügeentwicklung für die Photographie besser geeignete Wirkungen als Ätzungen mit Säuren, Eisenchlorid, Quecksilberchlorid oder Kupferammonchlorid, die dem Auge die gleiche Wirkung wie Jodlösung zeigen. Nach den Mitteilungen des Bureau of Standards(2) gibt jedoch Kupferammonchlorid klarere Ätzungen. Jod wird heute nur noch in seltenen Fällen verwendet.

Nach OBERHOFFER (6) dient eine Lösung von einem Teil einer $1/10$ -Normal-Jodlösung in 10 Teilen Alkohol zum Nachweis der Verteilung von Silizium in Stahl. Das Verfahren findet Anwendung zur Prüfung von Dynamostahl.

4. Ammoniumpersulfat wurde als Ätzmittel für Eisen und Stahl zuerst von CZOCHRALSKI im Jahre 1915 (1) vorgeschlagen. RAWDON (1) veröffentlichte 1920 eine Reihe von Arbeiten über die vorzügliche Eignung von Ammoniumpersulfat als Makroätzmittel. Die folgenden Ausführungen stützen sich in der Hauptsache auf diese Arbeiten. Ammoniumpersulfat hat eine stark oxydierende Wirkung. Der Hauptvorgang während des Ätzens ist folgender:



das Persulfat-Ion zersetzt sich jedoch langsam im Wasser, wobei Sauerstoff frei wird, nach der Gleichung



Aus diesem Grunde ist die Lösung immer erst kurz vor Gebrauch anzusetzen.

Eine 10proz. Lösung in Wasser hat sich als sehr geeignet erwiesen, der Gehalt kann aber ohne Nachteil auf 20% gesteigert werden. Geätzt wird am besten durch Ätzwaschen. Für gut vorbereitete Proben genügt meistens eine Ätzdauer von 1—2 min, d. h. wenn nach dem Hobeln oder Feilen ein Schleifen auf Schmirgelpapier folgt. Ganz große Proben können auch nach einfachem Vorschlichten geätzt werden. Die Ätzdauer muß dann aber auf eine halbe Stunde und länger ausgedehnt werden.

Es ist deshalb vorteilhafter, die Ätzlösung auf 50—60° C zu erwärmen. Die Probe wird dann ganz in die Lösung gesetzt und mit einem mit Watte oder Baumwolleläppchen bewickelten Stäbchen abgerieben. Wenn die Lösung in ihrer Wirkung nachzulassen scheint, wird frisches Ammoniumpersulfat zugesetzt. Sobald die gewünschte Ätzwirkung erreicht ist, wird die Probe in Wasser abgespült und in der üblichen Weise weiterbehandelt. Aufnahmen der geätzten Probenfläche lassen sich am besten herstellen, wenn die Probe mit Wasser, Alkohol oder dünnflüssigem Öl bedeckt ist. Ist das wegen der Größe der Probe oder aus anderen Gründen nicht ausführbar, so genügt es, die geätzte Fläche mit Glycerin oder Öl einzureiben oder sie zu lackieren. Die handelsüblichen Metallacke sind mit 2—3facher Menge eines geeigneten Verdünnungsmittels zu verdünnen. Diese Hilfsmittel sind übrigens bei allen Makroätzungen zu empfehlen, wenn möglichst klare Gegensätze herausgebracht werden sollen.

Ammoniumpersulfat ist eins der geeignetesten Ätzmittel für makroskopische Kornätzungen von Eisen und Stahl. Es ist deshalb auch besonders zum Nachweis von Rekristallisationserscheinungen zu verwenden. Für die Untersuchung von

Schweißnähten verschiedener Art ist es oft unübertrefflich [RAWDON (1), JIMENO und DEL FRESNO u. a.], obgleich es zur weiteren Untersuchung oft ratsam ist, noch ein zweites Ätzmittel heranzuziehen. Ammoniumpersulfat ist ein empfehlenswertes Ätzmittel für Schweißseisen mit seiner in der Regel ungleichen Korngröße. Ein großer Vorteil der Ammoniumpersulfatätzung besteht darin, daß sie sich nur auf die Oberfläche der Probe erstreckt, die deshalb sehr leicht wieder abgeschliffen und für nachfolgende Mikrountersuchung verwendet werden kann. Nach Tiefätzungen mit Säuren und kupferhaltigen Ätzmitteln ist das oft ohne weitgehendes Abschleifen unmöglich. Ammoniumpersulfat bringt auch chemische Ungleichmäßigkeiten wie Seigerungen u. a. deutlich heraus. In dieser Hinsicht ist seine Wirkung der der übrigen Ätzmittel etwa gleich. Fasergefüge kann manchmal besser durch Ammoniumpersulfat als durch andere Ätzlösungen sichtbar gemacht werden.

B. Kupferhaltige Ätzmittel zum Nachweis von Seigerungen.

Diese Ätzmittel sind besonders empfindlich für Unterschiede in der Verteilung von Phosphor und Kohlenstoff. Gleichzeitig bewirken einige von ihnen eine leichte Kornflächenätzung; aus diesen Gründen sind sie am besten geeignet zur Entwicklung von Tannenbaumgefüge (Primärgefüge). Die Hauptwirkung aller dieser Ätzmittel beruht auf ihrem Kupfergehalt. Lösungen ohne Säurezusatz bewirken an den phosphorhaltigen, also unedleren Stellen verstärkte Löslichkeit von Eisen und Abscheidung von Kupfer. Bei säurehaltigen Lösungen bildet sich an den unedleren Stellen eine dünne festhaftende Kupferhaut, die einen Säureangriff verhindert, während an den edleren Stellen kein Kupferniederschlag erfolgt und infolgedessen ein Angriff durch die Säure stattfinden kann. Infolgedessen erscheinen bei diesen Ätzmitteln die seigerungsreichen Stellen nach Entfernung des Kupferniederschlages hell und unaufgeraut, die seigerungsfreien dunkel und aufgeraut. Nach Ansicht verschiedener Forscher hängt das Ätzergebnis vom Sauerstoff im Eisen ab, diese Ansicht ist jedoch noch umstritten.

Nach LE CHATELIER und BOGITCH wird chemische Ungleichmäßigkeit allein durch den Sauerstoff bewirkt, in dessen Abwesenheit weder Kohlenstoff noch Phosphor die durch Primärätzmittel nachweisbare Erscheinung der Seigerung zum Ausdruck bringen. Versuche mit synthetischen Eisen-Eisenoxydulschmelzen ergaben, daß unter 0,01% O₂ kein Primärgefüge sichtbar wird, daß von 0,01 bis 0,15% O₂ die Deutlichkeit der Primärätzung stetig zu-, darüber hinaus aber wieder abnimmt.

SAUVEUR und KRIVOBOK stellten fest, daß Sauerstoff in Abwesenheit von Kohlenstoff und Phosphor keine mit dem LE CHATELIERSCHEN Ätzmittel feststellbare Seigerung hervorruft.

Nach STEAD bleiben in geglühten Eisenblechen bei Anwendung von Primärgefüge-Ätzmitteln die Korngrenzen von Ferritkörnern unterhalb der Oxydhaut hell im Gegensatz zum Korninnern.

WHITELEY schweißte Blechstreifen verschiedenen Phosphor- und Sauerstoffgehaltes im Wasserstoff- oder Stickstoffstrom zusammen. Beim Ätzen mit Primärätzmitteln konnten Unterschiede in den Phosphorgehalten deutlich festgestellt werden. Die verschweißten Proben verschiedenen Sauerstoffgehaltes zeigten nur an den Begrenzungslinien bzw. Schweißnähten helle Linien.

Nach OBERHOFFER, SCHIFFLER und HESSENBRUCH ist diese Erscheinung dahin zu erklären, daß an den Grenzen der Bleche ein Ausgleich im Sauerstoffgehalt eintritt. Da die Höchstlöslichkeit des Sauerstoffs (etwa 0,05% O₂) jedoch bald überschritten ist, widersteht nur eine schmale Zone dem Ätzangriff.

Dieselben Forscher beobachteten an zahlreichen Versuchsschmelzen aus Elektrolyteisen und Eisenoxydul im Vakuum bei Primärätzung deutliche Kristallseigerung und schreiben diese Erscheinung dem in fester Lösung befindlichen Sauerstoff zu, da die Gehalte an Kohlenstoff und Phosphor zu gering sind, um als Seigerungsursache in Frage zu kommen. Für die Primärgefügeätzung dieser Proben erwies sich weder das HEYNSche (s. unten) noch das OBERHOFFERSche Primärgefüge-Ätzmittel s. S. 81 geeignet. Besser bewährte sich die folgende Lösung:

Kupferchlorid, krist.	3 g
Äthylalkohol	50 cm ³
Salzsäure, konz.	20—30 „
Wasser, dest.	1000 „

Mit diesem Ätzmittel wurden ausgeprägte Kristallseigerungen in allen Eisen-Sauerstoff-Schmelzen entwickelt.

In Übereinstimmung mit LE CHATELIER und BOGITCH wurde ein Höchstwert der Deutlichkeit des Primärgefüges festgestellt, der anscheinend der oberen Grenze der Sauerstofflöslichkeit im festen Eisen bei Raumtemperatur entspricht. Diese Erscheinung wird auch an unlegierten und legierten Stählen für einen mittleren Sauerstoffgehalt beobachtet. Die Proben wurden aus Kruppschem Weicheisen, schwedischem Roheisen und Ferrolegierungen hergestellt. Von zwei Parallelschmelzen wurde je eine vor Zugabe der Zusätze durch Einblasen von Luft mit Sauerstoff übersättigt.

Schmiederversuche ergaben bei den sauerstoffreichen Stählen im Gegensatz zu den sauerstoffarmen Stählen durchweg Schiefer- und Holzfaserverbruch, was den Einfluß des Sauerstoffs auf die primäre Seigerung bestätigen würde. Das bei diesen Untersuchungen beobachtete Auftreten „innerkristalliner Struktur“ (Äderung des Ferrits) bei den sauerstoffreichen Stählen spricht für die NORTHCOTTSche Auffassung, daß oxydische Feinausscheidungen die Ursache der Ferritädern sind, vgl. S. 43.

Nach WHITELEY beruht auch die Erscheinung des sekundären Zeilengefüges von Walz- und Schmiedestählen auf der verschiedenen Lösung von Sauerstoff in den Ferritbändern. Diese verhalten sich im allgemeinen folgendermaßen:

1. Sie widerstehen dem Angriff kupferhaltiger Ätzmittel und sind dadurch leicht festzustellen.
2. Sie verschwinden mit zunehmender Schnelligkeit, sobald die Temperatur über 800° C steigt.

Sekundäres Zeilengefüge ist nur bei niedriggeköhlten Stählen festzustellen. Es entsteht während der Abkühlung durch die Keimwirkung der Schlackeneinschlüsse und die Abwanderung des Kohlenstoffs infolge der ungleichmäßigen Verteilung des Phosphors und anderer noch ungeklärter Einflüsse.

Eine Zusammenstellung der kupferhaltigen Lösungen findet sich in Tabelle S. 88/89.

1. Neutrales Kupferammonchlorid. Das erste und lange Zeit am meisten verwendete kupferhaltige Ätzmittel wurde von HEYN im Jahre 1906 mitgeteilt: Kupferammonchlorid in wässriger Lösung im Verhältnis 1:12. Die Zusammen-

setzung ist so gewählt, daß der sich bildende Kupferniederschlag locker und schwammig bleibt und deshalb nach beendeter Ätzung leicht abgewaschen werden kann. Bei Ausführung der Ätzung wird die Probe vollständig in die Lösung eingetaucht. Es ist Sorge zu tragen, daß die Schlißfläche schnell und gleichmäßig vom Ätzmittel bedeckt wird, deshalb ist es zweckmäßig, die Ätzlösung über die in das Ätzgefäß gelegte Schlißprobe zu gießen. Auf keinen Fall dürfen sich Luftblasen bilden und haftenbleiben. Vor dem Ätzen ist die Schlißprobe mit Alkohol oder Schlämmeerde gründlich zu säubern. Während des Ätzens ist die Schale zu bewegen, damit in der Lösung entstehende Konzentrationsunterschiede sofort ausgeglichen werden können. Für feiner geschliffene Proben genügt in der Regel eine Ätzdauer von 1 min, gröber geschliffene Proben erfordern längere Zeit. Nach dem Ätzen wird die Probe in Wasser abgespült und der Kupferniederschlag mit einem Wattebausch od. dgl. abgewischt. Bleibt Kupfer an einigen Stellen haften, so läßt es sich häufig durch Reiben mit einem nassen Korken entfernen. Geht das nicht, empfiehlt sich eine Behandlung mit starkem Ammoniak oder mit ammoniakalischem Kupferammonchlorid oder mit 0,5proz. Ammoniumsulfat. Nach dem Entfernen des Kupferniederschlags wird die Probe in der üblichen Weise gewaschen und getrocknet. (Wiederholtes Abwischen des Kupferniederschlags und neues Eintauchen in die Ätzlösung liefert deutlichere Einzelheiten des Gefüges und stärkere Gegensätze als längeres Ätzen ohne Unterbrechung. A. MEYER.)

Durch die Ätzung werden die kohlenstoff- und phosphorreichen Stellen stärker angegriffen als die reineren, sie erscheinen deshalb bei der Betrachtung in zerstreutem Tageslicht dunkler als ihre Umgebung. Bei hohem Phosphorgehalt kann eine leichte Braunfärbung auftreten, wahrscheinlich infolge Bildung von Phosphor-Kupfer an der Oberfläche. Örtliche Kaltbearbeitungsbereiche, wie z. B. die Umgebung von Nietlöchern, werden ebenfalls durch das Ätzmittel stark angegriffen.

Das HEYNSche Ätzverfahren eignet sich vorzugsweise für weiche Stähle unterhalb 0,3% Kohlenstoff, es kann aber auch für Stähle bis zu 0,7% Kohlenstoff benutzt werden. Bei höheren Kohlenstoffgehalten ist die Entfernung des Kupferniederschlags zu schwierig. In solchen Fällen verwendet man besser die OBERHOFFERSche Ätzung (2) (s. S. 81). Letzteres Verfahren kommt aber nicht für Gußeisen, gehärtete Stähle oder hochlegierte Stähle in Frage.

Nach Ansicht von HAUPE ist die Kupferammonchloridätzung, wenigstens für weiche Stähle, ebensogut wie Ätzungen mit Lösungen von mehreren Reagenzien, wie sie nachstehend erwähnt werden.

Das Bureau of Standards empfiehlt eine etwas verdünntere Lösung als die von HEYN angegebene. Mit dieser verdünnteren Lösung wird unter Einschaltung von Zwischenwaschungen geätzt.

In bestimmten Fällen empfiehlt es sich, eine vorgeschlichtete Probe bei Zimmertemperatur mit einer gesättigten Lösung von technischem Kupferammonchlorid zu ätzen. Auf diese Weise wird Tannenbaumgefüge sichtbar gemacht, außerdem Seigerungen, Flocken u. a. (s. S. 103). Die Probe wird mit der geschliffenen Fläche nach oben in die Ätzlösung gebracht und etwa 12 Stunden darin gelassen, dann herausgenommen und unter Wasser abgebürstet. Zuletzt wird sie mit Sodalösung gewaschen, um Rostbildung zu verhindern. Für dieses

Verfahren eignen sich Stähle mit ziemlich feinem Gefüge. Es ist in der Praxis leicht ausführbar, da es keine zeitraubende Vorbereitung der Proben erfordert und kaum der Überwachung bedarf.

2. Kupfersulfat. Nach BELYNSKI eignet sich 1proz. Kupfersulfatlösung zum Nachweis von Tannenbaumgefüge u. a. in Stählen mit Kohlenstoffgehalten von 0,1—1,3%.

3. Saure Kupferlösungen. α) HUMFREY empfiehlt eine Lösung von salzsäurehaltigem Kupferammonchlorid zum Ätzen großer Flächen. Mit diesem Ätzmittel wird ein sehr kräftiges und scharfes Relief erzielt, so daß die so geätzten Flächen als Klischees verwendet werden können, von denen sich mit Druckerschwärze Abdrucke auf Papier herstellen lassen.

Die Zusammensetzung der Lösung ist folgende:

Kupferammonchlorid	120 g
konz. Salzsäure	50 cm ³
Wasser	1000 cm ³

Bei nickel- und chromlegierten Stählen werden bessere Ergebnisse erzielt, wenn die Lösung etwas weniger sauer ist. Aus dieser sauren Lösung wird das Kupfer jedoch in einer sehr festhaftenden Schicht niedergeschlagen, deshalb muß zuerst in einer neutralen Lösung geätzt werden, und zwar so lange, bis keine Schleifkratzer oder Bearbeitungsspuren mehr sichtbar sind. Dann wird die Lösung langsam angesäuert unter immer reichlicherem Zusatz von Salzsäure, ohne daß die in der neutralen Lösung gebildete Kupferschicht vorher entfernt wird. Die Ätzdauer schwankt zwischen 20 min und 1—2 Stunden. Hat die Vorbereitung der Probe zu tiefe Bearbeitungsspuren auf der Schlifffläche hinterlassen, so ist es ratsam, zuerst mit verdünnter Salpetersäure zu ätzen, bis diese verschwunden sind. Danach wird zuerst mit neutraler, dann mit saurer Kupferammonchloridlösung geätzt.

Nach beendeter Ätzung wird das Kupfer genau wie nach der Ätzung mit der neutralen Lösung nach HEYN abgewaschen. Wird eine tiefere Ätzung gewünscht, so wird die Ätzung fortgesetzt, aber es ist nötig, wieder mit der neutralen Lösung zu beginnen. Größere Gegensätze lassen sich herausholen, wenn die Probe nach dem Ätzen leicht auf feinem Schmirgelpapier abgerieben wird.

Für das Ätzen von Gußblockquerschnitten empfiehlt das Iron and Steel Institute's Heterogeneity Research Committee folgendes Verfahren:

Zuerst 10 min bis $\frac{1}{2}$ Stunde in einer neutralen Lösung von 8—12% Kupferammonchlorid ätzen. Dann $\frac{1}{2}$ Stunde mit einer gleichen Lösung, der 2,5—5% Salzsäure zugesetzt wird. Eine weitere halbe Stunde in einer Lösung mit 15% Salzsäurezusatz. Es kann auch noch eine Zwischenätzung mit 7,5—10% Säurezusatz vorgenommen werden. Wenn nötig, wird der Säurezusatz noch weiter gesteigert, um die gewünschte Reliefwirkung zu erreichen.

ALLISON und ROCK benutzten HUMFREYS Ätzverfahren, um in Gußstählen für die Elektroindustrie jedes irgend vorhandene Tannenbaumgefüge sichtbar zu machen (Stähle mit 0,07% Kohlenstoff, 0,06% Silizium, 0,05% Mangan und etwa 0,06% Phosphor).

β) O. ADLER entwickelte ein Ätzmittel, das in vielen Fällen deutlichere Einzelheiten ergibt als die Ätzung mit neutralem Kupferammoniumchlorid, es eignet

sich insbesondere zur Prüfung von Schweißungen sowohl bei Stahl wie auch bei Aluminium, Kupfer und Kupferlegierungen. Bei höher gekohlten Stählen wird kein so fest haftender Kupferniederschlag erzeugt wie bei Kupferammonchlorid. Anlaß- und Rekristallisationszonen, Schweißlagen und sogar Kraftwirkungslinien treten deutlich hervor. Das Ätzmittel hat folgende Zusammensetzung:

Dest. Wasser	25 cm ³
Kupferammoniumchlorid	3 g
Salzsäure (sp. G. 1,19),	50 cm ³
Eisenchlorid	15 g

Es ist wichtig, zuerst das Kupfersalz im Wasser aufzulösen, bevor Salzsäure und Eisenchlorid zugesetzt werden.

γ) WHITELEY nennt folgende Lösung:

Eisenchlorid	200 g
Kupferchlorid	1,2 g
Salzsäure	100 cm ³
Wasser	1000 cm ³

Nach einer Ätzdauer von 5 min wird die Probe herausgenommen und auf feinem Schmirgelpapier abgeschliffen, dann etwa $\frac{1}{2}$ Stunde oder mehr weiter geätzt. Die Reliefwirkung ist nicht so stark wie bei der HUMPHREYSschen Ätzung.

WHITELEYS Lösung wird viel in schwedischen Werken angewendet, mit der Abänderung, daß nur 1 g Kupferchlorid zugesetzt wird. Ätzdauer 20 min. Es erwies sich als günstig, die Probe nach 2 min herauszunehmen und auf Schmirgelpapier der Körnung 00 zu schleifen, dann die Ätzung fortzusetzen.

δ) Im A.S.S.T.-Handbuch schlägt DICKENSON eine Lösung folgender Zusammensetzung vor:

Eisenchlorid	40 g
Kupferchlorid	3 g
Salzsäure	40 cm ³
Wasser	500 cm ³

Vor dem Ätzen mit dieser Lösung wird die Schliffprobe mit einer 10proz. Salpetersäurelösung behandelt.

ε) ROSENHAIN und HAUGHTON führten eine andere Abart des kupferhaltigen Ätzmittels ein, das neben dem Kupfersalz weitere Bestandteile in solchen Mengen enthält, daß sich Kupfer in festhaftender dünner Schicht an bestimmten Stellen der Schlifffläche niederschlägt, während andere Stellen klar bleiben. Die Zusammensetzung der Lösung ist folgende:

Eisenchlorid	30 g
Salzsäure, konz.	100 cm ³
Kupferchlorid	1 g
Zinnchlorür	0,5 g
Wasser	1000 cm ³

Die Ätzdauer beträgt 10 sec bis 2 min, und die Lösungen sollten nicht öfter als einmal gebraucht werden. Die zu ätzenden Schliffproben werden fertigpoliert wie für Feingefügeuntersuchungen. In perlitischen Stählen mit gleichmäßiger Phosphorverteilung wird das Kupfer auf dem Ferrit niedergeschlagen, der davon dunkel erscheint, während der Perlit unverändert bleibt. Ist der Phosphor ungleichmäßig verteilt, so bleiben die phosphorreichen Gebiete hell. Das Ätz-

mittel eignet sich mehr für mikroskopische als für makroskopische Zwecke. Da sich bei dieser Ätzung um jeden kleinen nichtmetallischen Einschluß tiefe Löcher bilden, empfiehlt das A.S.S.T.-Handbuch Verdünnung der Ätzlösung. Es ist eine gewisse Erfahrung nötig, um zu einem befriedigenden Ätzergebnis zu gelangen. Die Schliiffprobe muß vollständig sauber sein.

Nach KALLING und nach HULTGREN und LILLJEKVIST entwickelt das ROSENHAIN- und HAUGHTONSche Ätzmittel (S. 78) bei Chrom-Nickel-Stählen, die den δ -Zustand durchschritten haben, zunächst Tannenbaumgefüge. Bei längerem Ätzen wird dieses überdeckt und das sekundäre Austenitkorn erscheint. Bei Ausdehnung der Ätzung auf mehrere Stunden bildet sich eine zusammenhängende Kupferschicht, die das Sekundärgefüge überdeckt und das Primärgefüge allein zum Ausdruck bringt. Dieses Ätzmittel wurde von allen kupferhaltigen Lösungen als besonders geeignet zur Primärgefügeentwicklung von nichtrostenden Chromstählen befunden.

ζ) STEAD verbesserte die obige Ätzlösung durch Zusatz von Alkohol und schlug folgende Zusammensetzung vor:

für Stähle mit niedrigem Phosphorgehalt:		
Kupferchlorid	10 g	} STEADS Ätzmittel Nr. 1
Magnesiumchlorid	40 g	
Salzsäure	20 cm ³	
Äthylalkohol bis zu	1000 cm ³	
für Stähle mit höherem Phosphorgehalt:		
Kupferchlorid	5 g	} STEADS Ätzmittel Nr. 2
Magnesiumchlorid	4 g	
Salzsäure	1 cm ³	
Wasser	20 „	
Äthylalkohol	100 „	

Die Salze werden zuerst in einer kleinen Menge heißen Wassers gelöst (etwa $\frac{1}{10}$ Wasser im Verhältnis zur Gewichtsmenge), erst dann wird das übrige Wasser und der Alkohol zugesetzt. Die Ätzung wird so ausgeführt, daß einige Tropfen der Lösung etwa 1 min auf die Schliifffläche einwirken, dann abgegossen werden; das wird wiederholt, bis das gewünschte Ergebnis erreicht ist. Danach wird die Schliiffprobe mit heißem Wasser abgespült und in Alkohol getrocknet. Das Kupfer haftet zuerst als feste Schicht auf den Stellen reinsten Eisens und breitet sich mit fortschreitender Ätzung auch über die weniger reinen Stellen aus. Bereiche mit hohem Phosphorgehalt bleiben jedoch auch nach sehr langer Ätzdauer ohne Kupferniederschlag.

HAUFE (1) nimmt an, daß das Kupfer zuerst als äußerst feine Haut auf den am wenigsten reinen Stellen niedergeschlagen wird und diese vor weiterem Ätzangriff schützt. Er betrachtet das STEADSche Ätzmittel als nicht besonders geeignet zum Nachweis von Phosphorseigerungen.

Nach HULTGREN und LILLJEKVIST eignet sich das STEADSche Ätzmittel zur Prüfung aufgeschnittener Gußblöcke von Stahl mit 1,1% Kohlenstoff.

Das Erstarrungsgefüge wird am besten entwickelt, wenn der Perlit nicht in streifiger Form vorhanden ist. Die Gußblöcke wurden deshalb 15 Stunden bei etwa 760° C geglüht und dann langsam abgekühlt. Diese Behandlung beseitigt den streifigen Perlit, nicht aber das die Perlitkristalle umschließende Zementitnetzwerk.

Nach dem Aufschneiden der Gußblöcke wurden die Schnittflächen der Proben gehobelt und auf vier verschiedenen Schmirgelleinkörnungen bis zu „000“ geschliffen, danach auf Hubert-Schmirgelpapier „1 F“.

Poliert wird mit Tonerde auf einer mit Tuch bespannten und angefeuchteten Polierscheibe. Zwei Ätzverfahren, als „schwach“ und „stark“ bezeichnet, machen das Tannenbaumgefüge sichtbar. Für schwache Ätzungen wird entweder das STEADSche oder das LE CHATELIER- und LEMOINESche Ätzmittel s. ϑ — ersteres am besten mit 10% Wasser verdünnt — über die Schliffprobe gegossen, die ständig bewegt wird, um einen gleichmäßigen Niederschlag zu erhalten.

Nachdem alles Kupfer aus der Lösung niedergeschlagen ist, wird die Schlifffläche in Wasser abgespült und der Niederschlag durch Abreiben mit einem ammoniakgetränkten Wattebausch entfernt. Nach weiterem Waschen und Trocknen wird das Gefüge bei schräger Beleuchtung aufgenommen.

Für starke Ätzungen wird das STEADSche Ätzmittel mit 10—20% Alkohol-Zusatz zuerst in derselben Weise wie oben angewendet. Danach wird der Niederschlag entfernt und nach dem Abspülen wird die Schliffprobe in das Ätzmittel nach ROSENHAIN und HAUGHTON (S. 78) eingetaucht, wobei eine verdünnte oder gebrauchte Lösung zu bevorzugen ist. Sobald sich ein geringer Kupferniederschlag gebildet hat, wird dieser entfernt und die Schlifffläche gewaschen und getrocknet. Diese zwei Behandlungen werden abwechselnd fortgesetzt, bis das gewünschte Gefüge entwickelt ist.

Dieses Verfahren kann folgendermaßen abgeändert werden: STEADS Ätzmittel wird wiederholt angewendet und der Kupferniederschlag jedesmal entfernt, bis ein ziemlich dunkles Bild des Gußgefüges entwickelt ist. Dann wird die Probe in eine 0,5—4proz. Lösung von Salpetersäure in Alkohol getaucht und 1—10 min darin gelassen. Diese Behandlung läßt das Zementitnetzwerk erhöht neben dem Tannenbaumgefüge hervortreten.

η) COMSTOCK (2) benutzt eine etwas abgeänderte Zusammensetzung der STEADSchen Ätzung, um Querrisse in Schienen zu untersuchen.

Kupferchlorid	2,5 g	} Die Salze werden in der Salzsäure mit Zusatz der geringst möglichen Menge heißen Wassers gelöst.
Magnesiumchlorid	10 g	
Salzsäure	5 cm ³	
Alkohol bis zu	250 cm ³	

Wenn das Ätzen mit dieser Lösung nicht zu lange dauert, können die phosphorreichen Stellen hell bleiben. Nach CHARPY und BONNEROT können die Gegensätze unter bestimmten Verhältnissen durch Reiben mit starkem Ammoniak zwecks Auflösung des niedergeschlagenen Kupfers erhöht werden. Das letztere empfiehlt auch COMSTOCK für Untersuchungen von Tannenbaumgefüge bei 20- bis 50facher Vergrößerung in Proben, die in der gewöhnlichen STEADSchen Lösung geätzt wurden. In diesem Fall darf der gebildete Kupferniederschlag, der nachher gelöst wird, ziemlich dick sein.

ϑ) Das Ätzmittel nach LE CHATELIER und LEMOINE, das häufig als LE CHATELIERSches Ätzmittel Nr. 1 bezeichnet wird, ist nur eine leichte Abänderung des STEADSchen Ätzmittels Nr. 1:

Kupferchlorid	1 g
Magnesiumchlorid	4 g
Salzsäure	2 cm ³
Methyl- oder Äthylalkohol . . .	100 cm ³

(Es ist sehr wichtig, absoluten Alkohol zu verwenden, damit der Gesamtgehalt an Wasser nicht höher als irgend notwendig ist.)

Die Ausführung der Ätzung ist die gleiche wie bei der STEADSchen Ätzung, mit der Ausnahme, daß die Probe bei LE CHATELIER ganz in die Ätzlösung getaucht wird. Zur Verstärkung der Gegensätze empfiehlt LE CHATELIER eine elektrolytische Nachbehandlung mit 10proz. Natriumhydroxydlösung, Einwirkung einige Sekunden bei 0,1 A/cm², Schliffprobe als Anode. Das Kupfer oxydiert und wird tiefschwarz, die Behandlung ist besonders wichtig für photographische Wiedergabe.

ι) Das Ätzmittel nach LE CHATELIER und DUPUY, häufig als LE CHATELIER-sches Ätzmittel Nr. 2 bezeichnet, hat folgende Zusammensetzung:

Kupferchlorid	1 g	Salzsäure	1,3—2,5 cm ³
Pikrinsäure	0,5 g	Wasser	10 „
		Äthylalkohol	100 „

Die Menge der zugesetzten Salzsäure richtet sich nach der chemischen Zusammensetzung der Probe. Nach HAUFE eignet die Ätzlösung sich ebenfalls für Elektrolyse, die Ergebnisse sollen aber etwas unsicher sein.

Nach HATFIELD kann ungleichmäßige Verteilung von Mangan und Silizium durch die STEADSchen oder LE CHATELIERSchen Ätzlösungen ebenfalls sichtbar gemacht werden (vgl. S. 134).

Nach WHITELEY ist das Ätzmittel nach LE CHATELIER und DUPUY, das nach Möglichkeit immer erst kurz vor Gebrauch anzusetzen ist, geeignet zum Nachweis von Zementit in sehr kohlenstoffarmen Stählen. Die Löslichkeit von Zementit in α -Eisen bei Annäherung an den Ac₁-Punkt ist mit dieser Ätzung gut festzustellen. Die Proben sind sorgfältig zu polieren und in etwas Ätzlösung, die unmittelbar vorher in ein Uhrglas geschüttet wird, zu tauchen. Sobald sich eine braune Kupferhaut niedergeschlagen hat, wird die Probe mit heißem Wasser abgespült, danach dem Trocknen überlassen, ohne abzuwischen. Bei kleinen Proben beträgt die Ätzdauer 5—10 min, bei größeren etwas länger. Für weitere Untersuchungen genügt es, die Probe kurz abzupolieren und mit anderen Ätzmitteln zu behandeln.

κ) OBERHOFFER (2) brachte ein Ätzmittel heraus, das infolge der gleichmäßigeren Ergebnisse eine Verbesserung des vorher genannten darstellt:

Kupferchlorid	1 g	Salzsäure, konz.	30 cm ³
Zinnchlorür	0,5 g	Wasser, dest.	500 „
Eisenchlorid	30 g	Äthylalkohol	500 „

Die Probe muß sorgfältig geschliffen und poliert werden und sollte nicht sogleich nach dem Polieren geätzt, sondern etwa 1/2 Stunde an Luft liegengelassen werden. Es ist ferner sehr wichtig, daß die Probe vor dem Ätzen vollständig trocken ist und die gleiche Temperatur hat wie die Ätzlösung (HAUFE). (Die Gegensätze werden verstärkt, wenn die Probe mehrmals hintereinander kurz geätzt, abgespült, getrocknet und wieder geätzt wird. A. MEYER.)

Die OBERHOFFERSche Ätzung arbeitet etwas langsamer als die vorhergenannten Lösungen, daher gleichmäßiger und mit geringerer Gefahr hinsichtlich Fleckenbildung. Die Ausführung der Ätzung ist die übliche, der Kupfernieder-schlag ist nicht nennenswert, weil die Zusammensetzung der Lösung so gewählt ist, daß die Abscheidung auf reinem Ferrit noch gerade verhindert wird.

Die elektrochemisch weniger edlen Stellen, z. B. phosphorhaltiger Ferrit, werden mit einer äußerst dünnen Kupferhaut überzogen, die sie vor weiterem Ätzangriff schützt, so daß sie erhöht stehenbleiben, während die reinsten, ungeschützten Stellen durch die Salzsäure und das Eisenchlorid herausgelöst werden. Das Ergebnis ist also das entgegengesetzte wie bei der HEYNSchen und anderen Ätzungen. Die Gegensätze können noch mehr verstärkt werden, wenn man wiederholtes Ätzen und Zwischenpolieren vornimmt, besonders wenn das Gefüge sehr grob ist. Schwierigkeiten ergeben sich manchmal, wenn eine Probe mit einem anderen Werkstoff zusammengeschweißt ist.

Um Tannenbaumgefüge und Korngrenzen gleichzeitig sichtbar zu machen, empfiehlt LEITNER eine Doppelätzung. Er ätzt zuerst mit 5proz. Salpetersäure in Alkohol oder Wasser und danach mit dem OBERHOFFERSchen Ätzmittel.

Für Mikroätzungen wird ein Teil des Makroätzmittels mit 10 Teilen Alkohol verdünnt. Nach HAUFE wird die Schlißfläche durch die OBERHOFFERSche Ätzung für mikroskopische Untersuchung zu sehr aufgeraut.

λ) FRY untersuchte das Verhalten der kupferhaltigen Ätzlösungen und stellte fest, daß das Zinnchlorür für einfache Kohlenstoffstähle nicht erforderlich ist, und daß der Zusatz an Alkohol erhöht werden kann, was besonders für Mikroätzungen wichtig ist. Ebenso fand er, daß ohne Eisenchlorid ein klares Gefügebild erzielt wird¹. Eine Lösung der folgenden Zusammensetzung erwies sich als besonders brauchbar:

Kupferchlorid	1,5 g	} Frysches Ätzmittel Nr. 1
Salzsäure	30 cm ³	
Wasser	95 „	
Äthylalkohol	30 „	

Mit diesem Ätzmittel werden sehr gute Kornflächenätzungen erzielt. Besonders gutes Polieren der Schlißprobe ist notwendig.

Zum Ätzen hochlegierter Stähle erweist sich das OBERHOFFERSche Ätzmittel häufig als gänzlich unbrauchbar, da sich Kupfer auf der ganzen Schlißfläche absetzt. In solchen Fällen können bessere Ergebnisse durch Erhöhung des Salzsäuregehalts oder durch Verwendung der FRYschen Ätzung Nr. 1 oder der folgenden erzielt werden:

Kupferchlorid	4 g	} Frysches Ätzmittel Nr. 2
Salzsäure, konz.	20 cm ³	
Wasser	40 „	
Äthylalkohol	20 „	

Die FRYschen Ätzmittel Nr. 1 und 2 können sehr gut zur Beurteilung der Stärke einer Phosphorseigerung verwendet werden, weil Nr. 2 die stark phosphorhaltigen Stellen nicht angreift, während Nr. 1 sich bei den Stellen mit mittlerem

¹ Falls die Wirkung sowohl des HEYNSchen wie des OBERHOFFERSchen Ätzmittels auf dem Gehalt am Kupferchlorid beruht, bleibt der Widerspruch zu klären, warum bei dem HEYNSchen Ätzmittel die unedlen P-reichen Zonen stärker angegriffen werden als die edleren Zonen, während es beim OBERHOFFER-Ätzmittel umgekehrt ist. Versuche von F. HEINRICH und W. VOIGT, deren Ergebnisse in einer Zahlentafel des Anhangs zusammengestellt sind, ergaben, daß die Wirkung der beiden Ätzmittel nicht im wesentlichen auf dem Gehalt an Kupferchlorid beruht, sondern daß das der Menge nach überwiegende Eisenchlorid die Entwicklung des Primärgefüges beeinflusst. In bezug auf die übrigen Zusätze wird angenommen, daß die an sich heftige Wirkung des Eisenchlorids in wässriger Lösung durch Zusatz von Alkohol infolge verringerter Dissoziation geschwächt wird, und daß dem Kupferchlorid und Zinnchlorür nur katalytische Wirkungen zukommen.

Phosphorgehalt in gleicher Weise verhält. Beide Lösungen können vorteilhaft in verschiedenen Verhältnissen gemischt werden.

HAUFE findet keinen wesentlichen Unterschied in der Ätzwirkung zwischen OBERHOFFERS und FRYS Ätzlösungen; seiner Ansicht nach ist die FRYSche Lösung Nr. 2 im laufenden Gebrauch leichter und bequemer, weil sie nicht so sorgfältig vorbereitete Schlißflächen erfordert wie die OBERHOFFERSche Ätzung. Die FRYSche Ätzung ist für mikroskopische Untersuchungen ebensowenig geeignet wie die OBERHOFFERSche.

μ) Nach CANFIELD eignet sich folgende Ätzlösung zum Nachweis von Phosphorseigerungen:

Kupferchlorid	1,5 g
Nickelnitrat, krist.	5 g
Eisenchlorid	6 g
Wasser	12 cm ³

Wenige Kubikzentimeter Salpetersäure können noch zugesetzt werden. Der Ätzangriff kann durch den Wassergehalt abgestimmt werden, auch können für einen langsamen Ätzangriff 150 cm³ Methyl- oder Äthylalkohol zugesetzt werden.

Die Probe wird ganz in die Lösung eingetaucht; im allgemeinen genügt eine Ätzdauer von 90 sec, manchmal sind allerdings mehrere Minuten erforderlich. Der sich auf den reineren Zonen der Schlißprobe absetzende Niederschlag zeigt Färbungen von Rotbraun bis Hellbraun. Seigerungen, insbesondere Phosphorseigerungen, erscheinen ganz hell.

Eine besondere Anwendung erfährt diese Lösung bei dem von CANFIELD ausgearbeiteten Verfahren des „Phosphor-Abdrucks“. Dabei wird photographisches Papier einige Minuten in einer 5proz. wässrigen Ferrizyankaliumlösung eingeweicht, dann herausgenommen und etwa 1 min auf die vorher mit der obenerwähnten Lösung kurz behandelte Schlißfläche gepreßt, wobei ein leichtes Vorätzen genügt. Nachdem das Papier in der üblichen Weise gewaschen und fixiert ist, bleibt ein Abdruck der phosphorreichen Stellen zurück. Versuche haben jedoch ergeben, daß es gelegentlich sehr schwierig ist, einen klaren Abdruck zu erhalten; das Verfahren scheint deshalb beträchtliche Erfahrung zu erfordern.

ν) D'HUART gibt ein Ätzmittel zur Entwicklung von Makrogefüge an, in dem Kupfer durch Nickel ersetzt wird. Während des Ätzens erfolgt keine Nickelabscheidung auf der Schlißfläche; das Fortschreiten der Ätzung kann beobachtet und im geeigneten Augenblick abgebrochen werden.

Das Ätzmittel ist nicht haltbar und wird am besten in zwei getrennten Lösungen bereitet, die unbegrenzt haltbar sind und zum Gebrauch zu gleichen Teilen gemischt werden.

- a) 100 cm³ konz. Salzsäure,
50 „ dest. Wasser,
16 g Nickelchloridanhydrid,
- b) 50 cm³ Wasser,
40 g Chromsäure, krist.

Das Ätzmittel entwickelt das Gefüge in ähnlicher Weise wie Kupferammonchlorid. Es eignet sich zum Nachweis von Seigerungen und Primärgefüge bei Stahl wie bei Gußeisen. Für photographische Wiedergabe empfiehlt D'HUART,

die geätzte Fläche mit Wasser bedeckt zu halten oder mit einer verdünnten Zinkchloridlösung mit Zusatz von einigen Tropfen Salzsäure. Soll die Probe getrocknet werden, so wird sie nach dem Abspülen einige Zeit mit Zinkchloridlösung behandelt, mit Alkohol abgespült und mit Heißluft getrocknet. Danach wird die geätzte Fläche mit einer Lösung von Dammarharz in Benzin betropft oder bestrichen.

C. Makroätzmittel für Sonderstähle.

1. Makroätzmittel für Chrom-Nickel-Molybdän-Stähle. Ein Makroätzmittel zur Prüfung der Gleichmäßigkeit von Sandguß- und Kokillengußproben bei Chrom-Nickel-Molybdän-Stahl wird von KOČÁREK mitgeteilt; das Ätzmittel gibt bei sorgfältig hergestellten Teilproben keine deutlicheren Ergebnisse als bei Ganzquerschnitten, eine besondere Vorbereitung ist deshalb nicht erforderlich.

Lösung I:	Ammoniumpersulfat	12 %
	Salzsäure, konz.	4 %
Lösung II:	Chromsäure	13 %
	Schwefelsäure, konz.	5,5 %
Lösung III:	Salzsäure, konz.	4 %

Die Ätzung wird in folgender Weise vorgenommen:

Lösung I: 15 min, Lösung II: 10 min, Lösung III: 4 min, Lösung II: 7 min.

2. Makroätzmittel für Chrom- und Chrom-Nickel-Stähle. Das Primärgefüge in austenitischen Stählen ist sehr schwer sichtbar zu machen, bei starker Verformung ist es fast unmöglich. Nach ROLLASON können die folgenden Ätzmittel verwendet werden, der Ätzangriff erfolgt aber sehr langsam.

a)	Salzsäure (10—15%) in Wasser.
b)	Eisenchlorid 50 g
	Salzsäure 3 cm ³
	Alkohol 120 „
	Wasser. 120 „

Die Ätzung erfolgt durch Ätzwaschen mit Wattebausch. In 12—14proz. Chromstahl wird das Sekundärgefüge des Gußzustandes entwickelt.

ROLLASON empfiehlt als Makroätzmittel für große Guß- oder Schmiedestücke folgende Lösung:

Salzsäure	10—15 cm ³
Salpetersäure	5 „
Wasser.	90 „

Durch genügend tiefe Ätzung kann das Gefüge sogar an grob vorgearbeiteten Probenflächen sichtbar gemacht werden.

Gute Makroätzungen werden auch durch elektrolytisches Ätzen in saurer Kupfersulfatlösung erzielt. Die Probe dient als Anode.

Nach KALLING entwickelt die auf S. 128 angegebene Kupfersulfatlösung Austenit und Tannenbaumgefüge in Chrom-Nickel-Stahl. Auch das Ätzmittel nach ROSENHAIN und HAUGHTON (S. 78) ist für diesen Zweck geeignet. Nach HULTGREN und LILJEKVIST wird damit in austenitischen Chrom-Nickel-Stählen,

die den Deltazustand durchschritten haben, zunächst Tannenbaumgefüge entwickelt. Bei längerem Ätzen wird dieses aber mehr und mehr durch das sekundäre Austenitkorn überdeckt. Erst nach einer Ätzdauer von mehreren Stunden bildet sich eine zusammenhängende Kupferschicht, die nur das Primärgefüge in Erscheinung treten läßt. Von allen kupferhaltigen Lösungen eignet sich dieses Ätzmittel am besten zur Primärgefügeentwicklung von nichtrostenden Chromstählen.

VIALLE und VAN DEN BOSCH empfehlen ebenfalls das KALLINGSche Ätzmittel (S. 78) für die Entwicklung des Makrogefüges von nichtrostendem Stahl 18/8, da es deutlich die Kristallseigerung in den Primärkristallen sichtbar werden läßt. Eine Ätzung mit nachstehender Eisenchloridlösung läßt mehr die Primärkristalle in verschiedenen Tonwerten in Erscheinung treten, ohne Tannenbaumgefüge in den einzelnen Kristallen zu entwickeln.

Eisenchlorid	5 g
Salzsäure, konz.	50 cm ³
Wasser	100 „

Für beide Ätzungen sind die Proben bis zur Schmirgelkörnung 00 zu schleifen. Bei dem KALLINGSchen Ätzmittel erfolgt keine nennenswerte Abscheidung von Kupfer auf der Schlißfläche. Aufnahmen des mit diesem Ätzmittel entwickelten Makrogefüges werden am besten mit einer dünnen Schicht des Ätzmittels auf der Probenfläche hergestellt. Die Ätzdauer richtet sich nach der gewünschten Wirkung. Bei zu langer Ätzdauer wird die gleiche Wirkung erzielt wie mit der Eisenchloridlösung, d. h. es werden nur die Primärkristalle sichtbar ohne Entwicklung von Tannenbaumgefüge.

D. Kupferhaltige Ätzmittel zum Nachweis von Kaltbearbeitung und Verformungslinien (LÜDERSsche Linien).

B. STRAUSS beobachtete im Jahre 1905, daß beim Ätzen einer kaltbearbeiteten Kesselblechprobe bestimmte „Linien“ sichtbar wurden. FISCHER fand 1913 ähnliche Linien an der Schnittfläche einer Eisenplatte, die als Anode in einem elektrolytischen Bad diente. Es waren jedoch die Arbeiten von FRY im Jahre 1921, durch die nähere Einzelheiten über die Möglichkeit bekannt wurden, durch Ätzung die sog. Kraftwirkungsfiguren sichtbar zu machen.

Die Wirkung des FRYschen Ätzmittels beruht auf einer Schwärzung der über die Elastizitätsgrenze beanspruchten Zonen, den sog. Kraftwirkungslinien, in denen eine Zerrung oder Gleitung der Kristallteilchen vor sich gegangen ist. Nach KÖSTER hängt diese Schwärzung von der Menge des in Form von Eisenitrid abgeschiedenen Stickstoffes aus dem an Stickstoff übersättigten Eisen ab. In stickstofffreiem Eisen lassen sich keine Kraftwirkungslinien durch das Ätzmittel nachweisen. Am stärksten erfolgt diese Nitridabscheidung im Temperaturbereich von 250—400° C, aber auch längeres Anlassen bei 50 bis 100° C sowie langes Lagern bei Raumtemperatur läßt die Nitride zur Abscheidung gelangen. Oberhalb 400° C nimmt die Löslichkeit des Stickstoffes

im Eisen rasch zu. Bei niedrigen Temperaturen ausgeschiedene Nitride sind punktförmig, bei höheren Temperaturen ausgeschiedene nadelförmig. Die Breite der Nadeln hängt ab vom Stickstoffgehalt und der Abscheidungs-temperatur.

Die Abscheidung von Nitrid erfolgt bevorzugt an den Kraftwirkungslinien und Korngrenzen. Durch das FRYsche Ätzmittel werden stickstoffhaltige Zonen dunkelgefärbt, da entweder ein starker Angriff auf die Nitride erfolgt oder feinste Kupferteilchen darauf niedergeschlagen werden.

Durch leichtes Nitrieren polierter Oberflächen von Siemens-Martin-Stahl und Izett-Stahl konnte nachgewiesen werden, daß nach Beanspruchung und Ätzung mit dem FRYschen Ätzmittel deutliche Kraftwirkungslinien sichtbar wurden, während die gleichen Werkstoffe im nichtnitrierten Zustand keine Wirkung des Ätzmittels erkennen ließen.

α) FRY gibt zwei Ätzlösungen an, die erste mehr für mikroskopische Ätzungen:

Kupferchlorid	5 g	} FRYsches Ätzmittel Nr. 3
Salzsäure	40 cm ³	
Wasser	30 „	
Äthylalkohol	25 „	

Die zweite für makroskopische Ätzungen:

Kupferchlorid	90 g	} FRYsches Ätzmittel Nr. 4
Salzsäure	120 cm ³	
Wasser	100 cm ³	

Diese beiden Ätzlösungen unterscheiden sich von den bisher beschriebenen kupferhaltigen Lösungen durch den hohen Salzsäuregehalt, der zur Folge hat, daß unter keinen Umständen während des Ätzens Kupfer abgeschieden wird (s. S. 38 und 77).

Die Proben sind vor dem Ätzen $\frac{1}{2}$ Stunde auf 200—250° C zu erhitzen, um den Stickstoff zur Ausscheidung zu bringen. Nach dieser Wärmebehandlung wird die Behandlung der Proben in der üblichen Weise vorgenommen. Die vorgeschliffene Fläche (polieren ist nicht nötig) wird 1—3 min geätzt, dann wird die Probe aus der Lösung genommen und die Schlifffläche 2—20 min mit einem mit Ätzlösung getränkten Lappen, dem wiederholt gepulvertes Kupferchlorid aufgestreut wird, gerieben. Wenn die Kraftwirkungsfiguren klar herauskommen, wird die Ätzung abgebrochen, die Probe wird abgespült, kommt dann in Alkohol und wird rasch getrocknet. Es ist möglichst nicht mit Wasser abzuspülen, weil dadurch ein Kupferniederschlag entsteht und die Ätzung überdeckt. Wenn die Schlifffläche unsauber erscheint, kann sie mit einem in der Ätzlösung getränkten Lappen abgewischt und wieder in Alkohol abgespült werden.

Besser ist es, die Probe nach dem Ätzen zuerst in Salzsäure 1:1 bei 50° C, dann in Wasser abzuspülen. Abwechselndes Polieren und Ätzen läßt die Kraftwirkungsfiguren oft deutlicher hervortreten.

Das FRYsche Ätzmittel eignet sich außer zum Nachweis für Kraftwirkungslinien auch für einfache Kornflächenätzung, es ist ferner oft ein guter Ersatz für das OBERHOFFERSche Ätzmittel, besonders für legierte Stähle.

β) MEYER und EICHHOLZ veränderten die Lösung für Makroätzung, indem sie den Salzsäuregehalt verringerten und einen Teil des Kupferchlorids durch Eisenchlorid ersetzten:

Kupferchlorid	20 g	} MEYER u. EICHHOLZ- sches Ätzmittel Nr. 1
Eisenchlorid	20 g	
Salzsäure	30 cm ³	
Wasser	100 cm ³	

Bei Verwendung dieses Ätzmittels kann das nachfolgende Reiben mit Kupferchlorid nach FRY wegfallen.

Später gingen MEYER und EICHHOLZ zu einer noch verdünnteren Lösung über:

Kupferchlorid	6 g	} MEYER u. EICHHOLZ- sches Ätzmittel Nr. 2
Eisenchlorid	6 g	
Salzsäure	10 cm ³	
Äthylalkohol	100 cm ³	

Dieses Ätzmittel liefert gute Ergebnisse, auch wenn die Menge der Salzsäure noch um die Hälfte verringert wird. Diese schwächeren Lösungen erfordern eine etwas längere Ätzdauer als die FRYschen. Die erhaltenen Gegensätze sind nicht so stark, aber es werden feinere Einzelheiten entwickelt.

Hinsichtlich der Anlaßtemperatur geben MEYER und EICHHOLZ an, daß bei ihren verdünnteren Lösungen die Kraftwirkungslinien schon nach einer Anlaßbehandlung bei 50° C sichtbar werden, was bei dem FRYschen Ätzmittel nicht der Fall ist. Überschreiten einer Anlaßtemperatur von 300° C läßt die Linien mehr und mehr verschwinden. Die Temperatur, bis zu der die Proben erhitzt werden können, ohne daß die Kraftwirkungslinien verschwinden, liegt um so höher, je rascher die Verformung erfolgte.

JEVONS (1) berichtet über diese Ätzverfahren: Das FRYsche Ätzverfahren ist nur für weiche Stähle geeignet. Bei Prüfung dieser Werkstoffe werden aber nicht immer gleiche Ergebnisse erzielt. Der Kohlenstoffgehalt muß unter 0,3% liegen. Stahl mit ausgesprochenem Fasergefüge gibt schlechtere Ätzungen als Stahl ohne Fasergefüge. Gehalte von Silizium, Mangan, Schwefel oder Phosphor innerhalb der üblichen Grenzen haben keinerlei Wirkung auf das Ätzergebnis.

Nach JEVONS sind die Lösungen von MEYER und EICHHOLZ zum Sichtbarmachen von Kraftwirkungsfiguren nicht sehr geeignet, da sie die Seigerungen zu sehr hervortreten lassen, wodurch die Klarheit der Kraftwirkungslinien leidet. Anlassen zwischen 200—400° C scheint keine nennenswerte Änderung im Ätzergebnis zu bewirken, Anlassen bei 100 und 600° C dagegen gibt sehr schwache Kraftwirkungslinien. Wiederholter Gebrauch der Lösungen ist zu vermeiden, weil sie sich rasch erschöpfen. Während des Ätzens verändert sich die Farbe von grün zu dunkelbraungrün: wird sie sepiafarben, so verlangsamt sich die Wirkung so sehr, daß man die Lösung besser erneuert. Die verschiedenen Stähle erfordern verschiedene Mengen an Ätzlösung, grob geschätzt reicht 1 l FRYsches Ätzmittel Nr. 4 für 200 cm² Schlifffläche. Bei sehr langer Ätzdauer gehen feinere Einzelheiten gänzlich verloren, es können aber nach einwöchiger Ätzdauer Reliefbildungen von mehr als 1 mm erzielt werden. Mit diesem FRYschen Ätzmittel hat JEVONS bei einer Ätzdauer von 60—80 Stunden gute Ätzungen erzielt,

Voraussetzung dabei ist, daß das Bad immer gut bewegt wird. JEVONS findet keine Vorteile im Abreiben der Schlifffläche mit Kupferchlorid nach dem Ätzen.

γ) Nach WAZAU ist es vorteilhafter, die Probe zunächst 20 min bis 3 Stunden in kalter, konzentrierter Salzsäure zu ätzen, die Ätzdauer hängt von der chemischen Zusammensetzung des zu ätzenden Werkstoffes ab, WAZAU fand im Zusammenhang mit diesen Versuchen, daß bei sehr niedrigen Temperaturen (wenn die Säure fast gefroren und die Ätzdauer entsprechend verlängert war) sehr feine Einzelheiten entwickelt werden können.

Nach der Salzsäureätzung wird die Probe in Wasser gespült und dann mittels einer Bürste mit dem FRYschen Ätzmittel behandelt, weil der Zutritt der Luft nach WAZAUS Erfahrungen eine wichtige Rolle spielt. Er fand in Übereinstimmung mit OBERHOFFER und TOUSSAINT, daß die durch die Ätzung entwickelten Einzelheiten um so feiner sind, je tiefer die Temperatur der Ätzlösung ist. Dadurch wird aber die Ätzdauer sehr verlängert, es ist deshalb besser, für gewöhnlich bei Zimmertemperatur zu ätzen.

WAZAU arbeitete mit etwas abgeänderten FRYschen Ätzlösungen und fand die folgende besonders geeignet, da sie sofort in Wasser abgespült werden kann, ohne Gefahr eines sich bildenden Kupferniederschlags:

Kupferchlorid.	45 g
Salzsäure.	180 cm ³
Wasser.	100 cm ³

Mit dieser Lösung werden auch etwas größere Gegensätze erzielt. Sind die geätzten Schliffflächen für die Photographie nicht deutlich genug, so bleiben sie an der Luft liegen, um etwas zu rosten. Danach werden sie mit feinem Schmirgelpapier leicht abgeschmirgelt.

Für die Vorbereitung der Proben genügt ein Schleifen auf feinem Schmirgelsstein und ein darauffolgendes Ätzen von wenigen Minuten in verdünnter Säure. Dieses Verfahren erübrigt das zeitraubende Feilen und Schleifen.

δ) Ein Ätzmittel, das ebenfalls die Kraftwirkungslinien entwickelt und neben Kupferchlorid Nickelchlorid enthält, wird von D'HUART mitgeteilt:

E. Zusammenstellung der kupfer-

	HEYN	HUM-FREY	ADLER	WHITELEY	DICKENSON	ROSENHAIN u. HAUGHTON	STEAD 1	STEAD 2	COMSTOCK
Wasser cm ³	1000	1000	25	1000	1000	1000	—	200	—
Alkohol cm ³	—	—	—	—	—	—	bis 1000	1000	250
Kupferchlorid, krist. . g	—	—	—	1,2	6	1	10	50	2,5
Kupferammonchlorid. g	80	120	3	—	—	—	—	—	—
Eisenchlorid. g	—	—	15	200	80	30	—	—	—
Salzsäure, konz. . . . cm ³	—	50	50	100	80	100	21	10	5
Zinnchlorür g	—	—	—	—	—	0,5	—	—	—
Magnesiumchlorid . . g	—	—	—	—	—	40.	40	40	10
Pikrinsäure g	—	—	—
Nickelnitrat, krist. . . g	—	—	—
Nickelchlorid, anhydr. g	—	—	—
Chromsäure, krist. . . g	—	—	—

F. Zusammenstellung makroskopischer Gefügeerscheinungen von Eisenlegierungen und der zum Nachweis dienenden Ätzverfahren.

Nach „Metals Handbook“ 1939.

Anwendung	Zusammensetzung des Ätzmittels	Probenvorbereitung, Ausführung,	Aufschlüsse, Wirkung
Allgemeingefüge.	25% Salpetersäure in Wasser.	B bei Raumtemperatur.	Allgemeine Gefügeentwicklung.
Allgemeingefüge.	2 Teile konz. Schwefelsäure, 1 Teil konz. Salzsäure, 3 Teile Wasser (SAUVEUR).	A 30 min in der fast kochenden Lösung.	Allgemeingefüge und Fehler.
Allgemeingefüge.	25 cm ³ dest. Wasser, 3 g Kupferammonchlorid, 50 cm ³ konz. Salzsäure 1,19, 15 g Eisenchlorid (ADLER).	B bei Raumtemperatur.	Grobkorn, Anlaßzonen, Rückkristallisation, Kraftwirkungslinien besonders für Schweißungen.
Allgemeingefüge.	5 Teile Salzsäure 1,14, 1 Teil Schwefelsäure 1,83, 4 Teile Wasser (YATSEVITCH).	B 10—60 min in der kochenden Lösung.	Allgemeingefüge und Fehler.
Allgemeingefüge.	500 cm ³ Salzsäure, 70 cm ³ Schwefelsäure, 180 cm ³ Wasser (KESHIAN).	A fast kochend, 1—2 Stunden.	Gute Übersichtsätzung.
Einsatzhärtung. Einschlüsse.	5% Salpetersäure in Alkohol. 10% Schwefelsäure in Wasser (KESHIAN).	B bei Raumtemperatur. B für große Flächen, 24 Stunden kalt.	Tiefe d. Einsatzhärtung. Einschlüsse, Undichtigkeit, Lunker, Gasblasen.
Einschlüsse.	10—20% Schwefelsäure in Wasser (KESHIAN).	A heiß.	Sulfideinschlüsse.
Entkohlung.	5% Salpetersäure in Alkohol.	C bei Raumtemperatur.	Entkohlte Zone hell.
Faserverlauf.	10—20% Ammoniumper-sulfat in Wasser (CZOCHE- RALSKI).	B mit frisch angesetzter Lösung 30 sec ätzwaschen	Faserverlauf und Korn-flächenätzung.
Fehler.	10% Schwefelsäure in Wasser (KESHIAN).	B für große Flächen, 24 Stunden kalt.	Undichtigkeit, Lunker, Gasblasen, Einschlüsse.
Fehler.	2 Teile konz. Schwefelsäure, 1 Teil konz. Salzsäure, 3 Teile Wasser (SAUVEUR).	A fast kochend, wenigstens 30 min.	Allgemeingefüge und Fehler.
Gasblasen.	10% Schwefelsäure in Wasser (KESHIAN).	B für große Probestflächen, 24 Stunden kalt.	Einschlüsse, Gasblasen, Undichtigkeit, Lunker.
Härtetiefe.	5% Salpetersäure in Alkohol.	B feingeschliffen, Raumtemperatur.	Härtetiefen gehärteter Stahlproben.
Härtetiefe.	50% Salzsäure in Wasser (KESHIAN).	B 2—5 min heiß in Wasser abwaschen, danach in verdünntem Ammoniak in dünnflüssiges Mineralöl tauchen, mit Lappen abreiben und mit Gebläse trocknen.	Durchhärtung bei Kohlenstoffstählen, deutlicher Unterschied zwischen martensitischen und troostitischen Zonen.
Karbidseigerungen.	2% Salpetersäure in Alkohol, 5% Salpetersäure in Alkohol für Schnell-arbeitsstahl.	C polierte Längsschnitte für Schnellarbeitsstahl ätzen, bis Grundmasse dunkel erscheint.	Karbidseigerungen, besonders in Schnell-arbeitsstählen.

Abkürzungen: A = gesägte oder spanabhebend bearbeitete Oberfläche, B = geschliffene Fläche, C = polierte Fläche.

Anwendung	Zusammensetzung des Ätzmittels	Probenvorbereitung, Ausführung	Aufschlüsse, Wirkung
Kohlenstoff und Phosphorseigerungen.	1 Teil Kupferammonchlorid 12 Teile Wasser (HEYN).	C feingeschliffene, saubere Probenflächen 1 min ätzen, in Wasser abspülen und Kupferbelag abreiben.	Kohlenstoff- und Phosphorseigerung.
Kontrastätzung (Kornflächen).	1 Teil Jod, 2 Teile Jodkalium, 10 Teile Wasser.	Bei B Raumtemperatur.	Verstärkung der Gegensätze.
Korngröße (Kornflächen).	10—20% Ammoniumpersulfat in Wasser (CZOCHEWALSKI).	B mit frisch zubereiteter Lösung 1—2 min ätzen, waschen bei Raumtemperatur.	Kornflächenätzung und Faserverlauf.
Korngröße (Kornflächen).	1,5 g Kupferchlorid, 30 cm ³ Salzsäure, 95 cm ³ Wasser, 30 cm ³ Äthylalkohol (FRY 1).	C sorgfältig polieren.	Gute Korngegensätze.
Kraftwirkungslinien.	25% Schwefelsäure in Wasser.	B 8—16 Stunden, kalt.	Tannenbaumgefüge und Kraftwirkungslinien.
Kraftwirkungslinien.	50% Salzsäure in Wasser.	A heiß.	Kraftwirkungslinien.
Lunker und Undichtigkeit.	10% Schwefelsäure in Wasser (KESHIAN).	B für große Flächen, 24 Stunden kalt.	Lunker, Undichtigkeit, Gasblasen, Einschlüsse.
Phosphorseigerungen.	12 g Kupferchlorid, 40 g Nickelnitrat, krist. 48 g Eisenchlorid, 96 cm ³ Wasser (CANFIELD).	C 90 sec und länger.	Phosphorseigerungen.
Phosphorseigerungen.	1 g Kupferchlorid, 0,5 g Zinnchlorür, 30 g Eisenchlorid, 50 cm ³ Salzsäure, 500 cm ³ dest. Wasser, 500 cm ³ Äthylalkohol (OBERHOFFER).	C sorgfältig polieren, gründlich abtrocknen.	Kupferniederschlag auf Beimengungen enthaltenden Ferrit, gute gleichmäßige Ätzung ohne Tiefenwirkung.
Phosphorseigerungen.	0,5% Pikrinsäure in Wasser (LE CHATELIER).	C bei Raumtemperatur, bis Fleckenbildung auftritt	Ungleiche Fleckenbildung zeigt Phosphorseigerung an.
Phosphorseigerungen.	30 g Eisenchlorid, 100 g Salzsäure, 1 g Kupferchlorid, 0,5 g Zinnchlorür, 1000 cm ³ Wasser (ROSENHAIN und HAUGHTON).	Polieren wie für mikroskopische Untersuchungen, 10 sec bis 2 min in kalter Lösung.	Phosphorseigerungen.
Phosphorseigerungen.	50 g Kupferchlorid, 40 g Magnesiumchlorid, krist. 10 cm ³ konz. Salzsäure, 1000 cm ³ Äthylalkohol, 200 cm ³ Wasser (STEADSCHE Lösung Nr. 2).	C 1 min.	Phosphorseigerungen. Für P-reiche Stähle.
Phosphorseigerungen.	10 g Kupferchlorid, 40 g Magnesiumchlorid, 20 cm ³ Salzsäure, 1000 cm ³ Äthylalkohol (STEADSCHE Lösung Nr. 1).	C Salze in etwas heißem Wasser lösen, dann Alkohol zusetzen, tropfenweise auf die polierte Fläche träufeln.	Nicht von Kupferniederschlag bedeckte Stellen zeigen Phosphorseigerung an. Für P-arme Stähle.

Abkürzungen: A=gesägte oder spanabhebend bearbeitete Oberfläche, B=geschliffene Fläche, C=polierte Fläche.

Anwendung	Zusammensetzung des Ätzmittels	Probenvorbereitung, Ausführung	Aufschlüsse, Wirkung
Phosphorseigerungen.	40 g Kupferchlorid, 200 cm ³ Salzsäure, 400 cm ³ Wasser, 200 cm ³ Äthylalkohol	C Probe sorgfältig polieren.	Phosphorseigerungen.
Risse.	5% Salpetersäure in Alkohol.	B 1/2 Stunde bei Raumtemperatur.	Ermüdungs-, Härte- und Schleifrisse.
Risse.	Petroleum und Schlämmeerde.	B Probenfläche mit Petroleum abwaschen und mit Schlämmeerde bestreichen, trocknen lassen.	Ermüdungs-, Härte- und Schleifrisse.
Risse.	120 g Kupferammoniumchlorid, 50 cm ³ konz. Salzsäure, 1000 cm ³ Wasser (HUMFREY).	Zuerst mit neutraler Lösung ätzen, um Maschinenspuren zu beseitigen, 20—30 min kalt.	Starke Reliefbildung, Tannenbaumgefüge, auch Ribbildung.
Korrosionsprobe.	3% Kupfersulfat, 10% Schwefelsäure, 87% dest. Wasser (STRAUSS).	B (Schmirgel 120 min) Proben der Abmessungen 12,7 × 25,4 × 100 werden auf etwa 675° C erhitzt, danach 72 Stunden in der Kupferchloridlösung gekocht. Beim nachfolgenden Biegen um 180° C zeigt Ribbildung Karbidabscheidung in den Korngrenzen an.	Als Maß für interkristalline Korrosion bei V 2 A-Stahl.
Schwefelseigerungen (Sulfide).	10—20% Schwefelsäure in Wasser.	A heiß.	Sulfideinschlüsse.
Schwefelseigerungen.	Halbmattes photographisches Bromsilberpapier wird mit 2proz., wässriger Schwefelsäure getränkt. Die Schichtseite wird 1—2 min gegen die geschliffene Probenfläche gepreßt, Papier abwaschen, in Natriumthiosulfat fixieren, gründlich wässern und trocknen (BAUMANN).	Die braun gefärbten Stellen des Papierabdruckes entsprechen der Verteilung des Schwefels.	Verteilung der Sulfide
Schienenquerschnitte.	9 Teile Salzsäure, 3 Teile Schwefelsäure, 1 Teil Wasser (WARING u. a.).	A fest kochend, 2 Stunden.	Für Schienenquerschnitte.
Schweißprüfung.	50% Salzsäure in Wasser.	A bei Untersuchung sehr großer Flächen kann die zu untersuchende Stelle mit einem Paraffindamm abgegrenzt werden.	Untersuchung von Schweißnähten.
Schweißprüfung. Seigerungen.	s. Allgemeingefüge (ADLER). 3% Pikrinsäure in Äthylalkohol.	B 4—5 Stunden bei Raumtemperatur.	Seigerungen.

Abkürzungen: A = gesägte oder spanabhebend bearbeitete Oberfläche, B = geschliffene Fläche, C = polierte Fläche.

Anwendung	Zusammensetzung des Ätzmittels	Probenvorbereitung, Ausführung	Aufschluß, Wirkung
Seigerungen.	1 g Pikrinsäure, 1 Tropfen konz. Salzsäure in 25 cm ³ Alkohol (HÜTTE).	B heiß.	Seigerungen.
Seigerungen.	10—15% Salpetersäure in Wasser oder Alkohol (KESHIAN).	B Raumtemperatur.	Starke Seigerungen.
Seigerungen.	5% Salpetersäure in Wasser (LEITHEM).	B 30 min Oberfläche erscheint nach dem Ätzen schwarz.	Seigerungen in niedrig gekohlten Stählen und Chrom-Nickel-Stählen mit niedrigem C-Gehalt.
Seigerungen.	2—10% Salpetersäure in Wasser (Iron Steel Inst. Res. Com.).	Vorätzen mit schwacher Säure zur Entfernung von Maschinenspuren, dann Säurezusatz erhöhen zur Gefügeentwicklung.	Seigerungen in Gußblöcken und großen Proben.
Seigerungen.	10 g Kupferchlorid, 5 g Pikrinsäure, 13—25 cm ³ Salzsäure, 100 cm ³ Wasser, 1000 cm ³ Äthylalkohol (LE CHATELIER).	B für elektrolytisches Ätzen geeignet.	Seigerungen.
Tannenbaumgefüge.	2 Teile konz. Schwefelsäure, 1 Teil konz. Salzsäure, 3 Teile Wasser (SAUVEUR).	A fast kochend, wenigstens 30 min.	Allgemeingefüge und Fehler.
Tannenbaumgefüge.	25% Schwefelsäure in Wasser.	B 8—16 Stunden, kalt.	Tannenbaumgefüge und Kraftwirkungslinien.
Tannenbaumgefüge.	40 g Eisenchlorid, 3 g Kupferchlorid, 40 cm ³ Salzsäure, 500 cm ³ Wasser (DICKENSON.)	B vorätzen mit 10% Salpetersäure.	Tannenbaumgefüge.
Verformung.	90 g Kupferchlorid, 120 cm ³ Salzsäure, 100 cm ³ Wasser (FRY 4).	Kupfer wird nicht abgeschieden, Probe 30 min auf 200—300° C erhitzen, dann 1—3 min ätzen und gleichzeitig die Oberfläche mit Kupferchloridkristallen reiben. Nachspülen in 50% Salzsäure oder Alkohol.	Kraftwirkungslinien.
Verformung.	6 g Kupferchlorid, 6 g Eisenchlorid, 10 cm ³ Salzsäure, 100 cm ³ Äthylalkohol (MEYER u. EICHHOLZ).	B Probe auf 200° C erhitzen und in die Ätzlösung tauchen.	Kraftwirkungslinien.
Weichfleckigkeit.	5% Salpetersäure in Alkohol.	B Raumtemperatur.	Zerstörungsfreie Probe für gehärteten Stahl.
Weichfleckigkeit.	50% Salzsäure in Wasser (KESHIAN).	B Raumtemperatur.	Weiche Flecken.
Weichhaut (siehe Entkohlung).			

Abkürzungen: A=gesägte oder spanabhebend bearbeitete Oberfläche, B=geschliffene Fläche, C=polierte Fläche.

V. Abdruckverfahren zum Nachweis des Schwefels und seiner Verteilung.

Die Verfahren zum makroskopischen Nachweis von Schwefel in Eisen und Stahl beruhen auf der Entwicklung von Schwefelwasserstoff aus den an der Schliffoberfläche liegenden Sulfideinschlüssen bei Einwirkung von Säuren. Dieser Schwefelwasserstoff wirkt auf Metallsalze, die auf einer geeigneten Unterlage mit der Schlifffläche in Berührung gebracht werden, unter Bildung einer bestimmten Färbung. Die verwendeten Salze sind Silber- und Quecksilbersalze, als Tragschicht dient Seide oder Gelatinepapier od. dgl.

A. Schwefelabdruckverfahren nach HEYN.

1906 wurde von HEYN ein Verfahren bekanntgegeben, das im Materialprüfungsamt fast gleichzeitig mit der Kupferammonchloridätzung ausgearbeitet wurde.

Auf eine glattgefeilte, sonst nicht weiter bearbeitete Probestfläche wird ein Stück Seide gelegt und mittels einer Bürste oder etwas Watte mit folgender Lösung angefeuchtet:

Quecksilberchlorid.	10 g
Salzsäure.	20 cm ³
Wasser.	100 cm ³

An Stellen, wo sich in der Schlifffläche Sulfideinschlüsse befinden, wird Schwefelwasserstoff entwickelt und in Verbindung mit Quecksilberchlorid schwarzes Schwefelquecksilber abgeschieden, das in der Seide festgehalten wird. Für gewöhnlich genügt es, die Seide 4—5 min in Berührung mit der Schliffprobe zu lassen. Bei starker Wasserstoffentwicklung bilden sich leicht Blasen unter der Seide, diese müssen sorgfältig mit der in frischer Lösung getränkten Bürste niedergedrückt werden. Während der ganzen Versuchsdauer muß die Seide in enger Berührung mit der Probe gehalten und die schwächer werdende Lösung durch Überbürsten mit frischer Lösung erneuert werden.

Nach beendetem Versuch wird die Seide abgenommen und in Wasser gewaschen. Wird letzteres mit Sorgfalt vorgenommen, so bleibt das Schwefelquecksilber in der Seide haften, ohne das etwas verlorenght. Die Seidenprobe stellt nun ein getreues Spiegelbild der schwefelreichen Stellen der Schlifffläche dar. Neben dem schwarzen Quecksilbersulfid auftretende gelbe Flecke wurden als Quecksilberphosphid angesehen (vgl. S. 95).

B. Verfahren nach ROYEN und AMMERMANN.

Das HEYNSche Verfahren ist von ROYEN und AMMERMANN dadurch verbessert, daß Gelatinepapier an Stelle von Seide benutzt wird. Das Papier wird 2 min in der HEYNSchen Lösung eingeweicht und oberflächlich getrocknet, dann auf die Schlifffläche gelegt und durch 1—2maliges Überstreichen (nicht öfter) mit einem festen Pappstreifen angedrückt.

Die Einwirkungsdauer beträgt 2—3 min. Dann wird das Papier abgezogen und mit Watte unter Wasser sorgfältig abgewaschen, um den sich für gewöhnlich bildenden schwarzen Niederschlag zu entfernen. Danach wird 1 Stunde in fließendem Wasser gewässert und in der üblichen Weise getrocknet, wobei auch eine Hochglanzpresse benutzt werden kann.

Zur Ausführung der Versuche kann ausfixiertes Bromsilberpapier oder ein von Bayer, Leverkusen, für diesen Zweck hergestelltes Gelatinepapier benutzt werden. Versuchsfertiges Papier kann man sich dadurch herstellen, daß man eine größere Menge in der Quecksilberchloridlösung tränkt, trocknet und auf Vorrat legt. Vor der Verwendung braucht das Papier dann nur in verdünnter Salzsäure eingeweicht zu werden (20 cm³ Salzsäure, sp. G. 1,12 in 100 cm³ Wasser).

VAN ROYEN und AMMERMAN schlagen vor, dieses Verfahren als „Schwefelabdruck“ und das weiter unten beschriebene Verfahren nach BAUMANN als „Baumann-Abdruck“ zu bezeichnen. Es wird ferner empfohlen, zuerst einen „Baumann-Abdruck“ herzustellen und nach Abschleifen der Oberfläche einen „Schwefel-Abdruck“ und die beiden Ergebnisse zu vergleichen. Der Schwefelabdruck stimmt in jeder Hinsicht mit dem ursprünglichen HEYNSchen Verfahren überein, ist aber klarer und schärfer als die Abdrücke auf Seide.

NISSNER weist mittels der FEIGLschen Jod-Azidreaktion nach, daß das Auftreten gelber Flecke bei diesem Verfahren kein Beweis für Phosphorserigerungen ist, daß die Gelbfärbung beim Quecksilberchloridabdruck vielmehr von der Bildung von Quecksilbersulfosalzen herrührt, die sich an Stellen geringer Schwefelkonzentrationen bilden.

Nach FEIGL reagieren sowohl lösliche als auch unlösliche Sulfide mit einer Lösung, die gleichzeitig Natriumazid und Jod enthält, augenblicklich unter Jodverbrauch und lebhafter Stickstoffentwicklung. Quecksilbersulfosalze bewirken durch das in ihnen enthaltene Quecksilbersulfid gleichfalls diese Jod-Azidreaktion, Quecksilberphosphid ist dagegen ohne Einwirkung.

Zur Ausführung der Jod-Azidreaktion sind folgende Lösungen erforderlich:

1. Jod-Azidlösung.

1,3 g Natriumazid werden in 100 cm³
ⁿ/₁₀-Jodlösung (12,69 g J mit 20—24 g
 KJ in 1 l Wasser) gelöst. Die Lösung ist dann in bezug auf Jod ¹/₁₀-,
 auf Natriumazid ¹/₅normal.

2. Salzsäure Quecksilberchloridlösung.

10 g Quecksilberchlorid,
 20 cm³ Salzsäure (sp. G. 1,124),
 100 cm³ Wasser.

Gelatinepapier ist vor der Verwendung mit Jod-Azidlösung zu prüfen, um Abwesenheit von Schwefelverbindungen im Papier festzustellen.

Ausführung des Verfahrens:

Nachdem ein Schwefelabdruck nach dem von VAN ROYEN und AMMERMAN beschriebenen Verfahren hergestellt ist, wird dieser gründlich gewässert, da sonst noch vorhandenes Quecksilbersalz die Reaktion durch Bildung von Quecksilberjodid beeinträchtigt. Der Abdruck wird mit Filterpapier vorsichtig von der anhaftenden Wassermenge befreit und bei Raumtemperatur getrocknet. Auf die zu prüfende Stelle des Abdrucks wird mit einer kleinen Pipette ein Tropfen Jod-Azidlösung gebracht. Bei Anwesenheit von Sulfiden bzw. Quecksilbersulfosalzen erfolgt sofort Blasenbildung, die mit unbewaffnetem Auge gut erkennbar ist. Nach 3—4 min haben sich große Blasen gebildet, die über dem Papier lagern.

Die Jod-Azidlösung auf dem Papier kann auch nach einer Einwirkung von 5 min mit einem Tropfen Ammoniak versetzt werden. Hierbei erfolgt an schwefel-

freien Stellen eine schwarze Abscheidung von Jodstickstoff. An schwefelhaltigen Stellen entsteht infolge Jodverbrauch eine Aufhellung, und eine Jodstickstoffbildung kann wegen der Jodverarmung nicht mehr erfolgen. Bei sehr hohem Schwefelgehalt kann eine vollständige Entfärbung des aufgetragenen Tropfens eintreten, die Bläschen sind aber trotzdem deutlich erkennbar.

Das Verfahren der Jod-Azidreaktion ist auch für Bromsilberpapierabdrucke nach dem Baumann-Verfahren anwendbar.

In Übereinstimmung mit NIESSNER stellen VAN ROYEN und AMMERMAN in einer späteren Arbeit fest, daß die Gelbfärbung im Quecksilberchloridabdruck in erster Linie dem Quecksilbersulfosalz zuzuschreiben ist. Eine unter Umständen von Phosphor herrührende Gelbfärbung ist so schwach, daß sie gegen die Färbung des Quecksilbersulfosalzes nicht ins Gewicht fällt. Die Stärke der durch Schwefel bedingten Gelbfärbung ist abhängig von Größe und Verteilung der Sulfideinschlüsse. Ein neues von VAN ROYEN und AMMERMAN entwickeltes Verfahren, das nachstehend beschrieben wird, spricht ausschließlich auf Schwefel an. Die Ergebnisse sind in manchen Fällen dem Baumann-Abdruck und dem Quecksilberchloridabdruck überlegen.

25 g Kadmiumazetat werden in 200 cm³ konz. Essigsäure gelöst und mit Wasser auf 1000 cm³ aufgefüllt. Kurz vor Gebrauch wird die Lösung mit einer 5proz. wässrigen Schwefelsäurelösung im Verhältnis 1:1 gemischt.

Gelatinepapier wird mit der Lösung getränkt und 2–3 min auf die Probenfläche gepreßt, danach wird es abgezogen und nach Abspülen in Wasser in eine saure Kupfersulfatlösung getaucht (120 g Kupfersulfat, 120 cm³ konz. Schwefelsäure, 880 cm³ Wasser). Nach dieser Behandlung wird das Papier 1 Stunde in fließendem Wasser gewässert und getrocknet. Die Verteilung der Sulfideinschlüsse erscheint in Form gelber Kadmiumsulfidniederschläge auf dem Gelatinepapier, diese sind nach dem Abziehen des Abdruckes oft nur schwach; durch die Behandlung mit saurer Kupfersulfatlösung wird das gelbe Kadmiumsulfid in braunes Kupfersulfid umgewandelt und erscheint dunkelbraun.

C. Das Baumann-Verfahren.

BAUMANN veröffentlichte dieses Verfahren im Jahre 1906, kurz nach HEYNS erster Mitteilung. Die kurze Beschreibung lautete folgendermaßen:

Ein einfaches Verfahren zum Nachweis von Stellen mit Schwefelanreicherungen in einer Schlißfläche beruht auf der Einwirkung von Säure auf den Werkstoff und der Wirkung des sich bildenden Schwefelwasserstoffs auf Silbersalze. Gewöhnliches photographisches Entwicklungspapier wird bei Tageslicht mit verdünnter Schwefelsäure getränkt und leicht abgetupft. Dann wird es sorgfältig mit der Schichtseite gegen eine vorgeschliffene und entfettete Probe gepreßt und nach einiger Zeit abgezogen. Auf dem so erhaltenen Abdruck erscheinen die schwefelhaltigen Stellen dunkel, während schwefelfreie Gebiete weiß bleiben oder ganz leicht getönt werden. Das Papier wird in der gewöhnlichen Weise fixiert und gewässert. Man kann von derselben Schlißfläche mehrere Abdrucke herstellen (sie werden jedoch weniger kräftig als der erste Abdruck) und bei Tageslicht arbeiten.

In der Folge ergaben sich lebhafte Erörterungen hinsichtlich der Vorteile des BAUMANNschen Verfahrens gegenüber dem HEYNSchen [BAUMANN, HEYN,

BAUER, OBERHOFFER (4); OBERHOFFER und KNIPPING u. a.]. Nachstehend ein Auszug aus dem Ergebnis dieser Erörterungen, vervollständigt durch Erfahrungen von BERGLUND.

1. Ausführung des Baumann-Verfahrens. Das photographische Papier soll möglichst dünn sein, damit es sich der Schlißfläche leicht anschmiegt. Glänzendes Papier ergibt schärfere Abdrücke, ist aber schwerer zu handhaben, weil es besonders bei kleinen Proben sehr leicht auf der Schlißfläche verrutscht. Es empfiehlt sich deshalb, ein mattes Papier mit glatter Schicht zu verwenden (hart arbeitendes Bromsilberpapier ist für Baumann-Proben sehr geeignet).

Das Papier wird etwa 2 min in verdünnter Schwefelsäure eingeweicht. Bei kürzerer Dauer saugt es nicht genügend Flüssigkeit auf, bei längerer quillt die Gelatine zu sehr und gleitet auf der Schlißfläche.

Nachdem das Papier aus der Säurelösung genommen ist, wird es mit der Schichtseite nach oben auf eine Glasplatte oder eine andere flache Unterlage gelegt; den Überschuß an Flüssigkeit läßt man durch ein kurzes Schräghalten der Unterlage ablaufen. Dann wird die Schichtseite mit einem in Wasser ausgedrückten Waschleder oder einem Schwamm leicht abgetupft, so daß keine Feuchtigkeit außer der in der Schicht enthaltenen mehr vorhanden ist. Danach wird das Papier von der Unterlage abgezogen und mit der Schichtseite auf die vorgeschliffene Probe gelegt. Bei kleinen Proben von wenigen Quadratcentimetern Fläche ist es am einfachsten, die Probe in die Hand zu nehmen und das Papier mit dem Daumen fest dagegen zu pressen. Mittelgroße Proben kommen mit der geschliffenen Fläche nach oben auf eine feste Unterlage, das Papier wird daraufgelegt und mit der Handfläche oder einem zusammengeballten Tuch oder Wolle fest angeedrückt. Wie beim Verfahren nach VAN ROYEN und AMMERMAN leistet beim Andrücken auch die Kante eines Pappstreifens oft ausgezeichnete Dienste.

Bei großen Probeflächen, z. B. den Querschnitten ganzer Gußblöcke, ist es zweckmäßig, das Papier auf eine Rolle od. dgl. aufzuwickeln. Der Anfang wird durch Festklemmen unter eine Schmalseite der Probe befestigt, worauf das Papier auf der Fläche abgerollt wird. Hierbei dient ein weicher Rollquetscher aus Gummi zum Anpressen des Papiers gegen die Probefläche und zum Entfernen aller Luftblasen. Es ist zu beachten, daß das Papier während des Abdrucks in engster Berührung mit der ganzen Schlißfläche bleibt.

Infolge der Wasserstoffentwicklung bilden sich leicht Gasblasen zwischen Papier und Probe und heben an diesen Stellen das Papier ab. Diese Blasen müssen sogleich zur nächsten Kante hingestrichen werden. Allenfalls kann man das Papier mit einer Nadel durchstechen. Ist eine längere Berührungsdauer erforderlich, so kann die Rückseite des Papiers mit der vorher benutzten Schwefelsäurelösung oder auch mit Wasser angefeuchtet werden, damit das Papier nicht aufdrocknet und nach Möglichkeit fest haften bleibt. Bei Probeflächen normaler Größe kann durch eine Schlißpresse oder auch eine Brinellpresse eine sehr enge Berührung zwischen Papier und Probe hergestellt werden. Auf diese Weise werden außerordentlich scharfe und klare Abdrucke erhalten, aber es erfordert einige Übung, um dahin zu gelangen. Durch zu starken Druck wird die Gelatine gequetscht und das Papier klebt, bei zu geringem Druck bilden sich Gasblasen und verhindern die Berührung an diesen Stellen.

Nach etwa 2 min wird das Papier sorgfältig abgehoben. Sollte es festkleben, so werden Papier und Probe in Wasser gelegt, und in der Regel läßt sich dann bei einiger Vorsicht das Papier abheben. Es ist auch darauf zu achten, daß die Probe beim Auflegen des Papiers nicht über Raumtemperatur warm ist, da sonst das Papier unfehlbar klebenbleibt und nicht zu entfernen ist.

Das abgelöste Papier wird 5—10 min gewässert mit neutralem Fixierbad behandelt. Saures Fixierbad greift das gebildete Schwefelsilber bis zu einem gewissen Grade an. Das dem Fixieren folgende Waschen und Trocknen wird in derselben Weise wie bei photographischen Abzügen vorgenommen.

H. BAARS, A. PRILL und M. WERNER verwenden ein besonderes Bromsilber-Transparentpapier zur Herstellung von Baumann-Abdrucken. Von dem Abdruck wird durch Kontaktverfahren mit dem gleichen Transparentpapier ein Negativ hergestellt, das zur Vervielfältigung auf Gaslichtpapier dient.

Die Klarheit des Bildes wird durch das mitkopierte Papierkorn des Transparentpapiers etwas beeinträchtigt, in den meisten Fällen wird sie jedoch ausreichend sein. Nach DEARDEN kann die Durchsichtigkeit des Papiers durch Einreiben der Rückseite des getrockneten Abdrucks und des Negativabdrucks mit Schreibmaschinenöl verstärkt werden. Um die vom Negativ hergestellten Schwarzweißabdrucke dem ersten Baumann-Abdruck möglichst anzugleichen, kann eine Braunfärbung der Abzüge vorgenommen werden.

2. Vorbereitung der Proben. Baumann-Abdrucke können sehr gut von ziemlich rauhen Schlißflächen genommen werden, d. h. von einfach gefeilten oder sonst vorgeschlichteten Proben. Je mehr Einzelheiten der Abdruck zeigen soll, um so feiner muß die Vorbereitung der Probenfläche sein. Das Schleifen muß dann mit einiger Sorgfalt erfolgen, damit die leicht ausbröckelnden Sulfide nicht herausfallen und ein Abdruck erzielt wird, der ärmer an Sulfiden ist, als es der Wirklichkeit entspricht. Dagegen ist es nicht ratsam, die Proben zu polieren, weil dann das Papier zu sehr auf der Schlißfläche gleitet. Diese muß sehr sauber und fettfrei sein, bevor das Papier aufgelegt wird.

Spanabhebend bearbeitete Probeflächen lassen oft die Spuren der Bearbeitung auf dem Baumann-Abdruck erkennen, wenn die Probe dabei eine beträchtliche Kaltbearbeitung erfuhr.

3. Verdünnungsgrad der Schwefelsäurelösung. In den Schrifttumsangaben werden Schwefelsäurelösungen mit 1—10% genannt. Ein zu niedriger Gehalt an Schwefelsäure birgt Gefahr, daß durch Einwirkung von Eisen metallisches Silber ausgefällt wird. Ein mit Wasser befeuchtetes photographisches Papier wird deshalb geschwärzt, wenn es längere Zeit in Berührung mit reinem Eisen gebracht wird. Chlorsilber wird leichter reduziert und besser geschwärzt als Bromsilber. Stärkere Lösungen mit etwa 10% Schwefelsäure wirken leicht zerstörend auf die Gelatineschicht und machen sie locker und schlüpfrig. Eine 5proz. Lösung wird als die bestgeeignete empfohlen, weil sie keine Schwierigkeiten der vorerwähnten Art hervorruft. Bei stark schwefelhaltigen Proben kann die Säurelösung etwas verdünnter sein.

4. Einwirkungsdauer. Die Einwirkungsdauer schwankt zwischen 1—10 min. Es wird oft empfohlen, sie im umgekehrten Verhältnis nach dem Schwefelgehalt der Probe zu bemessen. So wird von der A.S.T.M. eine Berührungsdauer von 6 min bei einem Schwefelgehalt von 0,028% S und 45 sec bei 0,18% Schwefel

empfohlen. Nach den Erfahrungen von BERGLUND scheint es jedoch am besten, bei Betriebsproben immer eine Zeit von 3—4 min einzuhalten, und davon nur in Ausnahmefällen abzugehen. Auf diese Weise lassen sich leichter vergleichbare Ergebnisse erzielen.

Bei der Herstellung von Schwefelabdrucken ganzer Gußblockquerschnitte ist in der Regel eine längere Berührungsdauer erforderlich, weil in solchen Fällen Papier und Probe nicht so festhaftend verbunden sind wie bei kleineren Probe-flächen. 10 min werden für gewöhnlich als ausreichend erachtet.

5. Auswertung. Der von den in der Schlißfläche liegenden Sulfideinschlüssen entwickelte Schwefelwasserstoff wirkt örtlich auf das Bromsilberpapier. Es findet jedoch immer eine gewisse Ausbreitung in der Gelatineschicht statt und die geschwärzten Stellen im Papier werden bei kleinen Teilchen etwa das 5—10fache der wahren Größe der Sulfideinschlüsse ausmachen. Bei der Betrachtung von Baumann-Abdrucken bei schwachen Vergrößerungen können die einzelnen kleinen geschwärzten Stellen deutlich unterschieden werden, während dem unbewaffneten Auge oft nur eine gleichmäßige Schwärzung einer größeren oder kleineren Fläche erkennbar ist. PRIMOSE nimmt an, daß die Teilchen, die mittels der Baumann-Probe zum Abdruck gelangen, selten mehr als 1—2% Schwefel enthalten. Proben mit Rissen oder Poren führen oft zu irrigen Ergebnissen, weil an diesen Stellen ein verstärkter Säureangriff erfolgt.

Beachtenswert ist der Unterschied in Zusammensetzung und Silbergehalt bei verschiedenen photographischen Papieren, wodurch der Grad der Schwärzung beeinflußt wird.

SCHOTTKY beobachtete, daß die Baumann-Abdrucke von Längs- und Querproben des gleichen Werkstoffes wesentliche Unterschiede aufwiesen. Die Querproben zeigten eine viel stärkere Schwärzung des Papiers als die Längsproben. Er bediente sich dieser Wirkung bei der Bestimmung der Walzrichtung in Walzplatten. — Die Frage, ob der Baumann-Abdruck nur Schwefel oder ebenso Phosphor anzeigt, ist dahin zu beantworten, daß unter gewöhnlichen Verhältnissen, was Werkstoff, Säuregehalt der Lösung, Papier und Anliedgedauer angeht, Schwefel in vorherrschendem Maße angezeigt wird. Nur in Ausnahmefällen beeinflußt der Phosphor das Ergebnis.

Ohne ergänzende Versuche ist es mit Hilfe der Baumann-Probe allein nicht möglich, die wahre Menge des angezeigten Schwefels zu bestimmen, da die Stärke der Färbung nicht vom Schwefel allein abhängt. Gleicher Schwefelgehalt gibt bei niedrigem Kohlenstoffgehalt hellere Abdrücke als bei höherem. Nach DURAND gilt das gleiche für Mangan. Je höher der Mangangehalt, um so dunkler der Baumann-Abdruck. Bei Nickel- und Chromstählen ist das Verfahren völlig ungeeignet, da es kein zuverlässiges Bild des Schwefelgehaltes gibt. Eine stark kalt bearbeitete Oberfläche gibt dunklere Abdrücke als eine nicht kaltbearbeitete.

Eine Probe mit hohem Schwefelgehalt gibt immer einen dunklen, kräftigen Abdruck. Umgekehrt bürgt ein dunkler Baumann-Abdruck keineswegs immer für hohen Schwefelgehalt, obwohl es in den meisten Fällen so sein wird.

L. NORTHCOTT stellte durch Vergleiche von übereinstimmenden Stellen in Schlißproben und Abdrucken bei 25facher Vergrößerung fest, daß die Schwefelabdrucke weniger und größere dunkle Stellen aufweisen, als der Einschlußmenge der Proben entspricht. Es ist möglich, bestimmte Stellen mit Einschlüssen auf

dem Abdruck wiederzuerkennen; dabei bewirkt Eisensulfid die stärkste Färbung. Von anderen Sulfiden mit heterogenem Aufbau sind solche, die Eisensulfid enthalten, ebenfalls wirksam, desgleichen eisensulfidreiche feste Lösungen, während Silikateinschlüsse keine Färbung erkennen lassen. Mangansulfide sind von geringerer Wirkung als Eisensulfide.

Die Stärke des Abdrucks ist abhängig von der Zusammensetzung der Einschlüsse; auch der Säuregehalt des Papiers, das nicht zu trocken sein darf, spielt eine Rolle. Für direkten Vergleich zwischen Probe und Abdruck sind Abdrucke auf Film den Abdrucken auf Papier vorzuziehen.

NIEDENTHAL und BENNEK stellten beim Vergleich von Baumann-Abdrucken verschieden legierter Stähle fest, daß die Dunkelung der Abdrucke bei sonst gleicher Behandlung nicht allein von Menge und Verteilung und Zusammensetzung der ausgeschiedenen Sulfide, sondern auch von der Wärmebehandlung des Stahles und deren Einfluß auf die Anordnung der Sulfide abhängt.

6. Abdrucke auf photographische Platten oder Filme (DURAND, TICHY). 1924 stellte DURAND Baumann-Abdrucke auf photographischen Platten oder Filmen statt auf Bromsilberpapier her. Dieses Verfahren hat den Vorteil, daß der durchsichtige Abdruck auf die Schlißfläche gelegt und mit der Ätzung verglichen werden kann. TICHY stellte nach diesem Verfahren eine Reihe von Versuchen an und fand, daß die Deutlichkeit der Einzelheiten von der Beschaffenheit der Schlißoberfläche abhängt. Bei grob vorbereiteter Schlißfläche entsteht an den Stellen mit Sulfidansammlungen eine nicht scharf begrenzte Färbung. Bei feinerer Schlißvorbereitung erscheinen die Einzelheiten so klar, daß eine 50fache Vergrößerung des Abdrucks hergestellt und mit einem bei gleicher Vergrößerung aufgenommenen Gefügebild verglichen werden kann. Bei Überschreitung der bestgeeigneten Berührungsdauer leidet die Deutlichkeit, weil die Einzelheiten verschwimmen. Ein Werkstoff mit etwa 0,1% Kohlenstoff und 0,03% Schwefel gab einen guten Filmabdruck bei einer Berührungsdauer von 1 min und Verwendung einer 3proz. Schwefelsäurelösung.

7. Abdrucke von Bruchproben (ROGERS, PORTEVIN). ROGERS veröffentlichte 1912 ein Verfahren, nach dem auf einer weichen Abdruckplatte, die sich der Bruchoberfläche anpaßt, ein Baumann-Abdruck erhalten wird:

450 g Vaseline werden mit 50 g Wachs zusammengeschmolzen; eine ganz kleine Menge dieser Mischung wird mit Schlammkreide verarbeitet, so daß eine steife, zusammenhängende, bildsame Masse entsteht. Diese Masse wird auf etwa 2 mm Dicke ausgerollt. Plastilin ist für diesen Zweck zu weich und hat ungeeignete Farbe, kann jedoch, mit Schlammkreide vermischt, auch benutzt werden.

Die Bromsilberschicht wird folgendermaßen hergestellt:

I. 150 cm ³ Wasser	} bei etwa 43° C lösen	II. 50 cm ³ Wasser	} ebenfalls bei 43° C lösen		
15 g Gelatine		und		10 g Silbernitrat	
3 cm ³ 10proz. Salzsäure		} zusetzen,		} und mit Lösung I ver-	
8,4 g Bromkali				} mischen.	

Das Gemisch wird dann noch etwa $\frac{1}{4}$ Stunde bei 43° C gehalten und rascher Abkühlung und Erstarrung überlassen. Nach dem Festwerden wird die Masse zerteilt, in einem Stoffbeutel aus lockerem Gewebe aufgehängt und etwa 2 Stunden in fließendem Wasser gewässert. Danach wird der Beutel herausgenommen und zum Trocknen gehängt. Zuletzt wird die Masse ausgeschüttet und mit Zusatz

weiterer 15 g Gelatine nochmals durch mildes Erwärmen flüssig gemacht. Danach ist sie gebrauchsfertig.

Zum Auftragen auf die Bruchfläche wird eine ausgerollte Platte der plastischen Masse erwärmt (nicht über 40° C), auf der einen Seite mit Schlämmkreide eingestäubt und so lange sorgfältig abgerieben, bis alle Fettsuren entfernt sind. Die überschüssige Schlämmkreide wird abgestäubt und die silberhaltige Schicht auf die so vorbereitete Platte gegossen. Beim Ausbreiten derselben kann mit einem Glasstab oder auch durch Kippen der Unterlage nachgeholfen werden. Zuletzt wird die Platte waagrecht an einem staubfreien Ort zum Trocknen hingelegt. Zur Herstellung eines Baumann-Abdruckes wird die vorbereitete Platte 20—30 sec in einer Lösung von 100 cm³ Wasser, 1 cm³ Schwefelsäure und 5 g Alaun eingeweicht. Es ist darauf zu achten, daß die Oberfläche gut getränkt ist, bevor die Platte mit den Fingern gegen die Bruchfläche gedrückt wird. Das Ablösen erfolgt nach etwa 12 oder mehr Sekunden bei Stahl mit sehr niedrigem Schwefelgehalt. Bei großen Bruchflächen ist es besser, die Abdrucke in mehreren Abschnitten vorzunehmen. Fixiert wird in der üblichen Weise; da jedoch eine gewisse Gefahr des Abschwimmens der Silberschicht von der Unterlage besteht, genügt es gewöhnlich, ein paar Minuten vorsichtig zu wässern und dann zu trocknen. Lösung und Stahlprobe sollten nicht mehr als 20° haben, da sonst die Gelatine leicht weich wird. Es erfordert einige Übung, um die Technik dieser Abdrucke zu beherrschen.

Von Bruchflächen abgenommene Baumann-Drucke sind beträchtlich dunkler als solche von geschliffenen Flächen.

1919 versuchte PORTEVIN das ROGERSche Verfahren, machte aber die Erfahrung, daß die Schicht sich von der Unterlage trennte. Nach mehreren Versuchen mit anderen Unterlagen fand er, daß Hektographenmasse eine sehr geeignete plastische Grundlage bildete, von der sich die Schicht nicht ablöste. (Die bei Druckern erhältliche ROLLERSsche Masse ist wahrscheinlich noch besser.)

Plastische Masse	{	Gelatine (oder Leim)	1 Teil
		Wasser	2 Teile
		Glyzerin	4 Teile

Man läßt die Gelatine zuerst in Wasser quellen, löst sie dann im Wasserbad und setzt das Glyzerin zu. Um die Masse undurchsichtig zu machen, damit die Gegensätze im Abdruck stärker herauskommen, können 50% Bariumsulfat zugesetzt werden, Bromsilberschicht:

Lösung A	{	Wasser	30 cm ³
		Gelatine	3 g
		Salzsäure	1 Tropfen
		Bromkalium	1,6 g

Gelatine wird in Wasser in einem Wasserbad gelöst, danach werden Salzsäure und Bromkalium zugesetzt.

Lösung B	{	Wasser	15 cm ³
		Silbernitrat	2 g

Lösung B wird mit Lösung A verrührt und danach in einem großen Uhrglas oder einer flachen Glasschale für Photozwecke abgekühlt. Nach dem Festwerden wird die Masse mit einer Messerschneide aus Horn in etwa 1 cm breite Streifen geschnitten und diese werden gründlich gewässert. Dies geschieht am besten in

einem Teetopf aus Porzellan oder Steingut, der mit einem leichten Tuch bedeckt und mit der Tülle mittels Gummischlauch an die Wasserleitung angeschlossen wird. Waschkdauer bei dünnem Wasserstrahl etwa 12 Stunden; ist das Leitungswasser kalk- oder eisenhaltig, so muß destilliertes Wasser verwendet werden. Nach beendetem Waschen wird die Masse herausgenommen und abgetropft, von neuem im Wasserbad gelöst, wobei weitere 3 g Gelatine zugesetzt werden und schließlich auf die Unterlage aus Hektographenmasse gegossen. Sobald eine Fläche von der Größe der Probenoberfläche trocken ist, wird sie abgeschnitten und 2 min in 3proz. Schwefelsäurelösung eingeweicht. Danach wird die so vorbereitete Masse etwa 1 min gegen die Bruchfläche gedrückt.

VI. Elektrochemische Abdruckverfahren.

GLAZUNOV entwickelte ein elektrochemisches Abdruckverfahren, das sich zum Nachweis von Seigerungen und Schlackeneinschlüssen in Stahl verwenden läßt. Hierbei wird eine grob vorgeschliffene Probe auf ungeleimtes Papier (Filterpapier oder ein saugfähiges dünneres Papier) gelegt, das mit einer dem Werkstoff anzupassenden Salzlösung getränkt ist und als Elektrolyt dient. Die Salzlösung muß solche Ionen enthalten, die mit den Ionen des zu prüfenden Metalls einen farbigen Niederschlag bilden. Bei Stromdurchfluß erfolgt Ionenbildung zunächst an den unedleren Stellen der Probenoberfläche, wobei farbige Niederschläge an den entsprechenden Stellen im Papier gebildet werden. Seigerungen erscheinen auf dieser Art von Abdrucken meistens dunkel, Einschlüsse als helle Punkte.

Weitere Angaben über dieses Verfahren beruhen auf Erfahrungen von AMMERMAN und von HRUSKA.

Nach HRUSKA hat sich folgende Versuchsanordnung bewährt:

1. Glasplatte als Unterlage,
 2. darauf als Kathode dienende Metallplatte (bei Stahlproben aus Aluminium).
- Es ist ein Metall zu wählen, das sich dem Elektrolyten gegenüber neutral verhält,
3. darauf das zur Aufnahme des Abdruckes dienende Papier,
 4. zuoberst das Probestück mit der Schliifffläche gegen das Papier.

Die Probe wird mit dem positiven, die Metallplatte mit dem negativen Pol einer Batterie verbunden. Als geeignete Spannung nennt GLAZUNOV 6 V, HRUSKA bis 2,5 V, AMMERMAN 0,1—1 V.

GLAZUNOV und HRUSKA haben für ihre Versuche ungeleimtes Papier verwendet, nach AMMERMAN ist schwach geleimtes, feinkörniges Zeichenpapier oder Gelatinepapier vorzuziehen, da ungeleimtes Papier leicht verwischte Abdrucke ergibt. Gelatinepapier erfordert eine längere Einwirkungsdauer, etwa 8 min gegenüber 2—3 min bei ungeleimtem oder schwach geleimtem Papier. Das Papier ist nach HRUSKA nicht zu feucht zu halten, auch sind keine zu starken Salzlösungen zu verwenden. Bei großen Proben empfiehlt HRUSKA, unter das zur Aufnahme des Abdrucks dienende Papier eine oder mehrere Lagen weichen Papiers einzuschieben, die mit einer indifferenten Salzlösung, z. B. 5proz. Chlornatriumlösung getränkt sind.

Das Verfahren eignet sich für die Prüfung einer ganzen Reihe von Metallen und Legierungen, nur Chrom, Wolfram und Vanadium verhalten sich passiv. Bei Legierungen sind solche Salzlösungen zu verwenden, die nur ein Metall angreifen, damit nur der farbige Niederschlag dieses einen Metalls erhalten wird.

Für Eisenlegierungen eignet sich nach GLAZUNOV und nach AMMERMANN am besten Ferrizyankalium, das durch Oxydation mittels Wasserstoffsperoxyd (einige Tropfen) oder durch Alterung aus dem Ferrozcyankalium erzeugt wird. Die Ferroionen ergeben mit dem Ferrizyankalium einen blauen, mit dem noch vorhandenen Ferrozcyankalium einen weißen, durch Oxydation bald blau werdenden Niederschlag. Die Blaufärbungen der Abdrucke werden in Wasser durch weitere Oxydation stärker.

Für die Entwicklung des Makrogefüges von Silber eignet sich Kaliumbichromatlösung als Elektrolyt, für Kupfer Ferrozcyankaliumlösung. Für Nickel gibt GLAZUNOV folgende Lösung an:

1 Teil alkoholische Dimethylglyoximlösung (1%), 2 Teile verdünnte Essigsäure ($1/20$).

Bei Legierungen mit schwachem Nickelgehalt entsteht durch den Einfluß des Eisens eine bräunliche Färbung, die durch Auswaschen in verdünnter Essigsäure und danach in Wasser entfernt werden kann. Bei Legierungen mit mehr als 1% Nickel werden ausgezeichnete Abdrucke erhalten.

Nach PORTEVIN eignet sich für den Nachweis von Nickel folgende Lösung, die auf Gelatinepapier bei 6 V in 5—15 sec einen Abdruck ergibt:

20 cm³ Natriumchlorid (2%), 10 cm³ Weinsteinsäure (2%).

10 „ Natriumazetat (2%), 10 „ alkohol. Dimethylglyoximlösung (2%).

GLAZUNOV und KRIVOLAVY haben eine Lösung erprobt, die Chrom in Stahl- und Gußeisenproben durch Färbung nachzuweisen ermöglicht, ohne auf Mangan, Nickel, Kobalt, Wolfram, Vanadium, Molybdän, Kupfer, Titan, Silizium einzuwirken. Eine Lösung von Benzidin in Essigsäure zeigt bei dem oben beschriebenen Verfahren nach 10—30 sec Chrom durch eine dunkle Blaufärbung an, ohne die anderen im Eisen enthaltenen Legierungsbestandteile irgendwie anzugreifen.

VII. Verfahren für den makroskopischen Nachweis von Rissen.

Risse können durch Ätzen mit starken Säuren nachgewiesen werden, in der Regel erscheinen sie jedoch bei diesem Verfahren stark übertrieben. Außerdem besteht besonders bei Tiefätzungen die Gefahr, daß Risse erst während des Ätzens entstehen, wenn der Werkstoff nicht frei von Spannungen ist. Das Auftreten von Nietlochrissen in Kesseln unterhalb des Wasserspiegels beruht auf einem entsprechenden Vorgang.

Zum Nachweis von Rissen oder Flocken eignet sich eine Behandlung mit gesättigter Kupferammoniumchloridlösung. Dieses Ätzmittel vergrößert die Risse nicht, es ist deshalb nach dem Ätzen zu ihrer Erkennung oft eine Lupe nötig. Die zu untersuchenden Proben sollten ein möglichst feines Gefüge haben, darum ist ratsam, vor dem Ätzen entweder zu glühen oder abzuschrecken und vollständig anzulassen.

KESHIAN empfiehlt Ätzen mit einer wässrigen oder alkoholischen 10—15 proz. Salpetersäurelösung zum Sichtbarmachen von Rissen. Im Handbuch der Metallphysik von SACHS wird folgendes Verfahren angegeben: Die Proben werden zunächst einige Minuten in verdünnter, etwa 10 proz. Salzsäure oder Schwefelsäure geätzt. Danach wird die Oberfläche der Proben mit einer 3 proz. Tannin- oder Gallussäurelösung behandelt und bis zum Trocknen, das einige Minuten erfordert, stehengelassen. Nach dem Abreiben der Proben erscheinen die Risse schwarz auf hellem Grunde.

Abdrucke von Rissen lassen sich auf folgende Weise herstellen: In die Oberfläche der geätzten Proben wird Druckerschwärze eingerieben. Nach dem Abwischen bleibt so viel Druckerschwärze in den Rissen hängen, daß durch Andrücken von weichem Papier ein Abdruck erzielt werden kann. Leichtes Klopfen des Versuchsstückes begünstigt das Austreten der in die Risse eingedrungenen Druckerschwärze.

Magnetpulververfahren. Ein zerstörungsfreies Verfahren zum Nachweis von Rissen beruht auf der Kraftlinienwirkung magnetisierter Proben auf Eisenpulver. Hierbei werden gut polierte Proben durch Überstreichen mit einem starken Magneten oder durch Einwirkung des elektrischen Stromes magnetisch gemacht und mit einer Aufschwemmung von feinstem Eisenpulver in dünnflüssigem Öl oder Petroleum übergossen. Fein gestampftes Gußeisen oder Staub von sog. Lapping-Maschinen kann hierzu verwendet werden. Die Empfindlichkeit des Verfahrens wird erheblich gesteigert, wenn an Stelle von Eisenfeilspänen eine Ölaufschwemmung einer Eisenverbindung verwendet wird.

Nach Abspülen der Probenoberfläche mit reinem Öl oder Petroleum bleibt der Eisenstaub an den Rißrändern hängen, da sie Unterbrechungen im magnetischen Feld darstellen. Lage und Ausdehnung der Risse ist auf diese Weise deutlich zu erkennen.

Diese Werkstoffprüfung ferromagnetischer Werkstoffe findet laufend Anwendung bei der Prüfung von Schweißnähten, Nietlöchern, Werkstücken mit gehärteter Oberfläche, Kolbenbolzen, Ventilen, Kurbelwellen, Stangen und Rohren.

Vierter Abschnitt.

Ätzverfahren für mikroskopische Untersuchungen von Eisenlegierungen.

I. Einleitung.

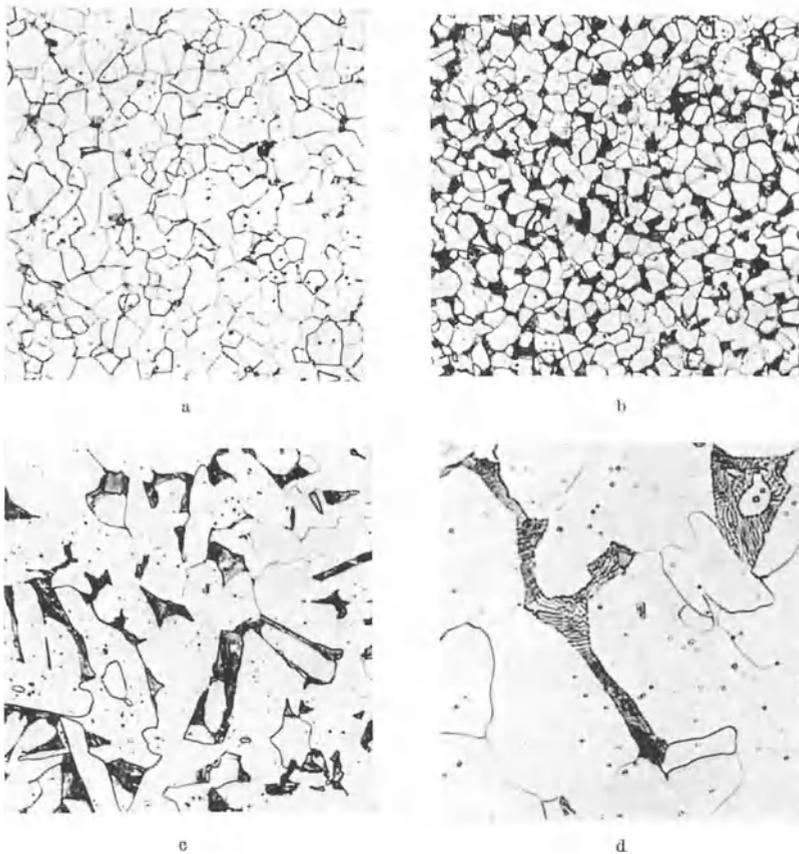
Es gibt zwei verschiedene Arten von Ätzverfahren für Feingefügeätzungen von Eisenlegierungen. Die eine Art dient zur allgemeinen Gefügeentwicklung, die andere zur Kenntlichmachung der vorhandenen Karbide. Für die erstere Art der Ätzverfahren werden in der Regel Säurelösungen wie Pikrin-, Salpeter- oder Salzsäure oder Gemische dieser Säuren verwendet.

Zum Karbidnachweis eignen sich alkalische Lösungen mit Zusatz von sauerstoffabgebenden Mitteln wie Wasserstoffsperoxyd, Kaliumferrizyanid, Kaliumpermanganat. Gelegentlich wird elektrolytisches Ätzen vorgezogen. Die vorhandenen Karbide werden in kennzeichnender Weise dunkel gefärbt, während das übrige Gefüge in der Regel nicht angegriffen wird. Die Größe der Karbidteilchen hat einen bestimmenden Einfluß auf das Ätzergebnis. Die Zementitblättchen des streifigen Perlits werden nicht gefärbt, wenn ihre Abmessungen unterhalb einer bestimmten Grenze liegen.

Nach LE CHATELIER und nach HANEMANN und SCHRADER entsteht die Dunkel-färbung des Karbids durch Einwirken einer gesättigten Natronlauge und Bildung einer festhaftenden undurchsichtigen Oberflächenschicht, die Eisen in Hydroxylform enthält. Kohlenstoff und Oxydationsmittel werden nicht als notwendig angesehen, da auch Nitride gefärbt werden. MITSCHKE nimmt dagegen an, daß durch das Oxydationsmittel eine Oxydation von Ferro- zu Ferrihydroxyd erfolgt, das sich auf dem Karbid absetzt und Dunkelfärbung bewirkt. Alkalisches Kaliumpermanganat wird als besonders wirksam befunden, vgl. auch GROESBECK, Tabelle S. 138.

II. Ätzverfahren für Stähle mit niedrigem Kohlenstoffgehalt.

Das Schleifen und Polieren von Stahlproben mit vorwiegend ferritischem Gefüge erfordert große Sorgfalt, weil die Oberfläche leicht bis zu einer beträchtlichen Tiefe verformt wird. Diese Bearbeitungsschicht macht es schwierig oder



Gefügebilder von C-armen Stählen, erhalten durch mehrfaches Ätzen und Abpolieren.
 Abb. 21a. Walzzustand. 0,043 % C, Korngrenzenätzung, alkoholische Salpetersäure 2%. 10 sec. (Vergr. $\times 200$.)
 Abb. 21b. Walzzustand. 0,21 % C, alkoholische Salpetersäure 2%. (Vergr. $\times 200$.)
 Abb. 21c. 0,21 % C, alkoholische Salpetersäure 2%, überhitzt. (Vergr. $\times 200$.)
 Abb. 21d. 0,21 % C, gleiche Probe und Ätzung wie Abb. 21c in stärkerer Vergrößerung, so daß der streifige Aufbau der Perlitinseln erkennbar wird. (Vergr. $\times 500$.)

unmöglich, das wahre Gefüge zu entwickeln. Erst wenn sie durch mehrfaches Ätzen und Polieren entfernt ist, tritt ein klares ferritisches Gefüge mit deutlichen Korngrenzen und, je nach dem Kohlenstoffgehalt, mit Perlitinseln in Erscheinung (Abb. 21a—d).

A. Ätzpolieren.

Bei Anwendung dieses Verfahrens ist darauf zu achten, daß die erste Ätzung ziemlich tief ist, und daß die folgenden Ätzungen stufenweise schwächer werden. Gleichwertige Ätzmittel für diesen Zweck sind Salpetersäure und Pikrinsäure in Äthylalkohol. Salpetersäure läßt jedoch leicht Ätzgruben um alle vorhandenen nichtmetallischen Einschlüsse entstehen. Nach einem Verfahren von BERGLUND

kann diese Wirkung vermieden werden, wenn die Salpetersäure mit Amylalkohol verdünnt wird. Die Ätzung wird mit einer 4proz. Lösung bei einer Temperatur von etwa 70° C ausgeführt. Die bis zur feinsten Schmirgelkörnung geschliffene Probe wird vorher ebenfalls auf diese Temperatur gebracht. Die Erwärmung von Schliff und Ätzgefäß mit Ätzlösung wird zweckmäßig auf einer mit Regelwiderstand geschalteten Heizplatte vorgenommen. Die erste, etwa 40—60 sec dauernde Ätzung geht am besten dem Polieren voraus, danach wird die Schliffprobe auf einer möglichst feinen Schmirgelkörnung abgeschliffen, poliert und zum zweitenmal geätzt. Diese verhältnismäßig kräftige Ätzung vor dem Polieren zur Beseitigung von Schleifrisen empfehlen auch PULSIFER, HOMERBERG u. a.

Die zweite Ätzung von etwa 30 sec Dauer wird nur abpoliert. Das Verfahren des Ätzens und Abpolierens wird einige Male wiederholt, bis die Bearbeitungsschicht entfernt ist, was sich bei einiger Erfahrung aus dem Aussehen der geätzten Schlifffläche beurteilen läßt. Bei einer sorgfältig vorgeschliffenen Probe sollten drei Ätzungen genügen, um eine vollkommene Ätzfläche zu erzielen. Die letzte Ätzung dauert etwa 20 sec, danach wird der Schliff fertigpoliert.

B. Ätzmittel.

1. Pikrinsäure. Lösungen von Pikrinsäure in Alkohol von 4% bis aufwärts zur gesättigten Lösung sind sehr geeignet für klare Korngrenzenätzung von Ferrit. Die Ätzdauer ist jedoch verhältnismäßig lang, 2—10 min, und es ist notwendig, die Schlifffläche dauernd abzuwischen, oder die Lösung zu bewegen, um eine gleichmäßige Ätzung zu erhalten. CAMPBELL empfiehlt eine Ätzdauer von 1 min zur Perlitentwicklung und von 5 min zur Korngrenzenentwicklung bei weichen Stählen.

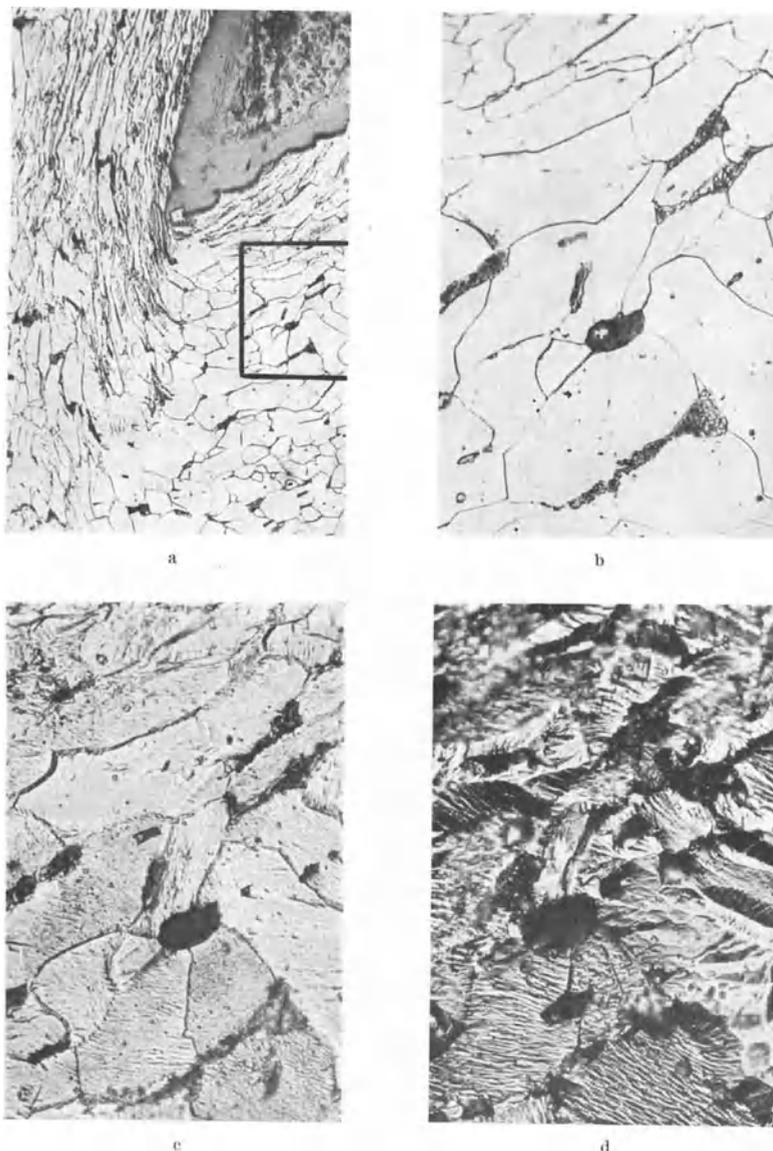
Die Einwirkung der Pikrinsäure auf Ferrit scheint darin zu bestehen, daß das Eisen von den einzelnen Kornflächen gleichmäßig in Lösung geht, jedoch bei den verschiedenen Kristallen, je nach ihrer Achsenlage, mit verschiedener Geschwindigkeit. Als Folge davon liegen die einzelnen Kornflächen dann in verschiedenen Ebenen, was für die Beobachtung bei stärkerer Vergrößerung bedeutet, daß die Korngrenzen nicht alle gleich, sondern verschieden breit erscheinen. Pikrinsäure enthüllt auf den Kornflächen manche feine Einzelheit, die bei Verwendung anderer Ätzmittel verlorengehen würde. Die Geschwindigkeit des Ätzangriffs hängt in gewissem Grade von der Korngröße des Werkstoffes und seiner vorausgegangenen Wärmebehandlung ab.

Nach PULSIFER eignet sich sehr verdünnte Pikrinsäure für kohlenstoffarme Stähle, um die Korngrenzen des Ferrits sichtbar zu machen, ohne den Perlit zu überätzen. 3—6stündiges Ätzen in 0,5proz. Lösung oder 12stündiges in 0,1proz. Lösung wird für diesen Zweck empfohlen.

2. Pikrinsäure-Salzsäure. Die für kohlenstoffarmes Eisen üblichen Ätzmittel Pikrinsäure und Salpetersäure in Alkohol bewirken bei kurzer Ätzdauer Korngrenzenätzung, bei längerer Kornabbau, ohne daß eine Aufräuhung der Kornflächen bzw. Entwicklung von Kristallfiguren eintritt. In vielen Fällen kann es jedoch aufschlußreich sein, den Ätzabbau der einzelnen Kristallite zu kennen. Neben der für Kornflächenätzung gebräuchlichen, aber sehr stark wirkenden 10proz. Ammoniumpersulfatlösung hat sich nach A. MEYER eine Lösung von

Pikrinsäure	0,5 g
Salzsäure (1,19)	3 cm ³
Äthylalkohol.	97 cm ³

für fortschreitenden Kristallabbau, insbesondere für Serienätzungen bewährt. Die Abb. 22a—d zeigen ein Beispiel, in denen von dieser Lösung zuerst Korngrenzenätzung, bei längerer Ätzdauer bzw. wiederholten Ätzungen ohne Zwischenpolieren Kristallflächenabbau bewirkt wird. Das im Ferrit häufig auftretende



Beispiel für fortschreitenden Ätzabbau durch Pikrin-Salzsäure, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle.

Abb. 22a. Stahlblech mit eingewalztem Oxyd. Ätzdauer 10 sec. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 22b. Ausschnitt von Bild a. Ätzdauer 10 sec. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 22c u. d. Gleiche Stelle wie 22b. Ätzdauer 2 und 5 min. (Vergr. $\times 1000$.)

a, b, c senkrecht, d schräg beleuchtet.

Äderungsgefüge wird durch diese Ätzung deutlich entwickelt, auch Kristallverlagerung durch Kaltverformung kann gut beobachtet werden.

3. Salpetersäure. Die Wirkung der Salpetersäure ist abhängig vom Lösungsmittel. Nach OSMOND beruht ihre Wirkung auf Eisen und Eisenlegierungen darauf, daß auf der Oberfläche eine in der Säure lösliche Oxydschicht gebildet wird. Erfolgt die Lösung dieser Oxydschicht rasch genug, so bleibt das Eisen farblos. Erfolgt die Oxydation jedoch rascher als die Lösung der Oxydhaut, so bilden sich auf den einzelnen Körnern Oxydhäute, die bei längerer Einwirkung der Säure stärker werden und alle Farbstufen von hell- bis dunkelbraun durchlaufen.

Nach KOURBATOFF wächst die Angriffsgeschwindigkeit mit der elektrischen Leitfähigkeit des Lösungsmittels.

Reihenfolge abnehmender Leitfähigkeit:

Wasser-Methylalkohol-Äthylalkohol-Glyzerin-Propylalkohol-Isoamylalkohol-Essigsäure(anhydrid).

Die gebräuchlichste Lösung zum Ätzen von Weicheisen ist eine 2proz. alkoholische Lösung. Die Ätzdauer (10—60 sec) hängt von der Korngröße und dem Reinheitsgrad der zu ätzenden Stahlprobe ab. Längeres Ätzen baut die Ferritkörner stark ab, ohne Kristallfiguren auf den Kornflächen zu entwickeln (Abb. 23 a—d). Bei ungenügender Entfernung der Bearbeitungsschicht wird die Schlißfläche stark aufgeraut und das Gefüge nur undeutlich entwickelt.

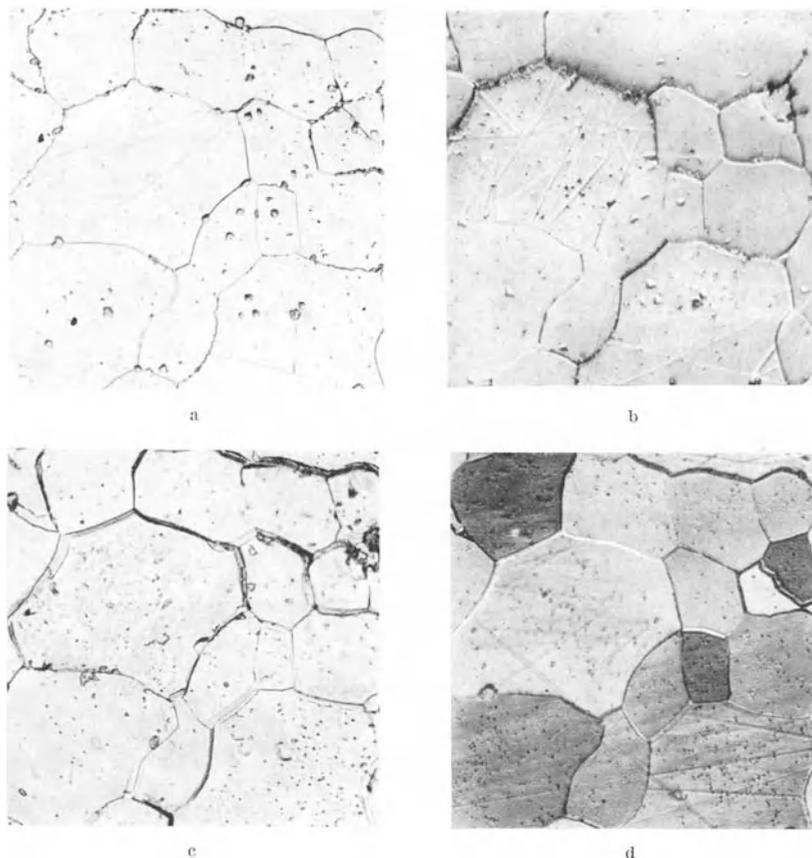
Zum Nachweis von Tertiärzementit in kohlenstoffarmen Stählen empfiehlt LUNDGREN eine sehr kurze Ätzung in einer Lösung von 1 oder 2% Salpetersäure. Für diesen Zweck wird eine befriedigende Ätzung gewöhnlich in 5—10 sec erreicht; die Korngrenzen erscheinen nur sehr schwach, aber die Abgrenzung zwischen Zementit und Ferrit kann bei stärkeren Vergrößerungen sehr deutlich erkannt werden.

Eine Lösung von 4% Salpetersäure in (Iso-) Amylalkohol gilt allgemein als bestes Ätzmittel für weiche Stähle. Bei Zimmertemperatur wird eine gute Korngrenzenätzung in 30—60 sec erzielt.

Nach neueren Beobachtungen von LUNDGREN ist die von Salpetersäure in Amylalkohol ausgeübte Ätzwirkung sehr abhängig von der Temperatur. Bei niedrigen Temperaturen scheint dieses Ätzmittel eine rein lösende Wirkung zu haben, wodurch Korngrenzenätzung erzielt wird, während es bei höheren Temperaturen eine stark sauerstoffabgebende Wirkung hat und infolge der auf der Oberfläche haftenden Ätzablagerungen Kornflächenätzung hervorruft. Der Übergang zwischen beiden Ätzwirkungen scheint bei oder leicht oberhalb Zimmertemperatur zu liegen. Bei 0° C wird eine ausgezeichnete Korngrenzenätzung erzielt. In diesem Fall wird die Ätzschale auf Schnee oder Eis gesetzt und die Probe vor dem Ätzen ebenfalls gekühlt. Wenn sich Feuchtigkeit auf der kalten polierten Fläche niederschlägt, sind einige Tropfen Äthylalkohol darauf zu tropfen, bevor die Probe in die Amylalkohollösung gebracht wird, weil die letztere nur schwer Wasser aufnimmt. Die Ätzdauer schwankt zwischen 2 und 10 min. Eine für Beobachtungen bei 500facher Vergrößerung geeignete Ätzung erfordert gewöhnlich 3 min. Nach dem Ätzen soll die Schlißfläche dem unbewaffneten Auge glänzend erscheinen. Ein mattes Aussehen zeigt an, daß die Schlißfläche von einer Bearbeitungsschicht überdeckt ist. Wenn eine schwache Kornflächenätzung gewünscht wird, die sich für Gefügaufnahmen eignet, wird die bei 0° C be-

handelte Schliﬀprobe nachfolgend etwa 30 sec in der auf 30—35° C erwärmten Lösung geätzt.

Bei weiterer Erwärmung des Ätzmittels wird der Gegensatz zwischen den einzelnen Kornflächen mehr und mehr verstärkt und bei 50° C sehr ausgesprochen. Die Ätzung ist dadurch sehr geeignet für Kornmessungen, aber viel zu stark für photographische Wiedergabe der geätzten Schliﬀfläche.



Fortschreitender Abbau von Ferritkristallen durch alkohol. Salpetersäure, 2%.

Abb. 23 a. Korngrenzenätzung, 10 sec., senkrechte Beleuchtung. (Vergr. $\times 1000$.)

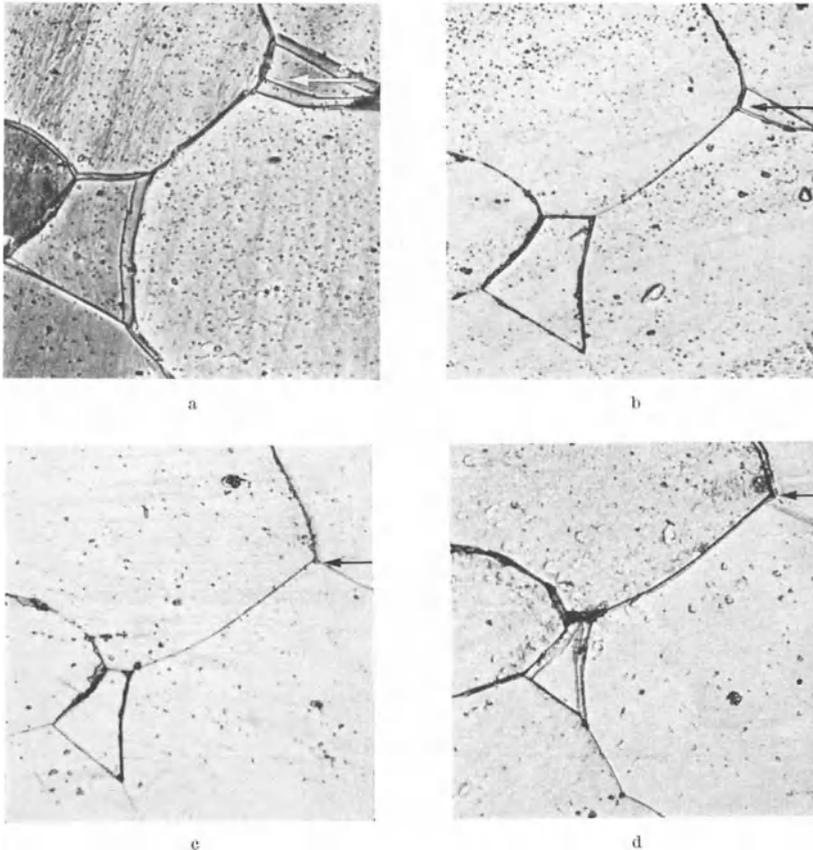
Abb. 23 b. Dasselbe in schräger Beleuchtung, Lichteinfall von oben. Prisma.

Abb. 23 c. Ätzdauer 45 sec, ohne vorher abzu-polieren. Senkrechte Beleuchtung.

Abb. 23 d. Gleiche Probenstelle nach Abpolieren und Behandlung mit Ammoniummolybdat (S. 57). Verschiedene Färbung der einzelnen Ferritkörner bei gleichzeitigem Abbau ohne Entwicklung von Kristallfiguren. Schräge Beleuchtung, Lichteinfall von unten. Planglas.

Das Ätzen bei 70° C, das in Zusammenhang mit der Schliﬀvorbereitung erwähnt wurde, verursacht die Bildung einer gleichmäßig dicken, leicht entfernbaren Haut von Oxydablagerungen. Hierbei können die verschiedenen Körner schwer unterschieden werden, weil bei diesem Wärmegrad eine merkliche Abhängigkeit des Ätzangriffs von der Kristallachsenlage nicht zu bestehen scheint.

4. Jodtinktur, Kupferammonchlorid. Jodtinktur oder Kupferammonchlorid werden manchmal für Mikroätzungen angewandt, obwohl sie ausgesprochene Makroätzmittel sind (vgl. Abb. 24a—d). Für mikroskopische Untersuchungen sind nur ganz kurze Ätzzeiten anzuwenden.



Korngrenzenentwicklung durch verschieden wirkende Ätzmittel, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle.

Abb. 24a. Transformatorenblech (4% Si). Ätzung mit alkoholischer Jodlösung bewirkt starken Kristallabbau ohne Kristallfiguren zu entwickeln, infolgedessen erscheinen die Korngrenzen als bandartige Ausscheidungen. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 24b. Ätzung nach Abpolieren der mit Jodlösung behandelten Stelle mit alkoholischer Salpetersäure zeigt schmale Korngrenzen. Zugleich gibt das Bild eine Vorstellung von der räumlichen Ausdehnung der einzelnen Kristallite, da schon ein so geringes Abarbeiten der Schlißfläche wie Abpolieren die Lage der Korngrenzen verändert. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 24c. Nach nochmaligem Abpolieren und Ätzen mit alkoholischer Salpetersäure ist das kleinste Korn bzw. der Rest des Kornes völlig abgetragen, s. Pfeil. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 24d. Ein weiteres Abpolieren und Ätzen mit alkoholischer Jodlösung läßt die Korngrenzen infolge der Höhenunterschiede von einem Korn zum anderen wieder als Bänder in Erscheinung treten, während es sich in Wahrheit um Stufen von einem Korn zum anderen handelt. (Vergr. $\times 1000$.)

5. Ammoniumpersulfat. Wie die beiden vorstehend genannten Ätzmittel ist auch Ammoniumpersulfat strenggenommen ein Makroätzmittel. Nach RAWDON und BERGLUND ist jedoch eine sehr verdünnte Lösung oft geeignet, um eine leichte Färbung der Ferritkörner nach vorausgegangener Pikrinsäureätzung zu bewirken.

Für diesen Zweck wird eine wässrige Lösung von 0,1—0,5%, Ammoniumpersulfat bei einer Ätzdauer von 5—15 sec empfohlen. Die Lösung soll kalt sein oder für gewöhnlich 30—35° C nicht überschreiten; bei höheren Wärmegraden entsteht leicht Fleckenbildung, besonders wenn der Werkstoff Schlacken enthält.

III. Ätzverfahren für ungehärtete Kohlenstoffstähle.

A. Gefügeentwicklung.

Für die Gefügeentwicklung gewalzter und geglühter Kohlenstoffstähle werden gewöhnlich alkoholische Lösungen von Pikrinsäure oder Salpetersäure verwendet.

LOSIEWICZ hat mit diesen Säuren Versuche zur Ermittlung der Beziehung zwischen Ätzdauer, Temperatur und Konzentration der Ätzlösung durchgeführt. Die Versuchsergebnisse sind in Abb. 25 dargestellt. Die Ätzdauer verringert sich bei Stählen mit steigendem Kohlenstoff-

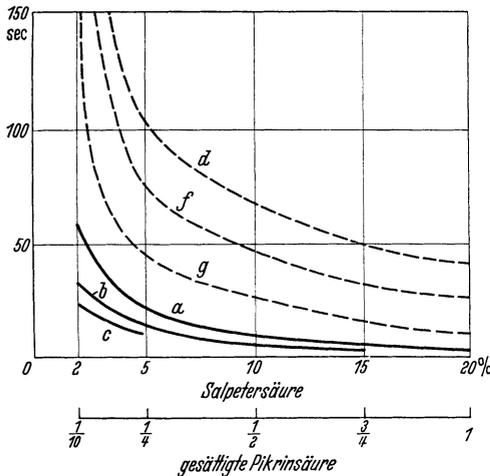


Abb. 25. Der Einfluß von Temperatur und Konzentration des Ätzmittels auf die Ätzdauer von Perlit in 0,30proz. Kohlenstoffstahl (nach LOSIEWICZ).
 — = alkohol. Salpetersäure.
 - - - = alkohol. Pikrinsäure.
 a und d bei 16° C, b und f bei 24° C, c und g bei 35° C.

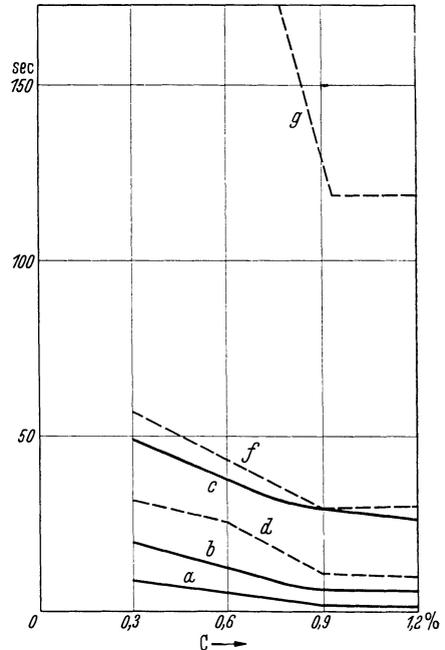


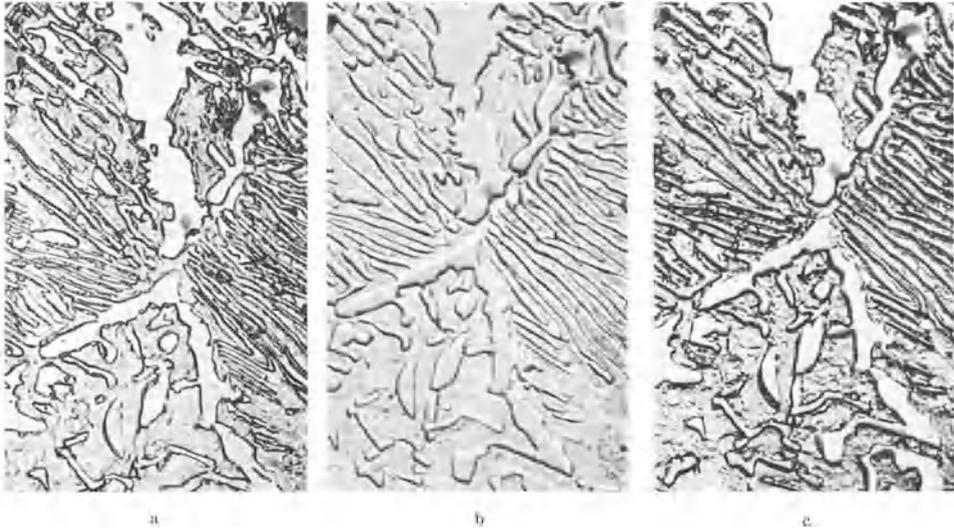
Abb. 26. Einfluß des Kohlenstoffgehaltes der Stahlproben auf die Ätzdauer von Perlit bei 20° C (nach LOSIEWICZ). Einfluß von Ätzdauer und Beleuchtungsart.
 — = alkohol. Salpetersäure.
 - - - = alkohol. Pikrinsäure.
 a = 10% HNO₃, b = 5% HNO₃, c = 2% HNO₃,
 d = gesättigte Pikrinsäure, f = 1/2 gesättigte
 Pikrinsäure, g = 1/10 gesättigte Pikrinsäure.

gehalt von 0,30—0,90% C allmählich auf die Hälfte. Bei weitersteigendem Kohlenstoffgehalt bis 1,20% bleibt die Ätzdauer die gleiche (Abb. 26).

1. Pikrinsäure. Pikrinsäure in Äthylalkohol wird in Gehalten von 4% bis zur Sättigung angewandt. Zusatz von 1% Salpetersäure bewirkt raschere Entwicklung der Korngrenzen. Bei Werkstoffen mit sehr feinem Gefüge wird Pikrinsäure der Salpetersäureätzung vorgezogen. Die A.S.T.M.-Standards geben Pikrinsäure als am besten geeignetes Ätzmittel zur Entwicklung des Perlits an. GOERENS empfiehlt Amylalkohol als Lösungsmittel.

2. Salpetersäure. Eine Lösung von 1% Salpetersäure in Äthylalkohol ist die gebräuchlichste Verdünnung; aber auch Gehalte von 2, 3, 4 und 5% sind allgemein im Gebrauch. Die schwächeren Lösungen eignen sich am besten für die Ätzung des Perlitgefüges, die stärkeren für Korngrenzenätzung. Für den letzteren Zweck kommen Lösungen bis zu 10% zur Anwendung. Um Perlit und Korngrenzen gleichzeitig zu ätzen, werden gewöhnlich Lösungen von 3—4% benutzt.

Eine Mischung gleicher Teile von gesättigter Pikrinsäure und 1proz. Salpetersäure in Äthylalkohol ist sehr geeignet für Korngrenzenätzung.



Stahlprobe mit grobstreifigem Perlit und übereutektoidem Zementit. Ätzmittel: 2% Salpetersäure in Äthylalkohol. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 27a. Ätzdauer 10 sec. Senkrechte Beleuchtung. Keine deutliche Unterscheidungsmöglichkeit von Ferrit und Zementit im Perlit.

Abb. 27b. Ätzdauer 10 sec. Schräge Beleuchtung der gleichen Probenstelle läßt besser erkennen, daß das Ätzmittel den Ferrit stärker abbaut als den Zementit. Letzterer bleibt erhaben stehen. Bei dieser Beleuchtungsart ist jedes Zementitblättchen deutlich erkennbar.

Abb. 27c. Ätzdauer 25 sec. Schräge Beleuchtung. Die ferritische Grundmasse ist stärker aufgeraut, der Zementit steht so stark im Relief, daß die Auflösung des streifigen Perlits beeinträchtigt wird. Daraus ist abzuleiten, daß die Ätzdauer um so kürzer sein muß, je feiner der Perlit ist.

BOYLSTON (1) empfiehlt eine Lösung von 5% in absolutem Äthyl- oder Methylalkohol für laufenden Gebrauch zum Ätzen von Kohlenstoffstählen. Salpetersäure eignet sich nach seinen Erfahrungen besser als Pikrinsäure zur Entwicklung der Korngrenzen von Ferrit.

Lösungen von etwa 4% Salpetersäure in Amylalkohol ätzen gleichmäßiger und etwas langsamer als entsprechende Lösungen in Äthylalkohol, sie werden von BERGLUND für alle Ätzungen von Kohlenstoffstählen bevorzugt. Für Mikroaufnahmen ist es bei perlitischen Stählen vorteilhaft, 1 min in der auf 0° C abgekühlten Lösung zu ätzen, weil die Perlitanteile des Gefüges bei diesem Verfahren nur eine leicht braune Färbung annehmen. Bei höheren Wärmegraden und beim Ätzen mit Lösungen in Äthylalkohol zeigt der Perlit oft verschiedene Farbtonungen, was sich für die Anfertigung von Mikroaufnahmen als nachteilig erweist.

Anwendung der auf 50—60° C erwärmten Amylalkohollösung ist geeignet, freien Zementit in übereutektoiden Stählen deutlich hervortreten zu lassen. In einsatzgehärteten Werkstoffen ist dieses von Wichtigkeit zur Prüfung der Randzone.

3. Metanitrobenzolsulfonsäure. Eine Lösung von 5% m-Nitrobenzolsulfonsäure in Alkohol kann nach DE REYNA und DAERNIS auch zum Ätzen von ungehärteten Stählen verwendet werden (Anwendung für gehärtete Stähle s. S. 118). Der Perlit erscheint bläulich mit irisierender Färbung.

4. Jodlösung. Eine Lösung von 5 g Jod in 100 cm³ Äthylalkohol wurde von OSMOND (2) für das Ätzen von Eisen und Stahl eingeführt. STEAD (1) empfiehlt eine Lösung von 1,25 g Jodkalium und 1,25 g Jod in 1,25 cm³ Wasser, die Lösung kann mit Alkohol auf 100 cm³ aufgefüllt werden.

5. Kaliumbitartrat. LE CHATELIER (1) hat eine Lösung von Kaliumbitartrat zum Nachweis von Ferrit empfohlen, der durch diese Ätzung geschwärzt wird.

B. Ätzmittel zum Nachweis von Zementit. (vgl. Tabelle S. 138, 139).

1. Kalium- oder Natriumhydroxyd. Nach GROESBECK (3) wird Eisenkarbid durch eine kochende Lösung von 5% Kalium- oder Natriumhydroxyd bei einer Ätzdauer von 5—10 min dunkel gefärbt. Stärkere Lösungen schwärzen den Zementit rascher, färben aber auch die Grundmasse. Längeres Ätzen mit einer sehr starken, etwa 50proz. Lösung löst das Eisenkarbid völlig aus der Schlifffläche heraus. Eine kalte Lösung färbt bei einer Ätzdauer bis zu 30 min das Karbid nicht. Sauerstoff als Gas eingeleitet oder im naszierenden Zustand durch Wassersuperoxydzusatz scheint keinen Einfluß auf das Ätzergebnis zu haben.

2. Alkalisches Natriumpikrat. Dieses Ätzmittel wurde zuerst von ISCHEWSKY angewendet. Es wird hergestellt durch eine Mischung gleicher Teile einer kalt gesättigten Lösung von Pikrinsäure in Wasser und einer wässrigen Lösung von 50% Natriumhydroxyd.

Ein anderes gebräuchliches Herstellungsverfahren ist folgendes: 2 g Pikrinsäure werden einer Lösung von 25% Natriumhydroxyd in 75 cm³ Wasser zugesetzt, die Mischung wird im Wasserbad erwärmt, bis die Pikrinsäure gelöst ist und auf 100 cm³ aufgefüllt. Das Erwärmen im Wasserbad erübrigt sich, wenn man die Pikrinsäure der vom Auflösen des Natriumhydroxyds noch heißen Flüssigkeit sogleich zusetzt und leicht umrührt.

Die Ätzdauer beträgt bei kochender Lösung 5—15 min. Die Flüssigkeit soll dabei möglichst bei gleichem Volumen gehalten werden. Nach LOSKIEWICZ beginnt eine kochende Lösung von 5 g Pikrinsäure und 20 g Natriumhydroxyd in 100 cm³ Wasser den Zementit nach 2 min zu färben, nach 20 min hat er eine dunkelbraune Färbung angenommen.

Nach HANEMANN und SCHRADER färbt sich der Zementit:

nach 40 min	bei Raumtemperatur
„ 5 „	„ 54° C
„ 30 sec	„ 95° C (vgl. Tabelle S. 118).

Nach GROESBECK (3) kann die Wirkung des Natriumpikrats auf Zementit der Gegenwart von freiem Alkali zugeschrieben werden, weil eine neutrale fast kochende Lösung das Karbid auch nach einer Ätzdauer von 60 min nicht schwärzt.

3. Alkalisches Natriumbenzoat. Nach THOMPSON und WHITEHEAD wird Eisenkarbid durch eine kochende alkalische Lösung von Natriumbenzoat geschwärzt. Die Lösung wird hergestellt durch Auflösen von 6,3 g Benzoesäureanhydrid und 20 g Natriumhydroxyd in 100 cm³ Wasser. GROESBECK (3) fand, daß diese Ätzung in der Wirkung dem alkalischen Natriumpikrat gleichkommt, aber langsamer angreift. Nach 30—40 min ist grober streifiger Perlit geschwärzt, körniger Zementit nur leicht gefärbt. GROESBECK schreibt die langsamere Wirkung des Ätzmittels dem geringen Gehalt an Alkali zu.

4. Alkalisches Natriumplumbat. Nach LOSKIEWICZ wirkt eine Lösung von 5 g Bleioxyd und 20 g Natriumhydroxyd in 100 cm³ Wasser in ähnlicher Weise wie die vorgenannte Natriumbenzoatlösung.

Zum Ätzen von Zementit benutzten THOMPSON und WHITEHEAD eine Mischung von gleichen Teilen einer Lösung von 10% Bleinitrat und einer Lösung von 50% Natriumhydroxyd. In ihrer Beschreibung nennen sie diese Mischung LE CHATELIERS Ätzmittel für Karbide. Nach GROESBECK (3) wird das Eisenkarbid von der heißen Lösung in 5—10 min gefärbt.

5. Pyrogallol oder Gallussäure. Die ersten Versuche, Zementit bei Zimmertemperatur mit alkalischer Pyrogalluslösung zu schwärzen, wurden von SVECHNIKOV unternommen. Er verwendete folgende Lösung:

25proz. wässrige Pyrogalluslösung. 1 Teil
35proz. wässrige Natriumhydroxydlösung . . . 2 Teile

Diese Mischung schwärzt Zementit in einigen Stunden.

Nach Versuchen von VAN KLOOSTER und SCHAEFER wird Zementit bei Zimmertemperatur in 8—15 min geschwärzt in einer Lösung von

1 g Pyrogallol oder
1 g Gallussäure in 20 cm³ einer wässrigen 30proz.
Natriumhydroxydlösung.

Noch rascher, in 7—10 min, wirkt folgende Lösung:

5 g Pyrogallol in 15 cm³ Wasser gelöst und mit
120 g Kaliumhydroxyd in 80 cm³ Wasser vermischt.

Die Ätzung kann mit dieser Mischung noch auf 90 sec verkürzt werden, wenn die Schliffprobe in einem Abstand von etwa 50 mm 30 sec über die Spitze einer kleinen nichtleuchtenden Flamme eines Bunsenbrenners gehalten wird. Auf die so vorgewärmte Probe, die nicht über 50—60° C erhitzt werden sollte, wird mittels Glasstab ein Tropfen der Lösung aufgetropft. Man erwärmt am besten nur so weit, daß sich die Probe noch mit der Hand halten läßt, da sich alkalisches Pyrogallol beim Erhitzen leicht zersetzt und dann keine Schwärzung des Zementits mehr erzielt wird.

In kleinen, gut verschlossenen braunen Flaschen aufbewahrt, ist die Lösung mehrere Wochen haltbar.

6. Alkalisches Kaliumferrizyanid. MURAKAMISCHES Ätzmittel:

Kaliumferrizyanid. 10 g
Natriumhydroxyd 10 g
Wasser. 100 cm³

Zementit wird nach 10 min in der kochenden Lösung gefärbt. Andere in Sonderstählen vorkommenden Karbide werden jedoch rascher als das Eisenkarbid gedunkelt, d. h. angegriffen und herausgelöst (s. S. 138 ff.).

Zum Nachweis von Chrom-Doppelkarbiden verdoppelte DAEVES die Menge des Kaliumferrizyanids:

Kaliumferrizyanid.	20 g
Natriumhydroxyd	10 g
Wasser.	100 cm ³

Nach LOSKIEWICZ färbt die fast kochende Lösung Zementit in 3—15 min. Überätzen bewirkt Ätzgrubenbildung. Die Wirkung der beiden Lösungen auf Eisenkarbid ist fast gleich.

7. Alkalisches Kaliumpermanganat.

Kaliumpermanganat.	4 g
Natriumhydroxyd	1 g
Wasser.	100 cm ³

Diese Lösung, heiß verwendet, hat nach GROESBECK eine mit den Ätzmitteln nach MURAKAMI und DAEVES übereinstimmende Wirkung. Vielleicht wird durch Kaliumpermanganat eine etwas schärfere Begrenzung erzielt. Die Ätzdauer für Zementit beträgt in kochender Lösung etwa 5—10 min. Stärker alkalische Lösungen, z. B. solche mit 4 g Natriumhydroxyd, verringern die Ätzdauer auf 3—5 min. Bei Raumtemperatur ist etwa 60 min zu ätzen.

8. Alkalisches Kaliumkupferzyanid. Nach THOMPSON und WHITEHEAD wird Zementit durch alkalisches Kaliumkupferzyanid geschwärzt. Einer Lösung von 10% Kupfernitrat wird so viel 10proz. Zyankaliumlösung zugesetzt, bis der zuerst abgeschiedene Niederschlag sich gelblichgrün färbt (Entwicklung von Blausäure. Vorsicht!) und wieder in Lösung geht. Aus dieser Lösung wird das Ätzmittel unter Hinzufügung einer gleichen Menge von 50proz. Natriumhydroxydlösung hergestellt. Die heiße Ätzlösung färbt Zementit in 1—2 min. Nach GROESBECK liefert dieses Ätzmittel bessere Ergebnisse als das alkalische Natriumpikrat. Sowohl streifiger und körniger wie auch freier Zementit werden deutlich gefärbt. Sogar feinverteilter sorbitischer Zementit wird geschwärzt, während die Grundmasse hell und ungefärbt bleibt. Der einzige Nachteil ist die besondere Giftigkeit des Ätzmittels.

9. Elektrolytisches Ätzen. Nach GROESBECK (3) wird Eisenkarbid bei elektrolytischem Ätzen weder von 10proz. Natriumkarbonatlösung noch von 10proz. Natriumhydroxydlösung angegriffen. Dadurch unterscheidet es sich von anderen in Sonderstählen auftretenden Karbiden (Tabelle S. 138).

10. Anlassen. Nach GROESBECK nimmt Zementit beim Anlassen einer polierten Schlißfläche (etwa 30 min bei 300° C) eine rotbraune Färbung an, während andere Karbide ungefärbt bleiben. Die Grundmasse wird je nach der Zusammensetzung des Stahles braun bis blau getönt.

IV. Ätzverfahren für gehärtete und vergütete Stähle.

A. Gefügeentwicklung.

1. Salzsäure in Äthylalkohol. Eine Lösung von 1% Salzsäure in Äthylalkohol wurde 1904 von MARENS und HEYN als Ätzmittel für gehärtete Stähle vorgeschlagen. Dieses Ätzmittel ist geeignet, wenn es sich um nur gehärtete oder um gehärtete und bei niedrigen Temperaturen angelassene Stähle handelt. Nach dem A.S.S.T.-Handbuch kann ein Teil der obigen Lösung mit fünf Teilen

destillierten Wassers verdünnt für elektrolytisches Ätzen mit schwachem Strom benutzt werden.

2. Salzsäure und Nitrophenol. Lösung A. Gesättigte Lösung von Ortho-nitrophenol in Äthylalkohol.

Lösung B. 20proz. Lösung konz. Salzsäure in Amylalkohol. KOURBATOFF empfiehlt eine Mischung von A mit B im Verhältnis 1:2. Durch dieses Ätzmittel werden Martensitnadeln und Troostit-Sorbit gefärbt.

3. Salpetersäure in Äthylalkohol. Salpetersäure in verschiedener Verdünnung mit Äthylalkohol ist das gebräuchlichste Ätzmittel für gehärtete und ungehärtete

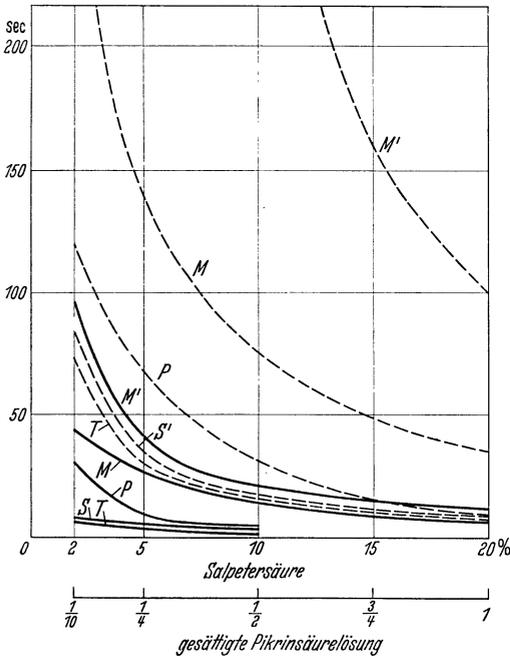


Abb. 28. Ätzdauer bei 20° C für die verschiedenen Gefügebestandteile in eutektoïdem Kohlenstoffstahl (nach LOSKIEWICZ).

— = alkohol. Salpetersäure.
 - - - = alkohol. Pikrinsäure.
 P = Perlit; S = Sorbit; T = Troostit; M = Martensit (dunkel); M' = Martensit (hell).

Stähle. Die Beziehung zwischen Ätz-wirkung und Verdünnung des Ätz-mittels und der Ätzdauer ist aus Abb. 28 (nach LOSKIEWICZ) zu ersehen. Sorbit und Troostit werden beträchtlich schneller angegriffen als Martensit. In Stählen, in denen diese Gefügearten nebeneinander auftreten, werden die beiden ersteren überätzt, bevor das Gefüge des Martensits sichtbar wird.

Die Ätzwirkung von Salpetersäure auf gehärteten Stahl beruht zum großen Teil auf der Bildung eines lose haftenden farbigen Belags. Die verschiedenen Gefügebestandteile erscheinen verschieden gefärbt und zeigen Färbungen von blaßgelb bis braun und schwarz, je nach der Ätzdauer. Wenn über der ganzen Schlißfläche ein Belag haftet, darf dieser nach dem Ätzen nicht abgewischt werden, sondern die Probe ist nach Abspülen in heißem Wasser und Alkohol am besten durch Föhn zu trocknen.

Nach einer solchen Ätzung erscheinen die Martensitnadeln dunkel auf hellerem Grunde. Wird die Schlißfläche nach dem Ätzen unter Wasser abgewischt oder kurz und sorgfältig von Hand auf feuchtem Tuch abpoliert, so kann der Martensit hell auf dunklem Grund erscheinen. Dieses Verfahren erfordert jedoch eine um die Hälfte längere Ätzdauer gegenüber nichtabgewischten Proben. Im allgemeinen ist es besser, nicht abzuwischen, wenn Martensit und Troostit oder Sorbit gleichzeitig vorhanden sind.

Wegen der großen Unterschiede in der Ätzdauer von Martensit und Troostit-Sorbit ist Salpetersäure in Äthylalkohol bei gleichzeitigem Auftreten dieser Bestandteile als Ätzmittel nicht sehr geeignet.

4. Salpetersäure in Amylalkohol. Für gehärteten und angelassenen Stahl, also Stahl in dem neben Martensit Troostit oder Sorbit auftreten, ist nach KOURBA-

TOFF Salpetersäure in Amylalkohol vorzuziehen. Nach einer Ätzdauer von 5 min erscheinen Troostit und Sorbit braun bis schwarz, auch grünlich, während Austenit gelb und Martensit ungefärbt erscheint.

5. Salpetersäure in Glycerin. Nach KOURBATOFF eignet sich eine Lösung von 4% Salpetersäure in Glycerin zur Unterscheidung von Austenit und Martensit.

6. Salzsäure und Eisessig in Alkoholmischung. KOURBATOFF empfiehlt das folgende Ätzmittel für sorbitische und troostitische Gefüge:

Lösung A: 2 Teile Methylalkohol,
2 Teile Äthylalkohol,
2 Teile Isoamylalkohol,
1 Teil Butylalkohol.

Lösung B: 4% Salpetersäure in Eisessig.

7 Teile der Lösung A werden mit 3 Teilen B unmittelbar vor Gebrauch gemischt. Bis zu einer Ätzdauer von 10 min färbt dieses Ätzmittel nur Sorbit und Troostit.

Eine abgeänderte Form der vorstehenden Lösung ist folgende:

Lösung A: 1 Teil Isoamylalkohol,
1 Teil Äthylalkohol,
1 Teil Methylalkohol.

Lösung B: 4% Salpetersäure in Eisessig.

3 Teile von der Lösung A werden mit 1 Teil B unmittelbar vor Gebrauch gemischt. Die Ätzung färbt Sorbit-Troostit und Troostit.

7. Salpetersäure und Nitrophenol. Nach KOURBATOFF sind die verschiedenen Gefügebestandteile in gehärtetem Stahl durch folgendes Ätzmittel gut zu unterscheiden:

Lösung A: 4% Salpetersäure in Äthylalkohol.

Lösung B: Gesättigte Lösung von o-Nitrophenol in Äthylalkohol.

1 Teil A wird gemischt mit 3 Teilen B.

8. Salpetersäure und Nitranilin. Mitgeteilt im A.S.S.T.-Handbuch.

Lösung A: 4% Salpetersäure in Äthylalkohol.

Lösung B: Gesättigte Lösung von Nitranilin in Alkohol.

Mischung: 1 Teil A mit 3 Teilen B.

9. Pikrinsäure. GREENE empfiehlt 1% Pikrinsäure in Äthylalkohol zum Ätzen von sorbitischen und troostitischen Stählen. Hiermit geätzt erscheint Troostit heller und klarer im Gefüge als nach dem Ätzen mit 2% Salpetersäure in Alkohol. Sorbit zeigt ebenfalls ein klareres Gefüge als nach dem Ätzen mit anderen Ätzmitteln. Auch der Martensit kommt in ähnlicher Weise heraus.

Nach ARCHER und ebenfalls nach PULSIFER und GREENE lassen sich Korngrenzen in gehärtetem Stahl bis zu einem gewissen Grade durch langes Ätzen mit 4—5% Pikrinsäure in Alkohol hervorrufen. Nach dem Ätzen wird die gebildete Oxydhaut durch sorgfältiges Polieren von Hand auf einem feuchten Tuch entfernt. Hautbildung während des Ätzens wird durch sanftes Reiben der Schlißfläche mit einem Wattebausch vermieden.

10. Pikrinsäure und Salpetersäure. KOURBATOFF empfiehlt eine Vorätzung von 2 sec mit 4proz. alkoholischer Pikrinsäure, gefolgt von einer 10 sec dauernden Ätzung in 5% Salpetersäure in Isoamylalkohol. Troostit-Sorbit wird braun gefärbt und der ungleichmäßige Aufbau des Troostits ist leicht zu erkennen. Martensit erhält eine bläuliche Färbung und Austenit wird orangefarben.

Eine gleiche Ätzwirkung wird nach KOURBATOFF mit einer Mischung von 10 Teilen einer Lösung von 4% Salpetersäure in Methylalkohol und einem Teil einer Lösung von 4% Pikrinsäure in Äthylalkohol erhalten. 10 min langes Ätzen färbt Sorbit, Troostit und die Nadeln des Martensit.

11. Metanitrobenzolsulfonsäure. Nach BENEDICKS färbt eine Lösung von 5% m-Nitrobenzolsulfonsäure in Äthylalkohol Martensit stärker als Austenit. Letzterer wird durch diese Ätzung braun gefärbt.

12. Schweflige Säure. Nach HILPERT und COLVER-GLAUERT wird unmittelbar vor Gebrauch eine Lösung von 3—4% schwefliger Säure in Alkohol oder Wasser aus einer gesättigten Vorratslösung von schwefliger Säure (etwa 10% in Wasser) hergestellt.

Für die wässrige Lösung beträgt die Ätzdauer 7—60 sec, je nach der Beschaffenheit des Werkstoffes, für die alkoholische Lösung mehrere Minuten. Die Probe wird mit der Schlißfläche nach oben in die Flüssigkeit gelegt und, sobald die polierte Fläche matt wird, herausgenommen, danach in Wasser und anschließend in Alkohol abgespült und im Luftstrom (Föhn) getrocknet.

Die erzielte Ätzwirkung ist der des Ätzanlassens ähnlich, mit dem Unterschied, daß sich statt der Oxydhaut eine dünne Schicht von Eisensulfid bildet. Dieses Ätzmittel wird für gehärtete Stähle empfohlen, wenn der Austenit zugleich mit dem Martensit angeätzt werden sollen, wobei der letztere eine blaßblaue Farbe annimmt und nadlig erscheint. Mangansulfid wird durch dieses Ätzmittel dunkelblau gefärbt.

Die Ätzung kann nur für ungehärtete oder unvollständig gehärtete Stähle von eutektoider oder übereutektoider Zusammensetzung verwendet werden, da die Gegenwart freien Ferrits örtlichen Lochfraß bewirkt.

13. Eisenchlorid. ISCHEWSKY nennt eine Lösung von 5% Eisenchlorid in Alkohol zum Ätzen gehärteter Stähle, weist aber darauf hin, daß die Ätzwirkung eine sehr starke ist, mehr noch als bei jodhaltigen Lösungen.

B. Ätzverfahren zum Nachweis von Eisenkarbid und Härte-Anlaß-Bestandteilen.

1. Alkalisches Natriumpikrat. Das von LE CHATELIER eingeführte Ätzmittel wurde von H. HANEMANN zum Nachweis der Verteilung der Zementitkügelchen im angelassenen Stahl, von E. MAURER und G. RIEDRICH zu einer Untersuchung über das Gefüge des gehärteten und angelassenen Stahles verwandt. Nach H. HANEMANN und A. SCHRADER eignet sich das Ätzmittel zur Unterscheidung der beim Anlassen gehärteter Stahlproben entstehenden Gefügezwisehenstufen, Von ihnen wurde festgestellt, daß Eisenkarbid in jedem Feinheitsgrad durch das Ätzmittel gefärbt wird, und daß die Ätzwirkung besonders zuverlässig bei Ätzzeiten für die Gefügeentwicklung im Stahl mit alkalischer Natriumpikratlösung (nach HANEMANN und SCHRADER).

Ätztemperatur °C	Zementit (Fe ₃ C)	ζ 110°	ζ 210°	φ 0,5% C
19—20	40 min	70 Stdn.	40 Stdn.	über 100 Stdn.
38	10 „	15 Stdn.	7 Stdn.	45 „
54	5 „	90 min	35 min	15 „
72	n. best.	20 „	10 „	1 „
95	30 sec	30 sec	30 sec	10 „

Zimmertemperatur ist. Ferner ermöglicht das Ätzmittel bei richtiger Anwendung die Unterscheidung der η - und ζ -Phase. Ferrit, Austenit und die ε -Phase werden nicht angegriffen. Die Abb. 29 geben die für diesen Zweck geeigneten Ätzzeiten und Ätztemperaturen an.

Es wird angenommen, daß im Austenit eine gleichmäßige Verteilung der in den Zentren der kubisch-flächenzentrierten Elementarkörper befindlichen Kohlenstoffatome vorliegt. In dem als η -Phase bezeichneten Martensit ist der Kohlenstoff nur in den Basisflächen des tetragonal-raumzentrierten Elementarkörpers eingelagert. Durch Anlaßwirkung verschwindet das tetragonale Gitter

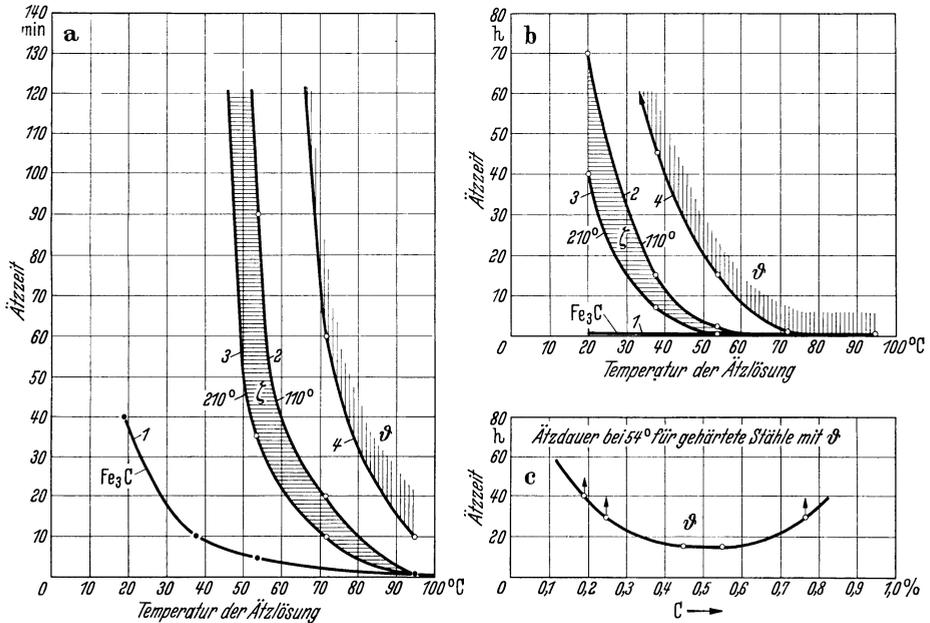


Abb. 29. Ätzzeiten für die Gefügeentwicklung von geglähten, gehärteten und angelassenen Stählen mit alkalischer Natriumpikratlösung (nach HANEMANN-SCHRADER).

bei etwa 100° C, statt dessen tritt ein gestörtes α -Gitter auf, und der aus der η -Phase entstehende Zustand wird mit ζ bezeichnet. Im Gefügebild erscheint der tetragonale Martensit (η -Phase) bei Salpetersäureätzung als helle Nadeln, etwas dunkler als der Austenit. Die durch Anlassen zwischen der ersten (etwa 100° C) und zweiten (etwa 300° C) Martensitumwandlung entstehende ζ -Phase erscheint bei Salpetersäureätzung in der gleichen Nadelform wie die η -Phase, jedoch gleichmäßig dunkel gefärbt. Bei steigender Anlaßwirkung werden dunkle Punkte auf hellem Grund in den Nadeln erkennbar. Nach dem Ätzverhalten wird angenommen, daß es sich um Zementitkörner in α -Eisen handelt.

Mit ϑ wird die beim Abschrecken niedrig gekohlter Stähle entstehende Kristallart bezeichnet, die zum größten Teil schon während des Abschreckens umgewandelt wird und bei Salpetersäureätzung in Form dunkler Nadeln und Flecke im Martensit auftritt. Durch Ätzung mit alkalischem Natriumpikrat wird sowohl die ζ - wie die ϑ -Phase dunkel gefärbt, letztere jedoch langsamer als erstere. Die Ätzzeiten sind je nach dem Kohlenstoffgehalt verschieden (schraffierte Flächen in Abb. 29).

Das Martensitgefüge abgeschreckter Kohlenstoffstähle besteht nach HANEMANN und SCHRADER je nach dem Kohlenstoffgehalt aus folgenden Zwischenstufen:

unter 0,37 % C	aus ϵ und ϑ ,
von 0,37—0,9% C	„ ϑ „ η (mit γ),
„ 0,9 —1,1% C	„ η „ γ („ ϑ),
über 1,1% C	„ η „ γ .

2. Salpetersäure in Methylalkohol und Nitrobenzol. Ausführlichere Angaben über dieses Ätzmittel finden sich auf S. 142. Es wird von PILLING für gehärtete Stähle empfohlen, da es freies Karbid färbt und Austenit, Martensit, Ferrit oder Silizium-Ferrit kaum beeinflusst. Troosit wird etwas gedunkelt, doch nicht viel mehr als durch die gewöhnlichen säurehaltigen Ätzmittel. Martensit wird sehr langsam angegriffen.

Das Ätzmittel ist geeignet zum Nachweis von freiem Karbid, obwohl es in einzelnen Fällen geschehen kann, daß der Martensit ebenfalls geschwärzt wird.

C. Verfahren zur Bestimmung der austenitischen Korngröße.

Es ist oft wünschenswert, die austenitische Korngröße abgeschreckter martensitischer Stähle festzustellen. Die üblichen Ätzverfahren entwickeln nur das nadlige Gefüge des Martensits.

1. Eisenchlorid. Zur Entwicklung der Korngrenzen in gehärteten und vergüteten Stählen eignet sich nach P. GOERENS folgende Lösung:

Eisenchlorid	20 g
Wasser	40 cm ³
Äthylalkohol	60 cm ³

Die Ätzdauer beträgt wenige Sekunden.

2. Pikrinsäure. Nach PULSIFER und GREENE können die Korngrenzen des Austenits in gehärteten Chrom-Nickel-Stählen durch ARCHERS Verfahren (abwechselndes Polieren und Ätzen) entwickelt werden, d. h. durch Ätzen mit 4% Pikrinsäure in Äthylalkohol und nachfolgendes Abwischen der kohlenstoffreichen Schicht, die sich auf der Schlißfläche bildet. Gewöhnlich dauert die Ätzung einige Minuten, aber der Ätzvorgang muß ständig beobachtet werden, da ein Überätzen von nur 30 sec ein undeutliches Gefüge und Ätzgruben ergibt. Nach dem Ätzen wird die Schlißprobe in Alkohol abgespült und mit Alkohol feucht gehalten, während sie mit der Hand auf einem Poliertuch gerieben wird. Zuletzt wird die Schlißprobe in heißem Wasser abgespült und mit Foen getrocknet.

3. Pikrin-Salzsäure. Ein von VILELLA und BAIN mitgeteiltes Ätzmittel folgender Zusammensetzung

Äthylalkohol	95 cm ³
Pikrinsäure	1 g
Salzsäure, konz.	5 cm ³

ermöglicht den Nachweis der austenitischen Korngröße in gehärteten, nicht-angelassenen Stählen. Die Ätzdauer beträgt 5—15 sec bei Zimmertemperatur, die Ätzung erfolgt durch Eintauchen. 2—3maliges leichtes Ätzen und Abpolieren läßt die einzelnen Körner deutlicher hervortreten. Die besten Ergebnisse werden bei leicht angelassenen Stählen erzielt, es genügt ein Anlassen von etwa 15 min bei 2—300° C.

Das Ätzmittel eignet sich für unlegierte Kohlenstoffstähle mit 0,4—0,95% Kohlenstoff sowie für legierte Stähle mit niedrigen Gehalten an Chrom, Molybdän, Mangan, Wolfram und Nickel.

Die Ätzung hat den Vorteil, daß sie in kürzester Zeit und an unveränderten Proben ausgeführt werden kann, sie unterscheidet sich dadurch von den zeitraubenden Verfahren, bei denen die Korngröße durch Aufkohlung (Mc Quaid-Ehn-Probe) oder Entkohlung bestimmt wird.

4. Salzsäure. H. TOBIN und R. L. KENYON benutzen zur Feststellung der austenitischen Korngröße in eutektoidem Stahl das folgende Verfahren: Die Proben werden in schwach oxydierender Atmosphäre gegläht, danach sorgfältig poliert und in einer Lösung von 15% Salzsäure in Äthylalkohol geätzt.

Die austenitische Korngröße einer vorhergegangenen Wärmebehandlung kann an einer Außenfläche festgestellt werden, vorausgesetzt, daß eine Behandlung in entkohlender oder aufkohlender Atmosphäre stattgefunden hat. Nach leichtem Polieren der Oberfläche wird bei langsam abgekühlten Proben mit Natriumpikrat oder Salpetersäure, bei martensitischen Proben mit alkoholischer Salzsäure geätzt.

V. Ätzverfahren für legierte Baustähle.

Niedriglegierte Sonderstähle unterscheiden sich in ihrem Verhalten beim Ätzen nicht wesentlich von gewöhnlichen Kohlenstoffstählen. Deshalb finden für sie fast dieselben Ätzmittel Verwendung (S. 111). In der Regel nimmt jedoch die Ätzdauer mit steigendem Gehalt an Legierungsbestandteilen zu.

A. Gefügeentwicklung.

In der „Hütte“ wird angegeben, daß eine Lösung von 4% Pikrinsäure in Äthylalkohol zum Ätzen von Sonderstählen oft besser geeignet ist als Salpetersäure. Manchmal ist es vorteilhaft, 2 Tropfen konz. Salzsäure auf je 25 cm³ der Pikrinsäurelösung zuzusetzen.

KALLING empfiehlt Salpetersäure in Äthylalkohol zum Ätzen von Chromstählen mit niedrigem Chromgehalt.

B. Karbidnachweis.

Nach WESTGREN, PHRAGMÉN und NEGRESCO färbt alkalisches Natriumpikrat die Karbide in Kugellagerstahl mit höherem Chromgehalt nicht. Kaliumpermanganat färbt die Doppelkarbide in Kugellagerstahl auch bei feinsten Verteilung. Vgl. S. 138.

Das PILLINGSche Ätzmittel (S. 142) ist meistens vorzüglich geeignet, um freie Karbide in Sonderstählen nachzuweisen.

VI. Ätzverfahren für Stähle mit hohem Chrom-Gehalt. Rostfreie und hitzebeständige Stähle.

Die Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen schwanken in ihrer Zusammensetzung sehr stark. Die einzelnen Gehalte liegen zwischen

0 —60% Chrom,
0,1 —60% Nickel,
0,06— 4% Kohlenstoff.

Der Widerstand dieser Legierungen gegen den Angriff verschiedener Ätzmittel beruht in erster Linie auf dem Kohlenstoffgehalt, die kohlenstoffreicheren werden leichter angegriffen. Diese sind auch wegen ihrer größeren Härte leichter zu schleifen und zu polieren und neigen weniger zur Bildung einer Bearbeitungsschicht. Leichtes Ätzen in einem geeigneten Ätzmittel läßt meistens sogleich das Gefüge hervortreten, was bei den weicheren Legierungen erst nach Entfernung der Bearbeitungsschicht geschieht. Austenitische Gefüge sind am schwersten zu entwickeln.

A. Einteilung der Stähle in Gruppen (nach VILELLA).

VILELLA unterscheidet beim Ätzen von Eisen-Chrom- und Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen drei Gruppen:

- I. über 0,5% Kohlenstoff,
- II. unter 0,5% Kohlenstoff,
- III. austenitische Legierungen mit niedrigem Kohlenstoffgehalt.

Der Chromgehalt hat auf das Verhalten beim Polieren und Ätzen wenig Einfluß. Bei 13 und 26% Chrom sind die Schwierigkeiten beim Polieren gleich groß. Austenitische Legierungen mit 6, 12 oder 18% Nickel verhalten sich beim Polieren und Ätzen ebenfalls gleich.

Die Legierungen der Gruppe I lassen sich meistens nicht sägen, Schliffproben müssen deshalb durch Brechen oder durch Schleifscheiben abgetrennt werden. Das Planschleifen erfolgt auf Schmirgelstein. Die Legierungen der Gruppen II und III sind beim Sägen sehr zähe, beim Schleifen sehr weich und neigen deshalb sehr zum Schmieren. Es ist mehrfaches Ätzen und Abpolieren erforderlich, um das eigentliche Gefüge zu entwickeln.

Eisen-Chrom-Legierungen mit Kohlenstoffgehalten bis 0,5% und Chromgehalten von 12—70%, ferner ferritische Legierungen mit Zusätzen von Vanadium, Wolfram, Molybdän, Titan und anderen nichtaustenitbildenden Elementen werden mit leichtem Druck auf den Schmirgelpapierkörnungen 2, 1, 0, 00, 000 von Hand oder auf Scheiben mit 400—800 Umdr/min geschliffen. Das Papier der Körnung 000 wird mit Graphit eingerieben. Zur Entwicklung von Korngefüge ist ein Poliertuch mit weicher Behaarung geeignet, zur Untersuchung von Einschlüssen wird das Fertigpolieren auf einem glatten Stoff, z. B. der matten Seite von Seidensatin, vorgenommen.

Legierungen mit teils ferritischem, teils austenitischem Gefüge gehören mehr unter Gruppe II. Zur Gruppe III zählen die austenitischen Chrom-Nickel-Stähle, ferner die Eisen-Nickel-Legierungen und die austenitischen Eisen-Chrom-Mangan-Legierungen.

Bei Schliffproben mit austenitischem Gefüge erscheinen die polierten Flächen oft kratzerfrei, während beim Ätzen noch Kratzer zutage treten, die zugeschmiert waren. Das Gefüge kann nur durch Ätzen mit starken Säuregemischen entwickelt werden. Die Geschwindigkeit des Ätzangriffs wächst mit der Temperatur, der Hauptangriff erfolgt durch Chlor im naszierenden Zustand. Die Einschlüsse werden beim Ätzen meistens stark angegriffen und ausgefressen, die Schliffproben erscheinen dann stark löcherig.

VILELLA gibt für die einzelnen Gruppen folgende Ätzmittel an:

1. Ätzmittel für Gruppe I (über 0,5% C).

1. 3 Teile Glyzerin,
2 „ Salzsäure,
1 Teil Salpetersäure, für Kaltätzung.
2. 10proz. Salzsäure, kochend, Ätzdauer 3—10 sec.
3. 10 g Ferrizyankalium,
10 g Kaliumhydroxyd,
100 cm³ Wasser, Ätzdauer 7—15 sec (Karbidätzung).
4. 10 g Eisenchlorid,
30 cm³ Salzsäure,
120 cm³ Wasser.

Ätzwaschen mit Wattebausch, sanft reiben. Ätzdauer 3—10 sec. Für langsameren Angriff verdünnen (nach CURRAN).

2. Ätzmittel für Gruppe II (unter 0,5% C). Die bei Gruppe I genannten Ätzmittel 1, 2 und 4, ferner die folgenden:

5. 4 g Kupfersulfat,
20 cm³ Salzsäure,
20 cm³ Wasser (nach CURRAN).
6. Gesättigte Lösung von Eisenchlorid in Salzsäure
mit etwas Salpetersäurezusatz.
7. 100 cm³ Salzsäure,
100 „ Wasser,
7 „ Salpetersäure.

Nach VILELLA ist Nr. 1 (Königswasser-Glyzerin) für diese Gruppe am besten geeignet.

3. Ätzmittel für Gruppe III (austenitische Stähle mit niedrigem C-Gehalt). Von den vorgenannten Ätzmitteln greift Nr. 1 langsam und ohne Lochbildung an. Nr. 4 greift stark die Korngrenzen an, besonders bei Seigerungen und Karbidausscheidungen, es ist deshalb wichtig zum Nachweis interkristalliner Korrosion. Einschlüsse werden stark angegriffen. Nr. 5 färbt die einzelnen Körner verschieden, je nach Achsenlage. Es eignet sich gut für Korngrößenbestimmung. Wie bei Nr. 4 werden Korngrenzen und Einschlüsse stark angegriffen.

8. 2 Teile Glyzerin,
2 „ Salzsäure,
1 Teil Salpetersäure.

Zusatz von mehr Salzsäure beschleunigt, Zusatz von 1 Teil Wasserstoffsuperoxyd (3%) verlangsamt den Ätzangriff.

9. 25 Teile Salzsäure,
5—50 Teile Chromsäure (10%).

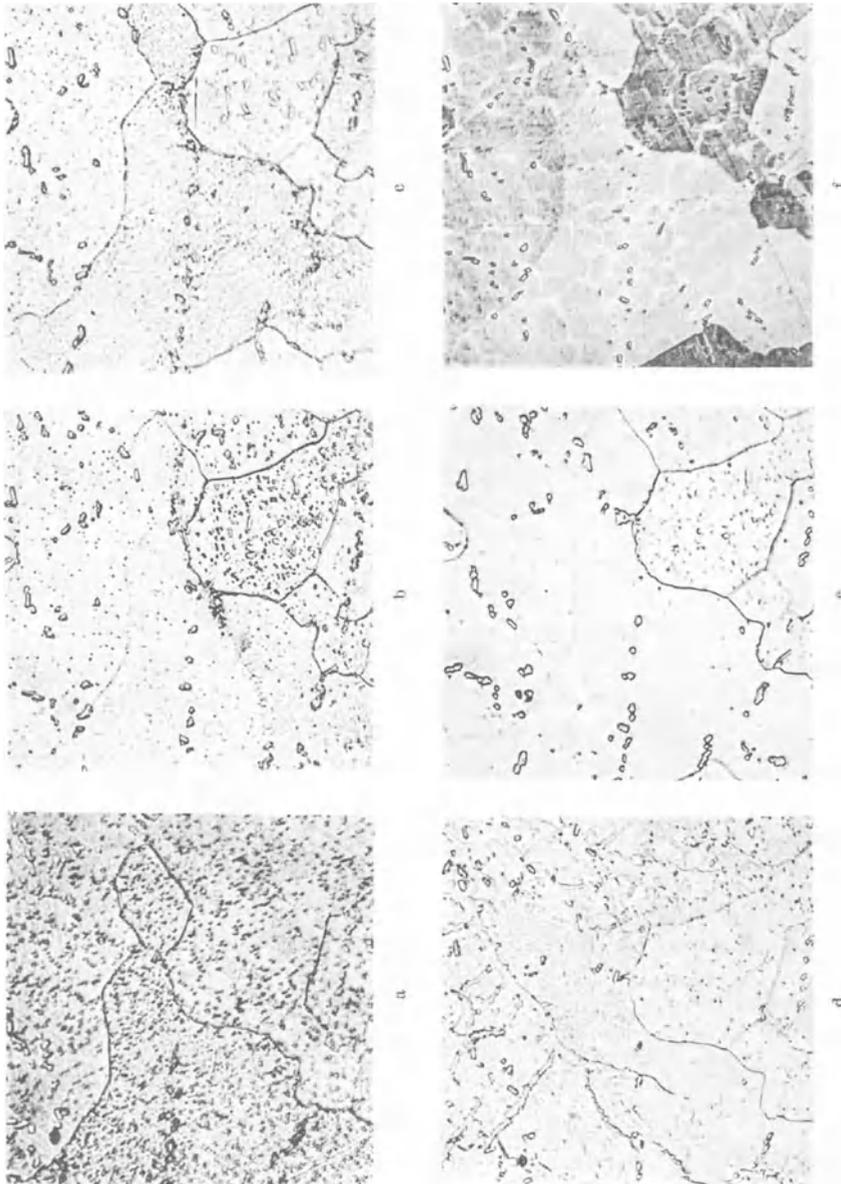
Wirkung ähnlich wie Nr. 8, Korngrenzen und Einschlüsse werden stärker angegriffen.

B. Weitere Ätzmittel für Gefügeentwicklung.

Weitere Angaben über das Ätzen der Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen finden sich bei den nachstehend angeführten Ätzmitteln.

1. Salzsäure. KALLING und PAGELS empfehlen eine Lösung von 50% Salzsäure in Äthylalkohol zum Ätzen von Chromstählen. Austenit und in vielen Fällen auch Martensit sind dabei jedoch häufig kaum von Ferrit zu unterscheiden. Bei Verwendung einer Lösung von 10% Salzsäure in Äthylalkohol zum Ätzen von

rostfreiem Chromstahl beträgt die Ätzdauer für geöglühte Proben 3—4 min, für gehärtete 20—30 min. Nach ROLLASON eignet sich diese Lösung für Korn-



grenzenentwicklung bei nichtrostendem Stahl, die Ätzdauer beträgt je nach der Art des Stahles 15 min bis 2 Stunden. Die Ätzung zeigt gute Korngegensätze ohne Lochbildung.

2. Salzsäure und Salpetersäure. Königswasser, die Mischung von Salz- und Salpetersäure, wird bei nichtrostenden und hitzebeständigen Stählen am häufig-

sten angewendet. Im A.S.S.T.-Handbuch wird die übliche Zusammensetzung von 3 Teilen Salzsäure und 1 Teil Salpetersäure angegeben. Die Mischung soll



Gefügeentwicklung einer Schlifprobe aus 16proz. Chromstahl (0,08% C, 0,4% Si), dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle nach mehrfachem Ätzen mit verschiedenen Ätzmitteln und jedesmaligem Zwischenschleifen. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 30a—c. Ätzmittel: Sparbeize mit Verdünnungslösung, auf 60° C erwärmt. Das Gefüge zeigt neben einzelnen Karbiden zahlreiche feine Punkte, die das Vorhandensein feiner Karbide vortäuschen können. In Wahrheit sind es Reste der Bearbeitungsschicht, die das ferritische Gefüge überdecken. Mehrfaches Ätzen und Abpolieren läßt die ferritische Grundmasse und die einzelnen Karbide immer deutlicher hervortreten. Abb. 30d. In diesem Fall wurde das Ätzmittel bis fast zum Sieden erhitzt. Infolge von Schaumbildung erfolgte ein ungleicher Ätzangriff und Vortäuschung nicht vorhandener Korngrenzen.

Ein einwandfreies Gefügebild zeigt nur Abb. 30e.
Abb. 30f. Ätzmittel: Ferrizyankalium bei etwa 70° C. Verschiedene Färbung der chromhaltigen Ferritkristalle. Karbide nicht gefärbt.

Abb. 30g—i. Ätzmittel: Pikrinsäure-Salzsäure. Ätzdauer 2 min unter Bewegten des Ätzgefäßes. Ätzmittel für diesen Stahl ungeeignet, es erfolgt ein starker Angriff auf den Ferrit, der die Probe bei kurzer Ätzdauer als sehr karbidreich erscheinen läßt, bei längerer Ätzdauer ein Gefüge entwickelt, als läge das Vergütungsgefüge eines kohlenstoffreichen Stahles vor.

Abb. 30h. Probe im erneut abpolierten Zustand.
Abb. 30i. Die abpolierte Probe 2 min in stehender Pikrin-Salzsäurelösung geätzt. Bevorzugter Angriff um die Karbide und in den nach dem Abpolieren nicht sichtbaren Schleif- oder Polierkratzern. Ätzmittel ungeeignet.

vor Gebrauch 24 Stunden stehen. Der Ätzangriff erfolgt sehr rasch, das Ätzmittel ist deshalb mit Vorsicht anzuwenden. PARMITER empfiehlt folgende Lösung:

- 4 Teile Salzsäure (sp. G. 1,16),
- 3 „ Salpetersäure (sp. G. 1,42),
- 4 „ Wasser.

Nach ROLLASON eignet sich für Korngrenzenätzung folgende Lösung:

Salzsäure	15 cm ³
Salpetersäure	5 „
Alkohol	100 „

A. SCHRADER empfiehlt als Ätzmittel für austenitische V 2 A-Stähle folgende Lösung:

Salpetersäure (1,40)	8 cm ³
Salzsäure (1,19)	12 „
Alkohol	1000 „

Eine Mischung von Königswasser und Glycerin wurde zuerst von GUILLET und PORTEVIN empfohlen. Die beschränkte Anwendung, die dieses Ätzmittel erfuhr, erklärt sich wahrscheinlich daraus, daß erst die Bearbeitungsschicht entfernt sein muß, ehe das Gefüge zutage treten kann.

Nach VILELLA ist folgende Mischung besonders günstig und vielseitig anwendbar:

Salpetersäure	1 Teil
Salzsäure	2 Teile
Glycerin	3 Teile

Die Säuren werden nacheinander dem Glycerin zugesetzt. Mischt man zuerst die Säuren, so erfolgt starke Chlorgasentwicklung und der Angriff setzt zu rasch ein, auch entsteht leicht Lochbildung. Das Ätzmittel ist vor Gebrauch frisch anzusetzen und zu erneuern, sobald es eine braune Färbung annimmt. Salpetersäurehaltige Glycerinlösungen sind wegen Gefahr der Nitroglycerinbildung mit besonderer Vorsicht zu handhaben und nach Gebrauch wegzugießen.

Bei ferritischen wie austenitischen Gefügen ist mehrfaches Ätzen und Polieren notwendig. Die Lösung wird kalt verwendet, zur Einleitung des Ätzangriffs empfiehlt VILELLA Vorwärmen des Schliffes in heißem Wasser.

Das Ätzmittel eignet sich auch für die Gefügeentwicklung von Eisen-Chrom-Legierungen mit Zusatz von Aluminium, Wolfram, Vanadium und Molybdän.

Für das Ätzen von Eisen-Chrom-Legierungen mit niedrigem Kohlenstoffgehalt und für teilweise austenitische Stähle wird im A.S.S.T.-Handbuch folgende Abänderung mitgeteilt:

Salpetersäure	1 Teil
Salzsäure	3 Teile
Glycerin	2 Teile

Die auf S. 123 angegebene Abänderung mit Wasserstoffsuperoxydzusatz (Ätzmittel Nr. 8) eignet sich besonders für das Ätzen austenitischer Eisen-Chrom-Legierungen mit Nickel, Mangan u. a. Zusätzen.

Das Werkstoffhandbuch Stahl und Eisen gibt für austenitische Stähle eine Mischung von Salzsäure und Salpetersäure mit einem geringen Zusatz von Sparbeize an:

Salzsäure	450 cm ³
Salpetersäure	45 „
Wasser	450 „
Sparbeize (nach Dr. VOGEL)	2 „

Die Sparbeize wird der übrigen Lösung, die vorrätig gehalten werden kann, erst unmittelbar vor Gebrauch zugesetzt, auf etwa 30 cm³ Verdünnungslösung kommt ein Tropfen Sparbeize. Die Lösung wird auf etwa 60° C erwärmt und verwendet, sobald Gelbfärbung Chlor im naszierenden Zustand anzeigt (Abb. 30a—i und 31a und b).

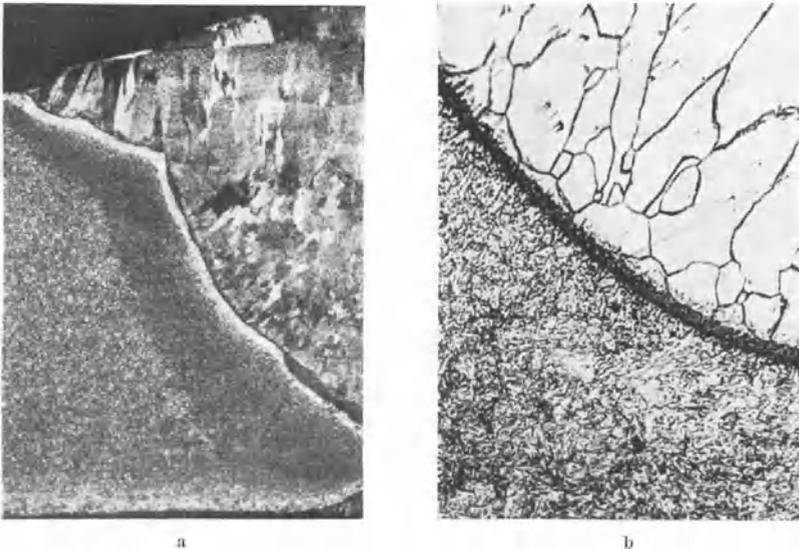
Das Ätzmittel eignet sich auch für ferritische Chromstähle mit höheren Chromgehalten sowie für andere schwer angreifbare Stähle und Eisenlegierungen.

P. GOERENS gibt folgende Lösung zur Kleingefügeentwicklung von nichtrostenden Stählen an:

Salpetersäure	10	cm ³
Salzsäure	100	„
Sparbeize	0,30	„
Ätztemperatur	60°	C

3. Salzsäure und Chromsäure. Für wärmebehandelte Chrom-Nickel-Stähle (V 2 A-Stahl) empfiehlt NEWELL eine Lösung von

Salzsäure, konz.	25	cm ³
Chromsäure (10%)	5	cm ³



Gefügeentwicklung von Austenit neben Martensit. Austenitische Elektroschweiße mit V-Naht.
 Abb. 31a u. b. Übergang vom Schweißkeil aus Nichrotherm zum 6proz. Chromstahl. Ätzmittel: Sparbeize mit Verdünnungslösung (S. 126). (Vergr. × 3 u. × 500.)

Der Chromsäurezusatz verlangsamt den Angriff und verhindert Loch- und Fleckenbildung. Für kaltbearbeitete Stähle wird 50proz. Chromsäure verwendet, wodurch das Ätzmittel sehr milde angreift.

4. Salzsäure und Eisenchlorid. Nach Angabe des A.S.S.T.-Handbuches kann folgende Lösung zum Ätzen von nichtrostenden Stählen verwendet werden:

Eisenchlorid	10	g
Salzsäure	30	g
Wasser	120	cm ³

Die Schlißfläche wird mit einem mit Ätzlösung getränkten Wattebausch gewaschen. In der Regel dauert die Ätzung nicht länger als 30 sec. Durch Verdünnung kann ein langsamerer Angriff bewirkt werden. In sehr starker Verdünnung eignet sich die Lösung für elektrolytisches Ätzen.

Das Ätzmittel wurde von CURRAN vorgeschlagen, ebenso eine gesättigte Lösung von Eisenchlorid in Salzsäure mit etwas Salpetersäurezusatz.

Zur Gefügeentwicklung von geglühtem Chromstahl mit 14% Chrom und Magnetstahl mit 6% Wolfram empfehlen HULTGREN und LJJEKVIST Ätzreiben mit folgender Lösung:

Eisenchlorid	100 g
Salzsäure	5 cm ³
Alkohol	250 „
Wasser	250 „

ROLLASON empfiehlt für austenitische Stähle folgende Lösung:

Eisenchlorid	5 g
Salzsäure	50 cm ³
Wasser	100 „

Ätzdauer 1 min. Fließlinien werden gut sichtbar. Um die Karbide bilden sich Zonen bevorzugten Angriffs.

5. Salzsäure und Kupfersalze. MARBLE empfiehlt folgendes Ätzmittel für nichtrostenden Stahl:

Kupfersulfat	4 g
Salzsäure	100 cm ³
Äthylalkohol	100 „
Wasser	100 „

KALLING berichtet, daß die verschiedenen Gefügebestandteile sehr klar durch eine Lösung der folgenden Zusammensetzung unterschieden werden können:

Kupferchlorid	5 g
Salzsäure	100 cm ³
Äthylalkohol	100 „
Wasser	100 „

Der angemessenste Gehalt an Salzsäure richtet sich nach der Zusammensetzung des Stahles und seiner Behandlung. KALLING stellt fest, daß dieses Ätzmittel bei allen Stählen mit mehr als 5% Chrom vorteilhaft verwendet werden kann.

Die Ätzwirkung scheint darin zu bestehen, daß Ferrit angegriffen und Kupfer darauf niedergeschlagen wird, während das Karbid unverändert bleibt. Austenit ist nach der Ätzung gewöhnlich ebenso hell wie das Karbid, während Martensit sich dunkler färbt als Ferrit. Wenn der Austenit jedoch eine teilweise Umwandlung in Martensit erfahren hat, kann er ungefähr dieselbe Färbung annehmen wie der Ferrit und ist deshalb schwer von diesem zu unterscheiden, wenn beide gleichzeitig auftreten. In solchen Fällen ist es gewöhnlich möglich, einen verstärkten Farbenunterschied zwischen beiden Bestandteilen hervorzurufen durch geringe Änderung des Kupferzusatzes in der Ätzlösung. Es ist mit dem KALLINGschen Ätzmittel möglich, die geringsten Spuren von Austenit nachzuweisen. Nach HULTGREN und LJJEKVIST eignet sich dieses Ätzmittel zur Entwicklung des sekundären Austenitgefüges bei Chrom-Nickel-Stahl 12/20 und des Primärgefüges bei Chrom-Nickel-Stahl 18/8 (V 2 A).

6. Salzsäure und Quecksilbernitrat. Im A.S.S.T.-Handbuch wird folgendes Ätzmittel für nichtrostende Stähle erwähnt:

Salzsäure	100 Teile
Quecksilbernitrat	7 „
Wasser	100 „

Die Lösung wird bei der Herstellung erwärmt, aber zum Ätzen kalt verwendet.

7. Chrom-Schwefelsäure.

Chromsäure 3 g Das Ätzmittel wurde von ROBIN eingeführt, es wird im
Schwefelsäure, konz. . . . 35 cm³ kochenden Zustand angewendet und eignet sich beson-
Wasser 65 cm³ ders für Eisen-Chrom- und Eisen-Nickel-Legierungen.

PORTEVIN empfiehlt folgende Zusammensetzung:

Chromsäure . . . 2 g Ätzdauer und Temperatur hängen vom Chromgehalt der Probe
Schwefelsäure . . 25 cm³ ab, beispielsweise 20 sec bei 80°C bei 5% Cr und 3—4 min in
Wasser 75 cm³ der kochenden Lösung bei über 25% liegendem Chromgehalt.
Die Proben werden jedoch beim Ätzen leicht passiv, deshalb ist
der Ätzung mit Königswasser-Glycerin der Vorzug zu geben.

8. Salpetersäure-Flußsäure. Als Ätzmittel für kohlenstoffhaltige austenitische Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen wird von den Acières d'Imphy (nach PORTEVIN) folgende Lösung angegeben: In einem Uhrglas werden gemischt:

Salpetersäure, konz., chem. rein 7 cm³
Flußsäure, konz., chem. rein 0,5 cm³

Ein Gefäß mit Wasser ist bereitzuhalten, damit die Ätzung, wenn der gewünschte Ätzgrad erreicht ist, sofort unterbrochen werden kann.

1. *Kaltätzung.* Die Schliffprobe wird 1—2 sec kalt geätzt, dann in Wasser abgespült.

2. *Warmätzung.* Wenn das Kaltätzen keine Austenitkörner entwickelt hat, wird das Uhrglas auf einem Sandbad erwärmt. Sobald sich Dämpfe zu entwickeln beginnen, wird die Schliffprobe 1—2 sec geätzt und sofort abgespült. In einigen Fällen genügt auch diese Ätzung noch nicht zur Entwicklung der Austenitkörner. Dann ist sie unter den gleichen Bedingungen zu wiederholen, nachdem ein paar Tropfen frischer Säuremischung der schon benutzten Ätzflüssigkeit zugesetzt sind. Einige Schliffproben erfordern eine Gesamtätzdauer von etwa 25 sec. Ätzporen treten bei dieser Ätzung praktisch kaum auf.

Nach PORTEVIN und BASTIEN ist in den Acières d'Ugine zum Nachweis feinsten Karbidausscheidungen in nichtrostenden Stählen 18/8 folgende Lösung gebräuchlich:

Flußsäure 2 cm³
Salpetersäure 10 „
Wasser 88 „

Die Ätzdauer beträgt bei der kalt verwendeten Lösung 2—20 min.

Bei der Untersuchung des Systems Fe-Ni-Ni₃Ti-Fe₂Ti stellten VOGEL und WALLBAUM fest, daß die Gefügeentwicklung wesentlich von der Wahl des geeigneten Ätzmittels abhängt, um eine Unterscheidung zwischen Fe₂Ti und Ni₃Ti zu ermöglichen. Beide Verbindungen sind gegen die meisten Säuren beständig, mit Ausnahme von Flußsäure, die deshalb — gemischt mit verdünnter Salpetersäure und Glycerin — als Ätzmittel Verwendung fand.

9. Ferrizyankaliumlösung. Nach VIALLE und VAN DEN BOSCH eignet sich das Ätzmittel nach HONDA:

Ferrizyankalium 10 g
Kaliumhydroxyd 10 g
Wasser 100 cm⁹

das zum Nachweis von Karbiden in nichtrostenden Stählen gebräuchlich ist, auch zum Nachweis von Delta-Ferrit neben Austenit, da es ersteren bräunlich färbt, Austenit dagegen hell läßt. Im Verlauf der Ätzung färben sich zuerst die Ausscheidungskarbide, dann der Delta-Ferrit und bei sehr langer Ätzdauer

auch der Austenit. Die Ätzdauer schwankt je nach Probengröße und Zusammensetzung des Stahles zwischen 1—5 min. Korngrenzen werden durch das Ätzmittel nicht entwickelt.

10. Pikrinsäure-Kupferchlorid. WHITELEY verwendet eine gesättigte Lösung von Pikrinsäure in Äthylalkohol mit einem Zusatz von 0,05—0,08 g Kupferchlorid auf 100 cm³, um in abgeschreckten Proben Gamma- und Deltaeisen unterscheiden zu können.

11. Magnetpulververfahren. Das Magnetpulververfahren findet auch in der Mikroskopie bereits Anwendung. Es kann zum Nachweis der Umwandlung von unmagnetischem γ -Eisen in magnetisches α -Eisen dienen, ferner zur Feststellung der Verteilung der Magnetisierung in Kristallen.

Die polierten Schlißproben werden in einem kleinen Glasgefäß auf den Mikroskopisch gesetzt und mit einer dünnen Aufschwemmung von gepulvertem Eisenoxydul in Alkohol übergossen. Bei nicht kaltbearbeiteten Proben aus V2A-Stahl verteilt sich das Pulver gleichmäßig auf der Schlißfläche, nach Kaltbearbeitung von 2—6% tritt α -Eisen auf, das sich durch Anreicherung von Pulver an diesen Stellen nachweisen läßt. (Nach G. W. AKIMOW.)

12. Elektr. lytisches Ätzen. Nach dem A.S.S.T.-Handbuch eignet sich eine Lösung von 0,5% Natriumhydroxyd gelegentlich für elektrolytisches Ätzen von chromreichen Stählen.

Aber auch eine verdünnte Lösung von Eisenchlorid und Salzsäure (CURRAN kann, wie schon oben erwähnt wurde, als Elektrolyt dienen. Ferner sei hingewiesen auf VELGUTHS elektrolytisches Ätzverfahren für Nickel-Chrom-Stähle, das auf S. 197 erwähnt wird; wahrscheinlich wird das Verfahren bei Chromstählen ebenso gute Ergebnisse liefern, jedoch fehlen Angaben darüber.

Nach BAEYERTZ ist Chromsäure für elektrolytisches Ätzen von Nickelstählen geeignet. Zementit und Chromkarbide der rostbeständigen Stähle werden rasch angegriffen, Austenit langsamer, Ferrit am langsamsten. Rasch angegriffen werden Mangansulfid-Eisensulfid und die Sulfide der korrosionsbeständigen Chrom- und Chrom-Nickel-Stähle. In selenhaltigen Chromstählen werden die Selenide rascher angegriffen als die Sulfide.

Bei der Ausführung des Verfahrens wird die Probe als Anode verwendet, als Kathode dient ein Stück Platinblech, die Entfernung zwischen beiden soll 2—2,5 mm betragen. Als Elektrolyt dient eine Lösung von 10 g Chromsäure in 100 cm³ dest. Wasser. Bei einer Stromquelle von 6 V liegt die Ätzdauer zwischen 30 und 90 sec je nachdem, welche Gefügebestandteile angegriffen werden sollen. Bei längerer Ätzdauer eignen sich auch die für Karbidnachweis angegebenen Lösungen zur Gefügeentwicklung (s. dort).

C. Karbidnachweis.

1. Alkalische Hydroxydlösung. GROESBECK (3) hat festgestellt, daß Chromkarbid bei einer Ätzdauer bis zu 30 min weder durch kalte noch durch kochende verdünnte alkalische Hydroxydlösung gefärbt wird. Gesättigte Lösungen färben jedoch die ganze Schlißfläche.

Nach GUILLET, MURAKAMI und GROESBECK (3) greift alkalische Pikratlösung Chromkarbid nicht an. Nach TOFAUTE und BÜTTINGHAUS wird auch Titankarbid nicht angegriffen.

2. Karbidätzung nach MURAKAMI. Dieses Ätzmittel ist sehr geeignet zum Nachweis von Karbiden in geglühten Chrom- und anderen Stählen (Zusammensetzung s. S. 114). Die Ätzdauer beträgt 15 sec bis zu 3 min.

Nach DAEVES wird das Karbid des Eutektikum in Stählen mit hohem Chrom- und Kohlenstoffgehalt bei Zimmertemperatur ebenfalls angegriffen.

Nach MURAKAMI und SOMEYA steigert sich die Ätzfähigkeit der Lösung für Chromstähle mit zunehmender Lagerzeit des Ätzmittels.

TOFAUTE und A. BÜTTINGHAUS empfehlen es für Eisen-Titan-Kohlenstoff-Legierungen zum Nachweis von Titankarbid neben α - und γ -Mischkristallen¹.

3. Alkalisches Kaliumpermanganat. Das von GROESBECK eingeführte Ätzmittel (S. 115) wirkt auf Chromkarbid in derselben Weise wie die MURAKAMISCHE Ätzung. Die Ätzdauer in der kochenden Lösung beträgt 1 min.

Nach WACHÉ färbt eine kochende Lösung von

4 g Kaliumpermanganat, 4 g Natriumhydroxyd, 100 cm³ Wasser,

die Gefügebestandteile von kohlenstoffhaltigen Nickel-Chrom-Eisen-Legierungen, ohne sie anzugreifen. Ätzdauer 2—4 min. Das Ätzmittel dient wie die MURAKAMISCHE Ätzung zum Nachweis von Karbiden in austenitischen und von δ -Eisen in austenitisch-ferritischen Legierungen.

4. Überchlorsäure-Kupfersulfat. Zur Untersuchung von nichtrostenden Stählen auf Korrosionsempfindlichkeit empfehlen VIALLE und VAN DEN BOSCH neben der Ätzung mit Oxalsäure das folgende Ätzmittel:

Überchlorsäure (1,6) 50 cm³
 Kupfersulfat 10 g
 Wasser 50 cm³

Das Ätzmittel wird kochend verwendet. Es ist so lange zu ätzen, bis sich dichte weiße Dämpfe entwickeln. Ätzdauer etwa 15 min. Die Ätzung ist besonders geeignet für systematische Untersuchung der interkristallinen Ausscheidungsvorgänge, da es feinste Karbidteilchen sichtbar macht. Oxalsäure ist dafür weniger geeignet, da sie auch den Austenit angreift.

5. Elektrolytisches Ätzen. Nach GROESBECK (3) wird Chromkarbid durch elektrolytisches Ätzen in einer Lösung von 10% Natriumkarbonat und ebenfalls in Zyannatrium (S. 139) angegriffen.

Um feinste Karbidausscheidungen auf den Korngrenzen von chromreichen austenitischen Stählen nachzuweisen, empfiehlt ELLINGER anodische Behandlung der Schliffprobe in 10proz. Oxalsäure. In geglühtem V2A-Stahl soll hierdurch nach etwa 16 sec das ausgeschiedene Karbid, bei abgeschrecktem Stahl nach etwa 30 sec das austenitische Gefüge zu entwickeln sein.

Nach VIALLE und VAN DEN BOSCH eignet sich die Oxalsäureätzung für alle Gefügearten von 18/8-Stahl, im Gußzustand wird Tannenbaumgefüge entwickelt, im geschmiedeten und bei 1100 °C abgeschreckten Stahl werden bei kurzer Ätzdauer (10—20 sec) die Korngrenzen des Austenits sowie gleichzeitig die Zwillingsbildungen sichtbar; längere Ätzdauer (60 sec) ergibt Kornflächenätzung des Austenits. Das Ätzmittel wird besonders zur Untersuchung von Lichtbogenschweißungen empfohlen.

¹ In Eisen-Kohlenstoff-Molybdän-Legierungen (0,05%—1,2% C, 0—6,0% Mo) kann das Doppelkarbid von Eisen und Molybdän (Omega-Bestandteil) nach BLANCHARD, PARKE und HERTIG durch Ätzen mit dem MURAKAMISCHEN oder mit dem YATSEVITCHSCHEN Ätzmittel nachgewiesen werden, wenn es in geringeren Mengen auftritt. Dieser Bestandteil erscheint in Legierungen mit etwas über 1% Mo, wenn der C-Gehalt über dem Eutektoid liegt.

Nach ARNESS entwickelt 10proz. Natriumzyanidlösung bei anodischer Schaltung der Schlißprobe nach einer Ätzdauer von 2—5 min nur Karbide. Reiner Abschreckaustenit wird erst nach 30 min schwach sichtbar.

SCHAFMEISTER nimmt an, daß der Vorteil des elektrolytischen Ätzens für den Karbidnachweis darauf beruht, daß neben der Eigenwirkung verschiedener Elektrolyte durch Änderung der Stromdichte und der Ätzdauer die günstigsten Ätzbedingungen geschaffen werden können. Die Eigenwirkung der Elektrolyte wird neben dem Dissoziationsgrad wesentlich davon abhängen, wie die elektro-chemischen Vorgänge beim Stromschluß die Ausbildung und Zerstörung der passiven Schicht beeinflussen. P. SCHAFMEISTER verwendete bei seinen Ätzversuchen an Schlißproben nichtrostender Stähle Kathoden aus V2A-Blech von 5000 mm² Oberfläche im abgeschreckten Zustand (1100° C Wasser). Die Ätzung erfolgte bei Zimmertemperatur. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in untenstehender Tabelle dargestellt.

Nach Erfahrungen von SCHAFMEISTER ist von den organischen Säuren Oxalsäure der Essig- und Ameisensäure vorzuziehen. Oxalsäure ermöglicht in einhaltbaren Ätzzeiten die Entwicklung von Karbid, Austenit und Ferrit. Da die Ätzzeiten für Karbid recht kurz sind, was leicht zu Überätzungen führt, sind einige Salzlösungen geeigneter.

Der Angriff der Mineralsäuren Schwefelsäure und Salpetersäure ist auch bei starker Verdünnung zu heftig, ihre Einwirkung kann durch Zusatz ihrer Salze oder durch Mischung mit organischen Säuren abgeschwächt werden.

Die von SCHAFMEISTER erprobte Ammoniumnitratlösung (10%) hat gegenüber der von ARNESS benutzten Natriumzyanidlösung den Vorteil der Ungiftigkeit bei gleich guter Karbidentwicklung und kürzerer Ätzdauer. Mit beiden Salzlösungen ist es möglich, nur das in den Korngrenzen enthaltene Karbid zu

Zusammenstellung der günstigsten Ätzbedingungen (nach SCHAFMEISTER).

Ätzmittel	Klemmen- spannung V	Stromdichte mA/cm ²	Ätzdauer	
			s	für
Oxalsäure (10%)	3,5—5,8	75—300	2— 15	Karbid
			15— 80	Austenit
			15— 60	Ferrit
Essigsäure (10%)	9	15	300	Karbid ¹
Essigsäure (10%) + Schwefelsäure (1%)	2,7	55	2— 15	Karbid
Schwefelsäure (5%)	1,5	25	120	Austenit
			50	Karbid
			60—120	Austenit
Schwefelsäure (10%) + Kupfer- sulfat (10%)	1,5	30—100	2— 10	Karbid
Natriumzyanid (10%)	5,2	300—350	50	Ferrit
			90—240	Karbid
			1800	Austenit
			120—300	Ferrit
Ammoniumnitrat (10%)	3	50	60—180	Karbid
			600	Austenit
			120—180	Ferrit
Ammoniumpersulfat (10%)	3,6	80—100	10— 30	Karbid
			120—240	Austenit
			60—120	Ferrit

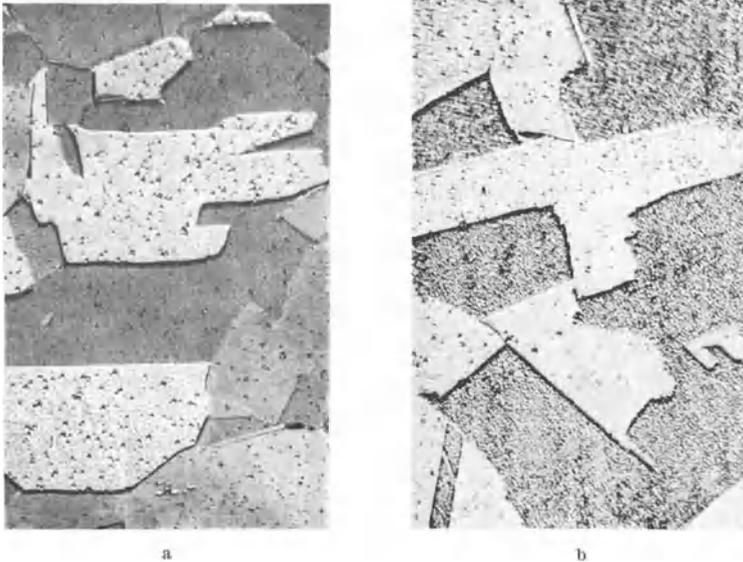
¹ Austenit bleibt ungeätzt.

ätzen, da die Ätzzeiten für reinen Austenit erheblich länger sind. Auch eine 10proz. Ammoniumpersulfatlösung ist für diesen Zweck geeignet.

Bei zu hoher Stromdichte sind die einzelnen Karbidkörnchen nicht mehr zu unterscheiden. Bei zu langem Ätzen erscheinen die Karbidkörnchen als zusammenhängende Linien.

VII. Ätzverfahren für Stähle mit hohem Nickelgehalt.

Für nickelreiche Stähle können in den meisten Fällen die bei den Chromstählen beschriebenen Ätzmittel verwendet werden. Gelegentlich ist es auch



Ätzbeispiel für 24proz. Nickelstahl. 1000° C/Wasser. Ätzmittel: Alkoholische Pikrinsäure-Salzsäure (S. 106), Schrägbeleuchtung.

Abb. 32a. Ätzdauer 20 min. (Vergr. × 500.)

Abb. 32b. Ätzdauer 60 min. (Vergr. × 500.)

Die in den hellen Körnern des Austenits sichtbaren feinen Körnchen sind hervorgerufen durch eine beginnende Kristallfigurenätzung. Diese Körnchen sind Ätzgrübchen, die leicht mit Karbiden verwechselt werden können. Man erkennt die Grübchen durch Änderung der Beleuchtungsrichtung.

möglich, mit den für Nickel üblichen Lösungen zu ätzen. Im A.S.S.T.-Handbuch ist für austenitische Nickelstähle das folgende Ätzmittel genannt:

Eisenchlorid	5 g
Salzsäure	50 cm ³
Wasser	100 cm ³

Nickelreiche Stähle können auch mit 10proz. Ammoniumpersulfat geätzt werden. Eine Lösung von 1% Salzsäure in Äthylalkohol eignet sich zur Entwicklung der Korngrenzen in austenitischen Stählen; leichtes Reliefpolieren ist oft von Vorteil.

Auch Salzsäure mit etwas Pikrinsäure in Äthylalkohol (S. 106) kann als Ätzmittel für austenitische Stähle verwendet werden. Die Ätzdauer beträgt 20 min bis 1 Stunde (Abb. 32a u. b).

Nach BENEDICKS (4) kann die Gegenwart geringer Mengen des α -Bestandteils in Invarstählen durch das auf S. 57 beschriebene Verfahren nachgewiesen werden, nach welchem die Schlieffläche zuerst mit einer Gelatineschicht bedeckt

wird, die man erhärten läßt. Nach der Behandlung des Schliffes mit verdünnter Säure wird der eisenreiche α -Bestandteil mittels einer Ferrizyankaliumlösung nachgewiesen, die eine örtliche Blaufärbung in der Gelatineschicht sichtbar werden läßt.

VIII. Ätzverfahren für Stähle mit hohem Mangangehalt.

A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung.

VILELLA hat festgestellt, daß die für Chromstähle empfohlenen glyzerinhaltigen Ätzmittel (S. 126) auch geeignet sind, um das Gefüge von Hadfield-Stahl zu entwickeln.

BELAJEFF hat gezeigt, daß das Gefüge von gehärtetem Manganstahl durch ein Vorätzen mit einer Lösung von 3% Salpetersäure in Äthylalkohol und Nachätzen mit dem STEADschen Ätzmittel Nr. 1 (S. 79) gut entwickelt werden kann. Der entstandene Kupferniederschlag wird durch Behandlung mit starkem Ammoniak gelöst. BELAJEFF gibt an, daß das ursprüngliche Tannenbaumgefüge der Austenitkörner erkannt werden kann.

Nach SAUVEUR und KRIVOBOK kann das Tannenbaumgefüge von gegossenem Manganstahl in der Regel durch Ätzen mit heißer alkalischer Natriumpikratlösung sichtbar gemacht werden.

C. WELLS und F. M. WALTERS verwendeten bei der Untersuchung von Eisen-Mangan-Kohlenstoff-Legierungen (7 und 12% Mn, 0,02—1,25% C) eine Doppelätzung von alkoholischer Salpetersäurelösung (4%), gefolgt von einer Ätzung mit alkalischem Natriumpikrat, um Austenit und Ferrit neben dem Karbid erkennen zu können. Eine Legierung mit 12,8% Mn und 0,46% C wurde bei 1250° C 12 Stunden in Argon geglüht, abgeschreckt, danach 150 Stunden bei 640° C geglüht und wieder abgeschreckt. Nach Anwendung der Doppelätzung erschienen die Austenitkristalle grau mit deutlichen Translationsstreifen, Ferrit weiß und das Karbid schwarz, während Ätzung mit Natriumpikrat allein nur das Karbid schwärzte und keine Unterscheidung der übrigen Gefügebestandteile ermöglichte.

GLAZUNOV und PETÁK fanden bei Vergleichsätzungen mit alkalischem Natriumpikrat und einer zweiten Lösung, bei der statt Pikrinsäure (Trinitrophenol) Paranitrophenol verwendet wurde, daß bei weißem Roheisen mit 4 und mit 14% Mn in ersterem folgende Erscheinung auftrat: sowohl mit Natriumpikrat wie auch der Paranitrophenollösung wurden in den übereutektischen Zementitnadeln Mittelzonen von abweichender Färbung beobachtet, während die Zementitnadeln des 14proz. Manganroheisens homogen erschienen. Es wird angenommen, daß das Doppelkarbid des Eisens und Mangans beim Umwandlungspunkte des Zementits (Curie-Punkt) in zwei Phasen zerfällt, da das α -Eisenkarbid nur wenig Mangan in Lösung zu halten vermag. Im 14proz. Manganroheisen bleiben die Nadeln homogen, weil der Curie-Punkt mit zunehmendem Mangangehalt ständig erniedrigt wird und bei 8% Mn bereits unter 0° C liegt.

B. Karbidnachweis.

Zum Nachweis von Karbiden in Manganstählen kann die PILLINGSche Lösung (S. 142) empfohlen werden, weil sie nur das Karbidnetzwerk angreift und keine durch Manganseigerung bedingte Zeilenbildung sichtbar werden läßt, wie es oft bei anderen Ätzmitteln der Fall ist.

IX. Ätzverfahren für Schnellstähle und andere Wolframstähle.

A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung.

Als Ätzmittel für geglähten Schnellstahl empfehlen GILL und BOWMAN Pikrinsäure und für gehärteten eine Lösung von 6—8% Salpetersäure in Äthylalkohol. Nach AMBERG ist eine Lösung von 5% Salpetersäure in Äthylalkohol bei einer Ätzdauer von 10 min sehr geeignet für Korngrenzenätzung.

Bei Schnellstahl, der bei hoher Temperatur gehärtet und danach nicht angelassen wurde, wird durch die obengenannte Ätzung nur ein polyedrisches Gefüge sichtbar. Im vergüteten Stahl erscheint dagegen ein martensitisches Gefüge.

In solchen Fällen, wo die Ätzung mit Salpetersäure nur ein Polyedergefüge erscheinen läßt, fand AMBERG, daß 30—60 sec langes Ätzen in folgender Lösung oft ein martensitisches Gefüge entwickelt:

Salzsäure	20 cm ³
Wasser	15 „
Äthylalkohol	65 „
Kupferchlorid	1 g

Die Ätzdauer nimmt in dem Maße zu, wie die Menge an Salzsäure verringert wird.

Nach ENLUND ist dieses Ätzmittel nicht geeigneter als Salpetersäure in Alkohol. Er schiebt AMBERGS Ergebnis darauf, daß die Schlißprobe erst eine beträchtliche Zeit nach dem Polieren geätzt wurde. Inzwischen hatte sich in der Oberflächenschicht etwas Martensit gebildet, der ebenso klar herausgekommen wäre, wenn man die Probe mit Salpetersäure statt mit der oben beschriebenen Lösung geätzt hätte.

Nach HULTGREN ist das Gefüge von Schnellstahl gut durch Ätzanlassen zu entwickeln.

Im A.S.S.T.-Handbuch wird angegeben, daß VILELLAS Ätzmittel für Chromstähle auch für Schnellstähle verwendet werden kann (S. 126).

B. Ätzmittel für Karbide und Wolframde.

1. Natriumhydroxyd. Nach GROESBECK (3) hat eine 10proz. Natriumhydroxydlösung folgende Wirkung:

	bei Raumtemperatur	kochend
Eisenwolframid	in 1—5 min geschwärzt	in 1 min geschwärzt
Eisenwolframkarbid . . . „	10 „ „	„ 10 „ „
Wolframkarbid	30 „ nicht angegriffen	nicht angegriffen

2. Alkalisches Natriumpikrat. Nach HULTGREN wird Eisenwolframid in der kochenden Lösung rascher angegriffen als Eisenkarbid, Wolframkarbid bleibt unverändert. GROESBECK (3) bestätigt diese Erfahrung und gibt an, daß Eisenwolframkarbid in 90 sec, Eisenwolframid in 2 min geschwärzt wird.

3. Murakamisches Ätzmittel. Ferrizyankalium. Nach GROESBECK (3) ist dieses Ätzmittel für das Ätzen von Wolframstählen immer frisch herzustellen (S. 114). Ein Stahl mit etwa 5% Chrom, 18% Wolfram und 0,6% Kohlenstoff ätzt sich mit der kalten Lösung in 15—20 sec, die Karbide und Wolframde färben sich braun bis schwarz, während die Grundmasse ungefärbt bleibt.

GROESBECK gibt auch an, daß Wolframkarbid in der kochenden Lösung in 30 sec geschwärzt wird, Eisen-Wolframkarbid in 60 sec.

Die Wirkung von alkalischem Kaliumpermanganat (GROESBECK S. 138) ist die gleiche wie die der MURAKAMISCHEN Ätzung.

Die DAEVESSCHE Lösung, heiß verwendet, bewirkt eine sehr deutliche Färbung des Sekundärzementits und der Zementitlamellen des Perlits in Wolframstählen.

4. Alkalisches Kupferkaliumzyanid. Nach GROESBECK (3) färbt die THOMPSON- und WHITEHEADSche Lösung (S. 115), heiß verwendet, Eisen-Wolframid und Eisen-Wolframkarbid in $\frac{1}{4}$ —3 min. Wolfram-Chrom- und Vanadinkarbide werden nicht gefärbt. Eisenkarbid wird ziemlich langsam gefärbt.

5. Natriumhydroxyd-Wasserstoffsuroxyd. YATSEVITCH hat folgendes Ätzmittel in Vorschlag gebracht:

Wasserstoffsuroxyd (3%) 10 cm³
Natriumhydroxyd (10%) 20 cm³

Bei einer Ätzdauer von 10—20 min wird Wolframkarbid in Schnellstahl angegriffen, Eisenkarbid nicht. Während des Ätzens sind die sich bildenden Gasblasen von Zeit zu Zeit durch leichtes Abbürsten zu entfernen.

Nach GROESBECK (3) werden Eisen-Wolframid in Wolfram-Kohlenstoff-Stählen in 1 min und Eisen-Wolframkarbid in Schnellstählen in 3—5 min geschwärzt.

In Fe-Mo-C-Leg. wird das Fe-Mo-Doppelkarbid angegriffen.

Karbidnachweis in verschiedenen Stählen: 50 g Natriumhydroxyd auf 100 g Wasser, die Lösung mit gleicher Menge (Volumen) Wasserstoffsuroxyd (30%) vermischen und 20 min bei 20° C ätzen, hierzu Tabelle nach MITSCHKE.

Einwirkung auf Stähle der folgenden Zusammensetzung.

Stahlprobe	C	Si	Mn	W	Cr	Wirkung
I	1,3	0,15—0,3	0,25—0,45	—	—	Dunkelfärbung von Sekundärzementit u. perlitisch. Zementit.
II	0,7	0,15—0,3	0,25—0,45	5,7	—	Dieselbe Wirkung.
III	2,0	0,15—0,3	0,25—0,45	—	12,0	Karbide nicht angegriffen.
IV	0,7	0,15—0,3	0,25—0,45	14,7	4—5	Starke Dunkelfärbung der Karbide.

6. Neutrale Natriumpikratlösung. Neutrales Natriumpikrat wird bereitet durch Zusatz einer gesättigten wässrigen Lösung von Pikrinsäure zu einer starken Natriumhydroxydlösung, wodurch ein gelber Niederschlag von Natriumpikrat ausgefällt wird. Dieser wird gefiltert und an der Luft — nicht in der Wärme — getrocknet. Es ist zu beachten, daß trockenes Pikrat leicht explodiert, so daß in der Handhabung große Vorsicht geboten ist. Eine 1proz. wässrige Lösung des so bereiteten Natriumpikrates wird mit gleich starker wässriger Pikrinsäure neutralisiert unter Prüfung mit Lackmuspapier (S. 150).

Nach GROESBECK (3) scheint neutrales Natriumpikrat das einzige verfügbare Ätzmittel zu sein, um Eisen-Wolframid und Eisen-Wolframkarbid in Schnellstählen zu unterscheiden. So wird das Eisen-Wolframid in der kochenden Lösung in 1 min gefärbt, das Eisen-Wolframkarbid aber nach 10 min noch nicht angegriffen.

Während des Ätzens bildet sich gewöhnlich eine bräunliche Haut auf der Schlifffläche, die beim Abspülen des Schliffes durch vorsichtiges Abwaschen mit sehr verdünnter Salzsäure entfernt werden kann.

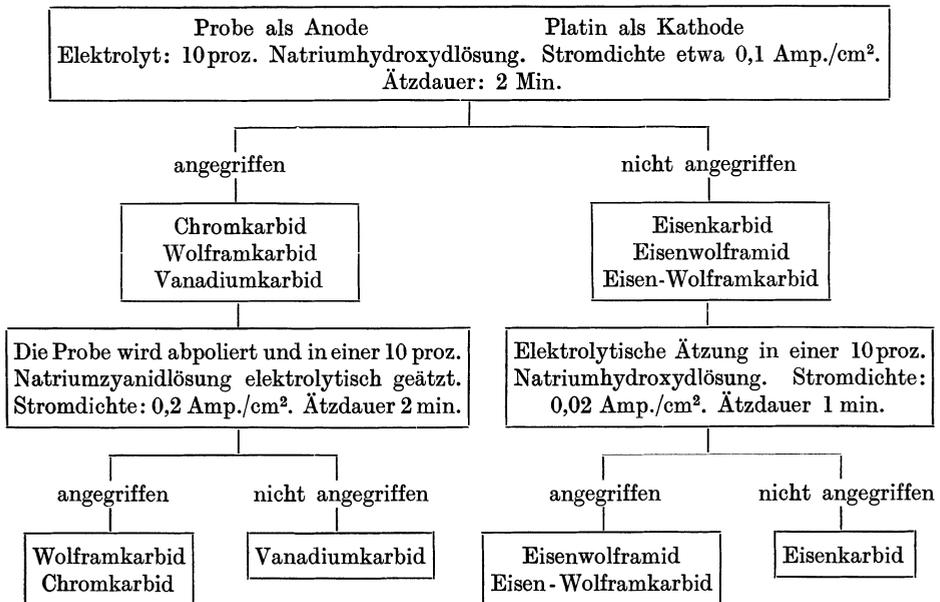
7. Elektrolytisches Ätzen. Nach GROESBECK (3) wird Wolframkarbid durch elektrolytisches Ätzen in einer 10proz. Natriumkarbonatlösung angegriffen, während Eisen-Wolframid und Eisen-Wolframkarbid unbeeinflusst bleiben. Die beiden letzteren Gefügebestandteile werden dagegen durch Elektrolyse in einer 10proz. Natriumhydroxydlösung angegriffen (s. nachstehende Tabelle).

8. Ätzfolge zum Nachweis von Gefügebestandteilen in Wolframstählen. Nach GROESBECK (3) wird der zuverlässigste Aufschluß über das Gefüge, besonders im Gußzustand, durch Ätzen mit einer Lösung von 5% Salpetersäure in Äthylalkohol erhalten. Danach wird die Schliffprobe ohne Abpolieren mit dem YATSEVITCHSchen Ätzmittel behandelt, so daß etwa vorhandenes Eisenwolframid geschwärzt wird. Zuletzt folgt eine Ätzung mit heißem alkalischen Natriumpikrat, wodurch das Eisenkarbid in ähnlicher Weise gefärbt wird. Nach dieser letzten Behandlung können die beiden geschwärzten Karbide besonders in gegossenen Proben leicht beobachtet werden, weil sie für gewöhnlich ein Netzwerk an den Korngrenzen bilden.

Nach Angaben des Bureau of Standards wird die Schliffprobe ohne Zwischenpolieren nacheinander in folgenden Lösungen geätzt, wobei nach jeder Ätzung eine mikroskopische Beobachtung vorgenommen werden kann:

1. Verdünntes Ammoniak. (Elektrolytische Ätzung mit Schliffprobe als Anode.)
2. 2proz. Salpetersäure in Alkohol.
3. Kochende Lösung von Natriumpikrat.
4. MURAKAMISches Ätzmittel, heiß.

Elektrolytische Ätzfolge zum Nachweis von Karbiden. Nach GROESBECK.



Einwirkung verschiedener Ätzmittel auf Gefügebestandteile von Sonderstählen (nach GROESBECK).

Die dick gedruckten Zahlen geben die Zeit an, in der eine Schwärzung des Bestandteils bewirkt wurde. Die schwach gedruckten Zahlen entsprechen der Ätzdauer, die angewendet wurde, ohne daß eine Schwärzung des Bestandteils erfolgte. In den meisten Fällen entspricht die Schwärzung einem starken Angriff auf den Bestandteil.

Bestandteil	Ätzmittel																				
	NaOH-Lösung ¹		NaOH-Lösung mit oxydierendem Zusatz			Ammoniaklösung (3 Gew.-% NH ₃) kochend	Natriumpikratlösung		Natriumbenzotriazoln-lösung (10%) kochend	Ferrizyan-kaliumlösung 10 g K ₃ Fe(CN) ₆ + x g NaOH auf 100 cm ³ Wasser kochend	Kaliumpermanganatlösung 4 g KMnO ₄ + x g NaOH auf 100 cm ³ Wasser, kochend			Kupfer-Zyan-kaliumlösung zu gleichen Teilen mit NaOH-Lösung mit x% NaOH kochend							
	Raumtemp.	kochend	10% NaOH		20% NaOH		neutral	alkalisch			x=0	x=0,8	x=10 ⁴	x=0	x=1	x=4	x=0	x=10	x=25	x=50 ⁵	
			O ₂ Gas	H ₂ O ₂ ²	O ₂ Gas	H ₂ O ₂			min	min											min
Eisenkarbid (Fe ₃ C)	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min	min		
Chromkarbid	30	5	3 ⁶	30	18	30	20	5-10	30-45 ⁷	10	10	10	5-10	5 ⁶	5-10	3-5	3-5	3-5	1-5		
Wolframkarbid	40	20	10 ⁶	30	45	15	25	30	30	10	10	10	10	21 ⁶	1	1	1	6	5		
Vanadiumkarbid	30	7	5 ⁶	—	16	25	30	20	30	10	10	10	5	1 ⁶	1	1/4	—	6	5		
Eisenwolframid (Fe ₂ W)	30	17	5 ⁶	—	40	—	30	15	30	10	10	10	5	1	3	3	—	17	5		
Sonderbestandteil in Schnellstahl	1-5	1	11/2	—	1	—	1	2	2-5	10	10	10	5	6 ⁶	1	1	1	1/4 ⁶	1	1 1/2	1/4-1/2
	10	10	10	3-5	10	1	10	11/2	—	10	10	10	10	6 ⁶	1	1/4	—	2	2-3		

¹ KOH-Lösung wirkt fast gleich.

⁴ MURAKAMISCHES Ätzmittel.

⁷ Die Karbidblättchen waren stark geschwärzt, globulitische Karbide nur leicht gefärbt.

² YATSEVITCHESCHES Ätzmittel.

⁵ THOMPSON und WHITEHEADSCHES Ätzmittel.

³ KOUBRATOFFS Ätzmittel.

⁶ Grundmasse der Schliffprobe mehr oder weniger matt.

Elektrolytische Ätzverfahren zum Nachweis der Gefügebestandteile in Sonderstählen (nach GROESBECK).

Eine Schwärzung der Bestandteile wird durch die dick gedruckten Zahlen angezeigt. Die schwach gedruckten Zahlen entsprechen ungefärbten Bestandteilen. Die Konzentration der verschiedenen wässrigen Ätzlösungen entspricht Gewichtsprozenten, soweit es nicht anders angezeigt ist. Die Proben wurden als Anoden geschaltet, als Kathode wurde ein Platindraht verwendet. Stromdichte und Ätzdauer sind angegeben. Die Sterne zeigen an, in welchen Fällen eine langsame Schwärzung eintrat.

	Ätzmittel											Ammoniummolybdat 10% (1,0 N)				
	Natriumhydroxyd- lösung % NaOH		NH ₄ OH in verd. 3% NH ₃ (1,8 N)	Oxalsäuregruppe		Zitronensäure- gruppe	Essigsäuregruppe		Kohlensäuregruppe		Zyanwasser- stoffsäuregruppe		Kaliumferriazyrid- lösung 10%, auf 100 cm ³ x g Natrium- hydroxyd			
	0,5 (0,13 N)	10 (2,5 N)		gesät- tigte Oxal- säure- lösung (1,0 N)	Ka- lium- oxalat 10% (1,1 N)		Eisen- oxalat 10% (1,6 N)	Zitro- nen- säure 10% (1,0 N)	Ammo- nium- zitat 10% (1,2 N)	Essig- säure 10% (1,7 N)	Ka- lium- azetat 10% (1,0 N)			Kupfer- azetat 5% (1,0 N)	Koh- len- säure ¹ 10% (1,9 N)	Am- mon- ium- kar- bonat 10% (1,8 N)
Eisenkarbid:	0,5	*0,7	*0,4	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,05	0,3	0,2	0,1	*0,7	0,5
min	12	±30	5-30	3 3	10 ³	1/2 ³	5	1 ⁴	5 ⁴	5 ⁴	5 ⁴	5	2	6 ⁴	20-30 ⁵	20
Chromkarbid:	0,5	0,2	0,3	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,05	0,3	0,2	0,1	0,2	0,5
min	2	1-2	1/2	2	2	2	2	2	1	1	3-5	1	2	2	2	1
Wolframkarbid:	0,03	0,1	0,3	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,05	0,2	0,2	0,1	0,1	0,5
min	1	1	1	1 ³	1	1	1	1	1 ⁴	1	5 ⁴	1	1	1 ^{4,6}	1	1
Vanadiumkarbid:	0,5	0,7	0,5	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,07	0,3	0,2	0,1	0,1	0,5
min	2	<4	2	2 ³	2	1	2	3 ^{3,4}	2	1 ^{1/2}	5 ^{4,6}	2	2	5 ^{4,6}	2	1
Eisenwolframid:	*0,3	0,05	*0,3	0,3	0,3	0,3	0,2	0,2	0,2	0,2	0,05	0,3	0,2	0,1	0,7	0,5
min	±30	1	±20	1 ³	1 ³	—	5	1 ⁴	5 ⁴	5 ⁴	1 ⁴	5	2	3 ^{4,6}	5	1 ^{1/2}
Bestandteil im Schnellstahl	0,5	0,4	0,4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
min	30	7	2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—

¹ Die gesättigte Lösung wird hergestellt durch 35 min langes Einleiten von Kohlensäure in ein fast ganz mit Seltwasser gefülltes Gefäß von etwa 750 cm³ Inhalt.
² MURAKAMISCHES Ätzmittel s. S. 114.
³ Grundmasse in vielen Fällen gleichmäßig, aber nicht tief angegriffen.
⁴ Stellenweise Ätzgrübchen.
⁵ Die Geschwindigkeit der Schwärzung hängt von der Erscheinungsform der Karbide ab.
⁶ Grundmasse mehr oder weniger matt.
⁷ Ein kleiner Teil der Zementpartikelchen erscheint geschwärzt nach einer Ätzdauer von 30 min, die Einwirkung ist also eine sehr langsame.

Unterschiede im Verhalten einzelner Gefügebildner von Stahl, Sonderstahl und Gußeisen gegenüber verschiedener Ätzverfahren (nach A. SCHRADER).

Gefügebestandteil	Ätzverfahren		
	Natriumpikrat Ätzung bei 90°	Anlaufen lassen	Ferrizyanidlösung Ätzung bei Raumtemperatur
Zementit (Fe_3C)	gefärbt	gefärbt	beginnt sich nach 1 Stunde zu färben (mit Ausnahme von Gußeisen), ist nach 2 Stunden kräftig gefärbt. Natriumpikrat ist jedoch vorzuziehen.
Eisenphosphid (Fe_3P) .	nicht gefärbt	gefärbt, jedoch langsamer als Fe_3C	nach 20 min gefärbt, der Zementit ist dabei noch ungefärbt
Eisennitrid (Fe_4N) . .	gefärbt	—	—
Wolframkarbid (WC) ¹ .	nicht gefärbt	sehr beständig	nach etwa 40 sec gefärbt
Eisenwolframid (Fe_2W) ¹	gefärbt	ziemlich beständig	—
Doppelkarbid Z_1 ¹ ($\text{Fe}_2\text{W}_2\text{C}$)	gefärbt	ziemlich beständig	nach etwa 40 sec gefärbt
Doppelkarbid Z_2 ¹	gefärbt	ziemlich beständig, wird allmählich angefressen	—
Chromkarbid bzw. dessen Doppelkarbide im Schnelldrehstahl . .	nicht gefärbt	sehr beständig	nach etwa 40 sec gefärbt
Karbide im Schnelldrehstahl	gefärbt	nicht gefärbt	nach etwa 40 sec ein Teil der Karbide gefärbt
Karbide im Chromstahl (2% C, 12% Cr) . .	nicht gefärbt	nicht gefärbt	nach etwa 40 sec ein Teil der Karbide gefärbt
Karbide im nichtrostenden Stahl (z.B. 0,6% C, 14% Cr)	nicht gefärbt	nicht gefärbt	nach etwa 40 sec gefärbt

X. Ätzverfahren für Vanadiumstähle.

A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung.

Die zur allgemeinen Gefügeentwicklung bei Vanadinstählen verwendeten Ätzmittel unterscheiden sich nicht von den entsprechenden Kohlenstoff- und Sonderstählen.

B. Ätzmittel für Karbidnachweis.

Vanadiumkarbid wird weder durch kalte noch durch heiße Alkali-Hydroxydlösungen angegriffen, noch wird es durch 15 min langes Ätzen in heißem alkalischem Natriumpikrat [GROESBECK (3)] gefärbt.

1. Ferrizyankalium in schwach alkalischer Lösung. Aus den Ergebnissen GROESBECKScher Versuche ist zu entnehmen, daß eine abgeänderte Form des MURAKAMISCHEN Ätzmittels eine Unterscheidung von Vanadiumkarbid und Zementit in Stählen ohne andere Legierungszusätze zuläßt. Eine Lösung von:

Ferrizyankalium	10 g
Natriumhydroxyd	0,8 g
Wasser	100 cm ³

kochend verwendet, färbt Vanadiumkarbid in 10 min, während Zementit nicht angegriffen wird. Es ist jedoch zu beachten, daß mit dieser Ätzlösung sowohl

¹ HULTGREN: A Metallographic Study on Tungsten Steels, Chapman & Hall, London 1920.

Chrom- und Wolframkarbide wie auch Eisenwolframid sehr viel rascher als Vanadiumkarbid geschwärzt werden.

2. Unterscheidung von Chrom- und Vanadiumkarbid. Nach GROESBECK (3) können Chrom- und Vanadiumkarbide durch Ätzen mit einer heißen alkalischen Lösung von Kaliumpermanganat unterschieden werden. Bei Ätzdauer von 1 min wird Chromkarbid dunkelrotbraun oder, was wahrscheinlicher ist, das Karbid wird herausgelöst und die Wände der entstehenden Löcher werden gefärbt. Das Vanadiumkarbid wird anscheinend nicht angegriffen und bleibt unverändert.

Ein anderes, weniger befriedigendes Verfahren zur Unterscheidung der beiden Karbide ist elektrolytisches Ätzen in einer schwachen Lösung von Ammonium- oder Natriumhydroxyd in Wasser. Das Chromkarbid wird herausgelöst unter Bildung von Löchern mit der gleichen braunroten Färbung wie oben beschrieben, während das Vanadiumkarbid sich langsamer löst und die entstehenden Löcher ungefärbt erscheinen. Vanadiumkarbid wird durch elektrolytisches Ätzen in 10proz. Zyannatrium nicht angegriffen und ist dadurch von Chrom- und Wolframkarbid zu unterscheiden (Tabelle S. 138).

XI. Ätzverfahren für Siliziumstähle.

Nach PILLING wird siliziumhaltiger Stahl während des Polierens von Wasser angegriffen. Die Stärke des Angriffs steigert sich mit zunehmendem Gehalt an Silizium bis zu 6% Si und fällt mit weiter steigendem Gehalt wieder ab. Aus diesem Grunde sollte beim Polieren zuletzt statt Wasser Alkohol verwendet werden. Außerdem sollten alle stark wasserhaltigen Ätzmittel vermieden werden.

1. Allgemeine Gefügeentwicklung. CORSON empfiehlt folgendes Ätzmittel:

Glyzerin	2 Teile
Salzsäure (30%)	2 Teile
Salpetersäure, konz.	1 Teil

Beim Ätzen von Schliffproben aus 4proz. Siliziumstahl zeigt das Gefüge oft eine Art Zeilenbildung. Nach CORSON kann diese Erscheinung bis zu einem gewissen Grade vermieden werden, wenn der Werkstoff vorher auf 950° C erhitzt und an Luft abgekühlt wird.

Für siliziumreiche Stähle empfiehlt PHRAGMÉN eine Ätzung mit einer Mischung von einem Teil konzentrierter Salpetersäure und einem Teil Flußsäure (40%). Für Stahl mit niedrigem Siliziumgehalt wird dieses Ätzmittel mit 1 bis 2 Teilen Wasser verdünnt. Ätzdauer etwa 1/2 min.

Transformatorblech mit etwa 3,5% Silizium wird oft mit einer Lösung von 10proz. Salpetersäure in Äthylalkohol geätzt. Da diese Ätzung aber den Ferrit stark aufraut, ist CORSONS Ätzmittel vorzuziehen.

Nach WIMMER und WERTEBACH ist 20proz. Salzsäure bei 80° C sehr geeignet zum Ätzen von Siliziumstählen für Dynamo- und Transformatorblech.

Nach BARADUC-MÜLLER eignen sich zum Ätzen von Eisen-Silizium-Legierungen folgende beiden Lösungen:

a) Flußsäure, konz.	1 Teil
Äthylalkohol (95%)	2 Teile
dest. Wasser.	1 Teil

Ätzdauer 2 min bis 6 Stunden.

Erfolgt nach 5 min kein Angriff, ist tropfenweise Wasser zuzusetzen, bis die Ätzwirkung sichtbar wird. Eine Ätzdauer von 6 Stunden ist erforderlich, um Chromkarbid von Chromsilizid zu unterscheiden, um den Zementit zu färben und vom Chromkarbid oder Eisenchromkarbid zu unterscheiden.

- b) Salpetersäure (sp. G. 1,33) 100 cm³
 Salzsäure (sp. G. 1,18) 150 „

Diese Lösung wird vorsichtig erwärmt bis zum Braunwerden. Auf 50 cm³ werden dann 100 cm³ einer 47 proz. Eisenchloridlösung zugesetzt. Die Wirkung des Ätzmittels kann durch Zusatz von Wasser, etwa 50 cm³, abgeschwächt werden. Während des Ätzens bildet sich auf der Schlißfläche ein Niederschlag von SiO₂, der durch Behandlung mit warmer Ammoniumfluoridlösung (10%) entfernt werden kann.

Bei der Untersuchung der Eisenecke Fe-Si-Ti (1,04—12,06% Ti, 5—27% Si) entwickelten VOGEL und SCHLÜTER das Gefüge durch Ätzen mit verdünnter Flußsäure und mit dem VILELLASCHEN Ätzmittel

- Glyzerin 2 Teile
 Flußsäure (30%) 2 Teile
 Salpetersäure 1 Teil

Als Ätzmittel für Eisen-Kohlenstoff-Silizium-Legierungen mit 10% Silizium und 0,22—1,35% Kohlenstoff empfehlen KRIZ und POBORIL folgende Lösung:

- | | | | |
|-------------------------|-----|------------------------|-----|
| Eisenchlorid | 5% | Amylalkohol | 30% |
| Wasser | 5% | Äthylalkohol | 30% |
| Salzsäure 1:1 | 30% | | |

2. Karbidnachweis. Nach PILLING schwärzt alkalische Natriumpikratlösung siliziumhaltigen Ferrit¹. Das Ätzmittel ist deshalb zum Nachweis von Karbiden in Siliziumstählen nicht zu verwenden. PILLING empfiehlt statt dessen Verwendung eines Ätzmittels, das aus folgender Vorratslösung hergestellt wird: 20% Gewichts- oder 12,5% Maßteile rauchender Salpetersäure in *absolutem* Methylalkohol. Der Methylalkohol kann durch Destillation über ungelöschtem Kalk wasserfrei gemacht werden. 40 Tropfen der Vorratslösung kommen auf 50 cm³ Nitrobenzol. Die so hergestellte Lösung wird in dunkler Flasche aufbewahrt und ist mehrere Monate haltbar.

Während des Ätzens bildet sich auf der Schlißfläche eine Haut von organischen Eisenverbindungen, die nach dem Abspülen der Probe in Wasser durch Abwischen mit starker Ätznatronlösung entfernt werden kann. Danach wird die Schlißprobe nochmals in Wasser oder Alkohol gewaschen, je nach dem Siliziumgehalt. Eine Ätzdauer von etwa 20 sec wird in den meisten Fällen angemessen sein. Mit diesem Ätzmittel wird nur freier Zementit gefärbt, während Siliziumferrit hell bleibt. Das Ätzmittel kann auch für andere Stähle an Stelle der heißen Natriumpikratlösung verwendet werden, um freies Karbid nachzuweisen. — Nach den Erfahrungen von BERGLUND hängt die Wirkung des Ätzmittels gänzlich davon ab, ob der Methylalkohol wasserfrei ist. Gewöhnlicher Handelsalkohol muß deshalb über Kalk destilliert werden.

¹ Nach F. KÖRBER bietet Ätzfärbung mit heißer Natriumpikratlösung (16 g Pikrinsäure, 84 g Ätznatron auf 100 cm³ dest. Wasser bei 150° C) die Möglichkeit, in Eisen-Silizium-Legierungen den annähernden Gehalt an Silizium zu schätzen, wenn keine weiteren Legierungsbestandteile in Frage kommen. Auch in Eisen-Aluminium- und Eisen-Zinn-Legierungen wurden ähnliche Wirkungen durch Anlauffärbungen beobachtet.

XII. Ätzverfahren für nitrierte Stähle.

A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung.

HENGSTENBERG und BORNEFELD empfehlen für die Gefügeentwicklung von nitrierten Stählen eine zweifache Ätzung:

a) Lösung zum Vorätzen:	b) Lösung zum Nachätzen:
Quecksilberchlorid 1 g	Magnesiumchlorid 10 g
Salzsäure 20 cm ³	Kupferchlorid 1 g
Alkohol 80 cm ³	Salzsäure, konz. 40 cm ³
	Alkohol 100 cm ³

Nach diesem Verfahren sollen die verschiedenen Zonen der nitrierten Randschichten zu unterscheiden sein, die auch durch die Härtetiefekurve angezeigt werden.

VILELLA gibt für nitrierte Stähle folgendes Ätzmittel an:

Kupfersulfat	1,25 g
Kupferchlorid	2,50 g
Magnesiumchlorid	10,0 g
Salzsäure	2 cm ³
Wasser	100 cm ³

Die einzelnen Zusätze sind sorgfältig abzuwiegen und abzumessen, da ein Übermaß an Kupfersulfat die Farbengegensätze verringert, während ein zu hoher Kupfer- oder Magnesiumchloridzusatz die Empfindlichkeit des Ätzmittels herabsetzt.

PORTEVIN und SÉFÉRIAN stellten an nitrierten ferritischen Chromstählen fest, daß ein als Nitroaustenit bezeichneter Gefügebestandteil durch folgende Ätzmittel gefärbt werden kann:

1. Königswasser bei rascher und tiefer Ätzung.
2. Eisenchlorid in salzsaurer Lösung + 10proz. Salpetersäure bei langsamer Ätzung. Der Ätzangriff kann beschleunigt werden, wenn statt der 10proz. Salpetersäure 2—3proz. Flußsäure verwendet wird.
3. Das Ätzmittel von HONDA und MURAKAMI färbt diesen Bestandteil nicht, wohl aber seine durch Wärmebehandlung hervorgerufenen Zerfallsbestandteile von martensitischem, troostitischem oder perlitischem Gefügebau.

B. Tiefenbestimmung von Nitrierschichten durch Ätzmittel.

Nach Versuchen von EDLUND eignet sich alkoholische Salpetersäure für diesen Zweck nicht, wenn die Nitrierung nicht in dem hohen Temperaturbereich von 600—700° C vorgenommen wird. Die MARBLESche Ätzung (s. S. 146) zeigt dagegen die Tiefe der Nitrierschicht unabhängig von der Nitrierungstemperatur.

Nach JONES wird bei nitrierten Stählen mit weniger als 4% Chrom sowohl der Rand wie der Kern durch Ätzen mit 3proz. alkoholischer Salpetersäure angegriffen, aber die Oberfläche des Kerns wird beim Ätzen passiv.

Ätzmittel, die den Kern angreifen und den nitrierten Rand überätzen, sind ungeeignet. Für austenitische Stähle dient Ätzen mit 3proz. alkoholischer Salpetersäure als Schnellprüfung auf die Tiefe der Nitrierschicht.

Weitere Angaben über Nitride und Ätzmittel zur Erkennung derselben siehe S. 166.

XIII. Ätzverfahren zur mikroskopischen Untersuchung von Eisenlegierungen. Nach „Metals Handbook“ 1936 und 1939.

I. Ätzmittel zur Gefügeentwicklung von Eisen und Stahl (Kohlenstoffstähle und niedrig legierte Stähle).

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
1a	Salpetersäure.	5 cm ³ Salpetersäure, konz. und entweder 95 cm ³ Methyl- oder Äthylalkohol, abs.	Nur klare, weiße Salpetersäure verwenden (sp. G. 1,42). Um alle Säurespuren zu entfernen und nachträgliche Verschmutzung zu vermeiden, sollten in Salpetersäure oder Pikrinsäure geätzte Proben wenigstens in zwei Bädern von Äthyl- oder Methylalkohol (absol.) abgespült werden. Danach ist rasch mit Preßluft oder Föhn zu trocknen.	Dieses Ätzmittel eignet sich zur Entwicklung von streifigem und körnigem Perlit, von Sorbit, Ferrit und Korngrenzen in Stahl- und Gußeisenproben. Karbide werden nicht angegriffen.
1b	Salpetersäure.	1 cm ³ konz. Salpetersäure und 99 cm ³ Methyl- oder Äthylalkohol abs.		Für gehärtete oder wärmebehandelte Kohlenstoffstähle und legierte Stähle.
1c	Salpetersäure.	2 cm ³ konz. Salpetersäure und 98 cm ³ Methyl- oder Äthylalkohol abs.		Für Gefügeentwicklung nitrierter Stähle.
2	Pikrinsäure.	4 g Pikrinsäure, 100 cm ³ abs. oder 95% Äthyl- oder Methylalkohol (abs. Alkohol nur verwenden, wenn die Säure 10% und mehr Feuchtigkeit enthält).	Auch verdünntere Lösungen können verwendet werden. Korngrenzen des Ferrits werden nicht so gut entwickelt wie bei Ätzmittel 1a.	Für alle Gefügestände von Stahl; 1. gegläht, 2. normalisiert, 3. gehärtet, 4. vergütet, 5. körnig gegläht, 6. ausgehärtet.
3	Salz- und Pikrinsäure.	5 cm ³ Salzsäure, 1 g Pikrinsäure, 95 cm ³ Äthylalkohol. (Nach VILELLA u. BAIN.)	Am besten nach Anlaßbehandlung der martensitischen Proben bei 200 bis 250° C (15 min).	Zum Nachweis der austenitischen Korngröße in martensitischen Stählen.
4	Chromsäure	10 g Chromsäure (anhydr.), 100 cm ³ Wasser. (Nach BAEYERTZ.)	Für elektroytische Ätzungen. Siehe Absatz V.	Für verschiedene Gefüge außer Korngrenzen des Ferrits. Greift Zementit sehr rasch, Austenit weniger rasch, Ferrit und Eisenphosphid sehr langsam oder gar nicht an.
5	Anlaßfärbung.		Saubere und trockene polierte Schlißproben werden auf einer Heizplatte auf 200—350° C erhitzt, vgl. S. 54.	Reihenfolge der Färbung: Perlit, Ferrit, Zementit, Eisenphosphid.

XIII. Ätzverfahren (Fortsetzung).

II. Ätzmittel für Sonderstähle (nichtrostende Stähle und Schnellstähle).

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
6	Eisenchlorid.	5 g Eisenchlorid, 50 cm ³ Salzsäure, 100 cm ³ Wasser. (Nach ROLLASON.)		Für Gefügeentwicklung austenitischer Nickelstähle.
7	Königswasser.	3 Teile Salzsäure, konz. 1 Teil Salpetersäure, konz. (Nach PORTEVIN.)	Die Mischung sollte vor Gebrauch 24 Stunden stehen. Für raschen Angriff unverdünnt zu verwenden, erfordert sorgfältige Handhabung.	Für Gefügeentwicklung nichtrostender Stähle.
8	Chromsalzsäure.	25 Teile Salzsäure, konz. 5—50 Teile 10proz. Chromsäure. (Nach NEWELL.)	Die Angriffsgeschwindigkeit der Lösung stuft sich nach dem Gehalt an Chromsäure.	Für wärmebehandelten V 2 A-Stahl.
9	Eisenchlorid und Salpetersäure.	Gesättigte Lösung von Eisenchlorid in Salzsäure mit etwas Salpetersäurezusatz.	Unverdünnt verwenden.	Gefügeentwicklung nichtrostender Stähle.
10a	In Glycerin gemischte Säuren.	1 Teil Salpetersäure, 2 Teile Salzsäure, 3 Teile Glycerin. (Nach VILELLA.)	Probe vor dem Ätzen in heißem Wasser anwärmen. Beste Ergebnisse durch abwechselndes Polieren und Ätzen.	Gefügeentwicklung von Eisen-Chrom-Legierungen mit mittlerem und hohem Kohlenstoffgehalt und von Schnellstahl. Auch für Eisen-Chrom-Legierungen mit Zusatz von Al, W, V, Mn, Mo.
10b		2 Teile Flußsäure, 1 Teil Salpetersäure, 2 bis 4 Teile Glycerin. (Nach VILELLA.)	Die Glycerinmenge kann dem zu ätzenden Werkstoff angepaßt werden.	Gefügeentwicklung siliziumreicher Legierungen.
10c		1 Teil Salpetersäure, 3 Teile Salzsäure, 2 Teile Glycerin. (Nach VILELLA.)	Nur bei genügend Zeit entwickelt die Lösung das Gefüge rein austenitischer Legierungen, bessere Ergebnisse werden aber mit Ätzmittel 10d erhalten.	Für Gefügeentwicklung von Eisen-Chrom-Legierungen mit niedrigem Kohlenstoffgehalt, teilweise austenitische Eisen-Chrom-Legierungen und Hadfield-Manganstahl. Auch geeignet für Nickel-Chrom-Legierungen.
10d		1 Teil Salpetersäure, 2 Teile Salzsäure, 2 Teile Glycerin, 1 Teil Wasserstoffsuperoxyd. (Nach VILELLA.)	Der Salzsäuregehalt kann abgeändert werden, wenn die Lösung zu rasch oder zu langsam angreift. Am besten mit abwechselndem Polieren und Ätzen anzuwenden.	Für Eisen-Chrom-Nickel, Eisen-Chrom-Mangan- und alle anderen austenitischen Eisen-Chrom-Legierungen.

XIII. Ätzverfahren (Fortsetzung).

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
11	Oxalsäure.	10 g Oxalsäure a uflöse in 100 cm ³ Wasser. (Nach ELLINGER.)	Für elektrolytische Ätzungen. Schliffprobe als Anode, Blechstreifen aus Platin oder nichtrostendem Stahl als Kathode, Abstand etwa 2,5 cm. Stromquelle 6 V-Batterie. Ausscheidungskarbid in nichtrostenden Stählen werden in 10 bis 15 sec angegriffen, das Gefüge in 1 min entwickelt.	Für austenitische nichtrostende Stähle, Nickellegierungen wie Monelmetall, auch für Antimon.
12	Säuremischung mit Kupferchlorid.	30 cm ³ Salzsäure, 10 cm ³ Salpetersäure mit Kupferchlorid sättigen und 20—30 min vor Gebrauch stehenlassen.	Für nichtrostende Stähle u. a. nickel- und kobaltreiche Stähle.	Ätzwaschen.
13	Salpetersäure-Essigsäure.	30 cm ³ Salpetersäure, 20 cm ³ Essigsäure.	Ätzwaschen.	Für nichtrostende Stähle und nickel- und kobaltreiche Stähle.
14	Salzsäure-Salpetersäure.	10 cm ³ Salzsäure, 3 cm ³ Salpetersäure, 100 cm ³ Methylalkohol. (Nach SNYDER u. GRAFF.)	Ätzdauer 2—10 min	Für Korngrößenentwicklung von gehärtetem und vergütetem Schnelldrehstahl.
15	Ferriyankalium	30 g Ferriyankalium, 30 g Kaliumhydroxyd, 60 cm ³ Wasser. (Nach BURGESS u. FORGENG.)	Frisch ansetzen, kochend verwenden.	Zur Unterscheidung zwischen Ferrit und dem σ -Bestandteil in Fe-Cr-, Fe-Cr-Ni-, Fe-Cr-Mn- u. ähnlichen Legierungen. Der σ -Bestandteil erscheint hellblau, Ferrit gelb.
16	Kupfersulfat.	4 g Kupfersulfat, 20 cm ³ Salzsäure, 20 cm ³ Wasser. (Nach MARBLE.)		Für nichtrostenden Stahl. Auch zur Feststellung der Tiefe von stickstoffgehärteten Randzonen.
3	Salzsäure-Pikrinsäure.	s. Absatz I.		Für Fe-Cr, Fe-Cr-Ni- und Fe-Cr-Mn-Legierungen.

III. Phosphorlegierungen, Phosphide und Kraftwirkungsfiguren.

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
17a	Kupferchlorid.	1 g Kupferchlorid, 4 g Magnesiumchlorid, 1 cm ³ Salzsäure, konz. 20 cm ³ Wasser und 100 cm ³ Alkohol abs. (STEAD.)	Die Salze werden in der geringstmöglichen Wassermenge heiß gelöst. Die Probe wird mit einer dünnen Flüssigkeitsschicht bedeckt und 1 min stengelassen, danach wird die Flüssigkeit abgeschwenkt, neue Flüssigkeit wird aufgetragen und wieder 1 min stengelassen. Das ist so oft zu wiederholen, bis die gewünschte Wirkung erzielt ist. In kochendem Wasser u. Alkohol abspülen.	Zum Nachweis von Phosphorlegierungen oder anderen in fester Lösung enthaltenen Elementen. Von RÜDER zum Ätzen von Eisennitrid empfohlen.

XIII. Ätzverfahren (Fortsetzung).

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
17b	Kupferchlorid.	40 cm ³ Salzsäure, konz. 30 cm ³ Wasser, 5 g Kupferchlorid, 25 cm ³ Äthylalkohol. (FRY.)	Kalt zu verwenden. Ätz- dauer etwa 10 sec.	Zum Nachweis von Kraftwirkungslinien und ihrem Feingefüge, auch für Ausscheidungshär- tung von Stahl.
18	Neutrale Natri- umpikrat- lösung.	1 g Natriumpikrat, 100 cm ³ Wasser. (Nach MATWIEIEFF.)	Das Salz ist mit Alkohol gut auszuwaschen, um einen Überschuß an Pikrinsäure oder Alkali zu entfernen. 20 min in der kochenden Lösung ätzen.	Zur Unterscheidung von Phosphid und Zementit, ersteres wird gefärbt.
19	Chromsäure und Anlaßfärbung.	8 g Chromsäure, 100 cm ³ Wasser. (Nach KÜNKELE.)	Zuerst in Pikrinsäure (Nr. 2) ätzen, dann 1 min in Chrom- säure. Anlassen auf Heiz- platte bei etwa 250° C 1 min.	Zur Unterscheidung von Eisenphosphid und Zementit in Steadit. Eisen- phosphid erscheint heller.

IV. Gefüge und Tiefe der Nitrierschicht bei Nitrierstählen.

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
20	Kupfersulfat und Kupferchlorid.	In 100 cm ³ Wasser auf- lösen: 125 g Kupfer- sulfat, 2,50 g Kupfer- chlorid, 10 g Ma- gnesiumchlorid, 2 cm ³ konz. Salzsäure, mit 95% Äthylalkohol auf 1000 cm ³ auffüllen. (Nach VILELLA.)	Die Salze sind sehr genau abzuwiegen. Schliffprobe beim Ätzen eintauchen.	Zeigt die Gesamttiefe, das Gefüge und die ver- schiedenen Zonen ni- trierter Randschichten von Chrom-Vanadium- Stählen und Nitrierstäh- len.
21	Pikrin- und Sal- petersäure in Alkohol.	10 Teile 4proz. Pikrin- säure in Alkohol, 1 Teil 4proz. Salpetersäure in Alkohol.	Am besten Probe vor dem Ätzen auf 800° C erhitzen.	Tiefe der Randzone und Gefügeentwicklung bei Nitrierstählen.
1	Salpetersäure.	s. Abschnitt I.		
16	Kupfersulfat.	s. Abschnitt II.		

V. Karbide, Nitride, Wolframide.

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
22	Natriumpikrat, alkalisch	2 g Pikrinsäure, 25 g Na- triumhydroxyd auf 100 cm ³ mit Wasser auffüllen. (Nach LE CHATELIER.)	5—10 min in der kochenden Lösung ätzen. Die Lösung ist bei gleichem Volumen zu halten und mit Lackmus- papier auf Alkalinität zu prüfen. Vorzuziehen ist elektrolytisches Ätzen bei Raumtemperatur, etwa 40 sec bei 6 V.	Färbt Zementit, aber kein Chromkarbid. In Wolframstählen werden Eisen-Wolframid (Fe _n W) und Eisen-Wolframkar- bid (Fe ₄ W ₂ C) rascher gefärbt als Zementit. Wolframkarbid wird nicht angegriffen. Greift Sulfide an. Färbung des Korngrenzenzementits in langsam abgekühlten übereutektoiden Stählen.

XIII. Ätzverfahren (Fortsetzung).

Nr.	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
23	Wasserstoff-superoxyd und Natriumhydroxyd.	10 cm ³ Wasserstoffsuperoxyd, 20 cm ³ 10% Natriumhydroxydlösung in Wasser. (Nach YATSEVITCH.)	Frisch ansetzen, Ätzdauer 10—12 min.	Eisen-Wolframid in kohlenstofffreien Eisen-Wolfram-Legierungen. Bei Gegenwart von Kohlenstoff schwärzt die Lösung den Bestandteil (FeW + WC?) im Verhältnis zur Kohlenstoffmenge. Wolframkarbid wird geschwärzt.
24a	Ferrizyankaliumlösung.	10 g Ferrizyankalium, 10 g Kaliumhydroxyd 100 cm ³ Wasser. (Nach MURAKAMI.)	Frisch ansetzen, kalt oder heiß zu verwenden. Ätzdauer 5—10 min.	Färbt Chromkarbide und Wolframide in Wolfram- und Schnellstählen. Gefügeentwicklung von Stellit. Färbt bei Raumtemperatur ternäre Karbide (Fe ₃ W ₃ C) oder (Fe ₄ W ₂ C) in wenigen Sekunden, Eisenwolframid (Fe ₃ W ₂) in mehreren Minuten, Zementit wird kaum angegriffen.
24b	Ferrizyankaliumlösung.	1—4 g Ferrizyankalium, 10 g Kaliumhydroxyd, 100 cm ³ Wasser. (Nach COMSTOCK.)	In frisch angesetzter Lösung etwa 15 min, kochend.	Zur Unterscheidung von Karbiden und Nitriden. Zementit wird geschwärzt, Perlit erscheint braun, größere Nitride bleiben unverändert.
25	Zyannatrium.	10 g Zyannatrium, 90 cm ³ Wasser. (Nach ARNESS.)	Elektrolytisch ätzen, 5 min oder mehr bei 6 V mit Kathode aus ähnlichem Werkstoff.	Färbt Karbide, ohne Austenit oder Korngrenzen anzugreifen.
4	Chromsäure.	10 g Chromsäure, 100 cm ³ Wasser. (Nach BAYERTZ.)	30—90 sec bei 6 V mit Kathode aus Platin oder nichtrostendem Stahl bei 2—2,5 cm Elektrodenabstand. Ätzdauer abhängig vom zu ätzenden Werkstoff.	Färbt Zementit rasch, Austenit langsamer, Ferrit und Eisenphosphid sehr langsam oder gar nicht.
11	Oxalsäure.	10 g Oxalsäure in 100 cm ³ Wasser. (Nach ELLINGER.)	Für elektrolytische Ätzungen mit Kathode aus Platin oder nichtrostendem Stahl bei 2,5 cm Abstand. Stromquelle 6 V-Batterie. Zur Färbung der Ausscheidungskarbide in nichtrostenden Stählen ist mit geringerer Voltzahl zu arbeiten.	Nachweis von Karbiden in nichtrostenden Stählen.

XIV. Ätzverfahren für Gußeisen.

A. Ätzmittel für Gefügeentwicklung¹.

1. Pikrinsäure. Nach BOLTON eignet sich folgende Lösung für die Gefügeentwicklung von Grauguß:

Pikrinsäure (ges. alkoh. Lösung. 78 Teile	Die Lösung wirkt schnell und gleichmäßig und
Salpetersäure 2 „	entwickelt deutlich das Gefüge von Ferrit,
Wasser. 20 „	Perlit und Steadit. Eine Ätzdauer von 4—5 sec

genügt für die Beobachtung bei stärkeren Vergrößerungen. — Da der Graphit im Grauguß leicht etwas Ätzflüssigkeit eindringen läßt, ist die nach dem Trocknen ausschwitzende Flüssigkeit zur Vermeidung örtlicher Fleckenbildung sorgfältig zu entfernen.

Pikrinsäure . 5%	Für Gußeisen mit hohem Chrom- und Kohlenstoffgehalt empfiehlt
Salzsäure . . 2,5%	VALENTA nebenstehende Lösung. Ätzdauer für: Gußeisen (γ -Zu-
Eisenchlorid . 2%	stand), 15 sec. Gußeisen (δ -Zustand) Bruchteile von Sekunden.

2. Ammoniumpersulfat. Eine 10proz. Ammoniumpersulfatlösung greift sowohl Ferrit wie Perlit an, Steadit bleibt weiß. Das Ätzmittel ist geeignet zur Unterscheidung geringer Ferritanteile von Phosphid bei schwachen Vergrößerungen.

3. Salpetersäure. Alkoholische Salpetersäure wirkt im wesentlichen wie Pikrinsäure, sie wird aber seltener verwendet, da sie die Schlißfläche stärker aufräut. Für bestimmte Graugußarten mit hohem Siliziumgehalt empfiehlt CAMPBELL leichtes Ätzen mit 2proz. Salpetersäurelösung, um Perlit und Silizium-Ferrit zu unterscheiden.

Zum Nachweis der Anordnung von Phosphideutektikum im Grauguß dient eine Tiefätzung mit einer Lösung aus 25 cm³ Salpetersäure (1,40) und 75 cm³ Alkohol. Die Grundmasse wird stark angegriffen und erscheint dunkel, das Phosphideutektikum bleibt erhaben stehen. Ätzdauer 1—3 min.

4. Metanitrobenzolsulfonsäure. Nach DE REYNA und DAERNIS eignet sich eine 5proz. Lösung von Metanitrobenzolsulfonsäure in Äthylalkohol zum Ätzen von weißem Roheisen, insbesondere von Hartguß.

5. Phosphorsäure. Zum Nachweis von Schwefel in den Graphitblättern dient nach BOLTON folgendes Verfahren:

Die polierte Schlißfläche wird mit einer dünnen Schicht von Phosphorsäure (2 cm³ auf 90 cm³ Wasser) überstrichen und im Mikroskop mit dem 16 mm-Objektiv beobachtet. Bei Gegenwart von Schwefel bilden sich Blasen von Schwefelwasserstoff, die aus dem Graphit hervortreten. Das Metall wird längere Zeit von der Säure nicht angegriffen.

B. Ätzverfahren zum Nachweis von Phosphid und Zementit im Steadit.

Eisenphosphid erscheint in freier Form gewöhnlich nur im Gußeisen, wo es als Bestandteil des ternären Eutektikums Eisen-Kohlenstoff-Phosphor, das die Bezeichnung Steadit erhielt, auftritt. Steadit ähnelt oft dem Ledeburit, hat in der Regel aber ein feineres, punkartiges Gefüge, deshalb sind beide leicht voneinander zu unterscheiden. Geglühte Gußeisenproben zeigen nur pseudo-binäres Phosphideutektikum.

¹ Um in Gußeisen die Form und Größe der Graphitteilchen abschätzen zu können, besonders für Ausführung von Meß- und Zählverfahren, empfiehlt GIRARDET die sorgfältig polierte Schlißoberfläche mit folgender Lösung zu ätzen:

Salzsäure 25 cm³, Wasser 100 cm³, Nickelchlorid, anhydr. 5 g, Chromsäure 10 g.

Das Ätzmittel wird mittels Glasstab auf die Probe gebracht und nach kurzer Einwirkung mit Ammoniakwasser oder Alkohol abgespült.

1. Tiefätzung mit Salpetersäure zum Nachweis von Menge und Verteilung des Steadits. Einen Überblick über Menge und Verteilung des Phosphideutektikums ergibt nach STEAD und nach GOERENS und POENSGEN Tiefätzung mit 20 proz. wässriger Salpetersäure (Ätzdauer etwa 2 min). Das Phosphideutektikum wird nicht angegriffen und hebt sich hell von dem stark abgebauten Grundgefüge ab. Auf die Weise kann der Mengenanteil leicht abgeschätzt werden, zugleich läßt die Anordnung Rückschlüsse auf das Primärgefüge zu. Es ist notwendig, die Proben zu polieren.

2. Alkalisches Natriumpikrat. Alkalisches Natriumpikrat greift nur den Zementit des Steadits an, Phosphid bleibt hell (vgl. Abb. 336).

3. Neutrales Natriumpikrat. Nach MATWEIEFF können Phosphid und Zementit durch Ätzen mit neutralem Natriumpikrat unterschieden werden, da dieses nur das Phosphid schwärzt.

Eine ganz neutrale Lösung wird nach JUNGBLUTH durch einfaches Neutralisieren des alkalischen Natriumpikrates nicht erzielt, eine solche muß vielmehr durch Umkristallisieren des festen Salzes hergestellt werden. Aus einer gesättigten wässrigen Lösung von Pikrinsäure wird durch Zusatz von kalter gesättigter Sodalösung Natriumpikrat ausgefällt. Der Niederschlag wird gefiltert und mit kaltem Wasser ausgewaschen, danach in warmem Wasser gelöst und dreimal umkristallisiert.

Bei der Verwendung von Natriumpikrat ist zu beachten, daß es ein leicht explodierender Stoff ist, der mit Vorsicht zu handhaben und nicht durch Erwärmen zu trocknen ist.

Zum Ätzen wird eine schwach gesättigte wässrige Lösung im kochenden Zustand verwendet. Die Ätzdauer beträgt etwa $1\frac{1}{2}$ Stunden, während das alkalische Natriumpikrat den Zementit in der kurzen Zeit von 3 min schwärzt.

Die Lösung ist vor Gebrauch immer frisch anzusetzen, da bereits wenige Tage alte Lösungen keine zuverlässigen Ergebnisse liefern.

4. Ferrizyankalium. Das von MURAKAMI eingeführte Ätzmittel, das insbesondere zur Kenntlichmachung von Karbiden in Chrom-Wolfram- und Schnellstählen dient, eignet sich nach A. MEYER (2) auch zur Unterscheidung von Zementit und Phosphid im ternären und pseudobinären Phosphideutektikum. Die Lösung wird auf 60°C erwärmt. Nach wenigen Sekunden nimmt das Eisenphosphid je nach Ätzdauer eine hellgelbe bis gold- oder dunkelbraune Färbung an; der Zementit bleibt bis dahin gänzlich unangegriffen, erst bei längerem Ätzen wird das Eisenphosphid dunkel und aufgeraut und beginnt auch der Zementit sich zu färben. Die Abb. 33a bis c zeigen ternäres Phosphideutektikum in perlitischer Grundmasse und die Wirkung von drei verschiedenen Ätzmitteln auf eine gleiche Gefügestelle. R. MITSCHKE empfiehlt Ferrizyankalium für den gleichen Zweck, ätzt aber das Gefüge vorher mit alkoholischer Salpetersäure.

5. Phosphidätzung nach HEIKE und GERLACH.

Lösung 1	2% Salpetersäure in Alkohol;	10 g Eisenchlorid,
Lösung 2	100 cm ³ dest. Wasser,	2 g Eisensulfat;
	100 „ Äthylalkohol;	Lösung 3
	10 „ konz. Salzsäure,	10% Kaliumhydroxydlösung,
	10 g Weinsteinsäure,	gesätt. mit Kaliumpermanganat;
	10 g Alaun,	Lösung 4
		10% Kaliumhydroxyd.

Ausführung: Einige Sekunden in Lösung 1, dann abspülen und trocknen, kurze Zeit mit Lösung 2 ätzpolieren, ohne Abspülen in Lösung 3 tauchen, sogleich anschließend in Lösung 4

(1 min), wenige sec zurück in Lösung 3, in Wasser abspülen und trocknen. Zementit bleibt hell, Phosphid wird hell- bis dunkelbraun gefärbt, Grundmasse erscheint dunkler oder bläulich getönt. Wird die gewünschte Färbung nicht erreicht, ist das Verfahren ab Lösung 3 zu wiederholen.

Ätzung nur mit Lösung 2 und 3 ergibt keine befriedigende Wirkung.

6. Brom-Bromkalium.

Nach PORTEVIN dient zur Färbung des Eisenphosphids eine frisch zubereitete Lösung von 5 g Natriumhydroxyd in 20 cm³ Wasser, der 1 cm³ Brom zugesetzt wird. Die Ätzung wird in der kalten Lösung vorgenommen.

GIRARDET gibt für den gleichen Zweck das nachstehende Verfahren an:

Lösung A (in Flaschen mit eingeschlifftem Glasstopfen aufbewahren)

Bromkalium 15 g, Wasser 30 cm³, Brom 15 g.

Lösung B (in Flaschen mit Gummistopfen aufbewahren)

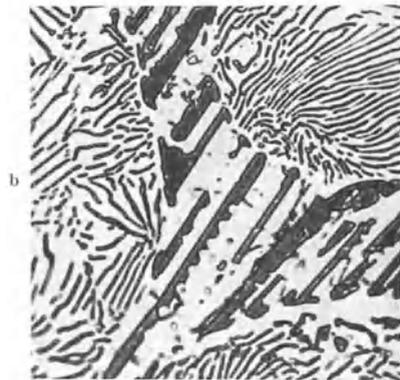
Natriumhydroxyd 20 g, Wasser 50 cm³.

Vor Gebrauch sind einige Tropfen B in einem Uhrglas mit der gleichen Tropfenmenge A zu versetzen. Die Mischung wird mittels Glasstäbchen umgerührt und auf die Schlißfläche gebracht. Nach 3—5 min ist mit Ammoniakwasser abzuspuhlen. Beim weiteren Abspülen und Trocknen ist darauf zu achten, daß die Schlißfläche nicht berührt wird, da diese von einer sehr empfindlichen Haut bedeckt ist. Das Eisenphosphid erscheint blau oder bräunlich und läßt den Aufbau des Eutektikums deutlich erkennen.

7. Ätzanlassen. STEAD (3) und WÜST (2) beobachteten, daß Eisenphosphid sich beim Anlassen langsamer färbt als Zementit. Letzter zeigt eine lachsrosa Färbung, wenn das Phosphid erst blaßgelb gefärbt ist (Tabellen S. 55, 56, 152). CZOCHRALSKI (1) empfiehlt 15—20 min bei 280° C anzulassen.

Nach BOLTON können die Farbengegensätze durch ein dem Anlassen vorausgehendes ganz leichtes Ätzen der Schlißprobe mit einer 2proz. Phosphorsäurelösung verstärkt werden. Nach JUNGBLUTH erfordert dieses Verfahren von BOLTON jedoch große Erfahrung, wenn gute Ergebnisse erzielt werden sollen.

Nach GOERENS und DOBBELSTEIN ist die Schlißfläche nach dem Anlassen leicht abzupolieren, so daß die den Zementit bedeckende leichte Oxidhaut entfernt wird,



Nachweis von Eisenphosphid und Zementit im ternären Phosphideutektikum (Steadit).

Abb. 33a. Perlitisches Gußeisen mit ternärem Phosphideutektikum. Ätzung: alkoholische Salpetersäure. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 33b. Ätzung: alkalisches Natriumpikrat. Zementit im Eutektoid (Perlite) und im Eutektikum (Steadit) dunkel gefärbt. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 33c. Ätzung: Ferrizyankalium bei 60° C. Eisenphosphid im Steadit goldbraun gefärbt. (Vergr. $\times 1000$.)

während die der anderen Gefügebestandteile haften bleibt. Hierdurch wird ein für photographische Wiedergabe geeigneter Farbengegensatz erzielt.

Die beim Anlassen von Grauguß entstehenden Farben sind in nachstehender Tabelle zusammengestellt.

Anlaßfarben bei Graugußproben.

Farbe der Probe bei Beobachtung mit unbewaffnetem Auge			Farbe des Gefügebestandteils bei der angegebenen Vergrößerung
schwach wahrnehmbar gelb	Steadit	× 100	weiß
		× 500	weiße Grundmasse mit dunklen Punkten
	Graphit	× 100	schwarz, glanzlos, mit purpurnen Rändern
		× 500	viele blaue Punkte an den Rändern
	Ferrit	× 500	braun mit blauen Punkten
	Perlit	× 500	Zementit: weiß, Ferrit: braun
			durchschnittliche Färbung bei 100facher Vergrößerung: gelblich-bräunlich
überwiegend braun, noch kein purpur	Steadit	× 100	hellgrau
		× 500	graue Grundmasse mit Purpurflecken
	Graphit	× 500	rot, purpur und weiß an den Rändern
	Ferrit	× 500	braun bis purpur, mit blauen Punkten
	Perlit	× 100	braun
			durchschnittliche Färbung bei 100facher Vergrößerung: hellbraun
dunkelbraun, in purpur übergehend	Steadit	× 100	das Eutektikum zeigt dunkle Punkte
		× 500	blaue Punkte, die Dendriten haben rötliche Ränder
	Graphit		stärker blau und weniger purpur an den Rändern
	Ferrit		wie Graphit
	Perlit		purpur und braun. Der Perlit läßt sich nicht auflösen
			durchschnittliche Färbung: braun mit purpurnen Schattierungen
purpurrot mit blauen Punkten	Steadit	× 100	purpurne Ränder
		× 500	Grundmasse gelbbrot
	Graphit		wie vorher
	Ferrit		blau und weiß
	Perlit		rot und purpur
			durchschnittliche Färbung: rot und blau
bläulichweiß	Steadit	× 500	rötliche Grundmasse mit weißen Punkten
	Graphit		weißblaue Ränder. Bei stärkerer Vergrößerung erscheint Netzgefüge
	Ferrit		weiß und blau
	Perlit		blau und purpur

Das Anlaßverfahren ist besonders geeignet, das Netzgefüge des Graphits sichtbar zu machen.

KÜNKELE empfiehlt für die Erforschung von Zusammensetzung und Gefügebau von Phosphideutektikum in Gußeisen das folgende Verfahren:

Die polierte Probe wird zuerst in Pikrinsäure geätzt, bis das perlitische Gefüge gut entwickelt ist, dann gewaschen und getrocknet. Nachdem die Probe etwa 1 min lang in eine kochende Lösung von 5—8% Chromsäure getaucht wurde, wird sie wieder gewaschen und sorgfältig getrocknet. Zuletzt wird die vorgeätzte Probe auf einer Heizplatte angelassen. Bei Proben mit vorwiegend ferritischem Gefüge ist nur ein leichtes Anlassen erforderlich. Wenn das Anlassen richtig ausgeführt wird, bleibt der Zementit hell, das Phosphid erscheint gefärbt und der Perlit dunkel. Der zwischen Eisenkarbid und Eisenphosphid auf diese Weise hervorgerufene Gegensatz beruht auf der Wirkung der Chromsäure, die die Oberfläche des Phosphids leicht aufräut.

Wird die angelassene Schlißprobe zwecks Entfernung der Anlaßhaut mit alkoholischer Salzsäure behandelt, danach gewaschen, getrocknet und von neuem angelassen, so färbt sich das Eisenkarbid vor dem Eisenphosphid und letzteres erscheint hell bzw. weiß.

C. Primärgefügeätzung von Gußeisen.

F. ROLL verwendet die Baumannprobe zum Nachweis des Primärgefüges bei grauem und weißem Gußeisen. Nach R. MITSCHKE kann auch das Oberhoffersche Ätzmittel zur Primärgefügeentwicklung von Gußeisen dienen, es ist jedoch nicht in allen Fällen geeignet.

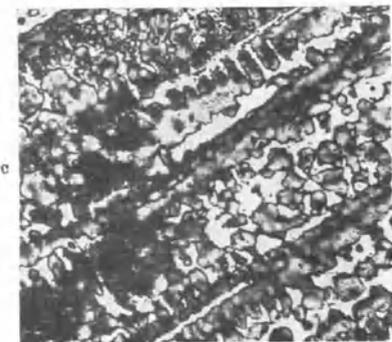
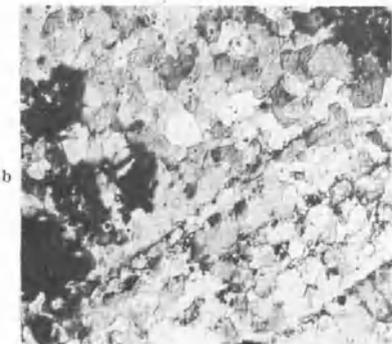
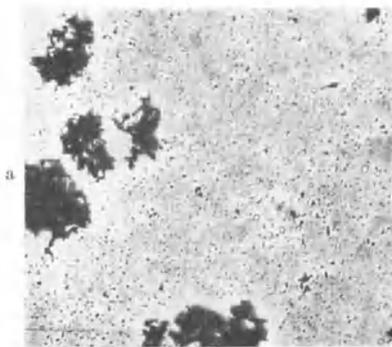
1. Schwefelsäure. Zur Primärgefügeentwicklung von Gußeisen und Temperguß empfiehlt H. JURICH ein Verfahren, bei dem konzentrierte Schwefelsäure in Verbindung mit reduzierenden Stoffen wie Ameisensäure, Borsäure oder Borsalzen der wirksame Bestandteil ist.

Die Schwefelsäure wird tropfenweise auf die Schlißfläche gebracht, sodann wird die erforderliche Menge Ameisen- oder Borsäure oder Borsalz (etwa im Verhältnis 1:1) hinzugegeben und mittels eines Holzspanes vermischt. Je leichter oxydierbar die Probe ist, um so mehr Reduktionsmittel ist zuzusetzen. Wichtiger als das Mengenverhältnis ist, daß die Zersetzung der Zusatzmittel erst während des Ätzens erfolgt. Es sind chemisch reine Borsäure und wasserfreie Borate zu verwenden.

Nach Einwirkung von einigen Sekunden wird die Probe abgespült. Nach Bedarf ist das Verfahren zu wiederholen. Entsteht trotz des Zusatzes eine Oxydhaut auf der Schlißfläche, so ist diese abzupolieren und das Verfahren zu wiederholen.

Bei diesem Ätzverfahren werden besonders die phosphor- und schwefelreichen Stellen angegriffen und dunkel gefärbt, da der Löslichkeitswiderstand an diesen Stellen wahrscheinlich geringer ist. Eine sekundäre Ätzwirkung der Schwefelsäure erfolgt nicht, wenn die Oxydation der Schlißfläche durch Gegenwart eines der genannten Reduktionsmittel verhindert wird. Diese Oxydation nimmt mit steigender Menge und Größe der Graphitblättchen zu, deshalb genügt bei Hämatiteisen und Grauguß mit grobem Graphit einmalige Behandlung mit Borsäure nicht, sondern es ist mehrmaliges Ätzen mit Abpolieren zur Entwicklung des Primärgefüges erforderlich.

2. Salpetersäure-Chromsäure. Nach M. A. WOOD eignet sich zur Entwicklung eines primären Netzgefüges in Gußeisen kurzes Ätzen mit 4proz. Salpetersäure, gefolgt von 2 min langem Eintauchen in wässriger 10proz. Chromsäure. Danach



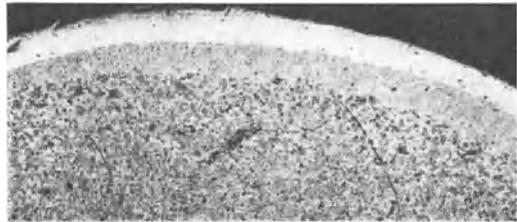
Schwarztemperguß, geätzt mit verschiedenen Primärgefüge-Ätzmitteln, dargestellt durch Abbildungen der gleichen Probenstelle.

Abb. 34a. Phosphorätzung nach OBERHOFFER; keine Wirkung. (Vergr. $\times 100$.)

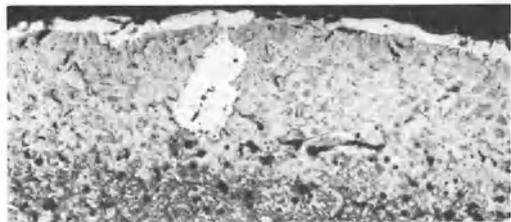
Abb. 34b. Primärgefügeätzung nach JURICH; Andeutung von Dendriten durch Dunkel-färbung bestimmter Zonen. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 34c. Natriumpikratfärbung nach A. MEYER; die Stellen, die der ursprünglichen Anordnung des Zementits in der Gußprobe vor dem Tempern entsprechen, sind bei der Färbung hell geblieben. Salpetersäureätzung zeigt bei dieser Probe ein rein ferritisches Gefüge mit Temperkohlenestern, es ist kein gebundener Kohlenstoff in Form von Zementit mehr vorhanden.

ist zwecks Entfernung der Gelbfärbung kurz abzupolieren und das abwechselnde Ätzen und Abpolieren zu wiederholen, bis das Netzgefüge deutlich herauskommt. Besonders leicht soll das Netzwerk nach einer Wärmebehandlung bei $850-900^{\circ}\text{C}$ erscheinen.



a



b

Natriumpikratfärbung von Weißtemperguß.

Abb. 35a u. b. Die beim Glühen von Weißtemperguß entstehende Haut bleibt bei der Natriumpikratfärbung der Schlißfläche hell, desgl. oxydhaltige Randporen, die tiefer in die Probe hineinreichen. (Vergr. $\times 10$.)

3. Natriumpikratfärbung. Nach A. MEYER kann alkalisches Natriumpikrat zum Nachweis von Primärgefüge in Gußeisen und Temperguß dienen, wenn die Proben nach der üblichen Behandlung mit kochender Lösung etwa 7—10 min in der abkühlenden Lösung verbleiben. Danach erscheint die Schlißfläche mit einer dunkelfarbigem Haut überzogen.

Grauguß zeigt selten dendritisches, meistens globulitisches Gefüge, die Netzmaschen entsprechen den Randzonen der Primärkristalle, in die zumeist das Phosphideutektikum eingelagert ist. Die übliche Behandlung mit kochender Lösung und anschließendem Abspülen läßt die ferritische oder perlitische Grundmasse hell und färbt nur das Phosphideutektikum dunkel, so daß

es im Schliffbild bei den für Beobachtung von Primärgefüge üblichen schwachen Vergrößerungen schwer vom Graphit zu unterscheiden ist. Bei der *gefärbten* Schlifffläche liegt das Phosphideutektikum in einer heller getönten Zone, auf diese Weise tritt das Tannenbaum- oder Netzgefüge in Erscheinung.

Am deutlichsten wird das Tannenbaumgefüge durch Natriumpikrat in Schwarzkern-Temperegußproben entwickelt. Das Gefüge dieser Proben besteht in der Regel aus einer ferritischen Grundmasse mit Temperkohlenestern, Phosphideutektikum ist nicht vorhanden, gebundener Kohlenstoff meistens nur noch in der Randzone oder gar nicht. Die Natriumpikratfärbung läßt deutlich das Bild des ursprünglich weißen Roheisens erstehen, und zwar erscheinen die Zonen ungefärbt, die der Anordnung des Zementits vor dem Tempern entsprechen (s. Abb. 34a bis e).

In Weißkern-Tempereguß dagegen wird kein Tannenbaumgefüge durch die Färbung mit Natriumpikrat entwickelt, die Schlifffläche färbt sich gleichmäßig dunkel, nur die oxydische Haut bleibt hell und hebt sich deutlich von der übrigen Schlifffläche ab (s. Abb. 35a und b).

Fünfter Abschnitt.

Schleif-, Polier- und Ätzverfahren für Hartmetalle, Wolfram und Wolframlegierungen.

I. Schleifen und Polieren von Hartmetallen.

1. Die Schliffherstellung von stellitartigen Legierungen bietet keine nennenswerten Schwierigkeiten. Das Vorschleifen von vorwiegend aus Wolframkarbid bestehenden Hartmetallen wird nach K. SCHRÖTER am besten auf Carborundumscheiben mit weicher Bindung vorgenommen. Es ist ratsam, bei angelieferten Proben Bruchflächen und nicht bereits vorhandene ebene Flächen zu schleifen, da die letzteren Außenflächen mit einem vom Inneren der Probe abweichenden Gefüge sein können.

Das Fertigschleifen erfolgt auf Gußeisenscheiben mit Doppellagerung, wie es in Diamantschleifereien üblich ist.

Die Scheiben haben einen Durchmesser von etwa 35 cm und sind auf Spitzen zwischen Hartholzboxen gelagert. Bei einer Umdrehungsgeschwindigkeit von etwa 2000 Umdr/min wird mit einer Aufschlammung von fein zerstoßenem Abfalldiamant in Olivenöl geschliffen, am besten mit einer Mischung folgender Diamant-Bort-Körnungen: Körnung 6 = 3—8 μ , Körnung 7 = 3 μ und Körnung 8 = 1,5 μ .

Poliert wird auf Tuch- oder Filzscheiben mit etwa 1000 Umdr/min mit Diamant-Bort der Körnung 9 = 0,5 μ und Olivenöl.

Eine Hartmetallschliffprobe von etwa 0,5 cm² erfordert für das Schleifen und polieren eine Zeitdauer von etwa 1 Stunde. Die Proben sind nach jedem Übergang von gröberen zu feineren Schleif- bzw. Poliermitteln sorgfältig mit Spiritus zu säubern.

2. GREGG und KÜTTNER empfehlen für die Schliffherstellung von Hartmetallen folgendes Verfahren:

Vorschleifen auf einer mittelgroben Carborundumscheibe oder mit Schmirgelpulver auf einer Metallscheibe.

Fertigschleifen auf der gleichen Scheibe mit gepulverter Tonerde.

Polieren auf Filzscheibe mit Tonerdepulver. Die Herstellung einer Schlißfläche nach diesem Verfahren, ausgehend von einer Bruchfläche, dauert 2 Stunden.

3. HOYT entwickelte folgendes Verfahren:

Vorschleifen auf einer Siliziumkarbidscheibe (etwa Carborundum Nr. 100) zur Herstellung einer ebenen Fläche.

Fertigschleifen zunächst auf einer Kupferscheibe von 20 cm Durchmesser und etwa 150 Umdr/min. Als Schleifmittel Borkarbid (140—200 Maschen) mit Petroleumanfeuchtung, später immer feiner werdende Schmirgelnkörnchen, bis die Schlißfläche ein samtartiges Aussehen hat. Bei jedem Übergang zu einer anderen Schmirgelnkörnchen darf frischer Schmirgel nur im Anfang zugesetzt werden.

Vorpolieren auf einer Holzscheibe von etwa 15 cm Durchmesser und 150 Umdr je min mit Diamantstaub und Mandelöl. Der Diamantstaub hat eine Korngröße von 1,5—2 μ und muß etwa 8 Wochen in Mandelöl absetzen.

Fertigpolieren auf derselben Scheibe mit Diamantstaub von 0,5 μ . Die Herstellung einer Schlißfläche von etwa 0,5 cm² erfordert mit Schleifen auf Borkarbid und Polieren mit Diamantstaub etwa 5 min.

W. P. SYKES bestätigt das Verfahren von HOYT mit Ausnahme für Schmelzen oder Sintermetalle mit weniger als 3—4% Kohlenstoff. Diese sind für das Polieren mit Borkarbid und Diamantstaub zu weich, sie lassen sich jedoch leicht mit Korundpulver schleifen und mit zwei verschiedenen Tonerdekörnchen in Wasseraufschwemmung polieren, als Polierruch dient dickes Tuch.

II. Ätzverfahren für Hartmetalle.

Am gebräuchlichsten sind Mischungen von Flußsäure und Salpetersäure.

S. L. HOYT empfiehlt folgende Lösung:

3 Teile Flußsäure (30%),
1 Teil Salpetersäure, konz.

In dieser Lösung wird 1 min vorgeätzt, anschließend folgt eine Behandlung von 5 min in kochendem 4proz. Wasserstoffsperoxyd.

A. SCHRADER gibt folgende Lösung an:

33 cm³ Flußsäure (40%),
33 „ Salpetersäure 1,4,
34 „ Wasser.

Die Schlißprobe ist beim Ätzen mit Eisenzange anzufassen.

Nach SYKES löst ein Gemisch von 25% Flußsäure in Salpetersäure das Wolframkarbid W₂C rascher als Wolfram und das Wolframkarbid WC. Es ist jedoch schwierig, das Ätzmittel auch bei sorgfältigstem Waschen völlig aus porösen Proben zu entfernen, dadurch besteht Gefahr, daß die Linsen der Objektive angegriffen werden.

Nach GREGG und KÜTTNER lösen Flußsäure-Salpetersäure-Gemische W₂C in der Kälte, WC in der Wärme.

Alkalisches Ferrizyankalium greift nach GREGG und KÜTTNER nur das Wolframkarbid WC an.

Nach SYKES erscheint es bei Verwendung dieses Ätzmittels grau neben dem gelb oder braun gefärbten W_2C . Treten Wolfram und Wolframkarbid W_2C nebeneinander auf, so wird Wolfram rascher angegriffen und die Korngrenzen werden sichtbar.

Als Ätzmittel für Wolframkarbid-Kobalt-Legierungen eignen sich nach L. L. WYMAN und F. C. KELLEY folgende Lösungen:

Für Kobalt und kobaltreiche Legierungen bis etwa 70% Co: saure Eisenchloridlösung.

Für WC-reiche Legierungen mit 3—25% Co: alkalische Ferrizyanidlösung.

Ferner kommt für kobaltreiche Legierungen noch 50proz. alkoholische Salpetersäure und für WC-reiche Legierungen elektrolytisches Ätzen mit Natronlauge nach Behandlung mit saurer Eisenchloridlösung zur Anwendung.

Elektrolytisches Ätzen. Für die Gefügeentwicklung von Wolfram, Stellite und Legierungen mit hohem Chromgehalt empfiehlt Z. JEFFRIES elektrolytisches Ätzen mit 15proz. Natriumhydroxydlösung bei einer Stromdichte von 20 mA/cm² und einer Ätzdauer von etwa 5 min. OERTEL und PAKULLA beobachteten, daß elektrolytisches Ätzen mit 10proz. Natriumhydroxydlösung in Schnellstählen und Stellitelegierungen einen Bestandteil schwarz, einen zweiten getönt erscheinen läßt, während ein dritter unangegriffen bleibt (vgl. Tabelle S. 137).

III. Schliffherstellung und Ätzen von Borkarbid.

Nach W. DAWIHL und R. FLÜSHÖH werden Schliffproben aus Borkarbid mit Diamantstaub geschliffen und poliert. Als Ätzmittel wird geschmolzenes Kaliumnitrat empfohlen, da verdünnte und konzentrierte Säuren (einschließlich Flußsäure) sowie Alkalien keinen Ätzangriff bewirken. Die Schliffprobe wird mehrere Minuten in das auf 380° C erhitzte Kaliumnitratschmelzbad getaucht. Nach dem Abkühlen wird das anhaftende Salz mit Wasser abgelöst und die Probe mit stark verdünnter Salzsäure ausgekocht. Je nach der Ätzdauer werden Korngrenzen- oder Kornflächenätzungen erzielt.

IV. Schliffherstellungs- und Ätzverfahren für Wolfram und Wolframlegierungen.

A. Probenvorbereitung.

Der Kornaufbau von Wolframpulver ist schwer sichtbar zu machen, da weder Schlemmverfahren noch mikroskopische Untersuchung in durchfallendem Licht eine genaue Unterscheidung von Einzelkörnern, Zusammenballungen, Zusammenfritungen und Pseudokristallen zulassen.

Ein für Wolframpulver geeignetes Einbettverfahren nach AGTE, SCHÖNBORN und SCHRÖTER ermöglicht die Anwendung metallographischer Untersuchungsmethoden bei auffallendem Licht.

Kupfer- und Wolframpulver werden im Verhältnis 3:1 gemischt und im elektrischen Ofen bei 1250° C im Wasserstoffstrom gesintert. Kupfer und Wolfram legieren sich nicht, das Wolframkorn wird durch das Einschmelzen in Kupfer

nicht verändert. Die erhaltenen Schmelzkörper werden mit Lötzinn in Messingschiffchen eingebettet und in üblicher Weise geschliffen und poliert.

Gesinterte Wolframdrähte und -wendel mit Durchmessern bis herab zu 0,01 mm werden vor dem Einbetten elektrolytisch verkupfert, danach in syrischen Asphalt mit etwas Paraffinzusatz eingebettet und auf einer Polierscheibe aus bestem vulkanisierten Paragummi mit eingeriebenem trockenen Polierrot poliert. Auch bei starken Vergrößerungen (500—800fach) ergeben solche Proben vollkommen scharfe Ränder. HALIWELL empfiehlt Wolframdrähte in Glas einzubetten.

B. Ätzverfahren.

1. Ferrizyankalium. Das Ätzmittel ist in zwei Lösungen anzusetzen und vor Gebrauch zu mischen. Die einzelnen Lösungen sind haltbar.

Lösung I: Ferrizyankalium 10% 1 Teil

Lösung II: Natriumhydroxyd 0,3% 1 Teil

Ätzdauer 20 sec bis 2 min.

Nach A.S.T.M. eignet sich für Wolfram Ätzwaschen mit einer wässrigen 2,5proz. Ferrizyankaliumlösung, der unmittelbar vor Gebrauch einige Tropfen Ammoniak zuzusetzen sind.

2. Wasserstoffsuperoxyd. A.S.T.M. empfiehlt als Ätzmittel für Wolfram ferner Ammoniak und Wasserstoffsuperoxyd in verschiedenen Mischungsverhältnissen, auch Wasserstoffsuperoxyd allein. Geätzt wird mit kochenden Lösungen.

Für Kobalt-Wolfram-Legierungen mit 10—70% Wolfram empfiehlt SYKES folgende Ätzmittel:

a) Wasserstoffsuperoxyd . . 1 Teil
10proz. Salzsäurelösung. . 1 Teil

b) Phosphorsäure 2 Teile
Wasserstoffsuperoxyd. . . 8 Teile

In Legierungen mit annähernd eutektischer Zusammensetzung (46% W) kann der wolframreiche Bestandteil des Eutektikums durch 15 sec langes Kochen mit Natriumpikrat geschwärzt werden.

3. Nach A. SCHRADER eignet sich JAVELLSche Lauge zum Ätzen von Wolfram, ferner die auf S. 156 angegebene Salpetersäure-Flußsäure-Mischung.

V. Ätzverfahren für einige Legierungselemente wie Silizium, Chrom u. a.

1. Ätzmittel für Silizium. F. ROLL empfiehlt zum Nachweis des Reinheitsgrades von Silizium Ätzen mit Chlor und Flußsäure. In einem Gefäß, das mit Kaliumpermanganat und Salzsäure versetzt ist, werden nach dreistündiger Behandlung bei etwa 50° C Quarzeinschlüsse nicht angegriffen, wohl aber manche Silikateinschlüsse. Bei Verwendung von Flußsäure werden die Quarzkörner bereits nach 10 min geätzt und erscheinen als Löcher in der Schlifffläche.

Als Ätzmittel für reines Silizium eignet sich nach R. L. TEMPLIN eine Lösung von 5% Flußsäure und 5% Salpetersäure (Maßteile). Es werden ähnlich wie bei austenitischen Stählen nur Korngrenzen und Zwillingslinien entwickelt.

2. Ätzmittel für Chrom. W. KROLL empfiehlt als Ätzmittel für verformbare Chromlegierungen elektrolytisches Ätzen mit Salzsäure oder besser mit 5proz.

Natriumchloridlösung. Diese gestattet Beherrschung des Ätzvorganges, aber das naszierende Chlor greift die Schlißfläche gleichmäßig aufrauend an. Zur Korngrenzenentwicklung eignet sich elektrolytisches Ätzen mit 10proz. Natriumhydroxydlösung, es wird anodisch Chromat gebildet.

Sechster Abschnitt.

Nachweis und Unterscheidung von Einschlüssen.

I. Allgemeines.

Die Bezeichnung „Einschlüsse“, die oft noch durch die Zusätze „nicht metallische Einschlüsse“ oder „Schlackeneinschlüsse“ erweitert wird, erstreckt sich im allgemeinen auf Verbindungen von Metallen mit Nichtmetallen. Nicht alle derartigen Verbindungen werden jedoch als Einschlüsse angesehen, besonders wenn es sich um Verbindungen handelt, die mehr oder weniger im Werkstoff löslich sind wie Karbide oder Eisennitrid. CASTRO und PORTEVIN schlagen die folgende Einteilung vor:

Einschlüsse: Silikate, Aluminate, Oxyde, Sulfide.

Metallverbindungen: Nitride, Karbide und Phosphide.

Die Eigenfarbe der Einschlüsse und Verbindungen bei mittleren und starken Vergrößerungen ermöglicht in vielen Fällen ihre Erkennung und Unterscheidung. Die Möglichkeiten verschiedener Beleuchtungsarten, die bei den neueren Metallmikroskopen vorhanden sind, erweitern das Untersuchungsgebiet der Einschlüsse beträchtlich. Das polarisierte Licht wird in der Metallographie vornehmlich für diesen Zweck angewandt. Auch die Dunkelfeldbeleuchtung gewährt in vielen Fällen Aufschlüsse und ermöglicht den Nachweis von Einschlüssen, die bei direkter Beleuchtung unsichtbar bleiben. Der Grad der Durchsichtigkeit und der oft komplexe Aufbau durchsichtiger Einschlüsse ist ebenfalls bei dieser Beleuchtung erkennbar.

Auf die besondere Vorbereitung von Schlißproben für Einschlußbestimmungen wurde im ersten Abschnitt S. 21 hingewiesen.

II. Makroätzverfahren.

Um einen Überblick über Zahl und Verteilung vorhandener Einschlüsse zu gewinnen, empfiehlt P. GOERENS die feingeschliffene Probenfläche mit Jodlösung zu ätzen. Dabei erfolgt ein bevorzugter Angriff in unmittelbarer Umgebung der Einschlüsse, wodurch auch feinste Einschlüsse sichtbar werden, die sonst bei schwacher Vergrößerung kaum wahrnehmbar sind. Die Einschlüsse anzeigenden Punkte entsprechen jedoch nicht der wahren Größe derselben, sondern lassen nur Anzahl und Verteilung erkennen.

Zur Untersuchung feinverteilter Einschlüsse in kalt gewalzten Proben empfiehlt es sich, die polierte Schlißfläche 3—5 sec mit folgender Lösung zu ätzen:

Jod	2,5 g
Jodkalium	6,0 g
Wasser	100 cm ³

Ein Verfahren, das ebenfalls eine Übersicht gibt, aber nur Sulfide nachweist, besteht in der Silbernitrat-Gelatine-Ätzung (s. S. 160).

III. Ätzverfahren zur Kenntlichmachung von Sulfideinschlüssen.

1. Gelatinehaltige Ätzmittel. Sehr gebräuchlich sind gelatinehaltige Ätzmittel zum Nachweis schwefelhaltiger Einschlüsse. Eine Gelatinelösung wird z. B. mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und leicht erwärmt, darauf mit einem Metallsalz solcher Art vermischt, daß der sich bei Berührung mit der Schlißfläche entwickelnde Schwefelwasserstoff ein Sulfid von kennzeichnender Farbe niederschlägt. Nach McCANCE eignet sich Silbernitrat, nach LAW Blei- oder Kadmiumsals für diesen Zweck.

WHITELEYSches Verfahren:

- 5 g Gelatine in 20 cm³ dest. Wasser 1 Stunde quellen lassen,
- 10—15 cm³ Glycerin zusetzen und Mischung im Wasserbad erwärmen bis zur Lösung der Gelatine,
- 1 cm³ einer 7proz. Kalibrechweinsteinlösung und 1 — 1,5 cm³ verdünnter Schwefelsäure (1:3) zusetzen.

Zum Gebrauch wird ein Tropfen der leicht warmen Lösung auf ein Deckglas getropft, das dann vorsichtig auf die Schlißfläche gelegt wird. Sulfidhaltige Stellen erscheinen sofort umgeben von orangefarbenen Ringen von Antimonsulfid. Die angesäuerte Lösung zersetzt sich bereits nach kurzem Stehen, deshalb ist nicht mehr anzusetzen, als augenblickliche Verwendung erfordert.

McCANCE ersetzt den Kalibrechweinstein durch 0,1 g Silbernitrat. Schwarze Flecke zeigen Sulfide an.

Nach MAHIN und BOTTS kann die WHITELEYSche Lösung auch ohne Gelatine verwendet werden. Die Schlißprobe wird in die Lösung getaucht und sorgfältig abgespült und getrocknet. Die sulfidhaltigen Stellen erscheinen von einem gelben Ring umgeben.

KÜNKELE gibt folgende Lösung an:

- 5 g Gelatine in 20 cm³ Wasser $\frac{1}{2}$ Stunde quellen lassen und durch sanftes Erwärmen im Wasserbad lösen,
- 20 cm³ Glycerin, 2 cm³ Schwefelsäure (sp. G. 1,84) zusetzen, Lösung umrühren und mit 0,8 g Silbernitrat vermischen.

Eine unter Umständen auftretende Braunfärbung ist ohne Bedeutung. Die Schlißprobe wird auf 20—25° C erwärmt und mittels Glasstäbchen mit 1 bis 2 Tropfen der auf 27—28° C erwärmten Lösung beträufelt. Nach wenigen Sekunden bedeckt sich die ganze Schlißfläche mit einem schwarzen Silberbelag, der nach dem Abspülen der Gelatine mit heißem Wasser unter Wasser mit dem Finger oder mit einem Wattebausch abgerieben wird. Danach wird die Probe mit Alkohol getrocknet.

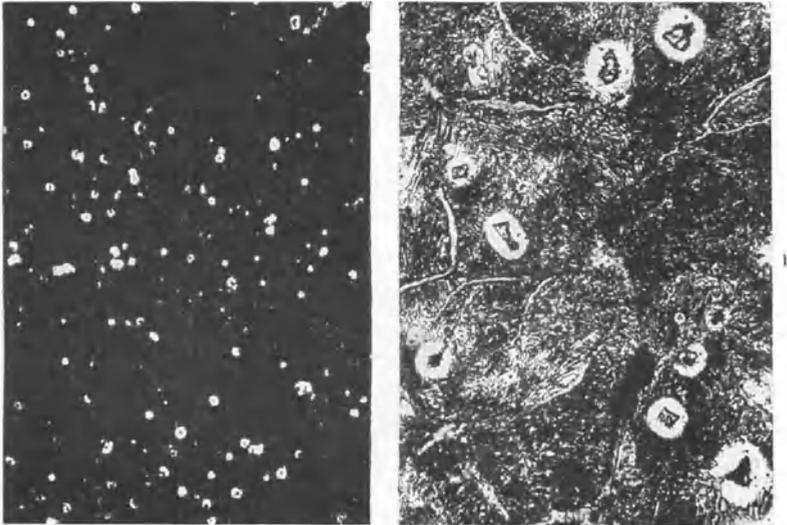
Nach dieser Behandlung erscheinen Sulfide als dunkle Punkte, umgeben von einem hellen Ring, wenn die Grundmasse aus Ferrit oder Perlit besteht. In Zementit, Ledeburit oder Steadit eingelagert zeigen sie diesen weißen Ring nicht. Das Verfahren eignet sich für Stahl, Stahlformguß und Gußeisen (siehe Abb. 36a und b).

2. Alkalisches Natriumpikrat. Nach COMSTOCK werden Sulfideinschlüsse durch heiße alkalische Natriumpikratlösung in 5 min geschwärzt. Bei längerer Ätzdauer werden sie gänzlich ausgefressen.

3. Flußsäure. 20proz. alkoholische Flußsäure schwärzt nach COMSTOCK in 3 sec Sulfide und Silikate, Oxyde werden nicht angegriffen. Für Schlacken und Walzsinter eignet sich folgende Lösung:

8 cm³ Flußsäure, 42 cm³ Wasser, 50 cm³ Äthylalkohol.

Die Ätzdauer ist abhängig von der Zusammensetzung des zu ätzenden Werkstoffes. Bei basischen Stählen ist die Wirkung der Flußsäure oft ungleichmäßig infolge des Auftretens eines nadelartigen Gefüges um die Schlackeneinschlüsse. In Siemens-Martin-Stählen tritt diese Erscheinung selten auf.



Ätzmittel zum Nachweis von Sulfideinschlüssen (S. 160) (nach KÜNKELE).

Abb. 36a: Mangansulfide in einer Gußeisenprobe, Übersichtsbild zur Beurteilung der Menge und Verteilung, die Größe erscheint übertrieben. (Vergr. $\times 50$.)

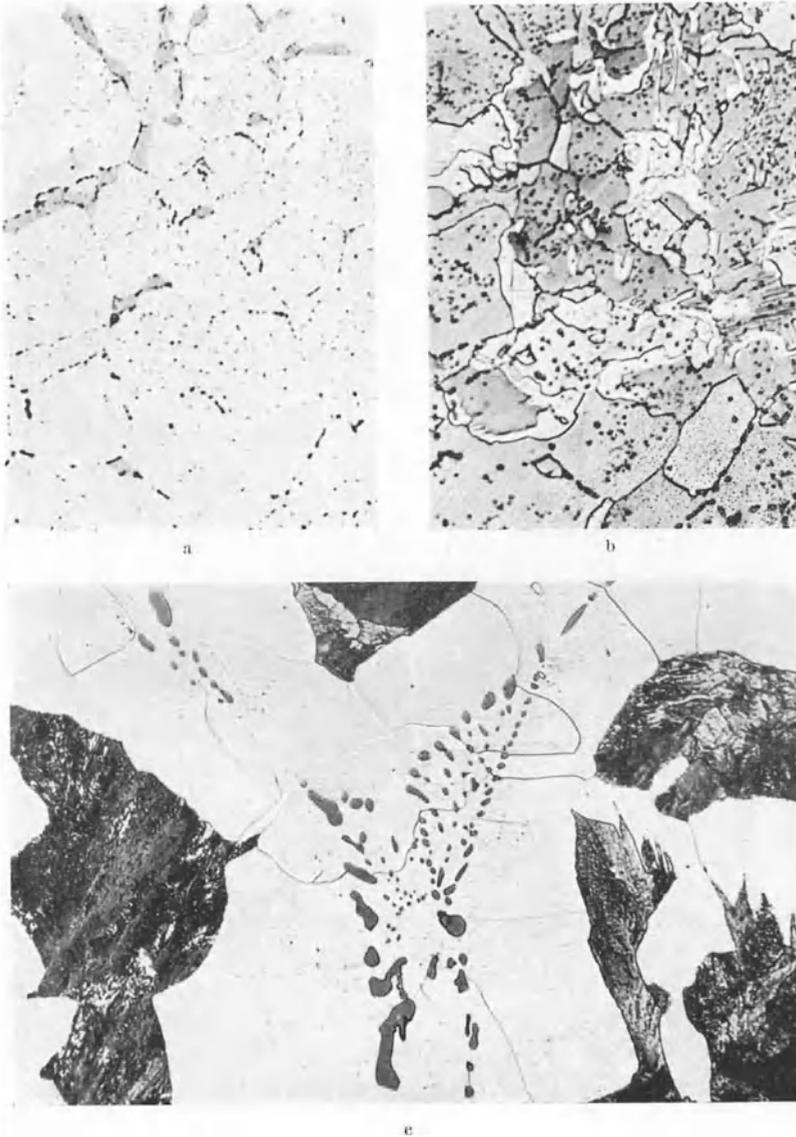
Abb. 36b. Die in der schwachen Vergrößerung nur als weiße Punkte erscheinenden Sulfide sind hier von einem scharf abgegrenzten hellen Ring umgeben, wodurch die Einschlüsse sich deutlich von der perlitischen Grundmasse abheben. Diese Art der Kenntlichmachung läßt die Einschlüsse bei schwachen Vergrößerungen um vieles größer erscheinen, als sie tatsächlich sind. (Vergr. $\times 500$.)

4. Oxalsäure. Nach MATWIEFF färbt 0,2proz. wässrige Oxalsäurelösung Sulfide in 20—30 sec.

5. Schwefelsäure. Nach HILPERT und GLAUERT eignet sich eine 3—4proz. wässrige oder alkoholische Schwefelsäurelösung zum Nachweis von Mangansulfid. Ätzdauer 7 sec bis einige Minuten. Bei mangan- und schwefelreichem Gußeisen wird das Gefüge des Werkstoffes gut entwickelt, zugleich erscheinen die Mangansulfide dunkelblau und deutlich erkennbar.

6. Unterscheidung von Sulfiden. NIEDENTHAL und BENNEK stellten bei der Untersuchung verschieden legierter schwefelreicher Stähle fest, daß die Angabe bestimmter Farbtöne für verschiedene Sulfide schwierig ist. Eisen- und Molybdänsulfid haben eine bräunliche, die übrigen Sulfide eine mehr bläuliche Färbung. H. KJERRMANN empfiehlt zur Unterscheidung von Eisen- und Mangansulfid zuerst ein Vorätzen der polierten Schlißfläche mit 1proz. wässriger Oxalsäure. Ätzdauer 60—90 sec. Eisensulfid wird angegriffen, Mangansulfid wenig oder gar nicht.

Nachätzen in 10proz. wässriger Chromsäure (5 min) greift nur das Mangansulfid an. Nach Ätzung mit diesen beiden Ätzmitteln sind alle Sulfide geschwärzt oder ausgefressen, die anderen Einschlüsse dagegen nicht angegriffen.



Sulfide und Oxyde.

Abb. 37a. Weißtemperguß mit „Haut“. Punktförmige Oxyde in den Korngrenzen des Ferrits und in den Körnern, außerdem Eisensulfid. Ungeätzte Probe. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 37b. Gleiche Probenstelle nach Ätzung mit Ammoniummolybdat (nach MALETTE). Die Ferritkörner erscheinen in verschiedener Färbung. Der weiße Zementit hebt sich neben dem bräunlichen Eisensulfid deutlich von der bläulichen ferritischen Grundmasse ab, was die Schwarz-Weiß-Aufnahme nur unvollkommen wiedergibt. (Vergr. $\times 500$.)

Abb. 37c. Stahlformguß 0,5% C, ungeglüht. Sulfide in eutektischer Anordnung im Ferrit, den Verlauf der primären Korngrenzen andeutend. Ätzung: alkoholische Salpetersäure 2%. (Vergr. $\times 500$.)

Nach WHITELEY wird die Farbe der Sulfide durch rasches Anlassen bei 200 bis 300° C verändert. Wenn die ganze Schlißfläche eine Orangefärbung angenommen hat, sind die Sulfide bereits rot. Das Verfahren eignet sich gut zur Erkennung des manchmal auftretenden Fe-FeS-Eutektikum.

IV. Oxyde und andere Einschlüsse.

Nach LAW werden Eisenoxyd und Eisenmanganoxyd durch ein elektrolytisches Verfahren reduziert, in dem die Schlißprobe in einer fast kochenden Lösung von 0,002% Ammoniumchlorid oder einem Alkalihydrat in destilliertem Wasser als Kathode geschaltet wird. Sulfide und Silikate bleiben dabei unverändert.

Nach CAMPBELL und COMSTOCK werden Eisen- und Manganoxyd durch eine gesättigte Lösung von Zinnchlorür in Alkohol stark angegriffen, Silikate durch Flußsäurelösungen.

V. Oxyde neben Sulfiden.

Bei gleichzeitiger Anwesenheit von Schwefel und Sauerstoff bilden sich Gemische von Oxyden und Sulfiden, auch Oxysulfide genannt, die im flüssigen Zustand ineinander löslich sind und unter Bildung eines Eutektikums erstarren, bestehend aus den beiden Phasen FeO-FeS. Bei Anwesenheit von Mangan tritt diese eutektische Umrandung, die fast alle Fe-O-Einschlüsse aufweisen, nicht mehr auf, wahrscheinlich weil die gegenseitige Löslichkeit von Oxyden und Sulfiden erhöht wird. Die Verbindung (Mn, Fe)O-(Mn, Fe)S tritt meistens in Form rundlicher Oxyde mit einigen Sulfidkörnchen in der Mitte auf. Auch Aluminium, Chrom, Zirkon und Titan bilden Oxysulfide. Das Verhalten dieser Gemische gegenüber Ätzlösungen ist aus Tabelle S. 168 zu ersehen.

VI. Oxydische Einschlüsse in Ferrochromlegierungen.

M. BAEYERTZ hat nachgewiesen, daß gewisse Ferrochromlegierungen zwei Arten von Einschlüssen enthalten. Bei Beobachtung im Dunkelfeld oder im polarisierten Licht bei gekreuzten Nichols erscheinen sie rötlichgrau, einer von ihnen jedoch heller und glänzender und mit stärkerem Relief. Bei diesen Beleuchtungsarten schimmern bestimmte Einschlußteilchen infolge von Reflexion grün.

Um die beiden Einschlußarten zu unterscheiden, verwendet BAEYERTZ eine Kaliumpermanganatlösung:

Schwefelsäure (10%)	100 cm ³
zum Kochen bringen und	
Kaliumpermanganat.	1 g

zusetzen.

Die Probe wird sogleich mit der Schlißfläche nach oben in die Lösung getaucht, die während des Ätzens langsam weitersieden muß; in der Regel genügt eine Ätzdauer von 5 min. Danach wird die Probe in warmem Wasser abgespült und in Alkohol getrocknet. Die polierte Oberfläche erscheint von einem braunen Niederschlag bedeckt, der durch Polieren auf einer feuchten Scheibe entfernt wird. Etwas Magnesiumoxyd dient als Poliermittel.

Das Ätzmittel muß für jede Probe neu angesetzt werden. Der rötliche Bestandteil wird angegriffen, der grüne nicht. Ersterer entspricht wahrscheinlich dem Chromit ($\text{Cr}_2\text{O}_3\text{-FeO}$), letzterer ist vermutlich reich an Chromoxyd.

Nachweis von Oxydeinschlüssen durch Abdruckverfahren. Das von NIESSNER ausgearbeitete Verfahren zum Nachweis von oxydhaltigen Einschlüssen besteht in der Erzeugung eines Abdruckes auf Gelatinepapier. Die Ausführung ist folgende:

1. Gelatinepapier wird einige Minuten mit 5proz. Salzsäure getränkt.
2. Das gut abgetropfte Papier wird auf eine ebene Glasplatte gelegt.
3. Die Probe wird etwa 5 min gegen das Papier gepreßt.
4. Das Papier wird nach Abheben der Probe mit 2proz. Ferrozyankaliumlösung nachbehandelt.

Bei Anwesenheit von oxydhaltigen Einschlüssen wird an den entsprechenden Stellen des Abdruckes durch die Ferrozyankaliumlösung eine Blaufärbung erzeugt.

Nach MITSCHKE sind zur Erzielung klarer Abdrucke folgende Punkte zu beachten:

1. Verwendung frischer Ferrozyankaliumlösung und genaue Einhaltung der von NIESSNER angegebenen Konzentration.
2. Genügendes Abtropfen des Gelatinepapiers. Haftet zu viel Flüssigkeit am Papier, so entsteht bei der Nachbehandlung mit Ferrozyankaliumlösung keine genau begrenzte Blaufärbung an den Stellen, wo durch eisenoxydhaltige Einschlüsse ein Niederschlag entstand; infolge herumschwimmender Niederschlagswolken wird ein verwischter Abdruck erzielt.
3. Festklemmen des Gelatinepapiers durch eine besondere Presse oder eine Laboratoriumsschliffpresse mit parallelen Preßflächen. Am zweckmäßigsten wird die Probe mit Plastilin unter dem Stempel einer solchen Schliffpresse befestigt, so daß die Schliffebene parallel zur Bodenplatte liegt. Das feuchte Papier wird auf eine nachgiebige Zwischenlage aus Leder, Gummi oder Papier auf die Bodenplatte gelegt und der Schliffprobe angepreßt.

Das Verfahren ist noch mit Vorbehalt zu verwenden, vor allem ist bei der Auswertung eine gewisse Vorsicht notwendig. Sehr kleine Einschlüsse ergeben nicht immer deutliche dunkelblaue Flecke, da die Diffusionszonen ineinanderreichen und allgemeine Blaufärbung bewirken. MITSCHKE hält es deshalb in Fällen, in denen es sich um den Nachweis von Unregelmäßigkeiten im Schwefelgehalt handelt, für angezeigt, den Schwefelabdruck nach BAUMANN anzuwenden und den Nachweis zahlreicher kleiner Sulfide durch die KÜNKELESche Ätzung zu führen.

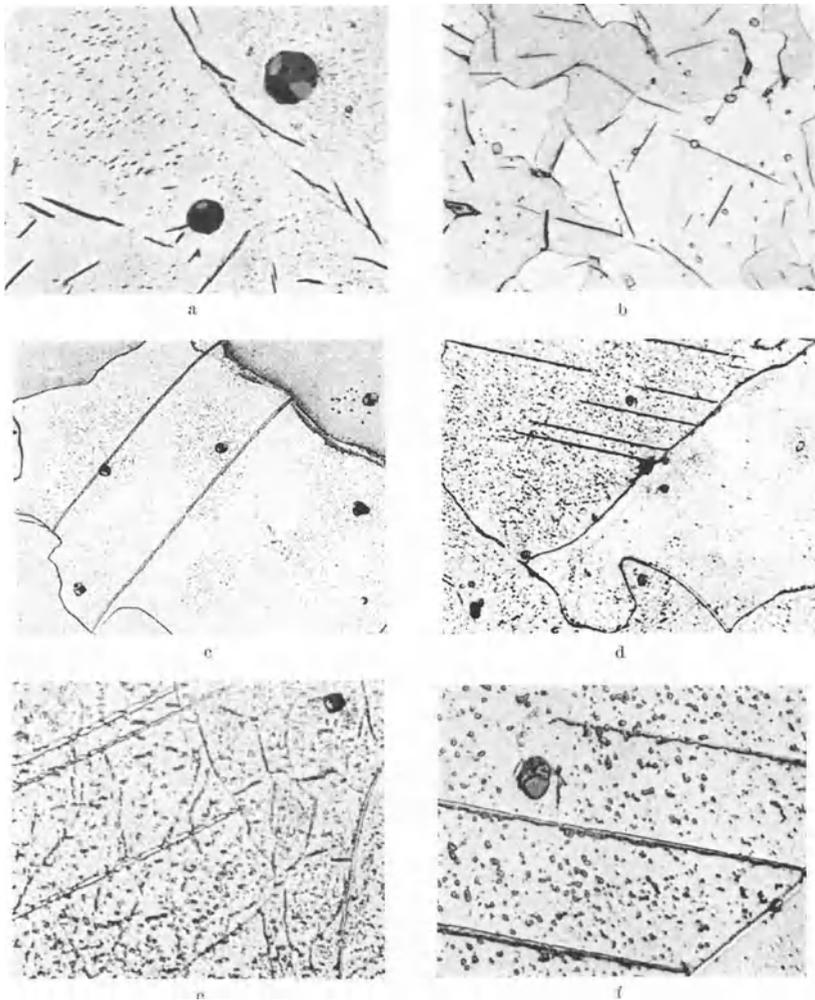
Nach MEYER und WALTZ entsteht meistens eine leichte Blaufärbung des ganzen Abdruckes durch Umsetzung des metallischen Eisens mit der Ferrozyankaliumlösung. An den Stellen, wo sich in der Schliffprobe eisenhaltige Einschlüsse befinden, entsteht eine stärkere Blaufärbung, die Rückschlüsse auf Form und Verteilung der Einschlüsse zuläßt. Dabei ist ein bestimmter vorläufig noch unbekannter Mindestgehalt an Eisen in den Oxydeinschlüssen notwendig.

Stärkere Blaufärbung tritt nach MEYER und WALTZ auch an Unebenheiten der Oberfläche sowie an den Schliffkanten auf, ebenso an den Rändern von Hohlräumen. Diese Erscheinung ist wahrscheinlich durch stärkere Lösung von Ferroionen an diesen Stellen begünstigt.

VII. Nachweis von Nitriden.

A. Allgemeines.

Das untereutektoiden Eisenitrid tritt entweder in Form von Nadeln ($15\text{--}25\ \mu$) oder als Feinausscheidung in rundlicher Form ($2\text{--}3\ \mu$) auf, letzteres meistens in WIDMANNSTÄTTENSCHER Gefügeanordnung. Es scheidet sich auch bevorzugt an Korngrenzen oder Gleitlinien ab (Abb. 38a bis f).



Eisenitrid.

Abb. 38a. Ätzung: alkoholische Salpetersäure 2%. Eisenitrid in Nadelform an den Korngrenzen, in Körnchenform im Korninnern. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 38b. Ätzung: Ammoniummolybdat. Keine Aufrauung sondern nur Färbung der ferritischen Grundmasse, von der sich die Nitridnadeln deutlich abheben. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 38c—f. Ätzung: alkoholische Salpetersäure 2%. Ausscheidung von Nitrid innerhalb der Körner und an den Translationstreifen, in Abb. 38e auch in den Äderungslinien. (Nitride verursachen die Äderung nicht, lagern sich aber darin ab.) Abb. 38d und f gleiche Probenstelle. (Vergr. c und d $\times 200$, e und f $\times 1000$.)

Das übereutektoide Eisennitrid tritt in Form breiter Lamellen wie Tertiärzementit an den Korngrenzen des Ferrits auf, es hat ebenso wie der Zementit die Neigung zu koagulieren.

Das Eutektoid (Braunit) hat wie alle Eutektoide ein lamellares Gefüge, jedoch feiner als Perlit.

Das Eisennitrid ist meistens bereits im ungeätzten Schlibbild erkennbar. Durch Ätzung mit alkoholischer Salpetersäure tritt es deutlicher hervor, ebenso durch Ätzung mit Ammoniummolybdat (S. 56), im letzteren Fall heben sich die

Nitride dunkel von der leicht gefärbten, aber nicht aufgerauhten Grundmasse des Ferrits ab.

Nach HANEMANN und SCHRADER wird das Eisennitrid wie der Zementit durch Natriumpikrat gedunkelt, jedoch in sehr viel längerer Zeit als dieser (vgl. Abb. 39).

PORTEVIN und SÉFÉRIAN geben folgende Ätzmittel an:

2proz. alkoholische Salpetersäure: für Eisennitrid und Eutektoid (10–15 sec),

20proz. kochende Natronlauge: für Eutektoid (2–3 min), für Nitrid (6–7 min).

Für nitrierte Kohlenstoffstähle, in denen Perlit und Braunit vorkommen, sind die Ätzmittel von FRY, COMSTOCK, HENGSTENBERG und BORNEFELD geeignet (vgl. S. 142).

In Stählen, denen kurz vor dem Vergießen Ti oder Zr zugesetzt wird, erscheint

der Stickstoff an diese Elemente gebunden in Form gelber Würfel. Die Färbung wird durch Gegenwart anderer Elemente beeinflusst, rosa Würfel können als feste Lösung von Karbid im Nitrid angesehen werden.

Eine Unterscheidung von Titanitrid und Zirkonitrid wird durch Ätzen mit Flußsäure ermöglicht, da diese den gelben Bestandteil in zirkonhaltigen Stählen angreift, den titanhaltigen dagegen nicht.

B. Weitere Ätzverfahren für den Nachweis von Nitriden.

1. Pikrinsäure. 5% in Alkohol. Nach KIRNER erscheint das beim Nitrieren von Stahl gebildete Eisennitrid nach dem Ätzen mit Pikrinsäure bräunlichgelb gefärbt. Auf Grund dieser Färbung wird der Name Flavit für diesen Gefügebestandteil vorgeschlagen.

2. Ferrizyankalium. Nach COMSTOCK kann freies Eisennitrid von Zementit durch Ätzen mit heißer, frisch zubereiteter 1–4proz. Ferrizyankaliumlösung unterschieden werden. Hierdurch wird Eisennitrid nicht angegriffen, Zementit geschwärzt und Perlit braun gefärbt.

Im Werkstoffhandbuch wird für den gleichen Zweck eine alkalische Lösung folgender Zusammensetzung empfohlen:

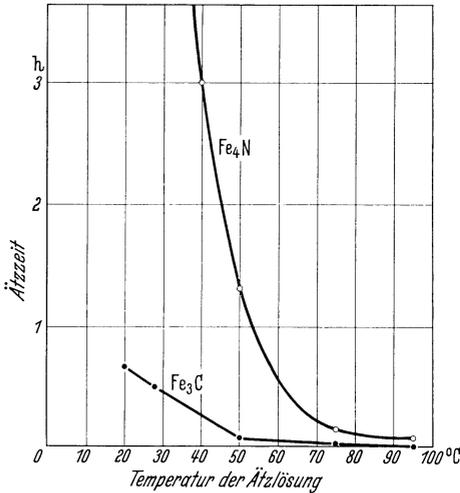


Abb. 39. Ätzzzeiten für die Färbung von Eisennitrid und Zementit mit alkalischer Natriumpikratlösung (nach H. HANEMANN und H. SCHRADER).

Ferrizyankalium.	3 g
Kaliumhydroxyd	10 g
Wasser.	100 cm ³

3. Ätzmittel nach FRY.

Kupferchlorid.	16 g
Salzsäure	130 cm ³
Äthylalkohol	82 „
Wasser.	100 „

Das Ätzmittel färbt Fe₄N und Braunit, nitrierte Randschichten erscheinen dunkel gefärbt. Ätzdauer 30—60 sec.

4. Ätzmittel nach COMSTOCK.

Kupferchlorid.	1 g
Magnesiumchlorid.	4 g
Salzsäure	5 cm ³
Alkohol	100 cm ³

Das Ätzmittel färbt die nitrierte Randschicht.

5. Ätzmittel nach RÜDER und BROPHY.

Kupferchlorid.	2 g
Magnesiumchlorid.	10 g
Salzsäure	6 g 25
Alkohol	250 cm ³

Kupfer- und Magnesiumchlorid werden zunächst mit etwas heißem Wasser (nur soviel wie nötig) in Lösung gebracht. Das Ätzmittel ermöglicht die Unterscheidung des Perlits vom Braunit, letzterer färbt sich bereits, wenn Perlit erst schwach angegriffen ist.

6. Anlassen. Nach B. STRAUSS wird das Vorhandensein von Nitrid am besten durch Anlassen bei 250—300° C nachgewiesen. Die stickstoffhaltigen Gefügebestandteile färben sich am schnellsten. Wenn der Ferrit eine blaßblaue, Perlit eine dunkelblaue Färbung angenommen hat, erscheinen die Nitride und nitridhaltigen Stellen rot.

VIII. Verhalten verschiedener Einschlüsse gegenüber verschiedenen Ätzmitteln.

Die Tabellen auf S. 168—172 entsprechen der von URBAN und CHIPMAN abgeänderten und erweiterten Comstock-Wohrmann-Tabelle. Die Arbeiten von COMSTOCK, CAMPBELL und WOHRMANN erstreckten sich auf unlegierte Stähle. URBAN und CHIPMAN untersuchten mehrere Arten legierter Stähle sowie solcher Stähle, bei deren Herstellung verschiedene sauerstoff- und stickstoffentziehende Verfahren angewendet wurden.

Das von URBAN und SCHNEIDEWIND erprobte Verfahren der Schliffvorbereitung (vgl. S. 23) wurde auch bei den Untersuchungen von URBAN und CHIPMAN angewendet. Die Untersuchung von Einschlüssen wird am besten bei 1000facher Vergrößerung vorgenommen, besonders bei komplexen Einschlüssen. Es empfiehlt sich, kein Filter, sondern nur eine Mattscheibe zur Erzielung diffusen weißen Lichtes zu benutzen. Zur Bestimmung von Einschlüssen ist es notwendig, die vollständige chemische Analyse des Werkstoffes und möglichst auch das Desoxydationsverfahren zu kennen.

A. Die Einwirkung von Ätzlösungen auf

A	B	C	D	E	F	G
Bestandteil	Aussehen im ungeätzten Zustand	Aussehen unter polarisiertem Licht mit gekreuzten Nikols	Alkoholische Salpetersäure 10 sec	10proz. Chromsäure 5 min	Alkal. Natriumpikrat, kochend, 5 min	Alkal. Natriumpikrat kochend, 10 min
1 FeS	hellbraun, gelblich	anisotrop	keine Wirkung	keine Wirkung	gedunkelt u. teilweise ausgefressen	alle entfernt
2 MnS-FeS Mn-reich	wabenartiges Gefüge, hellgrau mit Punkten und Strichen	keine Wirkung	Eutektikum an den Rändern umrissen	alles entfernt	gedunkelt	alle entfernt
3 MnS-FeS Mn-arm	leicht hellgrau und gelblichbraun	FeS anisotrop	keine Wirkung	keine Wirkung	beide teilweise entfernt	alle entfernt
4 ZrS ₂ -FeS .	gelblichbraun	anisotrop	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
5 Al ₂ S ₃ -FeS .	gelbbraun und grau	anisotrop	keine Wirkung	keine Wirkung	gedunkelt und teilweise entfernt	alle entfernt
6 Cr ₂ S ₃ -FeS .	grau	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	alles gedunkelt	alle entfernt
7 TiS ₂ -FeS .	grau, nadelartige Form	keine Wirkung	Eutektikum an den Rändern umrissen	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
8 FeO . . .	rundlich, mittelgrau, glatt	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
9 MnO-FeO .	meistens verschiedenartig grau	opaleszierend grün bis braun	keine Wirkung	keine Einwirkg. auf die kleinen einheitl. oder komplexen Bestandteile, große komplexe gedunkelt	glatte graue entfernt, komplexe keine Einwirkung	keine weitere Einwirkung
10 Cr ₂ O ₃ -FeO .	mittelgrau, scharfkantig, leicht zu polieren	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
11 FeO-SiO ₂ .	meistens dunkel, mehr oder weniger glasig	glänzend und durchsichtig	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
12 MnO-SiO ₂ .	mehr oder weniger glasig	unregelmäßig, irisierend	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
13 Al ₂ O ₃ -FeO .	feine graue Einschlüsse, unregelmäßig geformt, schwer. zu polieren	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
14 CaO-SiO ₂ .	glasartig u. glitzernd	opaleszierend	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
15 FeO-FeS .	gelb und gelbbraun mit Eutektikum	Eutektikum erscheint anisotrop	keine Wirkung kontrastreicher	keine Wirkung	grau keine Einwirkung, gelblichbraun und Eutektikum gedunkelt	alle entfernt
16 MnO-FeO FeS-MnS Mn-reich	grau und gelbbraun, ähnlich MnS	keine Wirkung	keine Wirkung	alles grau, stark angegriffen	hellgrau gedunkelt	keine weitere Einwirkung
17 MnO-FeO FeS-MnS Mn-arm	hellgraubisgelbbraun mit Eutektikum	keine Wirkung	Eutektikum kontrastreicher	keine Wirkung	keine Wirkung	mittelgrau gedunkelt
18 ZrS ₂ -FeS ZrO ₂ -FeO	hell und mittelgrau	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	mittelgrau gedunkelt	keine weitere Einwirkung
19 Al ₂ S ₃ -FeS Al ₂ O ₃ -FeO	sehr helles grau oder gelbbraun	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung
20 Cr ₂ S ₃ -FeS Cr ₂ O ₃ -FeO	grau und gelblichbraun, rundlich	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Einwirkg. auf Chromite, die anderen gedunkelt oder entfernt	keine weitere Einwirkung
21 FeO-TiO ₂ FeS-TiS ₂	sehr feine Nadeln und etwas Eutektikum	keine Wirkung	keine Wirkung	Eutektikum gedunkelt	gedunkelt	keine weitere Einwirkung
22 TiN	blaßgelbe oder rosa Würfel	keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	komplexe entfernt	keine weitere Einwirkung
23 ZrN	blaßgelbe Würfel mit komplexen rosa Einschlüssen	keine Wirkung	gelbe Bestandteile unverändert, rosa Einsprenglinge treten mehr hervor	keine Wirkung	Wabengefüge gedunkelt	Wabengefüge, beträchtlich gedunkelt

nichtmetallische Einschlüsse im Stahl. (Nach URBAN und CHIPMAN.)

H Alkohol. Zinnchlorür, 10 min	I 20% Flußsäure, 10 min	K Alkohol. Salzsäure	L 1% Eisen- chlorid, alkohol. 5 min	M Jodazidreagens	N Alkal. Per- manganatlösg.
keine Wirkung	alle entfernt	1 min keine Wirkung, 5 min alles entfernt	keine Wirkung	fleckiggrau in 5 min	geschwärzt ²
keine Wirkung	alle entfernt	1 min mittlere und kleine Einschlüsse entfernt, 5 min alles entfernt	keine Wirkung	einige in 60 sec ent- fernt, andere nicht in 10 min	gedunkelt ¹
alle entfernt oder geschwärzt	alle entfernt	1 min grau entfernt, 5 min alles entfernt	keine Wirkung	FeS fleckiggrau, MnS gedunkelt oder entfernt	FeS-reich schwarz ¹ , MnS-reich dunkel
keine Wirkung alle entfernt	alle entfernt alle entfernt	5 min keine Wirkung 1 min keine Wirkung, 5 min entfernt gelb- braun, keine Wirkung auf Eutektikum	keine Wirkung keine Wirkung	5 min keine Wirkung 5 min keine Wirkung auf gelbbraun oder Eutektikum	keine Wirkung gelbbraun gedunkelt, keine Wirkung auf Eutektikum ¹
geschwärzt	alle entfernt	5 min keine Wirkung	keine Wirkung	5 min keine Wirkung	gelbbraun gedunkelt, keine Wirkung auf Eutektikum ¹
keine Wirkung	alle entfernt	5 min keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung	gedunkelt ¹
alle entfernt	alle entfernt	1 min keine Wirkung, 5 min entfernt alle	leicht gedunkelt	—	keine Wirkung
keine Wirkung	alle entfernt	alle entfernt in 2 min	leicht gedunkelt	—	—
keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung in 5 min	—	—	—
keine Wirkung	alle entfernt	keine Wirkung in 5 min	—	—	—
keine Wirkung	alle entfernt	alle entfernt in 5 min	—	—	—
keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung in 5 min	—	—	—
keine Wirkung grau entfernt, Eutektikum gedunkelt	alle entfernt —	keine Wirkung in 5 min 1 min stark angegriffen, 5 min entfernt alle	— alle ziemlich ge- dunkelt, grau mehr als gelb- braun	— 5 min keine Wirkung	— keine Wirkung
einheitl. Bestand- teil entfernt, keine Einwir- kung auf Eu- tektikum alle entfernt	— —	vollkommen entfernt in 2 min	—	—	—
keine Wirkung	—	vollkommen entfernt in 2 min	—	—	—
keine Wirkung	—	nach 5 min Einschlüsse nur teilweise angegriffen	—	—	—
keine Wirkung	—	einige stark angegriffen, die meisten in 2 min geschwärzt	—	—	—
keine Wirkung	—	nach 2 min stark ange- griffen	—	—	—
Nadeln entfernt	—	keine Wirkung in 5 min	—	—	—
keine Wirkung	keine Wirkung	keine Wirkung in 5 min	—	—	—
keine Wirkung	gelbe Würfel stark ange- griffen	keine Wirkung in 5 min	—	—	—

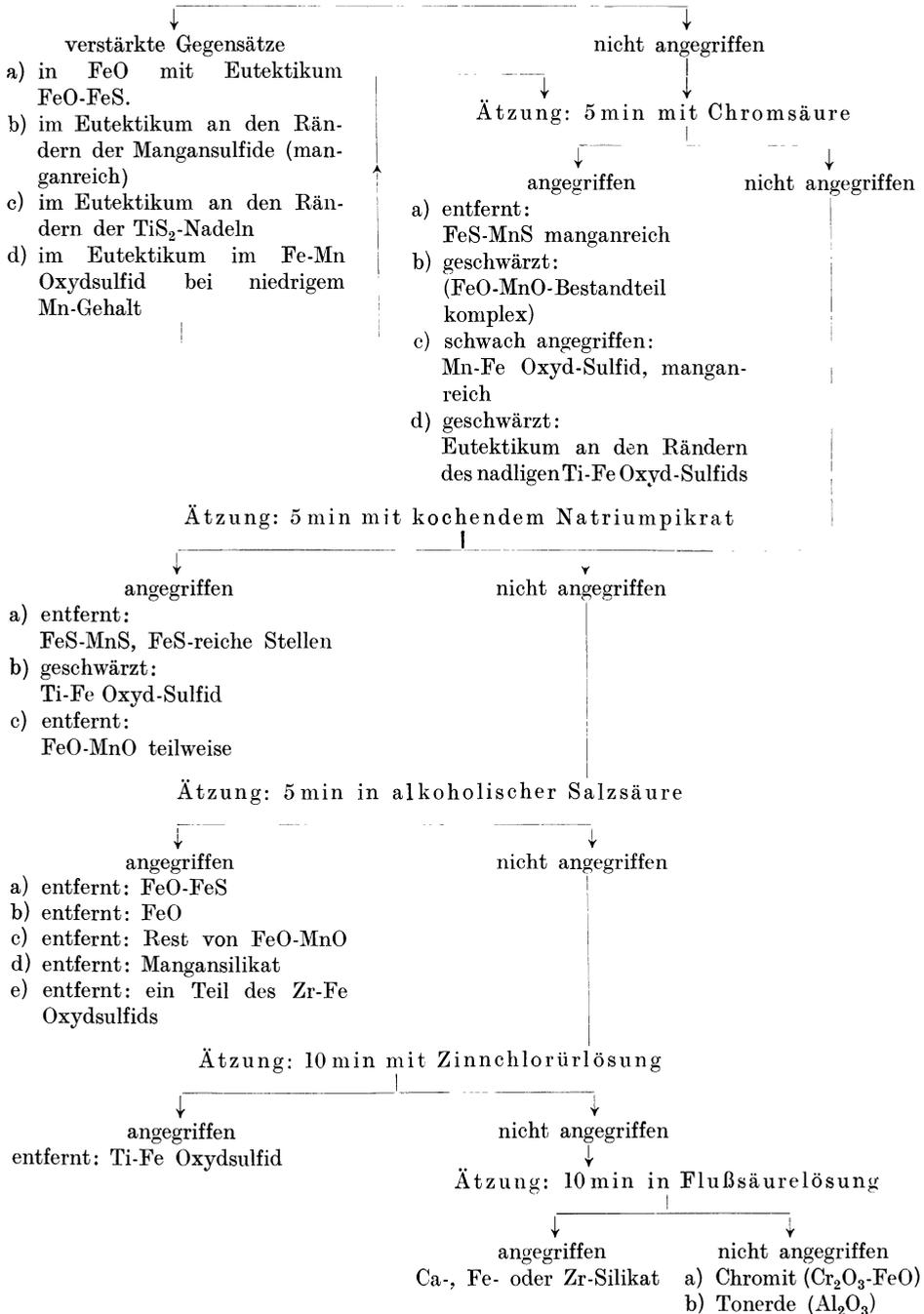
¹ 1 min nachpolieren entfernt die Ätzwirkung.² 1 min nachpolieren entfernt die Ätzwirkung nicht.

B. Ätzfolge zum Nachweis von Einschlüssen.

(Nach URBAN und CHIPMAN.)

Gruppe I: Graue, sehr dunkle oder glasige Einschlüsse.

Ätzung: 10 sec in alkoholischer Salpetersäure



Gruppe II: gelbe, bräunliche und helle Einschlüsse.

Ätzung: 2 min in Kaliumpermanganatlösung

geschwärzt: FeS, MnS-FeS(FeS-reich)
 Al_2S_3 -FeS, Cr_2S_3 -FeS, TiS_2 -FeS, NiS-FeS

auf Polierrotscheibe 1 min abpolieren

Ätzwirkung entfernt

- a) MnS-FeS(FeS-reich)
- b) Al_2S_3 -FeS
- c) Cr_2S_3 -FeS
- d) TiS_2 -FeS

Ätzwirkung nicht entfernt

- a) FeS

Ätzung: 2 min in alkohol. Salzsäure

angegriffen

- a) schwach angegriffen:
Zr-Fe Oxyd-Sulfid
- b) geschwärzt oder
schwach geätzt:
Al-Fe Oxyd-Sulfid

nicht angegriffen

Ätzung: 5 min in alkohol. Salzsäure

angegriffen

- a) entfernt:
FeS-MnS(FeS-reich)
- b) entfernt:
FeS- Al_2S_3

nicht angegriffen
 entweder Zr-N, TiN,
 Cr_2S_3 -FeS oder ZrS_2 ,
 die beiden ersteren
 haben gewöhnlich
 die Form kleiner
 Würfel

Ätzung: 10 min in Flußsäure:

angegriffen

- a) entfernt:
ZrN
- b) entfernt:
 Cr_2S_3 -FeS
- c) entfernt:
 ZrS_2

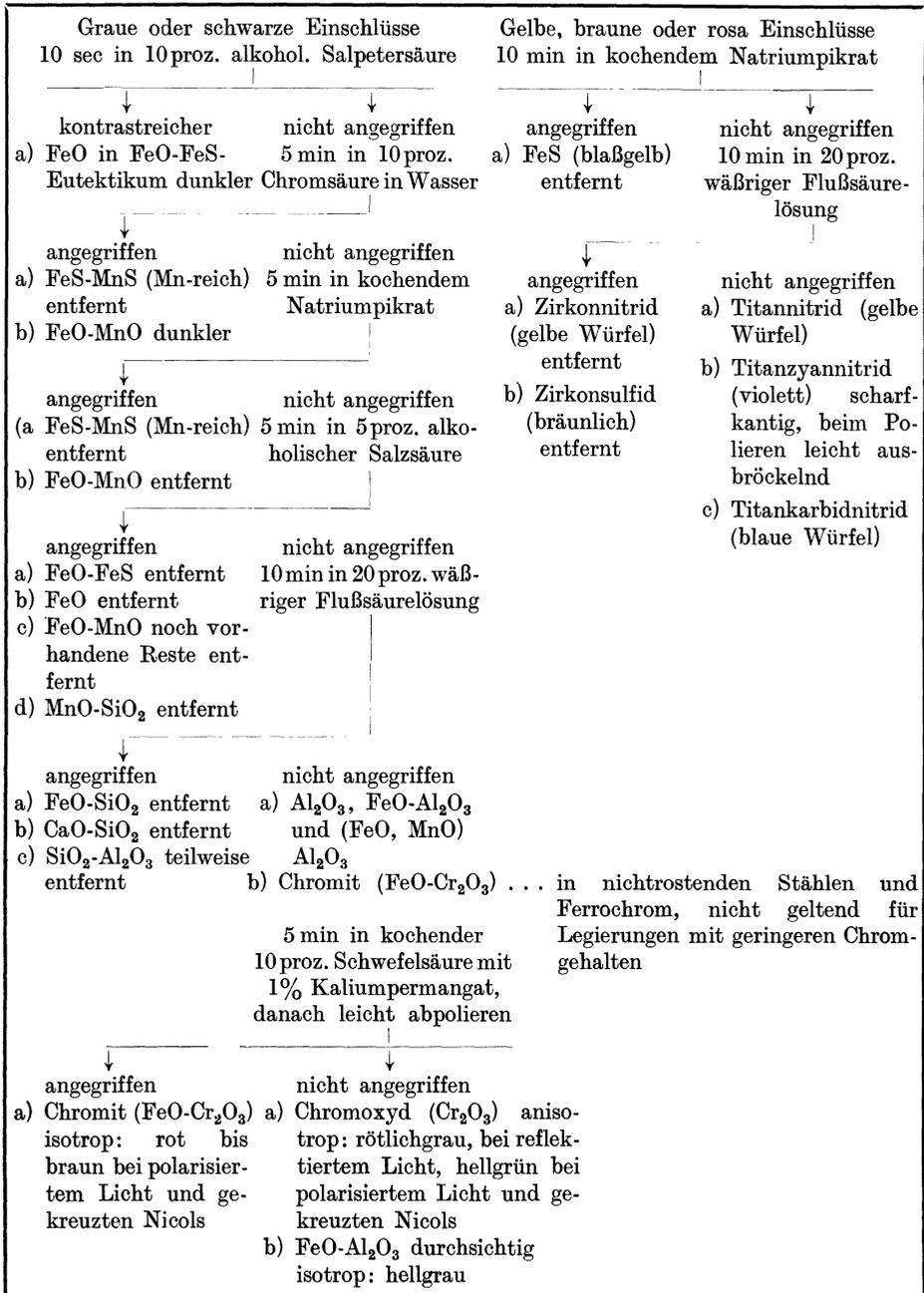
nicht angegriffen

TiN

C. Ätzfolge zum Nachweis von Einschlüssen.

Nach CAMPBELL und COMSTOCK, ergänzt von M. A. SCHEIL, M. BAERYERTZ, J. R. VILELLA
(Metals Handbook 1939).

Aussehen bei reflektiertem weißem Licht — $\times 200$, $\times 500$, $\times 1000$.



D. Ätzmittel.

Die von URBAN und CHIPMAN bei ihren Untersuchungen angewendeten Ätzmittel für einen Arbeitsgang zur Einschlußbestimmung haben folgende Zusammensetzung:

1. 10proz. alkoholische Salpetersäure. 15 cm³ Salpetersäure (sp. G. 1,42) mit 95proz. Äthylalkohol auf 100 cm³ auffüllen.

2. 10proz. Chromsäure. 10 g Chromsäureanhydrid in Wasser lösen und auf 100 cm³ auffüllen. (Nach CASTRO greift die Lösung die Doppelsulfide [oder die Doppeloxysulfide] von Eisen und Chrom im kalten Zustand nicht an, wohl aber im kochenden Zustand.)

3. Alkalisches Natriumpikrat. 10 g Natriumhydroxyd in etwa 75 cm³ Wasser lösen, im Wasserbad erwärmen bis kurz vor den Siedepunkt, sodann 2 g Pikrinsäure zusetzen und auf 100 cm³ auffüllen.

4. Zinnchlorür. 95proz. Äthylalkohol mit Zinnchlorür sättigen. Ätzmittel vor jedem Gebrauch frisch ansetzen.

5. 20proz. Flußsäure. 50 cm³ Flußsäure (40%) mit Wasser auf 100 cm³ auffüllen.

6. 5proz. alkoholische Salzsäure. 15 cm³ Salzsäure (sp. G. 1,18) mit 95proz. Äthylalkohol auf 100 cm³ auffüllen.

7. Eisenchlorid. 1 g Eisenchlorid in 100 cm³ 95proz. Äthylalkohol lösen.

8. Jodazidlösung. 0,1 g Natriumazid und 1,25 g Jod auf 100 cm³ Wasser. Das Jodazid N₃J, eigentlich NH₃-NJ₃, wird durch Einwirkung von Jod auf eine Lösung von N₃Na erhalten. Das Natriumazid N₃Na wird nach NAEGELE und VOGT-MARKUS folgendermaßen hergestellt:

a) Frische Lösung von 3,5 g Na in 40 cm³ CH₃OH bei 25—35° C mit 5 g Hydrazinhydrat NH₂-NH₂, H₂O, vermischen und 18 g Amylnitrit und 50 cm³ absol. Äther zusetzen, 24 Stunden stehenlassen, N₃Na abfiltrieren und bei 90° C trocknen. Explosiv!

Besser ist folgendes Verfahren:

b) Die Lösung von Äther und Amylnitrit tropfenweise der Mischung von CH₃ONa und Hydrazinhydrat zusetzen.

9. Alkalisches Kaliumpermanganat. 0,6 g Kaliumpermanganat und 2,0 g Natriumhydroxyd in 100 cm³ Wasser lösen und frisch verwenden.

Das Jodazidreagens wurde von NIESSNER eingeführt, alkalisches Kaliumpermanganat von SCHNEIDERHÖHN bei Erzuntersuchungen verwendet. Nach URBAN und CHIPMAN ist alkoholische Salzsäure als Unterscheidungsmittel für Einschlüsse besonders geeignet.

Siebenter
Nichteisen-

I. Vorbereitung von Schliffproben

Zusammengestellt nach den Angaben im „Metals-

Metall oder Legierung	Vorschlichten und Grobschleifen	Feinschleifen
Kupfer und Kupferlegierungen.	Bearbeitung mit Feile oder Schmirgelstein und reichlich Wasser. Vorschleifen auf grobem Schmirgelleinen bei Umdrehungsgeschwindigkeiten von 1000—1800 Umdr/min.	Scheibe mit Segeltuch und losem Schmirgel, Carborundum oder Alundumpulver ¹ bei gleicher Drehzahl wie beim Grobschleifen.
Nickel und Nickellegierungen. Siehe auch S. 195	Feilen oder grobschleifen auf Schmirgelscheiben mit 300—600 Umdr/min. Körnung 180, 240, 320 und 400 Carborundum oder entsprechenden Körnungen in anderen Schleifmitteln, die letzte Körnung mit Graphit.	Nicht erforderlich, wenn vorpoliert wird. Auf Schmirgelpapier 0, 00, 000 mit Graphit schleifen ist oft dem nassen Vorpolieren vorzuziehen und kann dieses ersetzen.
Zink und Zinklegierungen. Siehe auch S. 200	Probe feilen.	Vorgefeilte Probe von Hand schleifen auf Schmirgelpapier der Körnung I F, 0, 00, 0000 mit Glasplatte als Unterlage. Länger schleifen, als zur Entfernung der Schleifbahnen der vorhergehenden Körnung erforderlich. Erhitzung vermeiden.
Zinn und Zinnlegierungen. Siehe auch S. 205	Auf Drehbank mit scharfem Werkzeug vorschlichten.	Auf Schmirgelpapier der Körnung 0, 00, 000 mit Paraffin in Petroleum ³ , danach kurz mit Salzsäure (10—20%) ätzen, um die Bearbeitungsschicht zu entfernen.
Blei und Bleilegierungen. Siehe auch S. 209	Sägeblatt einölen beim Abtrennen von Proben.	Auf Schmirgelpapier (2, 1, 0, 00, 000) von Hand oder auf langsam laufenden Scheiben (höchstens 500 Umdr/min) mit Paraffin in Petroleum ³ , Proben nach jeder Körnung sorgfältig säubern. I min länger schleifen, als für die Entfernung der Schleifbahnen der vorhergehenden Körnung notwendig.
Edelmetalle. Siehe auch S. 218	Probe feilen.	Schleifen auf Aloxit ¹ -Papier (240, 280, 320, 400), danach auf Schmirgelpapier (000, 0000), das zunächst durch Schleifen einer gehärteten Stahlprobe abgenutzt wird.

¹ Fußnoten s. S. 176.

Abschnitt.

metalle.**aus Nichteisenmetallen.**

Handbook“ 1939 und A.S.T.M.-Standards E3 1936.

Vorpolieren	Feinpolieren	Waschen und Trocknen
Auf Tuchscheiben mit Tripel oder auf zwei Filzscheiben mit zwei verschiedenen Schmirgelpulverkörnungen.	Auf feinem Tuch mit Tonerde oder Magnesiumoxyd, auch Sämischleder mit Juwelierrot.	Entweder sogleich nach dem Polieren ätzen oder nach dem Abspülen in Alkohol trocknen. Beim Polieren mit Juwelierrot kann die Probe im geeigneten Augenblick, sobald sie blank und trocken erscheint, abgenommen und sofort geätzt werden.
Alle Polierscheiben sind während des Polierens reichlich feucht zu halten, die Schlißproben sind zwischendurch gründlich abzuspülen.		
Falls nicht mit Graphit geschliffen, Tuchscheibe mit Alundumpulver Nr. 600 bei 5—600 Umdr/min.	Wenige Sekunden auf Tuch oder flachem Seidenkrepp mit Tonerde in Wasser. Das Schleifen mit Graphit und Polieren mit Seidenkrepp ist besonders wichtig für das Festhalten von Einschlüssen und Vermeidung von Löchern und Bearbeitungsschicht.	
Auf Segeltuch- oder Kanevascheiben mit 200—400 Umdr/min. Abwechselndes Ätzen mit Palmer-ton-Ätzmittel (s. S. 202) und Abpolieren. Poliermittel Magnesiumoxyd oder Tonerde in Wasser. Arbeitsgang: 3—4 min Ätzen. Abpolieren auf Scheibe 1; 90 sec ätzen, Abpolieren auf Scheibe 2.	Auf zwei Tuchscheiben mit gleicher Umdrehungsgeschwindigkeit, unter Verwendung der gleichen Poliermittel wie beim Vorpolieren. Arbeitsgang: 30 sec ätzen, Abpolieren auf Scheibe 1, 10 sec Ätzen, Abpolieren auf Scheibe 2, 3 sec ätzen. Für schwache Vergrößerungen genügt Polieren auf Scheibe 1. Für Ölimmersion kürzer ätzen nach dem letzten Abpolieren (1 sec).	Nach dem Polieren Probe leicht mit alkoholbefeuchtem Finger abreiben, danach erst in Alkohol, dann in Wasser abspülen, Wasser abschütteln und sogleich ätzen.
Auf Tuchscheibe mit Alundumpulver und Seifenwasser ² . Nochmals kurz ätzen.	Auf Samtscheibe mit Seidensamt und demselben Poliermittel wie beim Vorpolieren.	Proben vor dem Ätzen in warmem Petroleum abspülen, danach in Seifenwasser. Die Seifenschicht kann auf-trocknen oder durch warmes Wasser entfernt werden.
Poliertuch mit Seife einreiben, Poliermittel Tonerde in Wasser. Entsteht auf der Schlißfläche eine dunkle Schmierschicht, ist mit stärkerer Anfeuchtung und geringerem Druck zu polieren, bis die Schicht entfernt ist und die Schlißfläche blank erscheint.	Letzte Polierkratzer können durch Handpolieren auf Seidensamt mit einem Brei aus Tonerde und Seifenwasser entfernt werden.	Nach dem Polieren ist sorgfältig zu waschen, um alle Seifen Spuren zu entfernen.
Polieren auf Filzscheiben mit Alundumpulver 600 bei reichlicher Anfeuchtung.	Feinpolieren auf Samtscheiben oder von Hand mit einer wässrigen Paste aus Tonerde oder Magnesiumoxyd.	

Metall oder Legierung	Vorschlichten und Grobschlichten	Feinschleifen
Aluminium u. Aluminiumlegierungen. Siehe auch S. 225	Auf mittelgrober Feile abziehen, bei Verwendung eines geeigneten Mikrotoms kann dieses als Ersatz für Grob- und Feinschleifen dienen.	Auf Schmirgelpapier der Körnung 0, 00, 000 mit Paraffin in Petroleum.
Magnesium u. Magnesiumlegierungen. Siehe auch S. 246	Auf mittelgrober Feile abziehen, dann auf Aloxitleinen Nr. 50 ¹ , 100 und 150 schleifen.	Schmirgelpapier 0, 00, 000, Umdrehungsgeschwindigkeit 80—1000 Umdr/min.

¹ Alundum = Tonerde größerer Körnung. Alundum Nr. XF kann durch Schlämmschmirgel 60 min, Alundum Nr. 600 durch Siliziumkarbid 3 F oder Schlämmschmirgel 120 min ersetzt werden. Aloxit = künstlicher Korund, kann durch Schmirgelleinen und Schmirgelpapier ersetzt werden (vgl. auch Schleifmittel S. 17).

² Alundum-Seifenwasser-Mischung: 5 g Alundum Nr. 600 auf 300 cm³ Wasser. Nach gründlichem Schütteln 15 min stehenlassen. Die überstehende Aufschwemmung abgießen, 40 g Seife zusetzen und die Mischung erwärmen, bis die Seife gelöst ist. Sowohl die Paraffin-Petroleum-Mischung wie die Alundum-Seifenwasser-Mischung sind bei Raumtemperatur fast fest, sie sind deshalb warm zu verwenden.

³ 10 g Paraffin in 200 cm³ Petroleum (Erwärmen) lösen.

II. Ätzverfahren für Nichteisenschwermetalle.

A. Kupfer.

Angaben über die Schliffvorbereitung von Kupfer und Kupferlegierungen finden sich in Tabelle (S. 174). Im übrigen werden die Schliffproben wie Weich-eisen bzw. kohlenstoffarme Stähle behandelt.

Als Poliermittel dient Tonerdeaufschwemmung, der nach GUERTLER (2) etwas Ammoniak zuzusetzen ist. Auch Zusatz von ein paar Körnchen Ammoniumtartrat verhindert die beim Polieren leicht eintretende Oxydierung der Schlifffläche.

Zum Ätzpolieren von Kupfer mit Einschlüssen von Kupferoxydul, Kupfer-sulfür u. a. empfiehlt A. SCHRADER Zusatz von Ammoniak zum Polierwasser bei langsam laufender Scheibe ohne nachfolgende Ätzung.

Ätzmittel.

Fast alle für Kupfer gebräuchlichen Ätzmittel wirken oxydierend. RAWDON und LORENTZ prüften eine Reihe dieser Ätzmittel, die Ergebnisse ihrer Beobachtungen sind nachstehend zusammengefaßt:

1. **Salpetersäure.** a) Unverdünnte Salpetersäure gibt gewöhnlich eine brauchbare Ätzung, die Ätzdauer ist aber außerordentlich kurz und deshalb schwierig zu überwachen. Aufbringen eines Tropfens HNO₃ dient zur Unterscheidung von Kupferoxydul und Kupferarseniat, letzteres wird herausgelöst.

b) Verdünnte Salpetersäure (1 Teil Säure auf 1 Teil Wasser) greift Kupfer sehr gleichmäßig an, gibt aber nur schwache Kornflächengegensätze. Ätzdauer 15—30 sec.

Salpetersäure hat gegenüber anderen Kupferätzmitteln keine besonderen Vorteile und wird deshalb selten gebraucht. Lösung b) kann jedoch empfohlen

Vorpolieren	Feinpolieren	Waschen und Trocknen
Auf Tuchscheibe mit 300 Umdr/min und Alundumpulver oder ähnlichem Poliermittel in Wasser-aufschwemmung.	Auf Tuchscheibe mit sehr fein-behaartem Tuch und 150—200 Umdr/min. Neues Polierruch vorher einige Stunden in Wasser legen zur Erweichung der Faser. Probe oft drehen. Bei Verwendung von Magnesiumoxyd nur mit dest. Wasser arbeiten, zuletzt nur mit dest. Wasser polieren.	In fließendem warmen Wasser abspülen und mit Föhn oder Gebläse trocknen. Polierte Schliifffläche nicht berühren oder reiben.
Auf Samtscheibe mit 5—600 Umdr/min und Alundumpulver in dest. Wasser Nr. XF, danach Samtscheibe mit Alundumpulver Nr. 600 ¹ in dest. Wasser.	Auf Samtscheibe mit 100—400 Umdr/min mit besonders vorbereiteter Tonerde und flüssiger Seife.	In dest. Wasser abspülen, danach in Alkohol oder Azeton, mit Föhn oder Gebläse trocknen.

werden für Schliiffvorbereitung nach dem PULSIFERSchen Verfahren des abwechselnden Ätzens und Polierens.

2. Salzsäure. a) Salzsäure und Eisenchlorid in wässriger Lösung.

Salzsäure, konz. 30 cm³
 Eisenchlorid 10 g
 Wasser. 120 cm³

Ätzdauer 30 sec.

b) Salzsäure und Eisenchlorid in alkoholischer Lösung.

Salzsäure, konz. 30 cm³
 Eisenchlorid 10 g
 Äthylalkohol 120 cm³

Ätzdauer 30 sec.

Salzsäureätzmittel nach a) und b) geben Kornflächenätzung für schwache Vergrößerungen. Für stärkere Auflösung wird die Oberfläche zu stark aufgeraut. Die alkoholische Lösung ergibt bessere Kornflächengegensätze als die wässrige.

Kupferbleche und -stangen können zuerst mit Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd 4:1 vorgeätzt, dann einige Sekunden mit wässriger Eisenchloridlösung nachgeätzt werden.

3. Schwefelsäure. a) Schwefelsäure und Wasserstoffsperoxyd.

Schwefelsäure, konz. 1 Teil
 Wasserstoffsperoxyd (3%) . . . 20 Teile

Ätzdauer 60—90 sec.

b) Schwefelsäure und Kaliumbichromat.

Schwefelsäure, konz. 1 Teil
 Kaliumbichromat (gesättigte Lösg.) 10 Teile

Ätzdauer 30—60 sec. Sehr geeignet für gegossenes Kupfer, greift aber die Oxydulschlüsse stark an.

c) Schwefelsäure und Kaliumpermanganat.

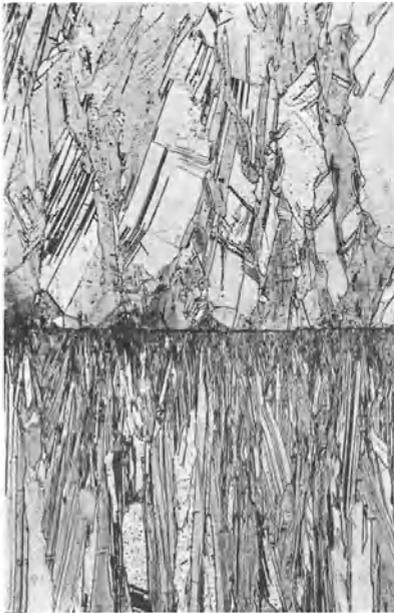
Schwefelsäure, konz. 1 Teil
 Kaliumpermanganat (0,4%) . . . 10 Teile

Ätzdauer 60—90 sec. Gutes Allgemeinätzmittel für Kupfer.

4. Chromsäure. a) Gesättigte Lösung, Ätzdauer 60—90 sec, greift besonders Korngrenzen und Oxydulschlüsse an, besonders geeignet für kaltbearbeitetes Kupfer.

b) Eine Lösung mit 10—15% Chromsäure und einem Zusatz von 1—3 Tropfen Salzsäure auf 50 cm³ Lösung wird von VILLELA als geeignetes Ätzmittel angegeben. Mit dieser Lösung wird eine ausgesprochene Kornflächenätzung erhalten. Abwechselndes Polieren und Ätzen ist vorteilhaft.

5. Ammoniak. CZOCHRALSKI (3) empfiehlt Ätzwaschen der Schlißfläche mit einem in starkem Ammoniak getränkten Wattebausch, um den oxydierenden Einfluß der Luft mitwirken zu lassen. Das Ätzmittel wird so gleichmäßig wie möglich auf die Schlißfläche gebracht, und alle entstehenden dunklen Flecken werden durch vorsichtiges Reiben entfernt, so daß eine klare metallische Ober-



a

Elektrolytkupfer, geätzt mit Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd.
Abb. 40a. (Vergr. $\times 25$.)



b

Abb. 40b. (Vergr. $\times 500$.)

fläche erzielt wird. Soll der Ätzvorgang unterbrochen werden, so wird etwas Wasser auf den ammoniakgetränkten Wattebausch getropft, ohne das Ätzwaschen zu unterbrechen, nach und nach wird immer mehr Wasser hinzugefügt, bis das Ammoniak herausgewaschen ist. Verwendung von zuviel Ammoniak verzögert den Ätzangriff, weil die Oxydation dadurch verhindert wird. Bei zuwenig Ammoniak bildet sich ein Zellulosefilm auf der Oberfläche der Schlißprobe, der durch frisches Ammoniak entfernt werden muß. Die oben beschriebene Behandlung entwickelt vorwiegend die Korngrenzen, während die Kornflächen meistens glatt bleiben.

6. Ammoniak und Wasserstoffsperoxyd. a) Gleiche Teile von Ammoniak und Wasserstoffsperoxyd (3%) werden gemischt. Bei Ätzdauer von 5—15 sec entsteht hauptsächlich Korngrenzenätzung, geeignet für Untersuchungen bei starken Vergrößerungen. Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd ist eines der gebräuchlichsten Ätzmittel für Kupfer. Durch Veränderung des Verhältnisses beider Teile kann die Ätzwirkung bis zu einem gewissen Grade beeinflußt werden. Bei Vermehrung des Wasserstoffsperoxydanteiles wird Kornflächenätzung erhalten.

Das A.S.S.T.-Handbuch empfiehlt für kaltbearbeitetes Kupfer eine nachfolgende Behandlung von wenigen Sekunden in der unter a) beschriebenen Salzsäurelösung auf S. 177.

b) Kornflächenätzung wird erreicht durch folgende Ätzung:

Ammoniak, konz. 1 Teil
Wasserstoffsuperoxyd (3%) . . . 20 Teile

c) Für gegossenes Kupfer wird im A.S.S.T.-Handbuch Ätzwaschen mit folgender Lösung empfohlen:

Ammoniak, konz. 40 Teile
Wasserstoffsuperoxyd (3%) . . . 10 Teile

Diese Lösung kann auch für „Ätzpolieren“ verwendet werden.

7. Ammoniak und Kaliumpermanganat.

Ammoniak 2 Teile
Kaliumpermanganat (0,4%) . . . 3 Teile

Ätzdauer 2—3 min. Die Lösung ätzt am besten, wenn sie infolge von Mangan-dioxydbildung eine bräunliche Färbung annimmt, sonst bildet sich leicht eine Haut auf der Schlißfläche und verdeckt die Ätzung.

8. Ammoniak und schwach oxydierende Zusätze.

a) Ammoniak und Ammoniumoxalat:

Ammoniak unverdünnt 1 Teil
Ammoniumoxalat (gesättigte Lösung) . 3 Teile

b) Ammoniak und Kaliumarsenat:

Ammoniak, unverdünnt 1 Teil
Kaliumarsenat (gesättigte Lösung) . . 3 Teile

Beide Ätzmittel wirken sehr langsam. Ätzdauer etwa 24 Stunden. Lösung b) greift Oxydulseinschlüsse stark an.

9. Ammoniak und Kupferammonchlorid.

Kupferammonchlorid 5 g
Wasser 120 cm³

Es wird so viel Ammoniak zugesetzt, daß der sich zunächst bildende weiße Niederschlag wieder in Lösung geht. Ätzdauer 30—60 sec. Diese Lösung ist eines der besten und gebräuchlichsten Ätzmittel für Kornflächenätzung von Kupfer. Alkoholische Lösung gibt keine guten Ätzungen.

10. Ammoniumpersulfat. Eine Lösung mit 10% Ammoniumpersulfat in Wasser ist ein ausgezeichnetes Ätzmittel für Kupfer und wird oft verwendet. Besonders gute Ergebnisse sind manchmal durch Zusatz einiger Tropfen Ammoniak unmittelbar vor dem Ätzen zu erzielen. Der Ätzangriff erfolgt je nach der Kristallachsenlagerung verschieden stark und läßt deshalb die einzelnen Körner verschieden hervortreten. Kupferoxydulseinschlüsse werden durch Ammoniumpersulfatlösung ausgefressen.

11. Kaliumbichromat. Kaliumbichromat eignet sich nach dem A.S.S.T.-Handbuch besonders für Reinkupfer und für Kupferlegierungen, die von den gebräuchlichen Ätzmitteln nicht angegriffen werden, ferner für Nickellegierungen und für bleihaltiges Messing. Zum Färben des β -Bestandteils und zum Verstärken der Gegensätze bei Kupfer-Mangan-Silizium- und Kupfer-Zinn-Legierungen kann eine leichte Nachätzung mit dem GRARDSchen Ätzmittel (s. Tabelle S. 186) vorgenommen werden. Für Kupfer und Kupfer-Beryllium-Legierungen empfiehlt sich elektrolytische Nachbehandlung mit der in Tabelle (S. 186) unter 12 angegebenen Eisensulfatlösung (10—15 sec).

E. S. TRUITT empfiehlt für Kupfer und andere Metalle folgendes Ätzmittel:

Kaliumbichromat	2 Teile	Schwefelsäure	0,5 Teile
Salzsäure	1 Teil	Flüssige Seife	0,5 Teile
Salpetersäure	1 Teil		

12. Silbernitrat. a) 2% Silbernitrat in Wasser. Ätzdauer 20—30 sec. Die auf der Schlißfläche niedergeschlagene Silberschicht wird unter Wasser abgerieben. Oxydulseinschlüsse werden stark angegriffen.

b) In einem Verfahren nach HOLMAN wird ein Körnchen trockenen Silbernitrat auf die Probe gelegt und ein einziger Tropfen Wasser zugesetzt. Es bildet sich eine schwammige Silberschicht, die in etwa 3 sec grau wird.

Die Schlißfläche wird dann sofort mit einer Spritzflasche abgespült. Bei sorgfältiger Ausführung wird eine gute Ätzung erzielt. Das Verfahren scheint besonders in solchen Fällen wertvoll zu sein, wenn andere Ätzmittel Löcher entstehen lassen.

13. Elektrolytisches Ätzen. Elektrolytisches Ätzen von Kupfer kann beispielsweise mit einer Lösung von 10% Ammoniumazetat oder 10% Ammoniumsulfat ausgeführt werden. Stromstärke etwa 0,003 A/cm². Dauer etwa 30 min. In der Regel entstehen bei elektrolytischem Ätzen rauhe Schlißflächen, die für Beobachten bei starken Vergrößerungen nicht geeignet sind. Alle noch vorhandenen Schleifkratzer werden stark angegriffen.

B. Kupferlegierungen.

a) **Allgemeines.** Die kupferreichen Legierungen mit nur einer Kristallart, wie α -Messing und α -Bronze, zeigen im allgemeinen beim Ätzen dasselbe Verhalten wie reines Kupfer, deshalb können auch dieselben Ätzmittel verwendet werden. Mit abnehmendem Kupfergehalt ist es notwendig, die Menge oxydierender Mittel etwas herabzusetzen.

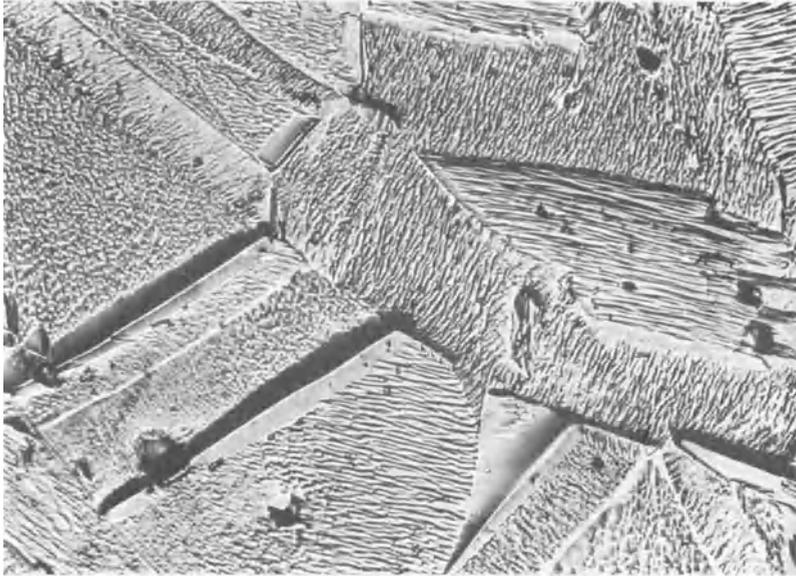
In Kupferlegierungen mit mehreren Kristallarten werden die Unterschiede in der Lösungsgeschwindigkeit der Kristallite erhöht durch Bildung von Lokalelementen. Deshalb werden starke Korngegensätze beim Ätzen erzielt.

Ein Verfahren, das RAWDON und LORENTZ erfolgreich bei einer Anzahl von Kupferlegierungen anwandten, besteht in einer Doppelätzung mit Schwefelwasserstoff und einer Lösung von 10% Silbernitrat. Mit diesem Ätzverfahren wurden sehr starke Gegensätze erhalten. In einigen Fällen erzielt man das beste Ergebnis, wenn zuerst die Behandlung mit Schwefelwasserstoff ausgeführt wird, während es in anderen Fällen vorteilhafter ist, mit der Silbernitratbehandlung zu beginnen.

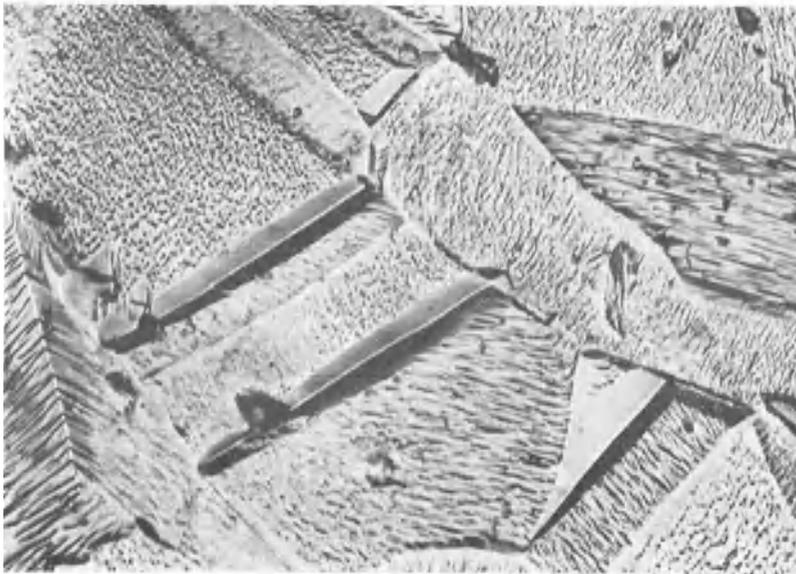
Die Ätzung einer Legierung mit 67% Cu, 32% Zn und 1% Pb gelingt am besten, wenn die Probe zuerst in ein mit Schwefelwasserstoffgas gefülltes Gefäß gebracht wird, auf dessen Boden sich ein Tropfen Salzsäure befindet. Die Probe wird darin gelassen, bis sich eine dünne Sulfidschicht auf der Schlißfläche gebildet hat und wird dann mit einer Lösung von 10% Silbernitrat geätzt. Das Verfahren erweist sich als zufriedenstellend für α - und β -Messing. Bei Bronze mit 88% Kupfer, 10% Sn und 2% Zn wird die klarste Ätzung erreicht, wenn die Silbernitratätzung der Behandlung mit Schwefelwasserstoff vorangeht. Die chemische Natur der durch Einwirkung von Schwefelwasserstoff gebildeten Haut scheint nicht von Wichtigkeit für das Verfahren zu sein, weil ein ähnliches Ergebnis auch bei Erhitzung der Probe an Luft erhalten wird.

Nach RAWDON und LORENTZ (3) kann die Wirkung sehr schwacher Ätzmittel oft durch Einleiten von Sauerstoff in die Lösung beschleunigt werden. Aus-

gezeichnete Ergebnisse werden auf diese Weise bei vielen Kupferlegierungen erzielt bei Verwendung von Ammoniak oder verdünnter Schwefelsäure oder einer



a



b

Kristallfigurenätzung von α -Messing (68% Cu), gegläht. Ätzmittel: konzentrierte Salpetersäure mit einigen Körnchen Chromsäureanhydrid (nach PULSIFER).

Abb. 41a. Schrägbeleuchtung mit Planglas. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 41b. Schrägbeleuchtung mit Prisma (entgegengesetzte Schattenwirkung). (Vergr. $\times 1000$.)

Lösung mit 10% Ammoniumchlorid. Der Sauerstoff wird durch ein feines Rohr eingeleitet und der Strom auf die Schliffprobe gerichtet. In der Regel ist eine verhältnismäßig lange Ätzdauer erforderlich. Bei der beschriebenen Behandlung

wird die Schliffprobe meistens nicht auf der ganzen Schlifffläche gleichmäßig geätzt, sondern nur ringförmig im Bereich der Stelle, wo der Sauerstoffstrom auftrifft.

b) Makroätzmittel. Nach ADLER eignet sich das auf S. 78 angeführte Makroätzmittel auch für Kupfer und Kupferlegierungen, insbesondere zur Untersuchung von Schweißungen. Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd ergibt gute, kontrastreiche und sehr saubere Makroätzungen bei Kupfer-Zink-, Kupfer-Zinn- und Kupfer-Aluminium-Legierungen. Eisenchloridätzungen kommen vorwiegend für Kupfer-Zinn-Legierungen in Frage.

Zum Tiefätzen von Messingproben mit grob vorgeschliffener Oberfläche wird eine Behandlung von 7—8 min mit konzentrierter technischer Salpetersäure zur Beseitigung der Säge- oder Schleifspuren empfohlen. Zum Ätzen von zinnhaltigem Messing werden 10% technischer Salzsäure zugesetzt, um das Zinnoxid in Lösung zu halten (FRÉMONT).

GUILLET nennt als Makroätzmittel für Kobalt-Messing 20proz. kochende Ammoniumpersulfatlösung.

c) Ätzverfahren für α -Messing und α -Bronze. Nach A.S.T.M. eignet sich für α -Messing folgendes Ätzmittel:

5 Teile Wasser
5 „ Ammoniak (sp. G. 0,88)
2 „ Wasserstoffsperoxyd (9%)

Eine Reihe von RAWDON und LORENTZ erprobter Ätzmittel für mikroskopische Untersuchungen ist in Tabelle (S. 188) zusammengestellt; die ersten vier können als geeignet für die Mehrzahl der Kupferlegierungen angesehen werden. Nichtsdestoweniger ändert sich die Wirkung des gegebenen Ätzmittels oft mit der chemischen Zusammensetzung, der mechanischen Behandlung und der Wärmebehandlung des Werkstoffes. Es können für diese Änderungen im Verhalten gegenüber den Ätzmitteln keine Allgemeinregeln aufgestellt werden, deshalb ist es notwendig, durch Versuche die besten Bedingungen für jeden Fall herauszufinden.

Ammoniumpersulfat.

Ammoniumpersulfat	10 g
Wasser	100 cm ³

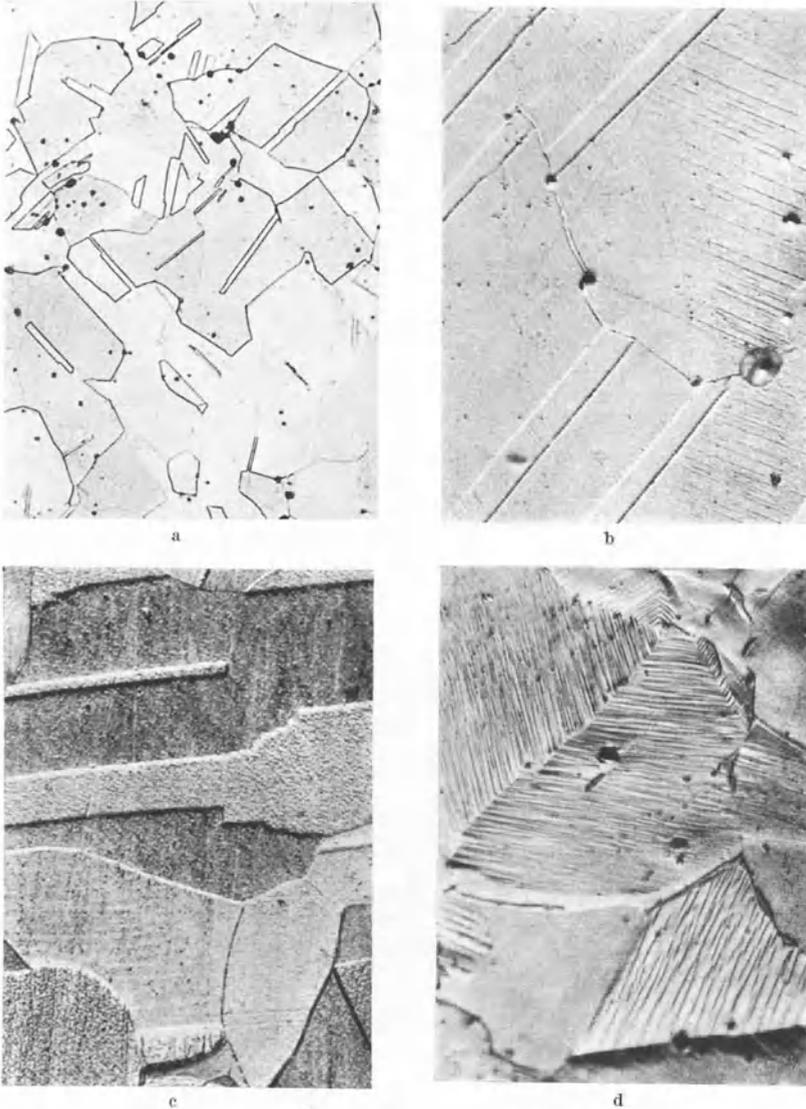
Die Lösung eignet sich nach CZOCHRALSKI zur Entwicklung des Kleingefüges von α -Messing, α -Aluminiumbronze und Kupfer-Nickel-Legierungen.

Zur Kornflächenätzung von Kupfer und α -Messing sowie von Schweißungen wird eine Mischung von Ammoniumpersulfatlösung mit Eisenchloridlösung empfohlen. Die Mischung erfolgt zu gleichen Teilen oder im Verhältnis 2:1. Es kann auch abwechselnd in den Einzellösungen geätzt werden.

Eisenchlorid	5 g
Salzsäure 1,19	30 cm ³
Wasser, dest.	100 cm ³

Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd. Die gebräuchliche 10proz. Ammoniumpersulfatlösung wirkt wegen der starken Aufräuhung der Kornflächen mehr als Makroätzmittel. Nach A. MEYER läßt sich die Wirkung dieses Ätzmittels durch Zusatz von Wasserstoffsperoxyd (3%) in 5—20proz. Menge abstufen, so daß es sowohl als Makro- wie als Mikroätzmittel verwendet werden kann. Je

nach der Ätzdauer und dem Zusatz an Wasserstoffsperoxyd wirkt diese Mischung als Kornflächen- oder Korngrenzenätzmittel (Abb. 42a bis d). In α - β -Messingproben wird der α -Bestandteil stärker angegriffen als der β -Bestandteil (Abb. 43). Bei kurzer Ätzdauer wirkt der letztere umrissen und erscheint hell wie der α -Bestandteil. Längeres Ätzen läßt in der α -Grundmasse Zwillingsbildung sichtbar



Ätzbeispiele für Messing.

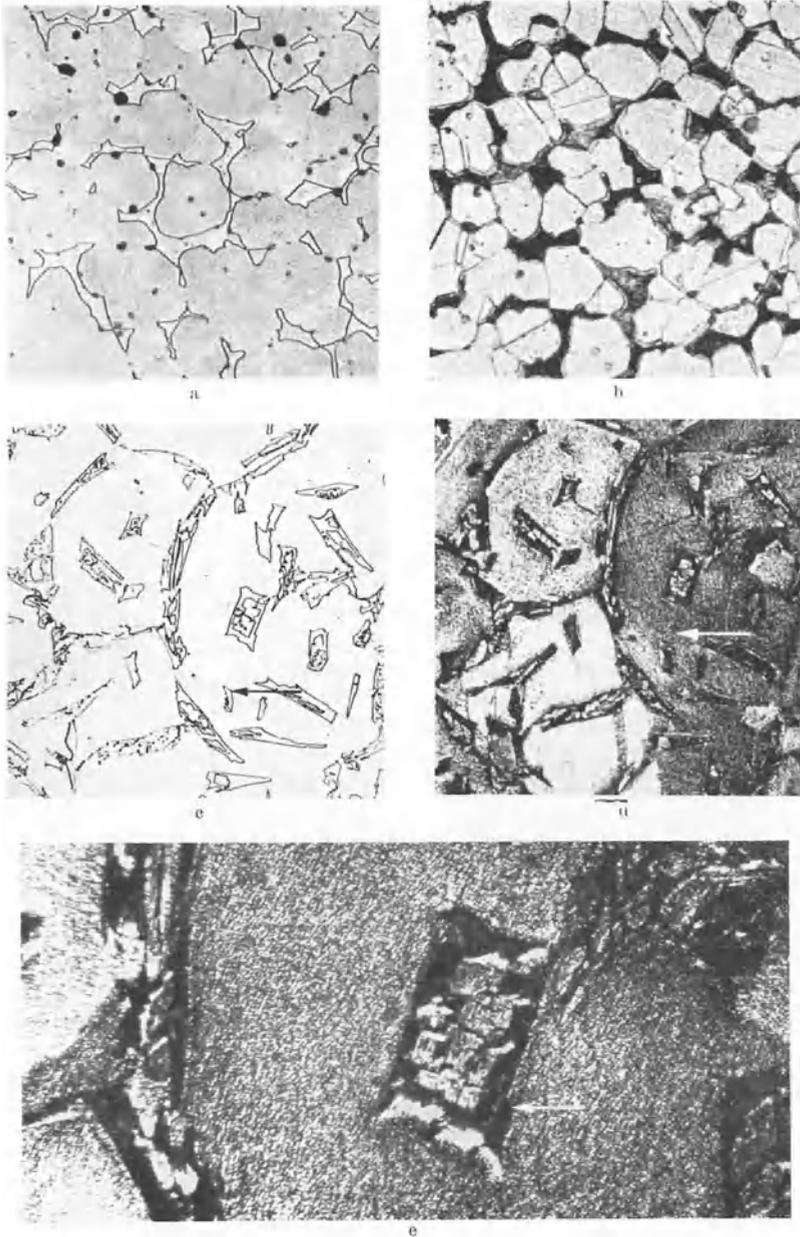
Abb. 42a—d. Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd.

Abb. 42a. α -Messing (70% Cu) gegläht, Korngrenzenätzung. Senkrechte Beleuchtung. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 42b. Gleiche Probe stärker vergrößert und schräg beleuchtet. Reliefartiges Hervortreten von Gleitlinien und Zwillingen, (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 42c. Gleiche Probe nach längerem Ätzen mit dem gleichen Ätzmittel. Kornflächenätzung. Schräge Beleuchtung. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 42d. α -Messing mit Spuren von β an den Korngrenzen. Kristallfigurenätzung. Schräge Beleuchtung. (Vergr. $\times 1000$.)

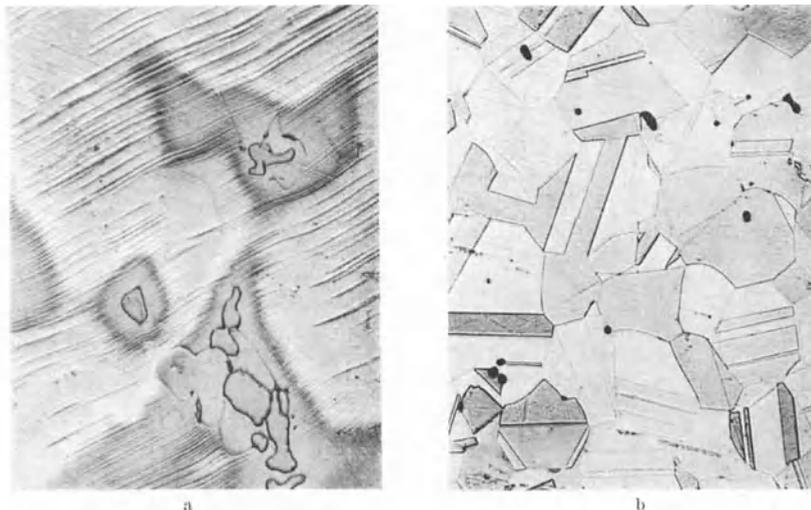


Anwendung verschiedener Ätzmittel bei α - β -Messing.

- Abb. 43a. Preßmessing (59% Cu). Ätzung: Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd. Bei kurzer Ätzdauer bleiben sowohl die β -Kristalle wie die α -Grundmasse hell, die β -Kristalle erscheinen infolge des beginnenden Abbaues von α leicht umrissen. Blei in Form dunkler Einschlüsse. (Vergr. $\times 200$.)
- Abb. 43b. Längeres Ätzen mit dem vorgenannten Ätzmittel greift den β -Bestandteil nicht an, in der α -Grundmasse werden Korngrenzen und Zwillingsbildungen sichtbar. Kurzes Eintauchen in salzsaure Eisenchloridlösung bewirkt Dunkelfärbung bzw. Herauslösen des β -Bestandteils. (Vergr. $\times 200$.)
- Abb. 43c. Messing (62% Cu) bei 750°C abgeschreckt. Ätzung mit Ammoniumpersulfat umreißt den β -Bestandteil bei kurzer Ätzdauer, bei längerem Ätzen entsteht Flächenätzung der α -Körner. (Vergr. $\times 200$.)
- Abb. 43d. Weiterbehandlung der Probe durch anschließendes kurzes Eintauchen in salzsaure Eisenchloridlösung löst den als Bestandteil des Eutektoids auftretenden β -Bestandteil heraus. (Vergr. $\times 200$.)
- Abb. 43e. Die mit Pfeil bezeichnete Stelle von Abb. 43d in starker Vergrößerung. (Vergr. $\times 1000$.) Schräge Beleuchtung.

werden. Dunkelfärbung des β -Bestandteiles wird durch ganz kurzes Eintauchen in die von PULSIFER S. 29 angegebene Ätzlösung bewirkt.

Das Ätzmittel ist ebenfalls für Bronzen im Guß- und Knetzustand geeignet (vgl. Abb. 44).



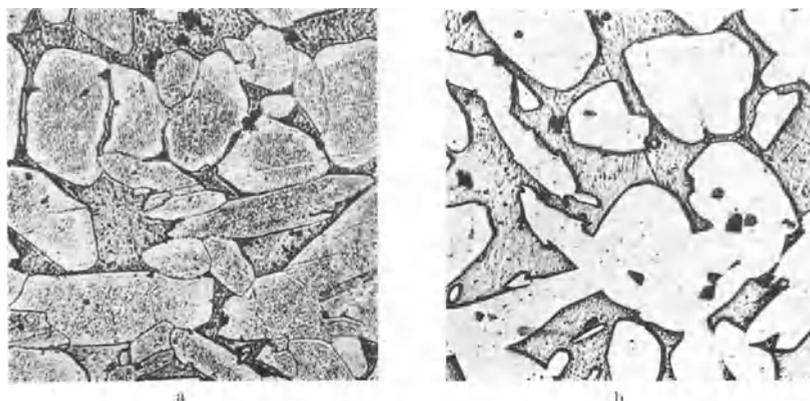
Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd als Ätzmittel für Phosphorbronze.

Abb. 44a. Phosphor-Drahtbronze, gegossen. Die infolge Kristallseigerung kupferreichen Zonen bleiben hell. In den zinnreichen Zonen Eutektoid. Gleitlinien verursacht durch Einspannen der Probe in den Schraubstock zum Grobfeilen. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 44b. Durch Walzen und Glühen homogenisierte Phosphor-Drahtbronze zeigt homogene α -Kristalle. Korngrenzenätzung. Längeres Ätzen mit dem gleichen Ätzmittel bewirkt Kornflächenätzung aber nicht so starke Gegensätze wie Ätzung mit alkoholischer Eisenchloridlösung, vgl. Abb. 15e S. 46. (Vergr. $\times 200$.)

Natriumbichromat. Zur Entwicklung des Kleingefüges von Messing, α -Bronze und Neusilber empfiehlt A. SCHRADER folgende Lösung:

Natriumbichromat.	10 g
Schwefelsäure 1,84	5 cm ³
Wasser, dest.	80 cm ³



Einfluß der Schlifvorbereitung auf die Gefügeentwicklung von Sondermessing. Ätzmittel: alkoholische Eisenchloridlösung 5%.

Abb. 45a. Sondermessing (56% Cu, 3% Mn, 1% Fe, Rest Zn), nach dem ersten Polieren geätzt. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 45b. Dasselbe nach mehrmaligem Ätzen und Abpolieren. (Vergr. $\times 200$.)

Ätzmittelzusammenstellung für

Nach Metals

Ätzmittel	Zusammensetzung																																								
1. Ammoniak.	verdünnt																																								
2. Ammoniak-Wasserstoff-superoxyd.	$\left. \begin{array}{l} \text{NH}_4\text{OH} \dots 5 \text{ Teile} \\ \text{H}_2\text{O} \dots 5 \text{ Teile} \end{array} \right\} + \begin{array}{l} \text{H}_2\text{O}_2 (3\%) \text{ 2—5 Teile} \\ \text{oder} \\ \text{H}_2\text{O}_2 (9\%) \text{ 1—2 Teile} \end{array}$																																								
3. Ammoniak-Ammonium-persulfat.	$\left. \begin{array}{l} \text{H}_2\text{O} \dots 1 \text{ Teil} \\ \text{NH}_4\text{OH} \dots 1 \text{ Teil} \\ (\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8 \text{ 2 Teile (2,5proz. Lösung)} \end{array} \right\}$																																								
4. Ammoniumpersulfat.	10proz. Lösung (kalt). 10proz. Lösung (kochend).																																								
5. Chromsäure.	Gesättigte wässrige Lösung (CrO ₃).																																								
6. Chromsäure-Salzsäure.	Auf 50 cm ³ einer 10—15proz. CrO ₃ -Lösung vor Gebrauch 1—2 Tropfen Salzsäure.																																								
7. Chromsäure-Salpetersäure.	<p>a) 50 cm³ HNO₃ 20 g CrO₃ 30 cm³ H₂O</p> <p>b) 5 cm³ HNO₃ 20 g CrO₃ 75 cm³ H₂O</p>																																								
8. Kupferammoniumchlorid-Ammoniak.	10proz. wässrige Lösung von Kupferammoniumchlorid mit Ammoniak versetzen. a) Bis zur alkalischen Reaktion. b) Bis zur Neutralität.																																								
9. Eisenchlorid-Salzsäure.	<table style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="text-align: center;">FeCl₃</td> <td style="text-align: center;">HCl</td> <td style="text-align: center;">H₂O</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">g</td> <td style="text-align: center;">cm³</td> <td style="text-align: center;">cm³</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">50</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td>(f. Cu-Leg. bis 90% Cu)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">19</td> <td style="text-align: center;">6</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td>(f. Cu-Leg. bis 70% Cu)</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">5</td> <td style="text-align: center;">10</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">25</td> <td style="text-align: center;">25</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">20</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">8</td> <td style="text-align: center;">25</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">10</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td>CrO₃ 1 g</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">3</td> <td style="text-align: center;">10</td> <td style="text-align: center;">100</td> <td>CuCl₂ SnCl₂ 1 g 0,05 g</td> </tr> </table>	FeCl ₃	HCl	H ₂ O		g	cm ³	cm ³		5	50	100	(f. Cu-Leg. bis 90% Cu)	19	6	100	(f. Cu-Leg. bis 70% Cu)	5	10	100		25	25	100		1	20	100		8	25	100		10	1	100	CrO ₃ 1 g	3	10	100	CuCl ₂ SnCl ₂ 1 g 0,05 g
FeCl ₃	HCl	H ₂ O																																							
g	cm ³	cm ³																																							
5	50	100	(f. Cu-Leg. bis 90% Cu)																																						
19	6	100	(f. Cu-Leg. bis 70% Cu)																																						
5	10	100																																							
25	25	100																																							
1	20	100																																							
8	25	100																																							
10	1	100	CrO ₃ 1 g																																						
3	10	100	CuCl ₂ SnCl ₂ 1 g 0,05 g																																						
10. Salpetersäure.	Verschiedene Verdünnungen.																																								
11. Kaliumbichromat.	$\left. \begin{array}{l} \text{H}_2\text{O} \dots \dots \dots 100 \text{ cm}^3 \\ \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \dots \dots \dots 2 \text{ g} \\ \text{NaCl (ges. Lösg.)} \dots \dots \dots 4 \text{ cm}^3 \\ \text{H}_2\text{SO}_4 (1,84) \dots \dots \dots 8 \text{ cm}^3 \end{array} \right\}$																																								
12. Elektrolytisches Ätzen.	<p>Statt NaCl kann vor dem Gebrauch auf 25 cm³ der Lösung 1 Tropfen Salzsäure zugesetzt werden.</p> $\left. \begin{array}{l} \text{FeSO}_4 \dots \dots 30 \text{ g} \\ \text{NaOH} \dots \dots 4 \text{ g} \\ \text{H}_2\text{SO}_4 \dots \dots 100 \text{ cm}^3 \\ \text{H}_2\text{O} \dots \dots \dots 1900 \text{ cm}^3 \end{array} \right\}$ <p>Versuchsbedingungen (0,1 A, 8—10 V).</p> <p>Eisessig 5 Teile Salpetersäure 10 „ Wasser 85 „</p> <p>Lösungen von: NaCl NH₄NO₃ Na₂S₂O₈ NH₄OH Zitronensäure. Molybdänsäure + N₄OH. H₂SO₄ + H₂O₂.</p>																																								

Kupfer und Kupferlegierungen.

Handbook 1939.

Anwendung	Quellen
1. Ätzipolieren von Messing und Bronze.	HUDSON, DESCH.
2. Kupfer und viele Kupferlegierungen. Auf Aluminiumbronze entstehende Haut wird mit GRARDScher Lösung entfernt.	Verschiedene.
3. Ätzipolieren von Kupfer und einigen Kupferlegierungen.	HUDSON.
4. Kupfer, Messing, Bronze, Neusilber, Aluminiumbronze.	LAW. PORTEVIN.
5. Kupfer, Messing, Bronze und Neusilber (Flächenätzung).	GULLIVER.
6. Kupfer, Messing, Bronze und Neusilber (Flächenätzung), Färbung bei elektrolytischer Anwendung oder Eisenchlorid.	VILELLA.
7. Aluminiumbronze. Beim Polieren gebildete Haut mit 10proz. Flußsäure entfernen.	STRAUSS.
8. Am besten geeignet zum Dunkelfärben größerer Mengen des β -Bestandteils in α - β -Messing. Für Kupfer, Messing, Neusilber.	HEYN, Am. Brass Co.
9. Kupfer, Messing, Bronze, Neusilber, Aluminiumbronze. Dunkelfärbung des β -Bestandteils in Messing, Verstärkung der Gegensätze nach Ätzen mit Bichromat u. a. Ätzungen.	HEYCOCK und NEVILLE. GRARD Nr. 1, GRARD Nr. 2, Am. Brass Co., Am. Brass Co., ARCHBUTT, ROSENHAIN, PULSIFER, ROSENHAIN.
10. Tiefätzungen.	DESCH.
11. Kupfer, Kupfer-Legierungen mit Mangan, Beryllium, Silizium, Neusilber, Bronze und andere Kupferlegierungen. Mit Eisenchlorid oder anderen die Gegensätze verstärkenden Ätzmitteln nachzuätzen.	Am. Brass Co., VILELLA.
12. Dunkelfärbung von β in Messing, verstärkt die Gegensätze bei vorausgegangener H_2O_2 -Ätzung. Neusilber, Bronze u. a. Kupferlegierungen.	Am. Brass Co.,
Für Kupfer-Nickel-Legierungen, um die Erscheinung der Kristallseigerung weniger sichtbar werden zu lassen.	
Allgemein im Gebrauch für Kupfer-Nickel-Legierungen.	DESCH, HUDSON, LE CHATELIER, HUDSON, ADCOCK, ADCOCK, ARCHBUTT.

d) **Ätzverfahren für α - β -Messing und α - δ -Bronze.** Versuche von RAWDON und LORENTZ ergaben, daß Ätzmittel mit stark lösender Wirkung, z. B. starke Salpetersäure oder Schwefelsäure mit Kaliumbichromat (S. 179) den β -Bestandteil in Messinglegierungen stark angreifen, so daß dieser im Vergleich zu der weniger angegriffenen α -Grundmasse dunkel erscheint. In letzterer werden gewöhnlich die Korngrenzen sichtbar.

Ätzmittel für mikroskopische Untersuchungen von Kupferlegierungen.

Nach RAWDON und LORENTZ.

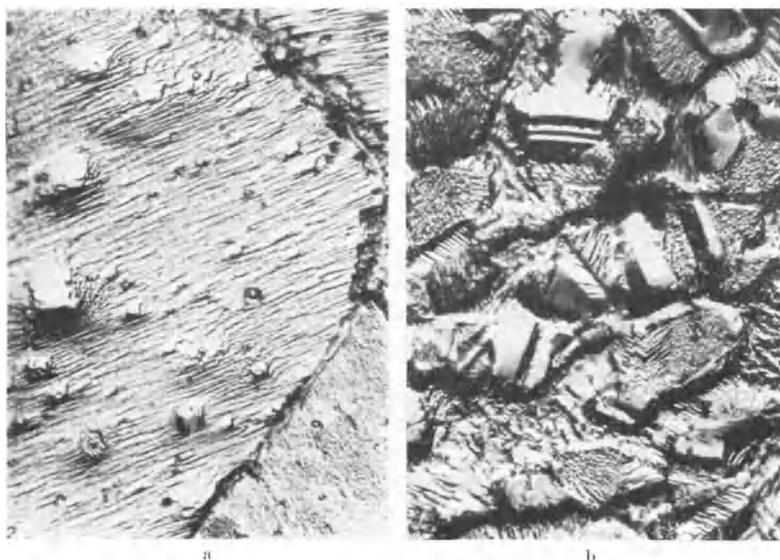
	Ätzmittel	Ätzdauer	Art der Ätzung	Bemerkungen
(a)	Ammoniak, 10 Teile, Wasserstoffsperoxyd (3%) 1 Teil	15—30 sec	Kornflächen	Ätzwaschen oft von Vorteil
(b)	10% Ammoniumsulfat in Wasser	20 sec bis 5 min	Kornflächen	Alkoholische Lösung liefert gewöhnlich weniger gute Ätzungen, ist gelegentlich aber geeignet. (Zusatz von Wasserstoffsperoxyd verlangsamt den Angriff und bewirkt je nach Menge Kornflächen- oder Korngrenzenätzung. (A. MEYER; vgl. S. 182.)
(c)	Kupferammonchlorid-Ammoniak s. unter Kupfer S. 179	20 sec bis 1 min	Korngrenzen	
(d)	Gesättigte Chromsäurelösung	10—30 sec	Kornflächen	
(e)	Schwefelsäure (1,84), 1 Teil, Wasserstoffsperoxyd (3%) 10 Teile	30 sec bis 2 min	Kornflächen	
(f)	Schwefelsäure (1,84) 1 Teil, gesättigte Chromsäurelösung 5 Teile	10—90 sec	abhängig vom Werkstoff	Für schwache Vergrößerungen.
(g)	Salpetersäure (1,42)	1—4 sec	Kornflächen	
(h)	Salzsäure (1,19) 30 cm ³ , Eisenchlorid 10 g, Wasser 120 cm ³	20 sec bis 2 min	Kornflächen	
(i)	Salzsäure (1,19) 30 cm ³ , Eisenchlorid 10 g, Alkohol 120 cm ³	30—90 sec	Kornflächen	Manchmal besser und manchmal schlechter als wässrige Lösung
(j)	2% Silbernitrat in Wasser			

Ätzmittel mit weniger stark lösender Wirkung, z. B. Schwefelsäure mit Wasserstoffsperoxyd, Schwefelsäure mit Kaliumpermanganat, Ammoniumsulfat, Salzsäure mit Eisenchlorid sowie Bromwasser, färben nur den β -Bestandteil, so daß er ebenfalls dunkel gegen die hellere, nichtangegriffene α -Grundmasse erscheint. Bei Ätzmitteln, die besonders für Kupfer geeignet sind, wie Ammoniak mit Wasserstoffsperoxyd, Ammoniak mit Kaliumpermanganat und Kupferammonchlorid mit Ammoniak, wird die entgegengesetzte Wirkung erzielt. Der β -Bestandteil hebt sich hell von dem etwas dunkleren α -Hintergrund ab. Nach BAUER und HANSEN gibt eine 10proz. Chromsäurelösung dem β -Bestandteil eine

zitronengelbe Farbe, während die α -Kristalle ockergelb erscheinen, ähnlich wirkt Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsuperoxyd.

In vorwiegend aus α -Kristallen bestehenden Legierungen wird durch Ätzen oft ein starker Unterschied zwischen den α -Kristallen hervorgerufen, deshalb sind geringe Mengen an β -Bestandteilen nicht immer deutlich zu erkennen.

Ungewöhnliche Ätzwirkungen entstehen manchmal durch Seigerungen und nichtbeseitigtes Gußgefüge. Sie werden gut beobachtet bei Ätzmitteln wie Kupferammonchlorid mit Ammoniak oder Eisenchlorid mit Schwefelsäure und Oxydationsmitteln, auch bei Silbernitrat oder Chromsäure.



Kristallfigurenätzung bei Messing, bewirkt durch Auftropfen von 1—2 Tropfen konz. Salpetersäure + Chromsäure(anhydrid).

Abb. 46a. β -Messing mit Spuren von α in den Korngrenzen. Schräge Beleuchtung, starke Schattenbildung an den vereinzelt Ätzhügeln. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 46b. α - β -Messing. Die β -Kristalle zeigen ausgesprochene Kristallfiguren, die α -Kristalle sind hell und glatt mit treppenartigen Zwillingsbildungen. Schräge Beleuchtung. (Vergr. $\times 1000$.)

Bronze verhält sich im allgemeinen in dieser Hinsicht ebenso wie Messing.

Im A.S.M.-Handbuch wird Ammoniak mit Wasserstoffsuperoxyd in dem für α -Messing empfohlenen Mischungsverhältnis als gutes Ätzmittel für α - β -Messing empfohlen. Nach dem Ätzen mit dieser Lösung wird die Schlißprobe zwecks Färbung des β -Bestandteils in eine Eisenchloridlösung getaucht, deren Gehalt für jeden Fall ausprobiert werden muß.

CAMPBELL hat beobachtet, daß das Tannenbaumgefüge in Gußbronze durch eine Ätzung mit 50proz. Salpetersäurelösung klar herauskommt. Das Eutektoid wird jedoch so stark geschwärzt, daß sein Aufbau nicht mehr zu erkennen ist. Dagegen greift Ätzwaschen mit Ammoniak und Wasserstoffsuperoxyd die kupferreichen Gebiete der Tannenbaumkristalle an, während das Eutektoid hell

bleibt. Letzteres hebt sich nur schwach ab von der gesättigten festen α -Lösung. Wird die Schliﬀprobe nachfolgend mit GRARDS Ätzmittel Nr. 1 geätzt:

Eisenchlorid	5 g
Salzsäure	50 cm ³
Wasser	100 cm ³

bis die α -Lösung ziemlich dunkel erscheint, so bildet das Eutektoid mit seiner blassen, bläulichweißen Färbung einen deutlichen Gegensatz dazu.

MILLER empfiehlt beim Ätzen mit Chromsäure Wasserstoffsperoxyd-zusatz. Nach VILELLA (2) beruht jedoch die beobachtete Wirkung in diesem Fall hauptsächlich auf einem geringen Gehalt an Salzsäure, der der Lösung zur Erhöhung der Beständigkeit zugesetzt wurde. Chromsäure mit Salzsäure (S. 178) ergibt eine bessere Ätzung. Im α - β -Messing wird der α -Bestandteil nicht angegriffen, der β -Bestandteil in ähnlicher Weise gelb gefärbt wie beim Ätzen mit Ammoniumpersulfat. In Kupfer-Zinn-Legierungen wird der α -Bestandteil nicht angegriffen, der δ -Bestandteil je nach Ätzdauer braun bis schwarz gefärbt. In gewalzten Legierungen werden Korngrenzen und Zwillingsbildungen deutlich entwickelt. MILLER empfiehlt Chromsäure als gutes Ätzmittel für Schweißungen, besonders von Manganbronzen, während Ätzen mit Eisenchlorid sich hierfür wenig eignet.

Ungleichmäßige oder fleckige Ätzungen ergeben sich, wenn die Chromsäure nicht rein, d. h. beispielsweise mit Schwefelsäure verunreinigt ist. Ebenso ist darauf zu achten, daß weder Alkohol noch andere Reduktionsmittel in die Lösung gelangen. Diese sollte immer frisch zubereitet und, sobald sie sich dunkel färbt, nicht weiter gebraucht werden. Die Schliﬀprobe ist während des Ätzens zu bewegen und sogleich danach mit heißem Wasser abzuspülen.

Nach VILELLA (2) ist Chrom-Salzsäure (S. 178) besonders geeignet, um die feinen Silizide des Nickels, Chroms und Kobalts in bestimmten Kupferlegierungen (Corson-Legierungen) sichtbar zu machen. Ätzdauer etwa 5—10 sec (vgl. Kupfer-Silizium-Legierungen S. 193).

e) **Kupfer-Zink-Legierungen mit höherem Zink-Gehalt.** Von den Kupfer-Zink-Legierungen mit höherem Zinkgehalt haben nur die β -Legierungen praktische Bedeutung. Für eine Gußlegierung mit 53,9% Kupfer und 45,7% Zink fanden RAWDON und LORENTZ folgende Lösungen für Kornflächenätzung geeignet:

Ammoniak und Wasserstoffsperoxyd (10:1)	Ätzdauer 15 sec
Ammoniak und Kaliumpermanganat	„ 90 „
Schwefelsäure und Kaliumbichromat	„ 30 „

Gute Korngrenzenätzung wird erhalten mit:

Ammoniak und Ammoniumoxalat oder Kaliumarsenat. Ätzdauer 20 sec
Bromwasser „ 20 „

Eine gegossene β - γ -Legierung mit 44,7% Kupfer gibt eine ausgesprochene Kornflächenätzung, bei der der γ -Bestandteil dunkel und der β -Bestandteil hell erscheint, mit folgenden weiter oben angeführten Ätzmitteln:

Ammoniak und Wasserstoffsperoxyd,
Ammoniak und Kaliumpermanganat,
Salzsäure und Eisenchlorid in Alkohol,
Alkalisches Kupferammonchlorid.

Mit Kaliumbichromat und Schwefelsäure wird der β -Bestandteil dunkel gefärbt.

Hauptsächlich für Korngrenzenätzung eignen sich folgende Ätzmittel:

Schwefelsäure und Wasserstoffsuperoxyd, Gesättigte Chromsäure,
Ammoniumsulfat, Salzsäure und Eisenchlorid in Wasser.

f) **Messing und Bronze mit Blei-Zusatz.** Die Anwesenheit von Blei wird am besten in polierten ungeätzten Schliffproben untersucht. Beim Ätzen bleihaltiger Legierungen mit bestimmten Ätzmitteln, besonders mit Ammoniak und Kaliumpermanganat, bildet sich ein heller ungeätzter Ring um jeden Bleieinschluß. KNIGHT empfiehlt Ätzen mit einer Lösung von 10% Alkalisulfid oder eine Behandlung von 5 sec in Schwefelwasserstoffgas in Wasser. Nach GILLIGAN und CURRAN wird dieselbe Wirkung mit Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd oder mit Eisenchloridlösung erzielt. Nach Angaben des Bureau of Standards (2) kann eine doppelte Ätzung von Vorteil sein, bei der zuerst mit Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd und danach mit Eisenchloridlösung geätzt wird.

BOLTON empfiehlt Salpetersäure zum Ätzen von bleireichem Messing und von Bronze mit hohem Zinngehalt.

g) **Aluminium-Bronze.** Im Gußzustand läßt sich Aluminiumbronze ohne Schwierigkeit mit den meisten für die verschiedenen Kupferlegierungen gebräuchlichen Ätzmitteln behandeln, und nach RAWDON und LORENTZ ebenfalls mit wenig verdünnter Salzsäure; bei letzterer beträgt die Ätzdauer etwa 15 min.

Im kaltbearbeiteten Zustand ist Aluminiumbronze jedoch schwierig zu ätzen. I. STRAUSS empfiehlt, die Schliffprobe vorher mit Magnesiumoxyd zu polieren.

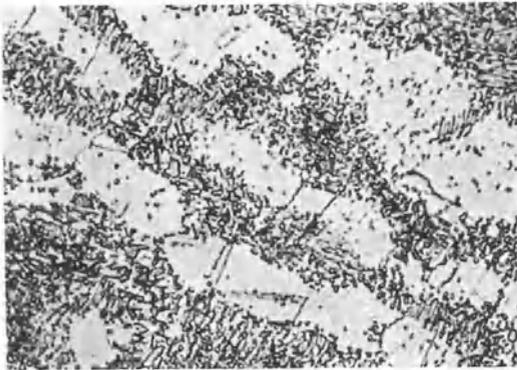
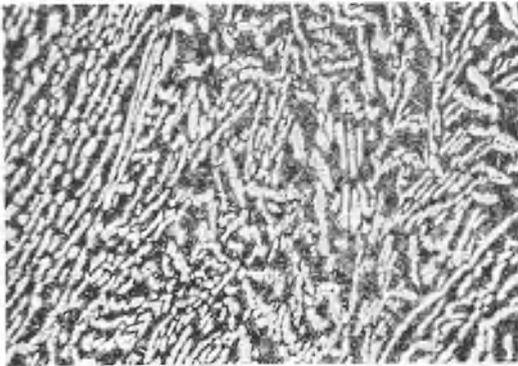
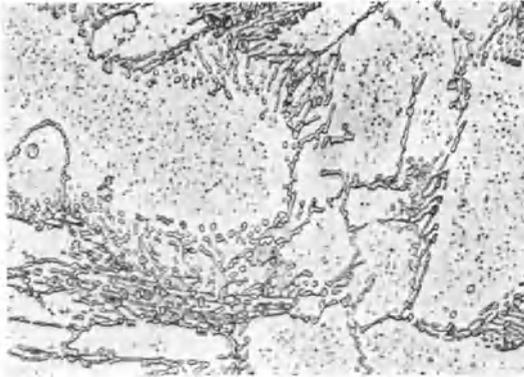
Eisenchlorid und verschiedene Mischungen von Salpetersäure und Chromsäure werden zum Ätzen von kaltbearbeiteter Aluminiumbronze verwendet, obwohl dabei oft die Bildung einer Oberflächenhaut störend in Erscheinung tritt. Nach STRAUSS kann diese Hautbildung in der Regel vermieden werden, wenn die Probe unmittelbar vor dem Ätzen 2—5 sec mit einer 10proz. wässrigen Salzsäurelösung behandelt wird. Nach dieser Behandlung wird die Schliffprobe in kaltem Wasser abgespült und rasch in die Ätzlösung gebracht.

STRAUSS führte Ätzversuche mit folgenden Lösungen durch:

a)	Salpetersäure	50 cm ³
	Chromsäure	20 g
	Wasser	30 cm ³
b)	Salpetersäure	5 cm ³
	Chromsäure	20 g
	Wasser	75 cm ³
c)	Salzsäure	20 cm ³
	Eisenchlorid	10 g
	Wasser	120 g
d)	Salpetersäure	30 cm ³
	Wasser	70 „
e)	Ammoniak	10 „
	Wasser	5 „

Alle diese Ätzmittel ergeben Korngrenzenätzung. Die Ätzung mit Ammoniak ruft leichten Kornflächenegensatz hervor, bewirkt aber kein deutliches Herauskommen der Zwillingsbildungen.

Legierungen mit hohem Eisengehalt und genügend Aluminium, um den β -Kristall zu bilden, beispielsweise mit 88% Kupfer, 9% Aluminium und 3% Eisen, ätzen sich gut mit der unter b) aufgeführten Lösung. Die α -Mischkristalle kommen deutlich heraus, was bei vielen anderen Lösungen nicht der



Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsuperoxyd als Ätzmittel der Aluminiumbronze.

Abb. 47a. Aluminiumbronze (10% Al) geschmiedet. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 47b. Aluminiumsonderbronze (10% Al, 6% Ni, 4% Fe + Mn) geschmiedet. (Vergr. $\times 50$.)

Abb. 47c. Aluminiumsonderbronze (10% Al, 6% Ni, 4% Fe + Mn) geschmiedet. (Vergr. $\times 1000$.) Die Korngrenzen der α -Mischkristalle sind deutlich in Abb. 45c zu erkennen.

Fall ist. Der Eisenbestandteil erscheint je nach der Ätzdauer blaugrau bis dunkelbraun.

Ätzen mit Ammoniak (sp.G. 0,90) und Einleiten von Sauerstoff während des Ätzens, wie bei RAWDON und LORENTZ (3) beschrieben wurde, liefert sehr gute Ergebnisse, aber es ist eine Ätzdauer von etwa 30 min erforderlich, vgl. S. 181.

A. SCHRADER führt für die Gefügeentwicklung von Aluminiumbronze folgende Ätzmittel an:

1. Kupferammonchlorid-Ammoniak (s. S. 179).

2. Eisenchlorid-Salzsäure.

a

Eisenchlorid 4 g
Salzsäure (1,12) 30 cm³
Wasser 120 cm³

oder b

Eisenchlorid 5 g
Salzsäure (1,12) 30 cm³ (1,19)
Wasser 100 cm³

Diese beiden Lösungen eignen sich für Aluminiumbronze mit Eutektoid.

3. Ammoniumpersulfat.

Ammonium-
persulfat 10 g } für α -Alumi-
Wasser 100 cm³ } niumbronze

HITSATSUNE empfiehlt folgende Ätzmittel für Aluminiumbronze mit 70 bis 80% Kupfer:

Ätzmittel 1.

a) Eisenchlorid 30 g
Salzsäure 20 cm³
Alkohol 950 cm³

Nach einem Vorätzen mit dieser Lösung folgt eine zweite Ätzung mit Lösung 1b:

b) Kupferchlorid 10 g
Magnesiumchlorid 20 g
Salzsäure 20 cm³

Ätzmittel 2.

a) Jod 12 g
Jodkalium 12 g
Wasser 12 cm³

Auf diese Ätzung folgt eine Nachbehandlung mit Lösung

b) Salpetersäure (10%) in Alkohol.

Die beim Ätzen von Aluminiumbronze leicht auftretende Passivität wird nach C. PANSERI bei folgendem Ätzmittel vermieden:

Salpetersäure	100 cm ³
Flußsäure	50 „
Wasser	750 „

Nach A. MEYER eignet sich Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd für alle Aluminiumbronzen, vgl. Abb. 47a bis c.

h) Kupfer-Beryllium-Legierungen. Für Kupfer-Beryllium-Legierungen im α -Bereich empfiehlt W. H. BASSETT eine Lösung von Kaliumbichromat und konz. Schwefelsäure (Tabelle S. 186) mit einem Zusatz von Natriumchlorid. Zur Schwärzung des β -Bestandteils in α - β -Legierungen wird anschließend an diese Ätzung eine Ätzung mit Eisenchloridlösung vorgenommen. Das eutektoidartige Gefüge in γ -reichen Legierungen kann durch längeres Ätzen mit Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd entwickelt werden.

Legierungen mit 2—2,5% Be können auch mit ammoniakalischer Kupferammonchloridlösung geätzt werden. Für Korngrenzenätzungen sind Eisenchloridlösungen geeigneter.

i) Kupfer-Gallium-Legierungen. HUME-ROTHERY und RAYNOR geben als Ätzmittel für Kupfer-Gallium-Legierungen folgende Lösungen an:

Ätzmittel	Anwendung	Wirkung
Alkoholisches Eisenchlorid (eine wässrige Lösung mit 19% Eisenchlorid und 6% Salzsäure wird mit der zweifachen Menge absoluten Alkohols verdünnt)	α - β -Legierung	$\left\{ \begin{array}{l} \alpha = \text{hellgelb} \\ \beta = \text{dunkelbraun} \\ \gamma = \text{weiß} \end{array} \right.$
Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd: 2 cm ³ Wasserstoffsperoxyd (20%) 10 cm ³ Ammoniak (sp. G. 0,88)		
Ammoniumpersulfat: 10proz. wässrige Lösung	α - β -Legierung	$\left\{ \begin{array}{l} \alpha = \text{hell} \\ \beta = \text{dunkel} \\ \gamma = \text{weiß} \end{array} \right.$
Chromsalpetersäure: 40% Salpetersäure 25% Chromsäure 35% dest. Wasser	β - γ -Legierung	$\left\{ \begin{array}{l} \alpha \text{ und } \beta = \text{hellgelb} \\ \gamma = \text{dunkelbraun} \end{array} \right.$

j) Kupfer-Silizium-Eisen-Legierungen. Nach D. HANSON sind Fe-Si-haltige Kupferlegierungen unter Vermeidung von Wasser zu schleifen und zu polieren, da die eisenhaltigen Bestandteile leicht ausbröckeln. Beim Schleifen auf Schmirgelpapier mit Paraffin und Polieren auf Waschleder mit Magnesiumoxyd bleiben diese Bestandteile in der Schlißfläche erhalten. Zum Ätzen sind alkoholische Lösungen zu verwenden. Als Ätzmittel für die kupferreiche Grundmasse und die Kupfer-Silizium-Mischkristalle eignen sich Lösungen von Eisenchlorid, von Chromsäure (s. VILELLA S. 178), von 10proz. Salzsäure und von Kaliumbichromatlösung (S. 186).

Die Eisenverbindungen können durch Ätzwaschen mit ein paar Tropfen Flußsäure auf einem Wattebausch dunkel gefärbt werden, diese Ätzung wird im Anschluß an die vorstehend genannten vorgenommen.

k) Kupfer-Silber-Legierungen. Zum Nachweis örtlicher Anreicherungen von silberhaltigen Bestandteilen in Form feiner Ausscheidungen ist nach SMITH und LINDLIEF folgende Lösung geeignet:

15proz. Ammoniumpersulfatlösung mit 6% Ammoniak (0,90).

Bei dieser Lösung bildet sich auf dem Kupfer keine Haut und die silberhaltigen Bestandteile erscheinen dunkel. Äußerst feine Spuren solcher Bestandteile werden besser durch eine Lösung von Kupferammoniumchlorid nachgewiesen, jedoch erst nach wiederholtem Polieren und Ätzen.

In bei hohen Temperaturen abgeschreckten Proben wird durch Ätzen mit Kupferammoniumchlorid- oder Ammoniumpersulfatlösung (ohne Ammoniak) eine dunkle Haut auf dem Kupfer gebildet, der silberhaltige Bestandteil bleibt hell und hebt sich deutlich ab.

SMITH empfiehlt für diese Legierungen Ätzen durch kathodische Zerstäubung.

l) Kupfer-Palladium-Legierungen. Für Kupfer-Palladium-Legierungen mit mehr als 30% Palladium eignet sich nach R. TAYLOR eine Ätzlösung von 1% Brom in Alkohol.

E. M. WISE empfiehlt eine Mischung von 10proz. Ammoniumpersulfatlösung und 10proz. Zyankaliumlösung im Verhältnis 1:1. Die Wirkung erfolgt etwas langsamer als bei Bromlösung, das Ätzergebnis ist gleich.

m) Ätzmittel für Metallüberzüge aus Kupfer und Nickel auf Stahl, Messing und Zink (vgl. auch S. 199). Die verkupferten bzw. vernickelten Proben sind nach F. CARL auf folgende Weise vorzubereiten:

1. Schleifen auf Schmirgelpapier (Alundum 80).
2. Vorpolieren auf Tuchscheibe mit Schmirgelpulver, erst quer zur Überzugsschicht dann in gleicher Richtung.
3. Polieren auf Tuchscheibe mit Tonerde Nr. 1, ebenfalls zuerst senkrecht, dann gleichlaufend mit der Plattierung.
4. Feinpolieren auf Waschlederscheibe mit Tonerde Nr. 3 in gleicher Weise wie vorher.

Art der Probe	Ätzmittel	Anwendung
Kupfer auf Stahl.	Ammoniak 6 Teile	Zur Entwicklung des Kupfer- und Messinggefüges. Ätzung durch Ätzwaschen
Kupfer und Nickel auf Messing.	Wasserstoffsuperoxyd (3%) 1 Teil	
Nickel auf Stahl.	Salpetersäure 5 cm ³	Zur Entwicklung des Stahlgefüges
	Alkohol 95 cm ³ oder	
	Glyzerin 3 Teile	Bewirkt größere Gegensätze. Überätzte Proben müssen, zurückgehend auf die Vorpolierscheibe, mit Schmirgelpulver nochmals poliert werden.
	Flußsäure 2 Teile	
	Salpetersäure 1 Teil	
Kupfer und Nickel auf Zink.	Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd	Ätzen durch Eintauchen oder Ätzwaschen bewirkt zu starken Angriff auf Zink. Am besten Ätzpolieren mit etwas Ätzflüssigkeit auf der letzten Polierscheibe mit ganz leichtem Druck (3—5 sec).

ACKERMAN und SCHAEFER empfehlen zum Ätzen nickelplattierter Stahlproben folgende Lösung:

Ammoniumpersulfatlösung (10proz.) 1 Teil
 Zyankaliumlösung (10proz.) 1 Teil

Nachätzung erfolgt mit alkoholischer Pikrin- oder Salpetersäure

n) Quecksilberprobe zur Auslösung von Spannungen im Messing.

Die Proben werden in eine Mischung gleicher Teile von Lösung a und b getaucht. Als Maß für die Stärke der Spannungen kann die Zeitspanne bis zum Auftreten von Rissen gelten.

Lösung a: Quecksilbernitrat. 1 g
 Wasser, dest. 100 cm³
 Lösung b: Salpetersäure (1,40) 1 „
 Wasser, dest. 100 „

(Nach A. SCHRADER.)

MOORE, BECKINSALE und MALLINGTON geben folgendes Verfahren an: Die Proben werden zuerst in einer 40proz. Salpetersäurelösung (40 cm³ HNO₃ [1,42], 60 cm³ Wasser) gebeizt, danach schnell und gründlich gewaschen und sogleich in 0,1proz. Quecksilbernitratlösung getaucht.

Das erste Auftreten von Rissen ist daran zu erkennen, daß die dünne Quecksilberschicht auf der Oberfläche gelbe Messinglinien zutage treten läßt, da das Quecksilber hier in die sich öffnenden Risse gesaugt wird.

Ein halbstündiges Ausglühen bei 370° C läßt keine Spannungsrisse auftreten.

JENNISON betont, daß die Quecksilberprobe eine außerordentlich scharfe Probe darstellt, und daß ähnliche Bedingungen bei der Verwendung von Messing kaum auftreten. Die Einwirkung von Ammoniakgas oder starken Ammoniaklösungen auf kaltbearbeitetes Messing läßt sehr rasch Risse entstehen, während stark kaltbearbeitete Proben in normaler Atmosphäre jahrelang beobachtet wurden, ohne daß Rißbildung auftrat.

D. Nickel und Nickel-Legierungen.

a) Allgemeines.

Angaben über die Herstellung von Schliffproben aus Nickel und Nickellegierungen finden sich in Tabelle (S. 174). Nach R. VINES ist vor allem darauf zu achten, daß das Schleifen auf den letzten Schmirgelpapierkörnungen keine zu tiefen Kratzer ergibt, es ist deshalb auf abgenutztem oder mit Grafit eingeriebenen Schmirgelpapier zu schleifen, damit das anschließende Polieren nicht zu lange dauert und ein Ausreißen von Einschlüssen bewirkt. Zu nasses wie auch zu trockenes Polieren ist zu vermeiden. Die letzten Schleifkratzer werden am besten auf einer Vorpoliertscheibe beseitigt, anschließend ist auf einer zweiten Scheibe fertigzupolieren.

Das Ätzen von Nickel bereitet Schwierigkeiten wegen der großen Widerstandsfähigkeit gegen chemische Angriffe. Bei den deshalb erforderlichen starken Ätzmitteln besteht oft der Nachteil, daß sich um nichtmetallische Einschlüsse tiefe Ätzgruben bilden, wodurch die Entwicklung des Gefüges beeinträchtigt wird.

In den meisten Fällen führt das Ätzen von Nickel zu Korngrenzenätzungen ohne jeden Gegensatz zwischen den einzelnen Körnern. Mit zunehmendem Reinheitsgrad des Nickels wachsen die Schwierigkeiten beim Ätzen. Meistens ist häufiges Ätzen und Abpolieren notwendig, um ein brauchbares Ätzergebnis zu erhalten.

Nickellegierungen sind durchweg beträchtlich leichter zu ätzen als Reinnickel. Die handelsüblichen Legierungen bestehen hauptsächlich aus α -Mischkristallen. Im Gußzustand zeigen sie im allgemeinen ausgesprochenes Tannenbaumgefüge und als Folge davon im gewalzten Zustand Fasergefüge, ähnlich dem durch Phosphor in Eisen und Stahl verursachten. Starke oxydierende Ätzmittel bringen Seigerungen zum Vorschein.

B. Ätzmittel.

1. Salpetersäure. Eine Mischung von 3 Teilen einer 2proz. alkoholischen Salzsäurelösung (HCl 1,19) und 2 Teilen einer 2proz. Salpetersäurelösung (HNO₃ 1,4) wird im Handbuch für Metallphysik für Nickel und Nickellegierungen empfohlen.

Nach dem A.S.S.T.-Handbuch eignet sich unverdünnte Salpetersäure zum Ätzen von Nickel, Elektrolytnickel und kaltbearbeitetem Nickel. Ätzdauer etwa 5 sec. 50proz. Salpetersäurelösung läßt leicht Ätzgruben, umgeben von farbigen Ringen, entstehen. Im allgemeinen ist die MERICASche Ätzung vorzuziehen (s. 2. Salpetersäure-Essigsäure).

Das Werkstoffhandbuch empfiehlt als Ätzmittel für Nickel und Nickellegierungen eine Lösung von 75 cm³ HNO₃ (1,4) und 25 cm³ Alkohol. Für Nickel-Beryllium-Legierungen eignet sich eine Mischung von Salpetersäure-Glyzerin 1:1.

2. Salpetersäure-Essigsäure. Nach MERICA eignet sich folgende Lösung zum Ätzen von Nickel und seinen Legierungen:

Salpetersäurelösung (70%)	50 cm ³
Essigsäurelösung (50%)	50 „

Für Legierungen unter 25% Nickel wird ein Zusatz von Azeton empfohlen:

Salpetersäure	20—40 cm ³
Essigsäure (75%)	30—40 „
Azeton	30—40 „

Nach MUDGE ist dieses Ätzmittel in beiden Formen besonders für Korngrenzenätzungen geeignet. Ätzdauer 5—20 sec, je nach dem Nickelgehalt.

Die Monel-Metall-Ges. empfiehlt folgende Lösung:

Salpetersäure (sp. G. 1,40)	65 cm ³
Eisessig	18 „
Wasser.	17 „

3. Salzsäure. Nach RAWDON und LORENTZ (3) ist konzentrierte Salzsäure (sp. G. 1,19) eines der geeignetsten Ätzmittel für Nickel. Die Ätzdauer beträgt jedoch etwa 1 Stunde. Das A.S.S.T.-Handbuch empfiehlt dieses Ätzmittel besonders für gegossenes und kaltbearbeitetes Nickel.

4. Salzsäure und Eisenchlorid. Das Bureau of Standards (1) gibt folgende Ätzmittel für Nickel an:

1. Salzsäure	30 cm ³	} Walznickel (2 min)
Eisenchlorid	10 g	
Wasser.	120 cm ³	
2. Salzsäure	2 cm ³	
Eisenchlorid	1 g	
Wasser.	2—3 cm ³	

5. Königswasser. Nach VILELLA ist eine Lösung von Königswasser in Glycerin gelegentlich ein brauchbares Ätzmittel für Nickel.

Salpetersäure	1 Teil
Salzsäure	3 Teile
Glyzerin	2 Teile

Nach einer Angabe im Werkstoffhandbuch ist folgende Lösung zum Ätzen von Nickel geeignet:

2proz. alkoholische Salzsäure (1,19)	3 Teile
2proz. alkoholische Salpetersäure (1,40)	2 Teile

6. Schwefelsäure und oxydierende Zusätze. RAWDON und LORENTZ (3) empfehlen folgende Ätzmittel für Nickel:

Schwefelsäure, konz..	1 Teil	} Gußnickel (30 sec)
Wasserstoffsuperoxyd (3%)	10 Teile	
Schwefelsäure, konz..	1 Teil	} Elektrolytnickel (4 min)
Kaliumbichromat, gesättigte Lösung	5 Teile	

7. Pikrinsäure mit Salzsäure. Im Werkstoffhandbuch wird für Nickel und Nickellegierungen folgende Lösung angegeben:

Pikrinsäure.	1 g
Alkohol	25 cm ³
Salzsäure (sp. G. 1,12)	2 Tropfen

8. Ammoniumpersulfat. Eine etwa 10proz. Ammoniumpersulfatlösung ist oft besonders für gegossenes Nickel geeignet.

9. Elektrolytische Ätzverfahren. Das Bureau of Standards (1) gibt folgende Lösung als geeigneten Elektrolyten für Nickelätzungen an:

Schwefelsäure	22 cm ³
Wasserstoffsuperoxyd	12 „
Wasser.	66 „

Nach VELGUTH läßt sich Nickel-Chrom gut elektrolytisch ätzen, wenn es zuerst in einer Lösung von 10% Natriumthiosulfat oder Natriumhydroxyd als Kathode geschaltet wird. Dauer 5—10 sec bei einer Stromdichte von etwa 0,24 A/cm² und 10 V Spannung. Hierdurch wird einem raschen Passivwerden der Probe vorgebeugt.

Die Probe wird dann ohne Abspülen, die Schlißfläche noch bedeckt mit der Ätzlösung, in ein Bad aus 10proz. Salzsäure getaucht. Zugleich werden die Pole umgewechselt, so daß jetzt die Probe zur Anode wird. Danach wird 8 bis 10 sec bei einer Stromdichte von 0,1 A/cm² elektrolysiert.

Diese doppelte elektrolytische Behandlung ist leicht auszuführen durch Polumschalter und einen mit Markierungen versehenen Widerstand, der die genaue Einstellung der gewünschten Stromdichte ermöglicht. Die Probe kann mit einer an den Strom angeschlossenen Tiegellange gehalten werden, als zweite Elektrode kann ein Stückchen Graphit oder Bogenlampenkohle dienen.

VELGUTHS Verfahren bewährte sich bei Nickel-Chrom ausgezeichnet und eignet sich wahrscheinlich ebensogut für Reinnickel.

L. JENICEK wendet dasselbe Verfahren zum Ätzen von Chrom an, läßt aber der elektrolytischen Behandlung eine Ätzung ohne Elektrolyse in verdünnter kochender Salzsäure folgen, Ätzdauer etwa 5—8 sec. Es kommt vor, daß sich bläuliche Nadeln von CrCl_2 auf der Schlißfläche abscheiden und das Gefüge verdecken. Für geglühtes Chrom empfiehlt JENICEK elektrolytisches Ätzen in einer kochenden 30—40proz. Salzsäurelösung, in der die Probe als Kathode geschaltet wird.

MUDGE empfiehlt folgende Elektrolytlösung für sog. Kontrastätzung von Nickel, Monelmetall und anderen Nickel-Kupfer-Legierungen:

Salpetersäure, konz.	10 cm ³
Eisessig	5 „
Wasser.	85 „

Die Ätzdauer beträgt 20—60 sec bei 1,5 V. Stärkeres Ätzen führt zu Lochbildung. Das Verfahren ergibt eine ausgesprochene Kornflächenätzung.

KROMBHOLZ erprobte die gebräuchlichen Nickel-Ätzmittel bei der Gefügeuntersuchung von dünnen Nickelniederschlägen und fand keines davon für diesen Zweck völlig geeignet. Die mit Salpetersäure-Eisessig entwickelten Gefüge erscheinen oft dunkel und ohne genügende Einzelheiten. Bildung von Ätzgruben und sehr rascher Angriff der Ränder der Nickelniederschläge werden häufig beobachtet, was besonders bei sehr dünnen Niederschlägen sehr störend wirkt. Bei Nickelüberzügen auf Kupferblech greift Eisessig das Kupfer sehr rasch an.

KROMBHOLZ arbeitete ein elektrolytisches Ätzverfahren aus, das das Gefüge von elektrolytischen Nickelniederschlägen entwickelt, ohne die störenden Begleiterscheinungen der rein chemischen Ätzverfahren zu zeigen. Bei seinen Versuchen stellte er fest, daß wässrige Lösungen Anlaß zur Entstehung von Ätzgruben geben, während diese störende Erscheinung bei alkoholischen Lösungen nicht auftritt. Am besten eignet sich folgende Lösung:

50 cm ³ Äthylalkohol gesättigt mit Dimethylglyoxim,
1—1,5 cm ³ 10proz. wässrige Salzsäurelösung.

Wird Nickel in dieser Lösung als Anode geschaltet, so wird das sich bildende Nickelchlorid sogleich als Nickeldimethylglyoxim niedergeschlagen. Der Gehalt an Dimethylglyoxim im Alkohol muß auf jeden Fall groß genug sein, um sogleich einen Niederschlag auf dem angegriffenen Nickel entstehen zu lassen. Gleichmäßige Ätzung ohne Ätzgrubenbildung wird durch die schützende Wirkung eines unlöslichen, aber nur lose haftenden Niederschlages von Dimethylglyoxim an den Stellen bewirkt, wo ein besonders rascher Angriff des Metalls erfolgt. Um zu rasches Angreifen der Ränder der Vernickelung zu verhindern, wird die Probe vor dem Einbetten zweckmäßig leicht verkupfert.

Zwecks Beobachtung der Ätzgeschwindigkeit empfiehlt sich die Anwendung geringer Stromdichte. Bei einer Gesamtschlißfläche (Nickel + Kupfer) von etwa 0,1 cm² werden mit 6—20 mA gute Ätzergebnisse erzielt. Die Ätzdauer ist abhängig von der Stromdichte. Durchschnittlich wird 5—10 sec geätzt, danach wird die Schlißprobe gewaschen, getrocknet und beobachtet und die Behandlung wiederholt, bis die gewünschte Wirkung erreicht ist.

Es ist von Vorteil, wenn die Kathodenfläche beträchtlich größer ist als die zu ätzende Nickelfläche. Bei Verwendung eines Platindrahtes als Kathode ist die Ätzung nicht so gleichmäßig wie bei einer Kathode aus dünnem Nickelblech (1 × 10 cm). Auf diese Weise wird gleichmäßigere Verteilung des Stromes über die Anodenfläche bewirkt.

Die zu untersuchenden Nickelüberzüge werden nach der Verkupferung am besten nach dem Verfahren von KRAUSE und ÖSTERLE (S. 11) in Kunstharz eingebettet.

Der Nachteil des elektrolytischen Verfahrens besteht darin, daß Schleif- bzw. Polierkratzer auf der Schlißfläche sehr störend erscheinen. Es ist deshalb eine sorgfältige Probenvorbereitung erforderlich, auch empfiehlt sich ein Vorätzen mit nachfolgendem Abpolieren.

PORTEVIN und CYMBOLISTE empfehlen für elektrolytische Nickelüberzüge elektrolytisches Ätzen mit wässriger Kaliumnitratlösung (250 g/l), für Verchromungen eine 10proz. wässrige Chromsäurelösung.

c. Nickel-Kupfer-Legierungen.

Nickel-Kupfer, Monelmetall, Neusilber u. a. können alle mit den für Nickel angegebenen Ätzmitteln geätzt werden. Bei niedrigem Nickelgehalt können auch die für Kupfer üblichen Ätzmittel verwendet werden. Zum Ätzen von gegossenem Monelmetall empfiehlt CAMPBELL MERICAS Ätzmittel in stärkerer Verdünnung (S. 196). Beim Ätzen von gewalztem und geglühtem Monel-Metall mit der GRARDSchen Lösung (S. 186), entsteht Kornflächenätzung.

Nach NORBURY wird Kupfer-Nickel durch Ätzpolieren auf Pergament mit Ammoniumpersulfat unter Zusatz von Ammoniak geätzt.

d. Nickel-Chrom-Legierungen.

Nach VILELLA (1) können Nickel-Chrom- und Nickel-Eisen-Legierungen mit einer Lösung von Königswasser in Glycerin geätzt werden. Nach Versuchen von BERGLUND ist das von VELGUTH beschriebene elektrolytische Verfahren diesem Ätzmittel um vieles überlegen und ergibt ausgezeichnete Ätzungen bei hitzebeständigen Chrom-Nickel-Legierungen für Widerstandsheizdrähte.

Als Ätzmittel für eine hitze- und schwefelbeständige Gußlegierung (20% Fe, 61% Ni, 15% Cr, 4% Mn, 10% Al) empfiehlt GRUBER folgende Lösung:

Salpetersäure	65 cm ³
Essigsäure	20 „
Dest. Wasser	15 „

e. Nickel-Beryllium-Legierungen.

Zum Ätzen von Nickel-Beryllium-Legierungen mit etwa 2% Be eignet sich eine Mischung von Salpetersäure-Glycerin zu gleichen Teilen.

f. Nickelüberzüge (vgl. auch S. 194).

Zur Gefügeentwicklung der Vernickelungsschicht auf Stahlproben eignet sich nach dem Nickel-Bulletin 1936 eine Ätzung mit einer Lösung von Ammoniumpersulfat 50:50 und Zusatz von 10% Zyankalium. Die Lösung ist nicht haltbar. Nach einer Ätzdauer von etwa 20 sec wird die Probe in Wasser, danach in Alkohol

abgespült. Das Ätzmittel greift nur das Nickel an. Das Gefüge des Stahls kann durch Nachbehandlung mit 2—4proz. alkoholischer Salpetersäure entwickelt werden.

Stahlproben mit einer Monelmetallplattierung werden zuerst in kalter konz. Salpetersäure geätzt, Bewegung der Lösung ist zu vermeiden. Nach dem Abspülen wird das Gefüge des Stahles auf die gleiche Weise wie oben entwickelt.

A. PORTEVIN und M. CYMBOLISTE empfehlen zur Gefügeentwicklung von Kupfer- und Nickelüberzügen Ätzen in kochender Lösung von Salzsäure-Salpetersäure 1:1 oder Heißätzung mit 30proz. wässriger Salpetersäurelösung.

g) Ätzmittelzusammenstellung für Nickel und Nickellegierungen.

Nach A.S.T.M. Standards 1936.

Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Verwendung
1. Flachätzung.	Salpetersäure, konz. 50 cm ³ Eisessig 50 „	Frisch ansetzen, nur klare, weiße Salpetersäure verwenden. 5 bis 20 sec bei Raumtemperatur eintauchen.	Nickel, Monelmetall u. a. Kupfer-Nickel-Legierungen. Für Legierungen mit weniger als 25% Nickel mit 25 bis 50% Azeton verdünnen.
2. Elektrolytische Kontrastätzung.	Eisessig 5 cm ³ Salpetersäure . . . 10 „ Wasser 85 „	Elektrolytisches Ätzen bei 1,5 V mit Platindrähten. 20—60 sec.	Für Korngrößenbestimmungen, ätzt weniger fleckig als Ätzung 1.
3. Salpetersäure.	Salpetersäure, konz. 30 cm ³ Wasser 70 „	Eintauchen.	Makroätzmittel für Nickellegierungen.
4. Zyankalium.	Zyankalium 5 g Wasser 95 cm ³ Wasserstoffsulfoxid Tropf.	Eintauchen.	Neusilberlegierungen mit niedrigem Zn-Gehalt.
5. Ammoniak.	Ammoniak 58 cm ³ Wasserstoffsulfoxid 15 „	Eintauchen.	Neusilberlegierungen mit hohem Zn-Gehalt.

E. Zink und Zinklegierungen.

a) Vorbereitung von Schliffproben.

Bei Zink und Zinklegierungen, insbesondere bei sehr reinem Zink tritt sehr leicht Zwillingsbildung auf, vor allem in sehr grobkristallinem Zink. Diese Zwillingsbildung entsteht während des Schleifens, es ist deshalb darauf zu achten, daß die beim Schleifen entstehende Bearbeitungsschicht bis zu genügender Tiefe entfernt wird. Ferner ist alle Erhitzung beim Schleifen sorgfältig zu vermeiden, da die Rekristallisationstemperatur von 100° C für Handelszink bis zur Zimmertemperatur für reinstes Zink hinabreicht. Im Metals Handbook wird darauf hingewiesen, daß es nicht genügt, auf jeder Schmirgelkörnung zu schleifen, bis die Schleifbahnen der vorhergehenden Körnung entfernt sind, da Verformungen bis zur 20fachen Tiefe des größten Schleifkratzers auftreten können. Feinkörniges Zink ist gegen Verformung weniger empfindlich als grobkörniges. Es empfiehlt sich, die vorgefeilten Proben von Hand auf Schmirgelpapier der Körnung 1, 0, 00, 0000 mit Glasplatte als Unterlage zu schleifen.

Nach A. SCHRADER ist das Polieren von Zink, Blei und Kupfer auf der gleichen Polierscheibe zu vermeiden, ebenfalls das Ätzen in der gleichen Ätzlösung, da sonst auf den Zinkproben dunkle Niederschläge entstehen.

Zum Vor- und Nachpolieren wird im Metals-Handbook ein Verfahren des abwechselnden Ätzens und Polierens empfohlen. Zum Vorpolieren dienen zwei mit Kanevas bespannte Scheiben, zum Nachpolieren zwei Tuchscheiben. Umdrehungsgeschwindigkeit der Scheiben 200—400 Umdr/min. Als Poliermittel dienen Tonerde und Magnesiumoxyd. Es ist ungefähr folgender Arbeitsgang einzuhalten:

1. Ätzen mit Palmerton-Ätzmittel (s. S. 202), etwa 3—4 min. Polieren auf Kanevasscheibe Nr. 1.
2. 90 sec ätzen wie vorher, Polieren auf Kanevasscheibe Nr. 2.
3. 30 sec ätzen, Polieren auf Tuchscheibe Nr. 3.
4. 10 sec ätzen, Polieren auf Tuchscheibe Nr. 4.
5. 3 sec ätzen.

Die Arbeitsfolge kann je nach der Schliffprobe und nach dem Zweck der Untersuchung abgeändert werden. Für schwache Vergrößerungen genügt Polieren bis Scheibe Nr. 3.

Für Untersuchungen mit Ölimmersion ist nach dem Polieren auf Scheibe Nr. 4 nur 1 sec zu ätzen, besonders wenn Bestandteile vorkommen, die vom Ätzmittel nicht angegriffen werden. Der Höhenunterschied zwischen geätzten und ungeätzten Bestandteilen ist sonst zu groß, um beide gleichzeitig scharf einstellen zu können.

Bei Proben mit Bestandteilen von sehr verschiedener Härte und verschiedenem Verhalten beim Ätzen, ferner bei verzinktem Eisen oder plattiertem Zink ist das Verfahren des abwechselnden Ätzens und Polierens nicht ratsam, da das Ätzgefüge durch das nachfolgende Polieren nicht völlig entfernt werden kann.

Nach dem Polieren wird leicht mit alkoholbefeuchtetem Finger über die Schlifffläche gerieben, um jeden Schleier vom Poliermittel zu entfernen. Danach wird zuerst in Alkohol, dann in Wasser abgespült, das Übermaß an Wasser abgeschüttelt und die Probe sogleich in die Ätzlösung getaucht. Nach dem Ätzen wird in Wasser, Alkohol, Äther abgespült und mit Heißluft getrocknet. Die geätzte Schlifffläche darf nicht berührt werden, da sie empfindlich ist und leicht verkratzt wird.

Um die Oberfläche geätzter Zinkproben beständig zu erhalten, ist gründlich zu waschen zwecks Entfernung aller Säurespuren und danach zu trocknen und mit durchsichtigem Schutzlack zu überziehen oder leicht mit Öl oder Seifenlösung einzureiben. TOUCEDA empfiehlt Einwickeln in Cellophan. Ein sehr einfaches Mittel ist Einwickeln in Schreibpapier und Aufbewahren an trockenem Ort.

b) Ätzverfahren für Zink und Zinklegierungen.

1. Salzsäure. Konzentrierte Salzsäure eignet sich zur Entwicklung von Makrogefüge bei Reinzinkproben. Für zinkreiche Legierungen und für verzinkte Proben eignet sich eine 5proz. alkoholische Lösung, in der die Proben 2—3 sec durch Eintauchen geätzt werden.

2. Salpetersäure. Nach HAYES eignet sich rauchende Salpetersäure (sp. G. 1,5) zum Ätzen von Zink. Ätzdauer 1 Stunde. Die Schliffprobe wird mit der

Zange gehalten und sogleich nach dem Ätzen in Wasser abgespült, danach mit Heißluft getrocknet.

Im Taschenbuch „Hütte“ werden drei verschiedene Salpetersäurelösungen angegeben (0,5-, 1- und 10proz.).

Das Ätzmittel nach TIMOFÉEF eignet sich nach DESCH ausgezeichnet zum Nachweis geringer Mengen anderer Bestandteile in Zink.

Vorratslösung: 94% Salpetersäure, } Unmittelbar vor Gebrauch kommen ein paar
6% Chromsäure. } Tropfen dieser Lösung auf 100 cm³ Wasser.

Im Taschenbuch „Hütte“ wird folgende Abänderung des Ätzmittels angegeben:

32 cm³ Salpetersäure }
0,206 g Chromsäure } auf 1 l Wasser auffüllen.
1 cm³ Wasser }

3. Chromsäure. Für zinkreiche Legierungen sowie für Kadmium und Kadmiumlote empfiehlt CZOCHRALSKI Ätzen mit verdünnter Chromsäure. DURANT gibt als Ätzmittel für Kadmium-Silber-Legierungen verdünnte Chromschwefelsäurelösung an.

4. Chromsäure und Natriumsulfat. Nach E. A. ANDERSON und J. L. RODDA ist das gebräuchlichste Ätzmittel für Zink eine Lösung von Chromsäureanhydrid und Natriumsulfat. Chromsäure allein greift Zink nicht an. Da handelsübliche Chromsäure oft Sulfat als Verunreinigung enthält, sind chemisch reine Chemikalien zu verwenden. Auch ist genaue Einhaltung der angegebenen Verhältnismengen zu beachten. Für das Verfahren des abwechselnden Ätzens und Polierens wird im Metals Handbook das PALMERTON-Ätzmittel¹ empfohlen:

Chromsäure anhydr. (99,95) . . . 200 g
Natriumsulfat 15 g
Wasser 1000 cm³

Polierte Proben sind zweckmäßig sogleich zu ätzen oder es ist unmittelbar vor dem Ätzen nochmals zu polieren. Für 100fache Vergrößerung wird eine Ätzdauer von etwa 15 sec, für 1000fache nur eine ganz kurze Ätzung von etwa 1 sec empfohlen. Für Korngrenzenätzung von kupferhaltigen Zinklegierungen wird der Zusatz an Natriumsulfat auf 7,5 g verringert.

Nach dem Ätzen in vorstehender Lösung, die während des Ätzens leicht bewegt wird, ist es zweckmäßig, die Schliffprobe zur Vermeidung von Fleckenbildung in folgender Lösung abzuspülen:

Chromsäure 200 g
Wasser 1000 cm³

Für Spritzgußlegierungen ist die PALMERTONSche Lösung weniger geeignet da der aluminiumreiche Gamma-Bestandteil nicht angegriffen wird. Nach G. EDMUNDS und C. W. BARTHOLOMEW wird dieser Bestandteil angegriffen, wenn der PALMERTONSchen Lösung 2 g Natriumfluorid zugesetzt werden. Falls mit dieser Lösung bei kupferhaltigen Legierungen Fleckenbildung auftritt, ist ohne zu Waschen mit folgender Lösung nachzubehandeln:

CrO₃. 50 g
Na₂SO₄. 4 g Wasser. 1000 cm³

Es wird empfohlen, 2 sec in der Lösung mit NaF-Zusatz und 1 sec in der letztgenannten Lösung zu ätzen. Danach ist wie üblich mit der PALMERTONSchen Chromsäurelösung nachzubehandeln und abzuspülen.

¹ Nach W. M. PIERCE, I. Inst. Met. 1921, 26, 316 (Diskussion INGALL).

5. Natrium- und Kaliumhydroxyd. Natriumhydroxydlösung wird als Ätzmittel für Zink und zinkreiche Legierungen verwendet. Nach GOERENS eignet sich eine kalt gesättigte Kaliumhydroxydlösung für Zink-Kupfer-Legierungen mit mehr als 70% Zink. Das Ätzmittel wird heiß angewendet und ergibt sehr gleichmäßige Ätzungen.

6. Jodlösung. Nach einer Mitteilung im Chemical and Metallurgical Engineering ist eine Lösung von 1 g Jod in 100 cm³ Alkohol als Ätzmittel für zink- und kadmiumreiche Legierungen geeignet.

Im Metals Handbook wird folgende Lösung angegeben:

Jod.	1 Teil
Jodkalium.	3 Teile
Wasser	10 Teile

7. Kalilauge-Kupfernitrat. Für zinkreiche Legierungen, die vorwiegend aus Zink oder zinkreichen Mischkristallen bestehen, empfiehlt SCHRAMM folgendes Ätzmittel:

Kalilauge, konz. Lösung	51 cm ³
Wasser	50 „
Kupfernitrat, konz. Lösung . . .	20 „

Nach Vermischung dieser Zusätze werden unter Umrühren 2,5 cm³ konz. Zitronensäurelösung zugesetzt. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur ist die Lösung gebrauchsfertig. Ein beim Abkühlen entstehender Niederschlag in nadeliger Form ist ohne Einfluß und kann in der Vorratsflasche bleiben.

Geätzt wird durch Eintauchen der Schlißprobe in die Lösung. Die Ätzdauer beträgt 10—20 sec.

Das Ätzmittel färbt den zinkreichen Bestandteil braun bis schwarz. Nach dem Ätzen ist zuerst in Wasser, danach in Alkohol abzuspuhlen. Abwischen mit Tuch ist zu vermeiden, um den entstandenen Niederschlag nicht zu verletzen. Bleibt die Schlißfläche beim Ätzen hell oder nimmt sie nicht die gewünschte Färbung an, ist die Lösung zu sauer oder zu alkalisch. Tropfenweiser Zusatz von Kalilauge oder Zitronensäure führt zu der gewünschten Wirkung. Die Ätzlösung ist unbegrenzt haltbar. Wegen ihrer hohen Konzentration verändert sich ihre Wirkung auch bei häufigem Gebrauch kaum.

Zum Nachweis kleiner Beimengungen von Eisen und Blei, die sich hell von der zinkreichen Grundmasse abheben, ist das Ätzmittel sehr geeignet.

8. Elektrolytisches Ätzen. Für Kupfer-Zink-Legierungen mit Gamma- und Epsilon-Bestandteilen wird eine Lösung von 200 g CrO₃ in 1000 cm³ Wasser empfohlen. Die Ätzung hängt von der Größe und Verteilung der Bestandteile ab, deshalb ist einige Übung erforderlich. Bei einer Stromdichte von etwa 2,5 A/cm² wird Gamma vor Epsilon angegriffen. Bei niedrigerer Stromdichte wird zuerst der Epsilon-Bestandteil angegriffen. Für ternäre Legierungen aus Zink, Kupfer und Aluminium empfiehlt BINGHAM elektrolytisches Ätzen in einer Lösung von

Salzsäure	20 Tropfen
Äthylalkohol	50 cm ³

9. Atmosphärisches Ätzen. Nach BINGHAM wird bei Zink eine ausgezeichnete Korngrenzenätzung erzielt, wenn die Schlißprobe mehrere Stunden bis 3 Tage

an Luft liegengelassen wird. Leichtes Erwärmen der Schliffproben beschleunigt den Vorgang. So ist bei 100° C gewöhnlich eine Ätzdauer von 15 min ausreichend.

Nach HAYES eignet sich dieses Verfahren für gegossenes, aber nicht für gewalztes Zink.

e) Ätzmittel für Zink-Eisen-Legierungen.

Bei der Erforschung des Zink-Eisen-Systems verwendete SCHRAMM die folgenden Ätzmittel:

1. Kupfernitrat-Kalilauge (s. S. 203),
2. Natriumpikrat (s. S. 113),
3. ein Ätzmittel folgender Zusammensetzung:

Wasser	100 cm ³
Salzsäure, konz.	10 cm ³
Eisenchlorid	10 g
Eisensulfat	2 g
Alaun	10 g
Weinsteinsäure	10 g
Alkohol	50 cm ³

Zum Gebrauch werden 2 Maßteile dieser Lösung mit 8 Maßteilen Alkohol vermischt.

Ätzung mit 1: für Zinklegierungen mit δ - und η -Bestandteil, δ bleibt hell, η wird gefärbt.

Ätzung mit 2: bei Legierungen mit δ - und Γ -Bestandteil wird bei einer Ätztemperatur von 80—100° C δ dunkel gefärbt, während Γ hell bleibt. Bei Legierungen mit $\Gamma + \alpha$ oder γ (eisenreicher Bestandteil) wird Γ dunkel gefärbt.

Ätzung mit 3: für die eisenreichen Legierungen. Eutektoid $\alpha + \Gamma$ wird gut entwickelt. Die Ätzwirkung kann durch Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure oder durch Verringerung des Alkoholgehaltes verstärkt werden.

d) Ätzmittel für Zinküberzüge.

Bei verzinkten Proben empfiehlt sich Einbetten in Kunstharz oder Einspannen zwischen weiche Zinkbleche. Gebräuchlich ist ferner die Aufbringung eines elektrolytischen Zinkniederschlags.

Für die Gefügeentwicklung von Verzinkungsschichten werden folgende Ätzmittel verwendet:

W. H. FINKELDEY empfiehlt das PALMERTON-Ätzmittel (S. 202) bei einer Ätzdauer von 8 sec. Nach KENWORTHY eignet sich eine Abänderung dieses Ätzmittels bei einer Ätzdauer von 5 sec:

Chromsäure	50 g
Natriumsulfat	4 g
Wasser	1000 cm ³

ferner kommen zur Anwendung:

Nach HAJDA und POPOFE längeres Ätzen mit dem KOURBATOFFSchen Ätzmittel, Salpetersäure-Eisessig in Alkoholmischung.

Nach WALKER 0,5% Salpetersäure in Alkohol.

Nach RAWDON, GROSSMANN und FINN 1% Jod in Alkohol.

Nach WINTER 5 min Ätzpolieren auf Pergament mit Juwelierrot und 2proz. wässriger Ammoniumnitratlösung.

e) Prüfung von Verzinkungsschichten.

Zur Prüfung von Verzinkungsschichten empfiehlt KENWORTHY eine Behandlung mit Schwefelsäure (arsensäurehaltig). Nach einer versuchsmäßig festzulegenden Einwirkungsdauer ist die Probe in Wasser abzuspülen und in konz. Ammoniumsulfidlösung zu tauchen. Das Auftreten schwarzer Flecken zeigt ungleichmäßige Verzinkung an. Die verzinkten Proben können nach der Schwefelsäurebehandlung auch kurze Zeit in konz. Eisessig getaucht werden. Zeigt sich nach dem Herausnehmen und Nachbehandlung mit Ferrizyankalium keine Färbung, so kann gleichmäßige Verzinkung angenommen werden.

F. Zinn und Zinnlegierungen (Weißmetalle).

a) Vorbereitung der Schliffproben.

Die Schliffherstellung bereitet besonders bei Proben aus reinem Zinn ähnliche Schwierigkeiten wie beim Blei. Deshalb werden vielfach Mikrotomverfahren angewendet. Eine Anleitung zum Schleifen und Polieren findet sich in der Zusammenstellung nach Angaben des Metals Handbook in Tabelle (S. 174). Sehr weiche Metalle wie Zinn, Reinblei oder Reinaluminium werden nach BEREGEKOFF und FORGENG am besten sogleich von der Feile auf die Polierscheibe mit Tuch- oder Glaspolierfilzbespannung gebracht. Als Poliermittel dient Tonerde mit reichlich Wasser und Seife. Zuerst ist mit stärkerem Druck zu polieren, der nach Entfernung der Feilenspuren erheblich verringert wird.

A. SCHRADER empfiehlt vorsichtiges Abdrehen der Schlifffläche unter Vermeidung von Verformung, Schleifen von Hand auf Schmirgelpapier mit Bohnerwachs, Vorpolieren auf langsamlaufender nasser Tuchscheibe mit Schmirgelpulver (60 min geschlämmt) und Fertigpolieren mit Tonerde auf Tuchscheibe. Ein letztes Feinpolieren kann von Hand auf Sämschleder vorgenommen werden. Es empfiehlt sich, zur Entfernung der Bearbeitungsschicht abwechselnd zu ätzen und zu polieren.

Nach J. H. TAFFS eignet sich folgendes Verfahren für Zinn und Zinnlegierungen:

1. Für die Untersuchung von Zinnfolien oder von Zinnüberzügen auf anderen Metallen wird Einbetten der Proben in Kunstharz (Gußharz) empfohlen. Durch entsprechende Zusätze an Quarzmehl kann die Härte des Kunstharzes dem der einzubettenden Probe angepaßt werden. Ausführliche Angaben finden sich auf S. 13.

2. Die Proben werden gefeilt und auf Schmirgelpapier von Hand geschliffen. Die letzten Körnungen werden zuerst mit einer Probe aus härterem Metall abgerieben oder mit Paraffinöl getränkt.

3. Das Vorpolieren geschieht entweder von Hand mit einer Polierpaste auf einem weichen Putztuch oder auf Polierscheiben mit gleichem Bezug und Magnesiumoxyd als Poliermittel.

4. Zum Feinpolieren wird weiches Putztuch auf ein Mahagonibrettchen gespannt und mit Benzin getränkt. Sehr feine Tonerde wird sorgfältig und gleich-

mäßig in das Tuch gerieben. Während des Polierens wird mit Wasser angefeuchtet. Das Benzin wirkt reinigend und verhindert Hautbildung auf der Schlißfläche, hält sie außerdem frei von Poliermittelteilchen. Die besten Schlißflächen werden durch leichtes Reiben mit wenig Tonerdepulver erzielt.

b) Ätzverfahren.

Nicht immer ist für Proben aus Zinn und Zinnlegierungen eine Ätzung erforderlich. Bei Verzinnungen genügt meistens die Feststellung der Dicke und Gleichmäßigkeit der Schicht. Bei zahlreichen Zinnlegierungen, z. B. Lagermetallen mit harten Bestandteilen in weicher Grundmasse, heben sich die verschiedenen Bestandteile schon in den polierten Proben genügend voneinander ab.

Ausführlichere Angaben über das Ätzen von Zinn und Zinnlegierungen stammen von H. J. TAFFS. Es wird darauf hingewiesen, daß sich bei Verzinnungen oder bei Lagern mit einem Weißmetallfutter fast immer eine Übergangsschicht zwischen der Auflage und dem Grundmetall bildet. Es ist häufig wünschenswert, sowohl das Gefüge dieser Zwischenschicht wie auch das der Auflage zu untersuchen. TAFFS verwendet die Ätzmittel 5, 6 und 7.

1. Salpetersäure. Im Werkstoff-Handbuch Nichteisenmetalle wird für Zinn folgende Lösung angegeben:

Salpetersäure (1,40)	1 cm ³
Alkohol	100 „

Als Ätzmittel für zinnreiche Lagermetalle empfiehlt G. A. NELSON eine wässrige Lösung von 25% Salpetersäure, um die eutektische Grundmasse dunkel erscheinen und die Kupfer-Zinn- und Antimon-Zinn-Bestandteile hell hervortreten zu lassen. Für dieses Ätzmittel ist kein sorgfältiges Polieren erforderlich, ein kurzes Ätzen von etwa 5 sec genügt, um das Eutektikum stark anzugreifen und die gewünschte Wirkung zu erzielen. Die Ätzung eignet sich besonders für Makroaufnahmen und Gefügeaufnahmen bei schwachen Vergrößerungen. In manchen Fällen empfiehlt sich eine Nachbehandlung mit kochender alkalischer Natriumpikratlösung.

2. Salzsäure. Für Zinn und zinnreiche Legierungen sind alkoholische Lösungen mit 1—5% Salzsäure bei Ätzzeiten von wenigen Sekunden bis zu etwa 3 min gebräuchlich.

3. Salzsäure und Salpetersäure. Für eutektische Blei-Zinn-Legierungen eignet sich nach HARGRAVES folgende Mischung:

Salzsäure	10 cm ³
Salpetersäure	5 „
Alkohol	85 „

4. Salzsäure und Kaliumchlorat. Nach F. WÜST ergibt dieses Ätzmittel bei Zinn gute Korngrenzenätzungen. Zur Erzeugung von Ätzfiguren auf reinem Zinn empfehlen L. W. MCKEEHAN und H. J. HOGE konzentrierte Salzsäure mit einem geringen Zusatz von Kaliumchlorat. Für Legierungen bis 0,6% Antimon eignet sich eine verdünntere Säure und wiederholtes Ätzen. Legierungen bis 1% Kadmium oder Gallium werden mit Säurelösungen mittlerer Stärke geätzt.

5. Essigsäure.

Essigsäure . . . 50proz. wässrige Lösung

Auf 100 cm³ Lösung 1 Tropfen Wasserstoffsperoxyd. Das Ätzmittel eignet sich für bleihaltige Zinnlegierungen, deren Gefüge es entwickelt, während die Verbindungsschicht zum Grundmetall bei verzinnnten Proben nicht angegriffen wird.

6. Eisenchlorid.

Eisenchlorid	2 g
Wasser	30 cm ³
Alkohol absol.	60 „
Salzsäure	5 „

Zinn und Zinnlegierungen mit niedrigem Bleigehalt werden vom Ätzmittel angegriffen, die Zwischenschicht bei Verzinnungen bleibt hell. Ist Stahl das Grundmetall, so kann eine leichte Nachätzung mit einer gesättigten alkoholischen Pikrinsäurelösung vorgenommen werden. Bei Kupfer und Bronze wird eine Verstärkung der Gegensätze durch Nachätzung mit 5proz. Ammoniumsulfatlösung und einigen Tropfen Ammoniakzusatz erzielt.

Alkoholische Eisenchloridlösung eignet sich für Zinn und die meisten nichtbleihaltigen Zinnlegierungen.

7. Ammoniumsulfat. Das Ätzmittel färbt das Zinn und die Zinnlegierungen, die Zwischenschicht wird bei Verzinnungen nicht angegriffen und hebt sich als heller Streifen ab. TAFFS empfiehlt eine 5proz. wässrige Lösung.

Im Werkstoff-Handbuch wird eine 10proz. Lösung von Ammoniumsulfat und Zusatz von Weinsäurelösung (41 g Weinsäure in 150 cm³ Wasser) im Verhältnis 5:2 angeführt. A. SCHRADER empfiehlt eine Lösung von 30 g Weinsäure in 100 cm³ Wasser.

8. Ammoniumpolysulfid. Als Makroätzmittel für zinnreiche Lagermetalle wird von DRAKE Ammoniumpolysulfid, und zwar Pentasulfid (NH₄)₂S₅ empfohlen. Die Ätzdauer beträgt 20—30 min in der kalten Lösung. Der entstehende braune Niederschlag wird mit einem Lappen oder mit Watte unter Wasser abgewischt. Das Ätzmittel eignet sich auch für zinnarme oder kupferreiche Lagermetalle, wenn eine nachfolgende Behandlung mit einer frisch gemischten Lösung aus Ammoniak-Wasserstoffsperoxyd 1:1 vorgenommen wird.

c) Zinn-Antimon-Kadmium-Legierungen.

Die folgenden Angaben über das Ätzen von zinnreichen Zinn-Antimon-Kadmium-Legierungen stammen von HANSON und PEEL-WALPOLE:

Alkoholische Salpetersäure (2%) färbt die zinnreiche Grundmasse schwarz, greift den δ - und ε -Bestandteil nicht an.

Eisenchlorid in saurer Lösung färbt den γ -Bestandteil schwarz, den β -Bestandteil braun, ergibt aber keine gute Ätzung, wenn α , β und ε gleichzeitig auftreten.

Verdünnte Kaliumbichromatlösung eignet sich am besten für Gefüge mit dem Eutektoid $\alpha + \gamma$.

Keines der genannten Ätzmittel ermöglicht die Unterscheidung von δ und ε . Eine Lösung von *Ferrizyankalium und Natriumhydroxyd* färbt den ε -Bestandteil braun und greift den δ -Bestandteil nicht an.

Zur Erkennung der einzelnen Gefügebestandteile wird für gegläute und abgeschreckte Proben die nachstehende Ätzfolge empfohlen:

1. *Eisenchlorid*. Bei Anwesenheit von α - und γ -Bestandteilen kann als dritter Bestandteil nur ε auftreten.

2. *Salpetersäure*. Der ε -Bestandteil bleibt unangegriffen. In Legierungen ohne β -Bestandteil zeigt Salpetersäure die Gegenwart von ε - oder δ -Bestandteilen an, ermöglicht aber keine Unterscheidung zwischen beiden.

3. *Ferrizyankalium*. Die Probe wird ohne Abpolieren 2 min in Ferrizyankaliumlösung geätzt. Vorhandener β -Bestandteil wird braun oder blau gefärbt.

Langsam abgekühlte oder unterhalb der eutektoiden Umwandlung abgeschreckte Proben enthalten statt des β -Bestandteils das Eutektoid $\alpha + \gamma$. Dieses wird durch Ätzung mit Kaliumbichromatlösung sichtbar, anschließend werden die obengenannten Ätzmittel angewendet, um zwischen ε und δ zu unterscheiden.

Ätzmittel für Reinantimon. CZOCHRALSKI gibt zur Entwicklung des Gefüges und zur Kornflächenätzung von Antimon folgende Lösung an:

Natriumsulfatlösung (16proz.) . . .	50 cm ³
Salzsäure (1,19)	15 „
Wasser, dest.	30 „
Chromsäurelösung (3proz.) . . .	30 „

Der Chromsäuregehalt der Lösung kann erhöht werden. Die Lösung ist erst kurz vor Gebrauch zuzusetzen.

d) Zinn-Wismut-Legierungen.

MASON und FORGENG geben ein Ätzverfahren an, das bei Zinn-Wismut-Legierungen eine ähnliche Wirkung bei Kristallseigerung ausübt wie die OBERHOFFERSche Ätzung bei Eisen und Stahl. Die bei der Erstarrung erfolgende Kristallseigerung wird sichtbar, was bei Ätzmitteln wie Silbernitratlösung und anderen nicht der Fall ist. Das Ätzmittel ist besonders wichtig zur Untersuchung der Erscheinung der sog. „Zinnpest“, die das reine Zinn gefährdet und auf der Umwandlung des weißen Zinns in graues beruht. Ein geringer Zusatz von Wismut (0,0035% Bi) kann den Zerfall des Zinns verhindern, wenn nicht infolge Kristallseigerung fast reine Zinnzonen vorhanden sind, in denen die Umwandlung einsetzen kann.

Die Vorbereitung der Proben geschieht folgendermaßen:

1. Vorschleifen mit Feile und Schmirgelpapier bis Körnung 000.
2. Fertigschleifen auf tuchbespannter Scheibe mit Carborundum 600 in Wasser. Umdrehungsgeschwindigkeit 400/min. Es wird zuerst quer zur letzten Schleifrichtung, dann rund um die Scheibe geschliffen.
3. Vorpolieren auf einer gleichen Scheibe mit Schmirgel oder Tonerde, abspülen mit Wasser und Alkohol und Trocknen mit Föhn.
4. Ätzwaschen mit Wattebausch und 5proz. Salpetersäure in absolutem Äthylalkohol, bis die Verformungsschicht abgelöst ist. Nach einmaligem Abpolieren und leichtem Nachätzen erscheint gewöhnlich das Gefüge; für deutlichere Gefügeentwicklung kann nochmals abpoliert und geätzt werden. Sehr wichtig ist die Verwendung von absolutem Alkohol. Bei wasserhaltigem 95proz. Alkohol oder bei nasser Probe wird die Kristallseigerung nicht sichtbar.

e) Ätzmittelzusammenstellung für Zinn und Zinnlegierungen.

Nach Metals-Handbook 1939.

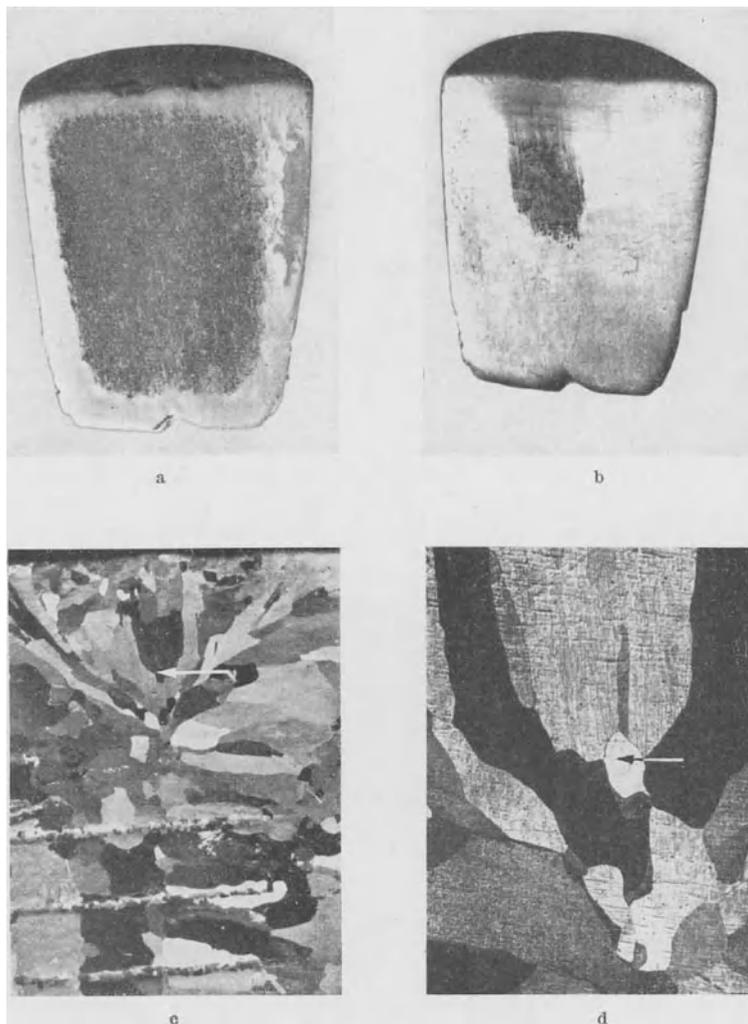
Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
1. Salpetersäure	Salpetersäure . . . 2—5 cm ³ Alkohol 95—98 cm ³	Ätzwaschen oder eintauchen. Ätzdauer einige Minuten.	Zinn-Kadmium-Leg. oder Zinn auf Eisen
2. Kaliumbichromat	Angesäuerte, verdünnte Lösung.		Zinn-Kadmium-Legierungen.
3. Verschiedene Säuren in Glycerin	A. Salpetersäure 1 Teil Eisessig 1 Teil Glyzerin 8 Teile B. Salpetersäure 1 Teil Eisessig 3 Teile Glyzerin 5 Teile C. Salpetersäure 1 Teil Eisessig 5 Teile Glyzerin 50 Teile	30 sec bis 10 min bei 38—42°C Wie A.	Zinn-Blei-Legierungen. Reines Zinn.
4. Salzsäure	A. Salzsäure, konz. B. Salzsäure . . 10—20 cm ³ Wasser 90 „ C. Salzsäure 10 „ Wasser 90 „	Einige Sekunden eintauchen. 30 sec bis 5 min eintauchen. Für elektrolytisches Ätzen bei geringer Stromdichte.	Zur Entfernung der Bearbeitungsschicht. Wie A. Für Zinn auf Eisen.
5. Eisenchlorid	Eisenchlorid . . 10 g Salzsäure 2 cm ³ Wasser 95 cm ³	30 sec bis 5 min bei Raumtemperatur.	Kleingefügeätzung für zinnreiche Lagermetalle.
6. Salpetersäure-Pikrinsäure	Alkoholische Lösung.		Zinn auf Eisen.
7. Ammonium-polysulfid	Konzentrierte Lösung.	20—30 min eintauchen bei Raumtemperatur.	Makroätzmittel für zinnreiche Lagermetalle.
8. Silbernitratlösungen			
9. Salpetersäure-(10%), Chromsäure-(2%) Mischungen			
10. Ammoniumpersulfat	Ammoniumpersulfat 5 g Wasser 95 cm ³		Schwärzt das Zinn oder die zinnreiche Grundmasse, von der sich die Verbindungen hell abheben, empfohlen für Zinnüberzüge auf Stahl.
11. Essigsäure-Wasserstoff-superoxyd	Essigsäure . . . 50 cm ³ Wasser 50 cm ³ H ₂ O ₂ 1 Tropfen		Für Zinnlotverbindungen.

G. Blei und Bleilegierungen.

a) Vorbereitung der Schliffproben.

Die Herstellung gut polierter Schliffproben von Blei und seinen Legierungen ist schwierig, da die Oberfläche beim Schleifen stark schmiert und eine dicke Schicht entstehen läßt, die das Gefüge überdeckt. Diese Schicht läßt sich durch

starkes Ätzen entfernen, das Verfahren hat jedoch den Nachteil, daß die Schlißfläche durch den starken chemischen Angriff stark aufgeraut wird und feinere Gefügeeinheiten verloren gehen. Um die Schicht schon beim Schleifen möglichst



Beispiele für Polieren und Ätzen von Blei.

Abb. 48 a u. b. Gußblöckchen aus Blei, längs aufgeschnitten, mit spiritusgetränktem Schmirgelpapier geschliffen und auf Baumwolltuch vorpoliert, allmähliches Verschwinden der Bearbeitungsschicht. (Vergr. $\times 2$.)

Abb. 48 c u. d. Mit Tonerde und Spiritus poliert, geätzt mit Eisessig-Wasserstoffsperoxyd (40%), S. 215. Abb. c schräg, Abb. d senkrecht beleuchtet, gleiche Probenstelle. Durch Wechsel der Beleuchtung hell und dunkel vertauscht. Abb. c zeigt drei gleichlaufende, mit einem spitzen Hölzchen in die geätzte Schlißfläche geritzte Streifen, in denen bei Raumtemperatur Rekristallisation eintrat. (Vergr. c $\times 4$, d $\times 20$.)

dünn zu halten, ist feuchtes Schleifen gebräuchlich (Schmirgelpapier mit Mineralöl, Petroleum, Paraffin in Paraffinöl oder flüssigem Bohnerwachs), an das sich ein abwechselndes Polieren und Ätzen schließt. Schlißflächen, die ohne Polieren geätzt werden können, werden durch Mikrotomverfahren erhalten, die bei hin-

reichender Erfahrung und Übung die Herstellung größerer Mengen von Schliffproben in verhältnismäßig kurzer Zeit ermöglichen.

Verschiedene Verfahren zur Schliffprobenherstellung von Blei und seinen Legierungen werden nachstehend beschrieben (Abb. 48).

Nach dem Verfahren von BAUCKE wird das Schleifen von Hand in drehender Bewegung auf mineralölgetränktem Schmirgelpapier und das Polieren in gleicher Weise mit Magnesiumoxyd in Petroleum auf Waschlleder ausgeführt.

1. Verfahren nach VILELLA und BERECEKOFF.

1. Probeentnahme mit scharfer Säge und leicht eingeöltem Sägeblatt, wobei Ziehen und Drücken zu vermeiden ist.

2. Mit leichtem Druck auf grobem Schmirgel schleifen, das Schmirgelpapier ist zweckmäßig mit Petroleum gelöstem Paraffin zu tränken. Bei Verwendung von Schleifscheiben sollten diese nicht mehr als 500 Umdr/min haben.

3. Zur Verwendung kommen die Körnungen 2, 1, 0, 00, 000, es ist mindestens 1 min auf jeder Scheibe zu schleifen, bis alle Kratzer verschwunden sind. Dabei ist nur ganz leicht zu drücken. Bei Körnung 000 ist zuletzt auf ganz abgenutztem Papier zu schleifen.

4. Feuchtes Polieren auf einem ganz sauberen weichen Poliertuch mit dicker Seifenlauge und feinsten Tonerde. Hierbei entsteht auf der Schlißfläche eine dicke Schmierschicht, die unter ständigem Anfeuchten mit der Tonerde-Seifenlösung bei ganz leichtem Druck zu entfernen ist, bis die Schlißfläche glänzend erscheint.

5. Die nach dem Polieren bleibenden Risse sind oft tief und auch nach dem Ätzen noch sichtbar. Sie können durch Polieren von Hand auf Seidensamt mit Seife und Tonerde entfernt werden. Danach ist sorgfältig zu waschen, bis alle Seifenspuren entfernt sind.

2. Verfahren nach LILLPOP.

1. Ein scharfes Rasiermesser wird in dem Support einer Hobelmaschine eingespannt. Das Messer schneidet mit ganz langsamer Schnittgeschwindigkeit und leichtestem Druck die von Seifenwasser gespülte Probe, wobei nur hauchdünne Späne abgehoben werden, bis eine Schlißfläche von gewünschter Größe und Ebenheit erzielt ist. Größte Vorsicht vom Einspannen der Probe ab bis zum Fertigschliff ist vor allem in Hinsicht auf die Vermeidung von Druck geboten, da Blei sehr leicht verformt wird und die Rekristallisation oft schon bei Zimmertemperatur erfolgt. Mit zunehmendem Gehalt an Legierungsbestandteilen nimmt die Empfindlichkeit gegen Verformung ab.

2. Die bereits blank erscheinende, aber noch feine Hobellinien aufweisende Schnittebene wird von Hand auf Samt (Wasch- oder Seidensamt) mit Tonerde Nr. 3 recht feucht und ohne Druck poliert.

3. Nachpolieren auf einem anderen feuchten Samtlappen mit salzsäurehaltigem Wasser ohne Tonerde, bis der Schliff Hochglanz zeigt.

4. Rasch unter fließendem Wasser abspülen, danach mit absolutem Alkohol und mit Föhn trocknen. Auf keinen Fall darf die Schlißfläche mit einem Tuch abgetupft werden, da sofort Kratzer entstehen.

Der Säuregehalt des letzten Polierwassers ist besonders wichtig, da nur eine ganz bestimmte Zusammensetzung eine glänzende Schlißfläche ergibt. Bei zu

wenig Säure bleibt die Schlißfläche auch bei längerem Polieren trübe und zerkratzt, bei zuviel Säure überzieht sie sich mit einer Haut. Genaue Angaben lassen sich nicht machen, da die Zusammensetzung des Polierwassers für jede Legierung eine andere ist. Allgemein kann nur gesagt werden, daß für reines Blei ein höherer Salzsäurezusatz erforderlich ist als für zinn- und antimonhaltige Legierungen. Am besten wird mit 5 Tropfen Salzsäure auf 200 cm³ Wasser angefangen, dann wird langsam weiter Salzsäure zugetropft, bis der Schliff blank wird. Weiteres Polieren ist unnötig. Entsteht bei zuviel Säurezusatz eine graue Schicht auf der Schlißfläche, so kann sie auf dem ersten Samtlappen mit Tonerde Nr. 3 und Wasser entfernt werden.

3. Verfahren nach B. JONES.

1. Schleifen auf abgenutztem Schmirgelpapier mit Paraffin in Paraffinöl.
2. Polieren von Hand auf Tuch mit einem Brei aus einem Metallputzmittel, Seife und Paraffinlösung bis zur Entfernung aller tieferen Kratzer.
3. Reinigung der Probe mit Benzin und wiederholtes Betropfen mit Ammoniummolybdatlösung abwechselnd mit Abspülen in Wasser. Zur Erzielung eines gleichmäßigen Angriffs wird die Probe mehrmals auf einem mit Ammoniummolybdat getränkten Tuch gerieben. Allmählich wird das Gefüge sichtbar. Sobald die gewünschte Ätzung erreicht ist, wird die Probe abgespült und getrocknet. Diese Behandlung genügt für schwache Vergrößerungen.

Für stärkere Vergrößerungen wird die Probe nochmals auf dem mit Ammoniummolybdat getränkten Tuch poliert und mit dem von VILELLA und BEREGEKOFF mitgeteilten Ätzmittel geätzt. Die Ätztemperatur beträgt 80° C, es wird abwechselnd poliert und geätzt, bis das Gefüge mit allen feinen Einzelheiten herauskommt. Langsames und leichtes Polieren und vor allem gründliches Tränken des Poliertuches mit Ammoniummolybdat ist von Wichtigkeit. Zur Vermeidung von Fleckenbildung ist die Probe nach dem Abspülen in kochendes Wasser zu tauchen und mit Föhn zu trocknen.

4. Verfahren nach BASSETT und SNYDER. α) Schlißherstellung in der üblichen Weise ohne Mikrotom. Da die Verwendung gröberer Schmirgelpapiere den Nachteil hat, daß sich grobe Schmirgelkörner in die Schlißfläche eindrücken und nach dem Ätzen Löcher entstehen lassen, empfiehlt es sich, nur mit einer scharfen Feile vorzuschleifen und längere Zeit auf Schmirgelpapier 0, danach kurze Zeit auf 0000 zu schleifen. Das Schleifen erfolgt von Hand in ständig drehender Bewegung. Für Untersuchungen von Bleiprobe bei etwa 7facher Vergrößerung genügt dieses Schleifen, wenn nur ein geringer Druck ausgeübt und so lange geschliffen wird, bis das Schmirgelpapier abgenutzt und glatt geworden ist. Dabei ist mit reichlich Benzin anzufeuchten, wodurch die sich beim Schleifen ablösenden Bleiteilchen fortgeschwemmt werden. Auf das Schleifen folgt ein kurzes Nachpolieren von Hand mit Tripel auf Tuch. Verwendung von Poliermaschinen ist nicht zu empfehlen.

β) Mikrotomverfahren. Bei der Herstellung von Massenschliffen ist das Mikrotomverfahren geeignet, ferner in solchen Fällen, wo eine kleine Probe ungenügenden Aufschluß gibt, wie bei der Untersuchung des Gesamtquerschnittes von Kabelschuhen oder von Rohren mit großem Durchmesser. Bei letzteren entsteht oft schon beim Befördern Verformung in den äußeren Randschichten durch Druck infolge Eigengewicht.

Nach Angaben von BASSETT und SNYDER eignet sich das von LUCAS beschriebene Mikrotomverfahren zur Herstellung von Bleischliffen. Dabei wird ein kräftiges Holzschneidemikrotom verwendet. Nach SCHUHMACHER und BOUNTON werden auch mit einem leichteren biologischen Mikrotom einwandfreie Schliffflächen erhalten.

Bei Verwendung von Mikrotomen sind folgende Punkte zu beachten: Die Probe muß so eingespannt werden, daß das Messer in der Diagonale schneidet.

Nach dem letzten Schnitt ist die Probe hinter dem Rücken des Messers auszuspannen, damit die frisch geschnittene Fläche beim Zurückführen des Messers keine Verformung erleidet.

Beim Schneiden sollten nicht mehr als $2\ \mu$ auf einmal abgenommen werden.

Die Herstellung eines Bleischliffes mittels Mikrotom erfordert etwa 2—3 min! Es ist jedoch notwendig, daß die Messer immer geschärft sind. Zum Schärfen ist eine Anzahl von Schleifsteinen erforderlich. Sind diese nicht verfügbar, so kann auch auf feinem Schmirgelpapier der Körnung Nr. 1 vorgeschliffen und auf Körnung 00 nachgeschliffen werden. Ein paar Striche auf einem Lederriemen vervollständigen das Schleifen.

Da die mittels Mikrotom geschnittenen Flächen meistens Messerspuren zeigen, wird vor dem Ätzen eine Vorbehandlung durch Abreiben der Schnittfläche mit einem in Eisessig-Wasserstoffsuperoxyd 3:1 getränkten Wattebausch vorgenommen.

5. Verfahren nach H. HANEMANN und A. SCHRADER.

1. Schleifen von Hand auf Schmirgelpapier Nr. 2, 1 F, 00, 0000 unter Verwendung von flüssigem Bohnerwachs.

2. Vorpolieren auf Tuchscheibe mit 600—800 Umdr/min mit Tonerde Nr. 1 und Wasser mit einem Zusatz von 0,2% Salpetersäure (sp. G. 1,40) bis zum Blankwerden der Schlifffläche und Beseitigung der Hauptkratzer.

3. Feinpolieren von Hand auf Sämischleder mit einem dicken Brei aus Tonerde Nr. 1 und dest. Wasser ohne Salpetersäurezusatz. Starker Druck ist zu vermeiden. Das Polieren wird einige Male unterbrochen durch eine Ätzung mit dem Ätzmittel nach VILELLA und BEREGKOFF:

1 Teil Eisessig,
1 Teil Salpetersäure (sp. G. 1,40),
4 Teile Glycerin.

Das abwechselnde Polieren und Ätzen wird wiederholt, bis die Schliffprobe Hochglanz zeigt und die letzten feinen Kratzer entfernt sind. Die anhaftende Tonerde wird unter kräftigem Wasserstrahl abgespült, danach wird die Probe in Alkohol und am Föhn getrocknet. Die fertige Schlifffläche ist vor jeder Berührung zu schützen.

Das Verfahren kann durch ein dem Schleifen folgendes Zwischenpolieren mit geschlammtem Schmirgel (60 min) und Seife auf Tuchscheibe mit etwa 120 Umdr min abgekürzt werden.

b) Ätzverfahren.

1. **Salpetersäure.** 2proz. alkoholische Salpetersäurelösung wird für zinnreiche, 5proz. für bleireiche Legierungen empfohlen. Nach JOHNSTON eignet sich abwechselndes Eintauchen in konz. Salpetersäure und Abspülen in Wasser als Ätzverfahren für Blei. Die Salpetersäure kann auch mit 3—9 Teilen Wasser verdünnt werden, die Ätzdauer beträgt 10—90 min.

BAUCKE empfiehlt einstündiges Ätzen in 5proz. alkoholischer Salpetersäurelösung für Blei, stärkere Lösungen sollen leicht Ätzzporen hervorrufen.

Nach BECKINSALE und WATERHOUSE eignet sich eine 10proz. wässrige Lösung zum Ätzen von Blei, ein geringer Zusatz von Chromsäure ist manchmal von Nutzen.

2. Salpetersäure-Eisessig. VILELLA und BEREGEKOFF empfehlen für Blei und die meisten seiner Legierungen folgende Mischung:

Salpetersäure	1 Teil
a) Eisessig	1 Teil
Glyzerin	4 Teile

Die Lösung ist stets frisch anzusetzen und nach Gebrauch wegzugießen. Ätzdauer 10—15 sec bei 80° C. Abwechselndes Ätzen und Polieren ergibt klare Gefügebilder. Nach HANEMANN und SCHRADER ist zur Entwicklung feinsten Gefügeeinheiten mit zwei Teilen Glyzerin auf ein Teil der obengenannten Mischung zu verdünnen.

Ferner geben VILELLA und BEREGEKOFF für Blei und Blei-Zinn-Legierungen bis 3% Zinn folgende Lösung an:

Salpetersäure	4 Teile	} Lösung stets frisch ansetzen!
b) Eisessig	3 „	
Wasser	16 „	

Ätzdauer bei 40—42° C 4—30 min je nach der Dicke der Bearbeitungsschicht. Nach dem Ätzen ist mit Wattebausch unter fließendem Wasser abzuwaschen. In manchen Fällen ist eine Vorätzung mit Ammoniummolybdatlösung (s. Tabelle S. 216) von Vorteil. Es wird so lange vorgeätzt, bis Gefügeeinheiten deutlich werden. Danach wird etwa 6 min mit Lösung b nachgeätzt.

Für arsenhaltige Bleilagermetalle empfiehlt K. H. WEGNER eine Vorätzung mit Eisessig-Salpetersäure. Der nadelförmige Antimon-Zinn-Bestandteil (dieser sonst in Würfelform auftretende Bestandteil wird durch Arsen nadelförmig und wirkt seigerungsverhindernd) erscheint nach dieser Ätzung gleichmäßig hell. Nachätzen mit Ammoniumpolysulfidlösung 1:1 (Ätzdauer 15—30 sec) läßt die arsenreiche Mittelzone der Nadeln dunkler hervortreten.

3. Salzsäure. Salzsäure (sp. G. 1,12) kann als Ätzmittel für Blei, Zinn, Antimon, Wismut und Legierungen dieser Metalle dienen. Im Taschenbuch „Hütte“ wird eine 1proz. alkoholische Lösung als Ätzmittel für Blei, Zinn und Lagermetalle angegeben.

4. Salzsäure und Salpetersäure. Für eutektische Blei-Zinn-Legierungen empfiehlt HARGRAVES folgendes Ätzmittel:

Salzsäure	10 cm ³
Salpetersäure	5 „
Alkohol	85 „

5. Salzsäure und Eisenchlorid. Für Blei-Antimon-Legierungen eignet sich folgendes Ätzmittel:

Eisenchlorid	10 g
Salzsäure	30 cm ³
Wasser	120 „

6. Essigsäure. CZOCHRALSKI empfiehlt eine 5proz. alkoholische Essigsäurelösung als Kornflächenätzmittel für Blei. Der Angriff erfolgt langsam.

7. Essigsäure-Wasserstoffsperoxyd. Nach CZOCHRALSKI eignet sich eine Mischung von Essigsäure-Wasserstoffsperoxyd als Ätzmittel für Blei-Natrium-Legierungen.

RUTHERFORD empfiehlt eine Mischung von

3 Teilen Eisessig,
1 Teil Wasserstoffsperoxyd (9%)

für Blei und Bleilegierungen. Ätzdauer etwa 10—30 min. Die Schliffprobe wird zunächst in Alkohol getrocknet, dann mit konz. Salpetersäure nachbehandelt. Die Säure wird durch Eintauchen der Probe in eine größere Wassermenge rasch abgespült. Bei reinem Blei und reinen Blei-Zinn-Legierungen ist die Nachbehandlung nicht immer erforderlich.

8. Pikrinsäure. Nach OSMOND kann Pikrinsäure in Azeton gelöst zum Ätzen von Blei und Bleilegierungen verwendet werden.

9. Ammoniumsulfat und Weinsteinsäure. Im Taschenbuch „Hütte“ wird folgende Mischung als Ätzmittel für Blei und Bleilegierungen angegeben:

5 Teile einer wässrigen 10proz. Ammoniumsulfatlösung,
2 Teile einer Lösung von 41,4 g Weinsteinsäure in 150 cm³ Wasser.

10. Silbernitrat. Nach dem A.S.S.T.-Handbuch eignet sich eine 5proz. wässrige Silbernitratlösung als Ätzmittel für Blei, Zinn, Antimon, Wismut und Lagermetalle.

11. Natriumhydroxyd. Im Metalltechnischen Kalender wird eine gesättigte Natriumhydroxydlösung zum Ätzen von Blei-Zinn-Legierungen empfohlen.

12. Bromwasser. Der Metalltechnische Kalender nennt für Blei-Zinn-Legierungen auch Bromwasser als Ätzmittel.

13. Elektrolytisches Ätzen. Im Metalltechnischen Kalender wird eine Lösung von Bleinitrat für elektrolytisches Ätzen von Blei-Zinn-Legierungen empfohlen. BECKINSALE und WATERHOUSE geben für den gleichen Zweck Ammoniumnitrat oder -azetat an.

Nach HUGHES eignet sich folgende Lösung:

Überchlorsäure (sp. G. 1,2) 30 cm³
Wasser 270 „

Geätzt wird etwa 5—10 sec bei einer Stromdichte von 9 A/dm² bei 2 V. Der Elektrodenabstand beträgt etwa 4,5 cm.

Zur Entwicklung von Ätzfiguren wird die Ätzdauer bis zu 20 min verlängert.

Überchlorsäure kann auch ohne Zuhilfenahme des elektrischen Stromes als Ätzmittel dienen, der Angriff erfolgt jedoch durch Elektrolyse rascher und zuverlässiger.

BASSETT und SNYDER sowie DEAN, ZICKRICK und NIX empfehlen elektrolytisches Ätzen mit 60proz. Überchlorsäure. Die Probe dient als Anode, ein Platindraht als Kathode. Es muß lange genug geätzt werden, um die Bearbeitungsschicht zu entfernen, zu langes Ätzen verbreitert die Korngrenzen zu stark.

Das Ätzverfahren eignet sich besonders für Blei-Antimon-Legierungen über 2% Antimon, aber auch für Blei und Bleilegierungen mit niedrigem Zinngehalt, wenn nur eine leichte Ätzung gewünscht wird. Längeres Ätzen ergibt rauhe Schliffflächen.

JAQUET empfiehlt eine Mischung von Eisessig und Überchlorsäure für das auf S. 34 beschriebene Verfahren des elektrolytischen Polierens und Ätzens.

Ätzmittelzusammenstellung für Blei und Bleilegerungen.

Nach A.S.T.M.-Standards E 3 1936 ergänzt von A. MEYER.

Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
1. Ammoniummolybdat	Molybdänsäure (85%) 100 g Wasser, dest. 240 cm ³ Ammoniak (sp.G. 0,9). 140 „ Salpetersäure (sp.G. 1,42) 60 „ 100 g Molybdänsäure werden in einem Becherglas gründlich mit 240 cm ³ dest. Wassers vermischt, 140 cm ³ Ammoniak zugesetzt, filtriert und mit 60 cm ³ Salpetersäure vermischt. Diese Lösung wird nach Erkalten mit einer kalten Salpetersäurelösung von 400 cm ³ Salpetersäure und 960 cm ³ Wasser vermischt.	Abwechselnd ätzwaschen und in fließendem Wasser abspülen. Braune Färbung der Schlichtfläche vermeiden.	Schnellätzung, geeignet zur Entfernung dicker Bearbeitungsschichten. (Nach RUSSEL u. SPEENWOOD eignet sich 7proz. Ammoniummolybdatlösung in Salpetersäure N/3 als Korngrößenätzmittel für Blei. Ätzdauer 10 sec.)
2. Eisessig-Salpetersäure	Eisessig 3 Teile Salpetersäure 4 „ Wasser 16 „	Frisch angesetzte Lösung bei 40—42°C verwenden. Ätzdauer 4—30 min je nach der Dicke der Bearbeitungsschicht. Mit Wattebausch in fließendem Wasser abwischen.	Für Blei und Blei-Zinn-Legierungen bis 3% Zinn. Liefert ausgezeichnete Einzelheiten für Mikroaufnahmen. In manchen Fällen Vorätzen mit Ätzmittel Nr. 1, bis das Gefüge deutlich herauskommt, dann 6 min nachätzen mit Ätzmittel Nr. 2.
3. Eisessig-Salpetersäure in Glycerin	Eisessig 1 Teil Salpetersäure 1 Teil Glycerin 4 Teile	Frisch angesetzte Lösung bei 80°C. Ätzdauer 10—15 sec, nach Gebrauch weg gießen.	Für abwechselndes Ätzen und Polieren. Für Blei und die meisten Bleilegerungen. Nach HANEMANN und SCHRADER für die Beobachtung feinsten Gefügeeinheiten mit zwei Teilen Glycerin zu verdünnen und nur ganz kurz zu ätzen.
4. Eisessig-Wasserstoffsperoxyd	Eisessig 3 Teile Wasserstoffsperoxyd (9%) 1 Teil	Ätzdauer 10—30 min je nach der Dicke der Bearbeitungsschicht. Unter Umständen mit konz. Salpetersäure nachätzen. Mit Alkohol trocknen.	Für Blei, Blei-Antimon bis 2% Sb, Blei-Kalzium und zinnarme Legierungen. Gebräuchlich für Mikrotomschnitte, aber nicht auf diese beschränkt. Tiefätzungen ergeben eine rauhe und unebenmäßige Schlichtfläche. Mischungsverhältnis kann bei Pb-Sb-Legierungen je nach dem Alterungszustand verändert werden.
5. Eisessig-Wasserstoffsperoxyd	Eisessig 3 Teile Wasserstoffsperoxyd (30%) 1 Teil	Ätzdauer 6—15 sec.	Für Blei und die meisten Bleilegerungen.

Ätzmittelzusammenstellung für Blei und Bleilegierungen (Fortsetzung).

Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen	Anwendung
6. Eisessig-Wasserstoffsperoxyd	Eisessig 2 Teile Wasserstoffsperoxyd (30%) 1 Teil	Ätzdauer 8—15 sec.	Für Blei und Blei-Kalzium-Legierungen.
7. Überchlorsäure	Überchlorsäure 60 cm ³ Wasser 40 „	Für elektrolytisches Ätzen, Probe als Kathode, Platin als Anode.	Für Blei-Antimon bis 2% Sb, auch geeignet für Blei sowie zinnarme Bleilegierungen wenn nur eine leichte Ätzung erforderlich ist. Längeres Ätzen ergibt rauhe Schliffflächen.
8. Silbernitrat	Silbernitrat 5—10 g Wasser 95—90 cm ³	Ätzwaschen.	Für Lagermetalle.
9. Salpetersäure	Salpetersäure, konz. 50 cm ³ Wasser 50 „	Ätzdauer 5—10 min in kochender Lösung.	Makroskopisches Ätzmittel; für Lötstellen u. a.
10. Salpetersäure	Salpetersäure, konz.	Abwechselnd in Säure und fließendes Wasser tauchen. Wird die Säure durch anhaftendes Wasser zu stark verdünnt, neue Säure nehmen.	Für reines Blei.

c) Ätzverfahren für Blei-Kabellegierungen.

Die Herstellung von Schliffproben aus Bleilegierungen unter Verwendung von Meißeln oder Mikrotomen kommt besonders für Kabelschuhwerkstoffe in Frage. Über das Ätzen solcher Legierungen wird von BASSETT und SNYDER und SCHUHMACHER und BOUNTON berichtet. Die verwendeten Ätzmittel sind in der Zusammenstellung in Tabelle (S. 216) mit angeführt. Da die meisten mit Meißel oder Mikrotom hergestellten Schliffproben besonders bei schwachen Vergrößerungen Messerspuren zeigen, empfiehlt sich eine dem Ätzen vorausgehende Behandlung, bestehend in einem Abreiben der Probe mit Wattebausch, der in einer Mischung von Eisessig-Wasserstoffsperoxyd (3:1) getränkt ist. Hierdurch können die Messerspuren bis zu einem gewissen Grade entfernt werden.

α) Reines Blei. Für die Gefügeentwicklung von reinem Blei wird eine Mischung von 3 Teilen Eisessig und 1 Teil Wasserstoffsperoxyd (30%) empfohlen (nach LUCAS). Nach dem Ätzen wird in Wasser abgespült. Die Korngrenzen werden deutlich sichtbar.

β) Blei-Antimon (bis 2% Antimon). Das Verhältnis von Eisessig und Wasserstoffsperoxyd hängt von der Art der Ausscheidung und Verteilung des Antimons ab. Bildet sich beim Ätzen ein schwarzer Niederschlag auf der Schlifffläche, so ist Wasserstoffsperoxyd in größerer Menge zuzusetzen. Entsteht ein weißer Niederschlag, so ist die Eisessigmenge zu erhöhen. Am besten eignet sich folgendes Verfahren:

10—15 sec in einer Lösung von

Eisessig 30 cm³
Wasserstoffsperoxyd 10 „

ätzen, abspülen und den entstandenen schwarzen Niederschlag in folgender Lösung entfernen:

Eisessig	10 cm ³
Wasserstoffsuperoxyd	30 „

In diesen beiden Lösungen wird abwechselnd geätzt, bis das Gefüge deutlich entwickelt ist. Nach jedem Ätzen wird in Wasser abgespült.

Frisch geätzte Blei-Antimon-Schliffproben laufen leicht an, vor allem bei feuchtem Wetter. Eintauchen der Schliffprobe in verdünnte Seifenlösung nach dem Abspülen in Wasser läßt eine durchsichtige Haut auf der Schlifffläche entstehen, die weiteren Angriff durch die Luftfeuchtigkeit verhindert und bei der Betrachtung der Schliffprobe im Mikroskop nicht stört.

Starke Natriumhydroxydlösung entfernt sowohl die Anlaufschicht wie auch anhaftende Antimonteilchen.

γ) Blei-Kalzium. Für Blei-Kalzium-Legierungen eignet sich ebenfalls Eisessig-Wasserstoffsuperoxyd. Die geätzten Proben sind jedoch zuerst in Äthylalkohol, dann in Wasser abzuspolen. Die Behandlung mit Alkohol dient zur gründlichen Entfernung des Ätzmittels. Wenn gleich nach dem Ätzen in Wasser abgespült wird, läuft die frischgeätzte Schlifffläche leicht an.

Die Ätzung läßt feinste Einschlüsse und Gefügebestandteile der Legierungen sichtbar werden, eignet sich jedoch weniger zur Korngrenzenätzung. Diese wird besser durch Vorätzen mit Ammoniummolybdat (Tabelle S. 216) und Nachätzen mit Salpetersäure-Wasser 1:1 erreicht.

δ) Blei-Zinn. Mit Eisessig-Wasserstoffsuperoxyd geätzte Proben werden in einer Lösung von Äthylalkohol-Wasserstoffsuperoxyd 6:1 abgespült. Bei Mikrotomschnitten tritt leicht Rekristallisation der vom Messer gedrückten Oberfläche auf, in solchen Fällen ist längeres Ätzen (10—20 sec) erforderlich, um die oberflächliche Rekristallisationsschicht zu beseitigen.

III. Edelmetalle.

A. Platin, Palladium und Legierungen.

a) Vorbereitung der Schliffproben.

Angaben nach Metals Handbook über das Schleifen und Polieren von Edelmetallen im allgemeinen finden sich in Tabelle S. 174.

Bei der Herstellung von Platinschliffproben nach den üblichen Verfahren entsteht in der Regel eine starke Bearbeitungsschicht, die bei nachfolgendem Ätzen als gleichmäßig graue Oberfläche in Erscheinung tritt und keinerlei Gefüge-einzelheiten erkennen läßt. JEDELE empfiehlt deshalb, Platinbleche mit glatter Oberfläche nicht in üblicher Weise zu polieren, sondern ohne Vorbehandlung zu ätzen.

Nach Versuchen von JEDELE ist zur Gefügeentwicklung von geschliffenen und polierten Platinproben eine Glühung bei 1000° C erforderlich, um völlige Rekristallisation der Bearbeitungsschicht herbeizuführen. Die Temperatur der beginnenden Rekristallisation von Platin liegt bei 650° C, es gelingt jedoch erst bei Proben, die lange Zeit bei 900° C oder einige Minuten bei 1000° C gegläht werden, durch Ätzen mit kochendem Königswasser Kristallite sichtbar zu machen.

Die so behandelten Proben zeigen aber das Gefüge des geglähten, nicht des ursprünglichen Zustandes.

Wird die Bearbeitungsschicht jedoch durch ein geeignetes Vorpoliervfahren entfernt, beispielsweise durch trockenes Vorpoliieren mit Polierpaste (vgl. S. 27), so ist es möglich, nach anschließendem Feinpolieren auf raschlaufenden Samtscheiben mit Tonerde als Poliermittel den kristallinen Aufbau von Platin und Platinlegierungen durch Ätzen mit Königswasser ohne vorhergehende Glühung zu entwickeln. (A. MEYER, s. Abb. 49a bis h.)

Da die zu untersuchenden Proben von Edelmetallen meistens sehr geringe Abmessungen haben, ist es in der Regel notwendig, sie einzubetten. Da niedrigschmelzende Einbettmittel wegen der für Platin erforderlichen Heißätzverfahren nicht geeignet sind, kommen für diesen Zweck hauptsächlich Metallschliffhalter in Betracht. Wird jedoch statt der üblichen Ätzung mit kochendem Königswasser bei etwa 80° C und entsprechend längerer Ätzdauer geätzt, so können auch Kunstharz-Preßmassen ohne Füllstoffe zum Einbetten dienen. Diese haben den Vorteil, daß die Proben in der Einbettung unter Umständen mehrfach geätzt und abpoliert werden können.

b) Ätzverfahren für Platinmetalle und ihre Legierungen.

Von der Gruppe der Platinmetalle werden Rhodium, Ruthenium und Iridium von Königswasser nicht angegriffen, Platin wird durch längeres Ätzen mit kochendem Königswasser angegriffen. Palladium löst sich leicht in kaltem Königswasser, ferner in heißer Schwefelsäure, von kalter Salpetersäure wird es wenig, von heißer stärker angegriffen.

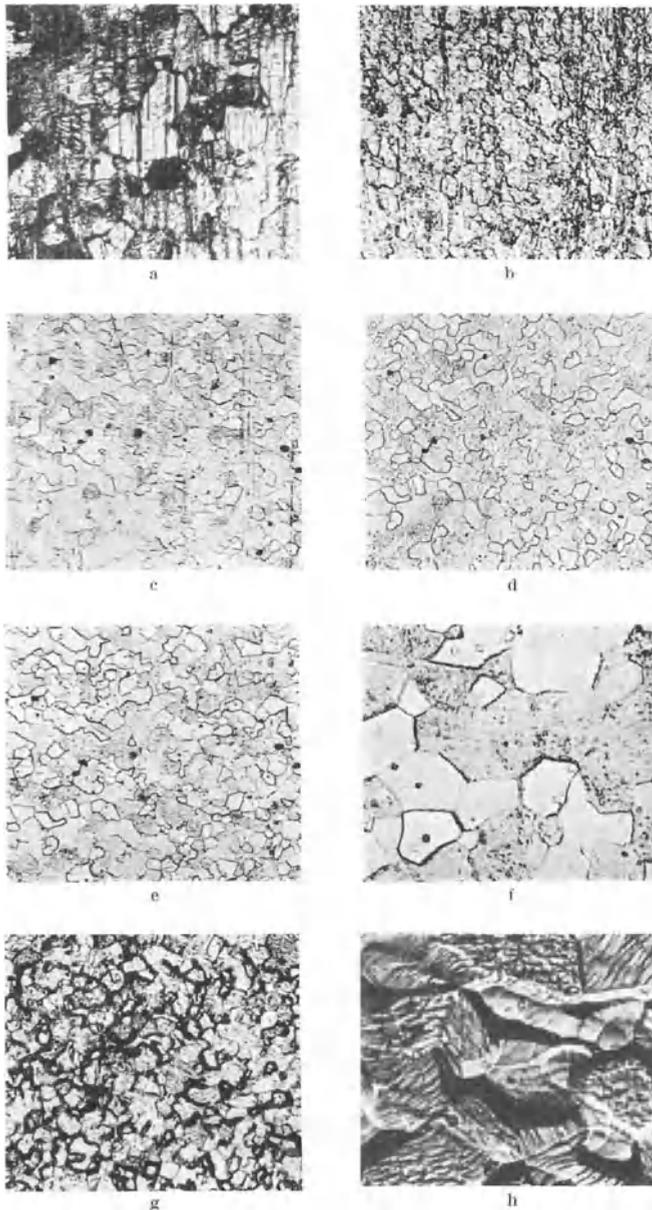
1. Ätzen mit Königswasser. Die Legierungen des Platins mit anderen Metallen dieser Gruppe werden hauptsächlich mit kochendem Königswasser geätzt, ausgenommen bei höheren Gehalten an Rhodium, Ruthenium, Osmium und Iridium. Der Angriff erfolgt durch Chlor im naszierenden Zustand, die Ätzung dauert je nach der Legierung Sekunden bis Minuten. Die Dauer hängt davon ab, ob Korngrenzen- oder Kornflächenätzung gewünscht wird. Die nachstehenden Angaben über Ätzverfahren beruhen hauptsächlich auf Mitteilungen aus der Versuchsanstalt der W. C. Heräus-Platinschmelze und einer Veröffentlichung von R. H. ATKINSON und A. R. RAPER.

Bei höheren Gehalten der Platinlegierungen an den schwer angreifbaren Edelmetallen sind Heißätzungen in geschmolzenen Salzen zur Gefügeentwicklung erforderlich.

2. Ätzen mit geschmolzenen Salzen. F. BECK empfiehlt für iridium- und rhodiumhaltige Platinlegierungen Heißätzung in geschmolzenen Chlornatrium, ein Verfahren, das einer Glühbehandlung gleichkommt und Rekristallisation der Bearbeitungsschicht bewirkt.

Chlornatrium wird in verdeckter Platinschale über einem Gebläse eingeschmolzen und in einen kleinen Graphittiegel unter gleichzeitiger starker Erhitzung desselben gegossen. Die Ätzung selbst erfolgt elektrolytisch und beruht auf dem starken Angriff des Chlors im naszierenden Zustand. Der Graphittiegel wird als Kathode geschaltet. Die Ätzdauer beträgt bei einer Stromdichte von 3 A/cm² und etwa 2,5 V Badspannung und bei einer Badtemperatur von 860° C 5—45 sec je nach der Zusammensetzung der Proben.

Die meist stäbchen- oder schmelzperlenförmigen Proben werden mit einem kräftigen Platindraht umwickelt und als Anode in das geschmolzene Chlornatrium getaucht.



Gefügeentwicklung von Platin und Platin-Rhodium durch Königswasser ohne eine dem Ätzen vorausgehende Glühung.

Abb. 49 a u. b. Querschnitte von Platin- und Platin-Rhodium-Drähten (0,5 mm) nach trockenem Vorpolieren von Hand auf Baumwolltuch mit Polierpaste (S. 219). Ätzmittel: kochendes Königswasser (5 min). Die Polierrichtung ist noch stark erkennbar, die Bearbeitungsschicht vom Schleifen ist aber bereits entfernt, denn die einzelnen Kristallite werden deutlich sichtbar. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 49 c, d, e. Platin-Rhodium-Draht nach dem Feinpolieren auf schnelldrehender Scheibe mit Samt und Tonerde. Gleiche Probenstelle nach verschiedener Ätzdauer in Königswasser auf Heizplatte bei etwa 80°C . (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 49 f. Wie Abb. 47 e. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 49 g u. h. Längeres Ätzen mit Königswasser bewirkt Kristallfigurenätzung. Zwischen den einzelnen Ätzungen wurde nicht abpoliert. Ätzdauer: Abb. 49 c 5 min, Abb. 49 d 10 min, Abb. 49 e u. f 15 min, Abb. 49 g u. h 25 min. (Vergr. $\times 200$ und $\times 1000$.)

ATKINSON und RAPER empfehlen für Platinlegierungen mit 10—30% Iridium zur Gefügeentwicklung Glühung im Sauerstoffstrom bei 900—1000° C. Für Legierungen mit hohen Gehalten an Iridium, Rhodium und Rhutenium werden Ätzungen mit schmelzflüssigem Kaliumbisulfat oder Kaliumhydroxyd und 10% Kaliumnitrat angegeben.

Kaliumbichromat im geschmolzenen Zustand (etwas über 300° C) entwickelt in wenigen Sekunden das Gefüge von Platin und Platinlegierungen.

e) Palladium und Palladiumlegierungen.

Für Palladium und palladiumreiche Legierungen eignen sich zur Gefügeentwicklung kalte Lösungen von Königswasser in Alkohol oder Glycerin, ferner kochende Salpetersäure.

In den heterogenen Legierungen des Palladiums, vor allem solchen, bei denen sehr große Potentialunterschiede zwischen den einzelnen Gefügebestandteilen bestehen, wird durch elektrolytische Ätzung mit 10proz. Milchsäure eine gute Gefügeentwicklung bewirkt. Die Ätzung gelingt am besten, wenn zu Anfang etwas verdünnte Salpetersäure zugesetzt und im Verlauf der Ätzung weitere Verdünnung des Elektrolyten vorgenommen wird, bis der Ätzangriff aufhört. Auf diese Weise werden blanke Schlißflächen erhalten, während Beibehaltung der Anfangskonzentration einen schwarzen, nichtentfernbaren Belag entstehen läßt. Elektrolytische Ätzungen von Palladiumlegierungen können auch mit Wasserstoffsperoxyd durchgeführt werden.

Palladium-Silber. Diese und andere leichter angreifbare Legierungen der Edelmetalle werden mit Ammoniak, mit Schwefelwasserstoff, mit Salzsäure und Salpetersäure, kaum mit Schwefelsäure geätzt. Ätzdauer längstens 5 min.

Bei vergütbaren Legierungen mit starken Ausscheidungen wird zunächst eine Schlißprobe des Werkstoffes im homogenen Zustand hergestellt, danach wird eine Wärmebehandlung zwecks Ausscheidung vorgenommen, bei der der unedlere Gefügebestandteil stärker oxydiert und dadurch im Gefügebild sichtbar wird. Die Ausscheidungstemperaturen liegen je nach der Art des Werkstoffes zwischen 400 und 700° C. (Nach Mittlg. der W. C. HERÄUS Platinschmelze.)

B. Gold und Goldlegierungen.

Außer den in Tabelle (S. 224) angegebenen Ätzmitteln für Gold und Goldlegierungen findet sich im Schrifttum noch eine Angabe von OURASSOW, derzufolge Salzsäure mit Bromzusatz das Gefüge von Gold entwickelt.

Nach A. SCHRADER eignet sich für Gold folgendes Ätzmittel:

Salpetersäure (1,40)	1 Teil
Salzsäure (1,19).	10 Teile

Die Schlißproben sind gut zu entfetten. Die Ätzung wird bei 30° C ausgeführt.

Nach W. J. CROOK ist eine Mischung gleicher Teile von 10proz. Zyankalium- und 10proz. Ammoniumpersulfatlösung dem Ätzen mit Königswasser vorzuziehen.

C. Silber und Silberlegierungen.

a) Vorbereitung der Schlißproben.

Reines Silber und silberreiche Legierungen sind wegen ihrer großen Weichheit schwierig zu polieren, die Schwierigkeiten sind jedoch nicht wesentlich größer als bei reinem Kupfer. Polieren mit einem Metallputzmittel auf Waschlleder wird als geeignet empfohlen, um brauchbare Schlißflächen herzustellen, aber auch

die üblichen maschinellen Polierverfahren unter Verwendung von Samtscheiben und Magnesiumoxyd oder Tonerde Nr. 3 als Poliermittel liefern einwandfreie Schliffflächen. Reichliche Anfeuchtung der Scheiben ist von Wichtigkeit. A. SCHRADER gibt an, daß sowohl beim Polieren wie beim Ätzen destilliertes Wasser zu verwenden ist.

Nach NORBURY kann auch mit einem Metallputzmittel auf Samtscheiben mit hoher Drehzahl poliert werden.

b) Ätzverfahren.

Im Schrifttum finden sich keine ins einzelne gehenden Angaben über das Ätzen von Silber. Die gebräuchlichen Ätzmittel sind aus Tabelle (S. 224) zu ersehen. Im Metalltechnischen Kalender werden angegeben: 1. Eisessig in Alkohol, 2. Jodlösung + Salzsäure, 3. Ammoniak + Wasserstoffsuperoxyd, 4. Anlaßverfahren zwecks Oxydation, 5. elektrolytisches Ätzen mit 10proz. Zitronensäure (nach ADCOCK).

Ferner finden folgende Ätzmittel Verwendung:

6. Alkoholische Jodlösung (5%). Die Ätzdauer liegt zwischen 45 und 150 sec. Nach GUILLET und COURNOT wird die beim Ätzen gebildete Oberflächenhaut in warmer Lösung von Natriumhyposulfit (NaHSO_2) gelöst.

Nach GUERTLER eignet sich das Ätzmittel für Legierungen von Silber-Blei und Silber-Antimon-Schwefel. Nach GUILLET und COURNOT für Silber-Zink und Silber-Kadmium.

7. Salpetersäure-Salzsäure. Im A.S.S.T.-Handbuch 1929 wird für Silber und Silberlegierungen folgendes Ätzmittel angegeben:

Salpetersäure 1 Teil, Salzsäure 1 Teil, Wasser 6 Teile.

8. Chromsäure-Schwefelsäure. Nach NORBURY ist nur so viel Chromsäure in Wasser aufzulösen, daß eine schwach gelbliche Färbung entsteht. Der Lösung werden einige Tropfen Schwefelsäure zugesetzt. Zu viel Chromsäurezusatz läßt auf der Schlifffläche eine Haut von Silberchromat entstehen, zu wenig ergibt gelbfleckige Ätzungen. Die Ätzung wird am besten mit einem in der Ätzlösung getränkten Wattebausch vorgenommen. Das Ätzmittel eignet sich besonders für Silber-Kupfer-Legierungen (hierzu ferner S. 223).

9. Chromsäure-Wasserstoffsuperoxyd. Nach MILLER eignet sich eine Lösung von Chromsäure und Wasserstoffsuperoxyd zum Ätzen von Silber und Silberlegierungen.

10. Chromsäure-Ammoniumnitrat. A. SCHRADER empfiehlt für Silber und Silberlegierungen abwechselndes Ätzen mit folgenden Lösungen:

a) Chromsäure 20 g, Wasser, dest. 100 cm³. b) Ammoniumnitrat 10 g, Wasser, dest. 100 cm³.

Die Ätzung erfolgt in kalter Lösung oder bei 50° C. Zuletzt ist in Lösung b zu ätzen.

11. Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd. Nach GLOCKER und WIDMAN ist folgende Lösung zur Gefügeentwicklung von Reinsilber geeignet:

Ammoniak (25%) 60 cm³, Wasserstoffsuperoxyd (3%) 15 cm³, Wasser, dest. 25 cm³.

c) Silber-Kupfer-Legierungen.

Zur Gefügeentwicklung der Legierungen mit homogenen Mischkristallen (bis 5% Cu) eignet sich nach R. H. LEACH und C. H. CHATFIELD folgendes Ätzmittel:

Lösung A: Kaliumbichromat.	2 g	Lösung B: Chromsäureanhydr.	20 g
Salpetersäure (verd. 1:1)	100 cm ³	Natriumsulfat	1,5 g
		Wasser	100 cm ³

1 Teil der Lösung A wird mit 20 Teilen Wasser verdünnt, dieser verdünnten Lösung wird ein gleiches Maßteil der Lösung B zugesetzt. Die Ätzung mit dieser Mischung wird mit einer weichen Kamelhaarbürste vorgenommen, die Schlißfläche der Probe überzieht sich mit einem Niederschlag aus rotem Silberchromat. Bleibt dieser Niederschlag körnig und haftet nicht an der Schlißfläche, so ist mehr von Lösung A zuzusetzen. Wird kein Chromat gebildet, so ist ein größerer Zusatz von Lösung B erforderlich.

Für Legierungen mit Eutektikum ist das Anlaßverfahren geeignet, es ist Ätzungen mit Kupferammoniumchlorid- oder Ammoniumpersulfatlösungen vorzuziehen.

Kalt gewalzte und geglühte Legierungen sind bei schwächeren Vergrößerungen schwer zu unterscheiden, da die Streckung des Eutektikums durch Glühung nicht aufgehoben wird. Für solche Proben empfiehlt C. S. SMITH Ätzen durch kathodische Zerstäubung, zur deutlichen Unterscheidung der kupfer- und silberreichen Mischkristalle.

GLOCKER und WIDMAN fanden bei Untersuchungen der Rekristallisationsvorgänge bei Silber-Kupfer-Legierungen (80/20) die Ätzung mit warmer Essigsäure (mit einigen Tropfen H_2O_2) sowie die für Reinsilber üblich Ammoniak-Wasserstoffsuperoxydätzung weniger geeignet. Ätzung mit 8proz. ammoniakalischer Tetramminkuprichloridlösung ermöglichte von $500^\circ C$ an aufwärts eine Untersuchung mit Ölimmersionsobjektiven. Die in das Eutektikum eingelagerten kupferreichen Mischkristalle erreichen erst bei Glühtemperaturen kurz unterhalb des Schmelzpunktes eine meßbare Größe.

d) Silber-Zinn-Quecksilber-Legierungen.

Das Polieren und Ätzen silberreicher Legierungen mit Zinn und Quecksilber bereitet Schwierigkeiten, da sich während des Polierens ein Oberflächenschleier bildet. Bei Legierungen mit dem γ_2 -Bestandteil tritt dieser gegenüber der stärker abgetragenen Grundmasse leicht zu stark hervor. L. V. GAYLER empfiehlt Ätzpolieren mit einer Paste, die mit verdünnter Ammoniumpersulfatlösung und ein paar Tropfen Ammoniak versetzt wird.

e) Silber-Antimon-Legierungen.

Silberreiche Silber-Antimon-Legierungen sind sehr brüchig, sobald der β -Bestandteil auftritt. Sorgfältiges Handsägen und Handschleifen verhindern das Ausbröckeln. Als Ätzmittel für Silber-Antimon-Legierungen empfehlen REYNOLDS und HUME-ROTHERY zur Entwicklung des α -Gefüges eine Mischung von Chrom-Schwefelsäure. Die Gegenwart abgeschreckter Liquidusreste wird besser durch Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd nachgewiesen, da dieses Ätzmittel den α -Bestandteil nur langsam, die Liquidusreste aber rasch angreift. In Legierungen mit α - und β -Bestandteil erscheint der letztere beim Ätzen mit Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd bräunlich oder bläulich gegen den helleren α -Bestandteil.

Nur aus β -Kristallen bestehende Legierungen werden am besten mit einer Mischung aus Chromsäure-Salpetersäure geätzt, diese Lösung eignet sich auch zur Bestimmung der β/β - γ -Löslichkeitslinie.

f) Silber-Beryllium-Legierungen.

Nach SLOMAN wird das Gefüge von Silber-Beryllium-Legierungen ohne Ätzung deutlich sichtbar.

D. Zusammenstellung von Ätzmitteln für Edelmetalle.

Nach A.S.T.M.-Standards E 3 1936.

Ätzlösungen	Zusammenstellung	Bemerkungen	Anwendung
1. Zyankalium-Ammoniumpersulfat	A Zyankalium, 5proz. Lösung . . . 1 Teil Ammoniumpersulfat, 5proz. Lösung . . . 1 „ B Zyankalium, 10proz. Lösung . . . 1 „ Ammoniumpersulfat, desgl. 1 „ C Zyankalium, 20proz. Lösung . . . 1 „ Ammoniumpersulfat, desgl. 1 „	1—2 min ätzen. Zusatz von 2—3% Jodkalium bewirkt rascheren Ätzangriff. Ätzdauer $\frac{1}{2}$ —3 min. Vor Gebrauch frisch ansetzen.	Reines Silber. Gold. Langsam wirkendes Ätzmittel für Palladium und zahntechnische Legierungen.
2. Kaliumbichromat-Chromsäure	A Salpetersäure 1:1 .100 cm ³ Kaliumbichromat. . . 2 g B Chromsäureanhydr. . 20 g Natriumsulfat . . . 1,5 g Wasser 100 cm ³	Lösung A mit 20facher Wassermenge verdünnen und die gleiche Menge von B zusetzen. Mit Kamelhaarbürste ätzen, nichthaftender Überzug von rotem Silberchromat entsteht, falls festhaftend, mehr A zusetzen, entsteht kein Niederschlag, mehr B hinzufügen.	Für Silberlegierungen.
3. Chrom-Schwefelsäure	Wässrige Lösung von je 0,2% Chromsäure und Schwefelsäure.	Ätzdauer 1 min.	Für Silberlegierungen.
4. Elektrolytisches Ätzen	A 1proz. Flußsäurelösung mit geringem Zusatz von Zinnchlorür. B Verdünnte Lösung von Salzsäure, Zyankalium oder Zyankalium + Jodkalium.		Für Silber-Zinn-Legierungen mit mehr als 73% Silber. Gelegentlich für Gold geeignet.
5. Jod	50proz. wässrige Lösung von Jod und Jodkalium.	Falls auf der Oberfläche von Gold-Silber-Legierungen eine Haut aus Jodsilber entsteht, kann diese mit Zyankaliumlösung entfernt werden.	Goldlegierungen.
6. Königswasser	A Wenig verdünnte Lösung. B Konzentrierte Lösung. C In Glycerin. D Salpetersäure . . . 1 Teil Salzsäure 5 Teile Wasser 6 Teile	Ätzdauer 5 min in warmer Lösung.	Reines Platin. Für Silber, Platin, Gold und alle goldreichen Legierungen.
7. Kaliumsulfid		Heiß anwenden.	Gold-Nickel-Legierungen.
8. Salzschnmelzen	Kaliumhydroxyd + 10% Kaliumnitrat oder Kaliumbisulfat.	In schmelzflüssigem Salz ätzen.	Für Platin, wenn Königswasser nicht angreift.
9. Salpetersäure	Konzentriert.	Heiß anzuwenden.	Für Palladium.
10. Ammoniak-Wasserstoff-superoxyd	Ammoniak. 5 Teile Wasserstoffsuperoxyd 1—3 Teile	Eintauchen.	Für Silber oder Silber-Palladium-Legierungen.

IV. Leichtmetalle.

A. Aluminium und Aluminiumlegierungen.

a) Vorbereitung von Schlißproben.

Aluminiumproben müssen mit möglichst geringem Druck gesägt werden. Ebenso ist beim Feilen, Schleifen und Polieren darauf zu achten, daß keine zu starke Bearbeitung der Schlißfläche eintritt. E. KÄPERNICK empfiehlt die Verwendung grob gezahnter Metallsägen, da fein gezahnte sich leicht vollsetzen. Gut vorgefeilte Schlißproben verringern die Schleifarbeit sehr. Besonders bewährt haben sich gefräste Feilen.

1. Schleifen. Beim Schleifen gehen die verschiedenen Erfahrungen dahin, daß das Handschleifen dem maschinellen Schleifen auf Schleifscheiben vorzuziehen ist, vor allem um einem Erwärmen der Proben vorzubeugen. Je weicher die zu schleifende Aluminiumprobe ist, um so mehr Zwischenstufen von Schmirgelkörnungen sind zu benutzen. Bei ungeeigneter Schleiftechnik drücken sich leicht Schmirgelkörner in die weiche Schlißfläche. Vielfach wird das Schmirgelpapier mit einer Lösung von Paraffin in Benzol oder mit Paraffinöl getränkt. Nach CHOULANT wird dasselbe Ergebnis durch Überreiben des Schmirgelpapiers mit festem Paraffin erzielt. Nach A. SCHRADER hat sich Schleifen auf Schmirgelpapier mit flüssigem Bohnerwachs bewährt. A. BLUMENTHAL empfiehlt, nur die letzte, bereits abgeschliffene Schmirgelpapierkörnung mit etwas Petroleum zu benetzen, da sich erwiesen hat, daß längeres Schleifen mit Petroleum die Schlißflächen zu stark aufraut.

Herstellung von Aluminiumschlißproben mittels Mikrotom. KEITH empfiehlt die Anwendung des Mikrotomverfahrens für Reinaluminiumproben. So hergestellte Schlißproben genügen für laufende Untersuchungen, die geschnittenen und danach polierten Schlißflächen sind besser als die mit den üblichen Verfahren erzielten, aber nicht so gut wie mit besonderer Sorgfalt und Übung hergestellte Schlißflächen. Harte Gefügebestandteile werden beim Schneiden leicht überschmiert und sind infolgedessen bei der Betrachtung der Schnittfläche im Mikroskop nicht sichtbar.

2. Vorpulieren. Sehr wichtig für die Herstellung einwandfreier Aluminiumschlißproben ist ein dem Feinpolieren vorangehendes Vorpulieren, das auf verschiedene Weise vorgenommen werden kann:

α) auf tuchbespannten langsamlaufenden Horizontalscheiben (150 Umdr/min), die mit Stückenseife eingerieben und mit 60 min geschlammtem Schmirgel bestreut werden. Bei härteren Legierungen folgt ein weiteres Vorpulieren auf Tuchscheibe mit rascherer Umdrehung. Poliermittel Magnesiumoxyd und Wasser (nach A. SCHRADER);

β) auf filzbespannten Horizontalscheiben mit höchstens 200 Umdr/min und einem Brei aus 60 min geschlammtem Schmirgel mit Alkohol oder Spiritus. Es ist mit leichtem Druck, wenig Schmirgel und starker Anfeuchtung zu arbeiten, da die Schlißflächen sonst aufgeraut werden (nach A. BLUMENTHAL);

γ) auf mit festem weichen Dicktuch bespannten Scheiben mit 1000 bis 1500 Umdr/min und einer Polierpaste (z. B. Schleiferstolz L.P.W.) (nach E. KÄPERNICK);

δ) auf feinem weichbehaarten Baumwollfries mit Glasunterlage und Polierpaste durch Handpolieren. Am besten werden zwei Tücher und zwei Pasten, eine gröbere und eine feinere, verwendet (Dujardin-Paste Nr. 1 und 2 für Aluminium) (nach A. MEYER).

3. Feinpolieren oder Fertigpolieren. Für die Beseitigung der letzten feinen Kratzer vom Vorpolieren werden folgende Verfahren empfohlen:

α) Polieren auf Duvetine (samartiges Baumwoll- oder Seidengewebe), das über tuchbespannte Scheiben mit 250—300 Umdr/min gespannt wird. Als Poliermittel dient eine Aufschwämmung von heißem Wasser und Magnesiumoxyd mit 1 g und mehr weinsaurem Ammonium je Liter. Für das Polieren kupferhaltiger Aluminiumlegierungen ist dem Poliermittel etwas weinsteinsaures Ammonium zuzusetzen, um einem Anlaufen des kupferhaltigen Bestandteils vorzubeugen (nach A. SCHRADER).

β) Polieren auf tuchbespannten Scheiben mit 1000 Umdr/min, als Poliermittel Tonerde und Spiritus. Die Ergebnisse sind um so besser, je länger poliert wird, wobei Tuch und Schlißprobe sehr feucht zu halten sind (nach A. BLUMENTHAL).

γ) Polieren auf Scheiben mit festem weichen Dicktuch mit 1000—1500 Umdr/min. Als Poliermittel dient Magnesia usta ponderosum, sechsfach mit Wasser verdünnt. Polierdauer etwa 15 min. Bei härteren Schlißproben kann die Dauer verkürzt und das Vorpolieren unter Umständen ausgelassen werden. Anfangs ist am äußeren Scheibenrand, allmählich mehr nach der Mitte zu, zu polieren. Die Schlißproben sind zuerst gleichmäßig fest, dann nur leicht anzudrücken. Zum Schluß des Polierens kann mit stärkerer Verdünnung des Magnesiumoxyds (1:20) gearbeitet werden. Feinster Hochglanz wird auf einer besonderen Scheibe, die nur mit wenigen Tropfen Spiritus angefeuchtet wird, erzielt (nach E. KÄPERNICK).

δ) Polieren von Hand auf leder- oder samtbespannter Glasscheibe mit einem dicken Brei von Tonerde Nr. 3 und Wasser oder Polieren auf sehr langsamlaufender Horizontalscheibe (80 Umdr/min) mit Samtbespannung und automatischer Vorrichtung zum Halten der Schlißproben. Poliermittel Tonerde Nr. 3 mit einer Mischung aus Spiritus und Wasser (1:1). Nicht länger als 5—10 min polieren, um Reliefbildung zu vermeiden (nach A. MEYER).

4. Weiterbehandlung der polierten Proben. Die polierten Schlißproben werden mit Watte unter fließendem Wasser von Poliermittelspurens befreit, in Alkohol getaucht und mit sauberem Handtuch oder Föhn getrocknet.

Zur Entfernung des oft bei sorgfältigstem Polieren noch bleibenden leichten Mattschleiers empfiehlt DIX Abtupfen mit einem in 0,5proz. Flußsäure getränkten Wattebausch. V. FUSS gibt für den gleichen Zweck ein Verreiben von gepulvertem Ammoniakalaun auf der Polierscheibe an oder ein Tränken derselben mit einer 20proz. Lösung.

Polierte Proben sind am besten ohne Zwischentrocknung zu ätzen oder, falls eine mikroskopische Untersuchung der ungeätzten Proben vorgenommen wurde, vor dem Ätzen nochmals kurz zu polieren. Längeres Liegenlassen polierter Schlißproben an Luft oder auch im Exsikkator ist zu vermeiden, da einzelne Bestandteile anlaufen, wodurch ihre kennzeichnende Eigenfarbe überdeckt wird.

b) Ätzverfahren zur Entwicklung des Makrogefüges.

1. Flußsäure-Salzsäure. Nach CZOCHRALSKI eignet sich folgendes Verfahren zur Entwicklung des Makrogefüges von Aluminium und Aluminiumlegierungen:

Vorätzen in 10—20proz. wässriger Flußsäure, bis die Schlißprobe eine matte Oberfläche zeigt. Als Ätzgefäß dient eine Blei- oder Hartgummischale. (Es ist möglichst unter einem Abzug zu arbeiten, da Flußsäure die Schleimhäute stark angreift.)

Nachätzen in konz. Salzsäure zur Verstärkung der Korngegensätze. Ätzdauer wenige Sekunden. Die Nachätzung kann mehrfach wiederholt werden, bis das gewünschte Ergebnis erreicht ist.

FLICK vereinfachte das Verfahren durch Mischung beider Säuren:

15 cm³ Salzsäure,
10 „ Flußsäure,
90 „ dest. Wasser.

Beim Ätzen kupferhaltiger Legierungen ist bei beiden Makroätzverfahren Nachbehandlung mit Salpetersäure (1:1) notwendig, um den entstandenen Niederschlag zu entfernen.

2. Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure. TUCKER gibt als Makroätzmittel folgende Mischung an:

45% Salzsäure,
15% Salpetersäure,
25% Flußsäure,
25% Wasser.

Durch Erwärmen dieser Lösung kann die Geschwindigkeit des Ätzangriffs erhöht werden, ohne daß das Ätzergebnis darunter leidet. Das Ätzmittel liefert auch bei unvorbereiteten Proben wie Oberflächen von Kokillenguß- und Spritzgußproben gute Ätzungen. Für gewöhnlich werden die für Makroätzungen bestimmten Flächen auf Schmirgelstein oder grobem Schmirgelpapier geschliffen und mit Tetrachlorkohlenstoff entfettet. Das Ätzmittel wird rasch und gleichmäßig über die Probe gegossen. Während des Ätzens ist die Schlißfläche mit einem weichen Lappen oder einer weichen Bürste ständig abzureiben, um den entstehenden schwarzen Niederschlag zu entfernen. Sobald der gewünschte Ätzgrad erreicht ist, wird die Probe in warmem Wasser abgespült und getrocknet. Das TUCKERSCHE Ätzmittel liefert gleichmäßige Ätzungen, auch bei längerem Ätzen tritt kein Lochfraß auf. Zur Verstärkung der Gegensätze kann der Gehalt an Salpetersäure erhöht werden, besonders wenn die Probe zu dunkel erscheint. Ist sie zu hell und gegensatzlos, so wird der Gehalt an Salpetersäure verringert und mehr Salzsäure zugesetzt.

VAN ARKEL empfiehlt folgendes Verfahren für Makroätzung:

Einige Sekunden vorätzen in Flußsäure bis zur deutlichen Wasserstoffentwicklung, dann Nachbehandlung in einer Mischung von Salzsäure und Salpetersäure im Verhältnis 2:1, in der etwas Aluminium aufgelöst wurde. Die Probe bleibt bis zur starken Gasblasenentwicklung in der Lösung und wird dann in kaltem Wasser abgespült.

3. Natriumhydroxyd. Nach CZOCHRALSKI eignet sich als Makroätzung das nachstehende Verfahren:

Vorätzen mit Natriumhydroxydlösung (10—20%),
Nachätzen mit Flußsäure.

c) Makroätzverfahren für Aluminium und Aluminiumlegierungen.

Werkstoff	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen
1. Reinaluminium u. Al-Legierungen	Flußsäure-Salzsäure (CZOCHRALSKI).	1. 10—20% Flußsäure in Wasser. 2. Konz. Salzsäure.	Vorätzen, bis Schlifffprobe matte Oberfläche zeigt. Nachätzung von wenigen Sekunden, die mehrfach wiederholt werden kann.
2. „	Flußsäure-Salzsäure (FLICK).	Salzsäure 15 cm ³ Flußsäure 10 „ Wasser 90 „	10—20 sec eintauchen, in warmem Wasser nachspülen und kurz in konz. Salpetersäure tauchen.
3. „	Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure (TUCKER).	Salzsäure, konz. 45 cm ³ Flußsäure, konz. 15 „ Salpetersäure, konz. . . . 15 „ Wasser 25 „	Eintauchen, erwärmen beschleunigt den Angriff. Auch für Oberflächen von Kokillen- und Spritzguß geeignet. Während des Ätzens mit weicher Bürste abreiben.
4. „	Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure (v. ARKEL)	1. Flußsäure. 2. Salzsäure-Salpetersäure 2:1 mit etwas metallischem Aluminium.	Einige Sekunden vorätzen. Eintauchen bis zur starken Gasblasenentwicklung mit kaltem Wasser abspülen.
5. „	Natriumhydroxyd-Flußsäure (CZOCHRALSKI).	1. 10—20proz. Natriumhydroxydlösung. 2. Flußsäure.	Vorätzen. Für kurze Nachbehandlung.
6. „	Natriumhydroxyd-Salpetersäure (PORTEVIN u. BASTIEN).	1. 10proz. Natriumhydroxydlösung. 2. 10proz. Salpetersäurelösung	Vorätzen mit heißer Lösung. Geätzte Fläche erscheint silberblank.
7. Reinaluminium	Eisenchlorid-Flußsäure (v. ZEERLEDER).	a) Eisenchlorid. 10 g Wasser, dest. 100 cm ³ b) Flußsäure (40%) . . . 0,5 „ Wasser, dest. 100 „	Mischung gleicher Teile von Lösung a und b.
8. Rein- u. Reinstaluminium	Natriumsulfat-Chromsäure (CZOCHRALSKI).	Natriumsulfat (16%) . . . 50 cm ³ Chromsäure (10%) 3 „ Salzsäure (1,19) 15 „ Wasser, dest. 30 „	Chromsäurelösung erst kurz vor Gebrauch zusetzen und nach Bedarf erhöhen.
9. Reinaluminium u. Al-Cu-Mg	Schwefelsäure-Flußsäure-Salzsäure (Société de Duralumin).	Wasser 80 cm ³ Schwefelsäure 10 „ Flußsäure 10 „ Wasser 75—70 cm ³ Schwefelsäure 10 „ Salzsäure 15—20 „	Reinaluminium für große Proben. Al-Cu-Mg für große Proben.
10. Al-Cu-Mg	Schwefelsäure-Natriumfluorid (SUTTON u. PEAKE).	Wasser 90 cm ³ Schwefelsäure 10 „ Natriumfluorid. 1 g	Eintauchen 10 min bei Raumtemperatur. Nachbehandeln mit 50proz. Salpetersäure.

Makroätzverfahren für Aluminium und Aluminiumlegierungen (Fortsetzung).

Werkstoff	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen
11. Al-Cu-Mg	Phosphorsäure-Flußsäure (SUTTON u. PEAKE)	Orthophosphorsäure (1,5) 20 cm ³ Wasser 80 „ Flußsäure 0,5 „	5 min eintauchen, mit 50proz. Salpetersäure nachbehandeln. Wenn die Ätzwirkung nachläßt, weitere 0,5 cm ³ Flußsäure zusetzen.
12. Reinaluminium u. Al-Cu-Mg	Phosphorsäure-Flußsäure (Société de Duralumin).	Phosphorsäure 10 cm ³ Flußsäure 5 „ Wasser 85 „	Etwa 1/2 Stunde eintauchen.
13. Al-Si	Kupferchlorid (HUMEROTHÉRY).	Kupferchlorid . 150—160 g Wasser 1000 cm ³	Für kleine Proben 5—10 sec bis zur lebhaften Gasentwicklung. Entstandenen schwarzen Niederschlag mit Bürste entfernen. Ätzen und Abwaschen nach Bedarf wiederholen.
14. Reinaluminium und Al-Leg. besonders für Schweißungen	Kupferammonchlorid-Eisenchlorid (ADLER)	Wasser, dest. 25 cm ³ Kupferammonchlorid . 3 g Salzsäure (1,19) . . . 50 cm ³ Eisenchlorid 15 g	Zuerst Kupfersalz auflösen, bevor Salzsäure und Eisenchlorid zugeetzt werden.

Nach PORTEVIN und BASTIEN können auch die für kupferhaltige Aluminiumlegierungen üblichen Beizlösungen als Makroätzmittel dienen:

Vorätzen mit heißer 10proz. Natriumhydroxydlösung,

Nachätzen mit 10proz. Salpetersäurelösung.

Die geätzte Fläche zeigt ein silberblankes Aussehen.

4. Schwefelsäure-Flußsäure-Salzsäure. Als Makroätzmittel für große Proben aus Reinaluminium und Al-Cu-Mg werden von der Société de Duralumin (nach PORTEVIN und BASTIEN) folgende Lösungen angegeben:

für Reinaluminium		für Al-Cu-Mg	
Schwefelsäure	10%	Schwefelsäure	10%
Flußsäure	10%	Salzsäure	15—20%
Wasser	80%	Wasser	75—70%

Die Angaben gelten für Maßteile.

5. Schwefelsäure-Natriumfluorid. Für Aluminium-Kupfer-Magnesium-Legierungen empfehlen SUTTON und PEAKE folgendes Makroätzmittel:

Natriumfluorid	1 g
Schwefelsäure	10 cm ³
Wasser	90 „

Natriumfluorid ist leichter zu handhaben und weniger kostspielig als Flußsäure, es kann in Pulverform in Glasbehältern aufbewahrt werden.

Ein Anwärmen der Probe vor dem Ätzen ist nicht erforderlich. Die Ätzung erfolgt durch Eintauchen bei einer Ätzdauer von etwa 10 min bei Raumtemperatur. Nach Abspülen in Wasser wird die Probe kurz in eine 50proz. Salpetersäurelösung getaucht und wieder abgespült.

Es genügt, die Proben durch spanabhebende Werkzeuge vorzuschlichten. Klarere Ätzungen werden erzielt, wenn bis zur Schmirgelkörnung 0 geschliffen wird.

6. Phosphorsäure-Flußsäure.

Orthophosphorsäure (1,5)	20	cm ³
Wasser	80	„
Flußsäure	0,5	„

Dieses Ätzmittel wird ebenfalls von SUTTON und PEAKE für Al-Cu-Mg-Legierungen angegeben.

Die Probe wird etwa 5 min in die Ätzlösung getaucht und ebenfalls mit 50proz. Salpetersäurelösung nachbehandelt. Läßt das Ätzmittel in seiner Wirkung nach, so können weitere 0,5% Flußsäure zugesetzt werden.

Die Société de Duralumin gibt als Makroätzmittel für kleine Proben aus Reinaluminium und Al-Cu-Mg-Legierungen folgende Lösung an:

Phosphorsäure	10	cm ³
Flußsäure	5	„
Wasser	85	„

Zusammensetzung und Wärmebehandlung der Proben sowie das Verhältnis von Probengröße und Menge der Ätzflüssigkeit beeinflussen die Ätzdauer, die durchschnittlich etwa $\frac{1}{2}$ Stunde beträgt.

7. Eisenchlorid-Flußsäure. Nach v. ZEERLEDER ist eine Mischung von gleichen Teilen Eisenchlorid- und Flußsäurelösung als Makroätzmittel für Reinaluminium geeignet:

Lösung a: Eisenchlorid	10	g
Wasser, dest.	100	cm ³
Lösung b: Flußsäure (40%)	0,5	„
Wasser, dest.	100	„

8. Natriumsulfat-Chromsäure. Für Reinst- und Reinaluminium gibt CZOCHRALSKI folgendes Makroätzmittel an:

Natriumsulfatlösung (16proz.) . . .	50	cm ³
Chromsäurelösung (10proz.)	3	„
Salzsäure (1,19)	15	„
Wasser, dest.	30	„

Die Chromsäurelösung ist erst kurz vor Gebrauch zuzusetzen, ihr Gehalt kann nach Bedarf erhöht werden.

9. Kupferchlorid. Das Makrogefüge von Aluminium-Silizium-Legierungen ist schwierig zu entwickeln, da die meisten Ätzmittel die Grundmasse angreifen, ohne besondere Gegensätze zu entwickeln. HUME-ROTHERY empfiehlt für diese Legierungen folgendes Makroätzmittel:

150—160 g Kupferchlorid auf 1 l Wasser.

Die Probe wird mit dieser Lösung bis zur lebhaften Gasentwicklung geätzt, etwa 5—10 sec, danach in Wasser abgespült. Der entstandene KupfERNIEDERSCHLAG wird mit einem Lappen oder einer Bürste entfernt. Dieser Niederschlag sieht schwarz aus, wenn die Zusammensetzung des Ätzmittels genau eingehalten wird. Das Ätzen und Abwaschen wird so oft wiederholt, bis das Makrogefüge deutlich entwickelt ist. Ungleiche KupfERNIEDERSCHLÄGE können durch Abtrocknen der Probe nach jedem Abwaschen vermieden werden. Haftet der KupfERNIEDERSCHLAG zu fest, so ist die Probe leicht auf Schmirgelpapier der Körnung I F abzureiben oder mit Salpetersäure nachzubehandeln. Zu dunkel erscheinende SchliFFflächen können durch Behandlung mit verdünnter Chromsäure aufgehellt werden.

Oberflächen von Sandgußproben lassen sich mit diesem Ätzmittel gut ätzen. Schliffproben werden bis zur Körnung 1 F geschliffen, Anwendung feinerer Körnungen ist nicht erforderlich. Oberflächen von Kokillengußproben können ebenfalls bis zur Körnung 1 F geschliffen werden.

Zur Entwicklung des Tannenbaumgefüges in den einzelnen Kristalliten können die Proben poliert werden, die Kristallite heben sich jedoch dann weniger deutlich voneinander ab.

Das Ätzmittel eignet sich für Makroätzungen von Sand- und Kokillengußproben mit 5, 10 und 11% Silizium im unveredelten und veredelten Zustand.

d) Ätzverfahren für mikroskopische Untersuchungen.

Das Entwickeln des Gefüges von Aluminium und seinen Legierungen für mikroskopische Untersuchungen geschieht vielfach mit den gleichen Ätzmitteln, wie sie für Makroätzungen gebräuchlich sind, jedoch ist die Ätzdauer sehr viel kürzer. Zur Vermeidung von Ätzstörungen müssen nach Möglichkeit Ätzzangen mit Gummiüberzug oder Aluminiumschuhen verwendet werden.

Die Ätzmittel für Kleingefügeuntersuchungen von Aluminium und seinen Legierungen gliedern sich in zwei Gruppen. Die eine dient zur Entwicklung der Korngrenzen und Kornflächen, die andere der Unterscheidung und Erkennung von Sonderbestandteilen.

Ätzmittel zur Gefügeentwicklung.

1. Natriumhydroxyd. Wässrige Lösungen mit 5—20% Natriumhydroxyd sind gebräuchlich für die Gefügeentwicklung. Als Korngrenzenätzmittel für Reinaluminium wird eine 20proz. Lösung bei einer Ätzdauer von 1 min empfohlen. Bei einer Ätztemperatur von 70° C genügen 5 sec. Bei Vorhandensein von Al_3Fe in den Korngrenzen verkürzt sich die Ätzdauer um etwa die Hälfte. Der beim Ätzen von kupferhaltigen Legierungen entstehende schwarze Niederschlag wird durch Abwaschen der Schliffprobe in Wasser oder sofortiges Eintauchen in konz. Chrom- oder Salpetersäure entfernt.

Für zinkhaltige Aluminiumlegierungen eignet sich nach dem A.S.S.T.-Handbuch eine 10proz. Natriumhydroxydlösung. Diese Legierungen können auch mit 4proz. alkoholischer Salpetersäure geätzt werden.

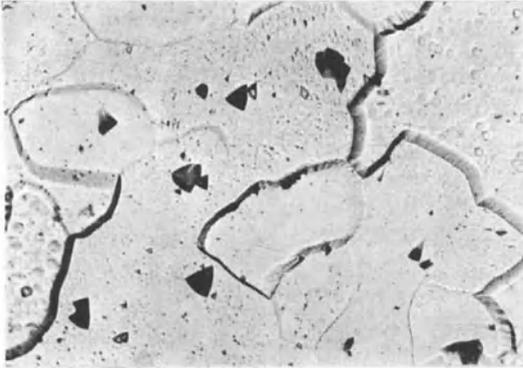
Zusatz von Alkohol zu den wässrigen Natriumhydroxydlösungen verlangsamten den Ätzangriff. Rein alkoholische Lösungen greifen sehr langsam an.

2. Flußsäure. Wässrige Flußsäurelösungen sind besonders geeignet für die Gefügeentwicklung von Aluminium und seinen Legierungen. Das zuerst von BRISLEE angegebene Ätzmittel, eine 12proz. wässrige Lösung, wurde verschiedentlich abgeändert.

Mit Flußsäure geätzte Schliffproben sind stets mit einem grauen bis schwarzen Niederschlag bedeckt und erfordern deshalb eine Nachbehandlung mit Chrom- oder Salpetersäure. Das Ätzmittel neigt außerdem zu Ätzgrubenbildung.

Nach DIX und KEITH eignet sich eine 0,5proz. Lösung zur Entwicklung des Kleingefüges bei Reinaluminium sowie bei Legierungen. Ätzdauer 5—10 sec. Nach A. SCHRADER ist zur Entwicklung von Korngrenzen und Gleitlinien bei Reinstaluminium abwechselndes Ätzen und Polieren bis zu 1 Stunde erforderlich.

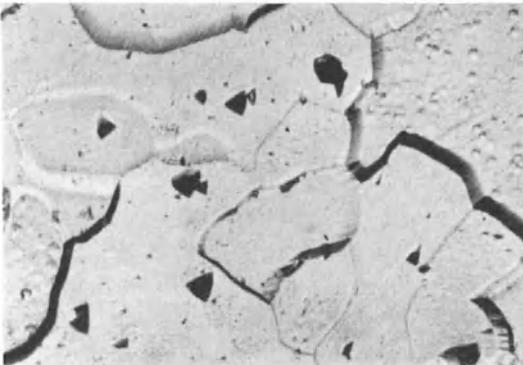
3. Flußsäure-Salpetersäure-Glyzerin. VILELLA entwickelte dieses Ätzmittel in dem Bestreben, gleichzeitig eine Entwicklung des Gefüges und eine Unterscheidung



a



b



c

Korngrenzenätzung bei Aluminium-Kupfer-Magnesium.

Abb. 50a—c. Ätzmittel: VILELLASche Lösung (S. 231).
(Vergr. $\times 1000$.)

Bei kurzer Ätzdauer wirkt das Ätzmittel in ähnlicher Weise wie alkoholische Salpetersäure beim Ferrit, es erfolgt ein Kristallabbau ohne Aufrauung der Kornflächen. Längeres Ätzen läßt Kristallfiguren sichtbar werden. Die Abbildungen zeigen die gleiche Probenstelle in verschiedener Beleuchtung und lassen deutlich die verschiedene Höhenlage der einzelnen Körner erkennen. Zwischen Kristalliten mit fast gleicher Orientierung sind die Grenzlinien nur angedeutet. a Lichteinfall senkrecht, b von oben, c von unten.

der Sonderbestandteile zu ermöglichen. In wässrigen Lösungen wird die stark angreifende Wirkung der Flußsäure durch das Hinzukommen von Salpetersäure in solchem Maße gesteigert, daß die Sonderbestandteile völlig herausgeätzt werden, bevor das Gefüge in befriedigender Weise entwickelt werden kann. Glycerin verringert wegen seiner hohen Viskosität die Geschwindigkeit der Ionen und Moleküle in ihm gelöster Elektrolyte, vor allem aber werden diese selbst weniger dissoziiert, als wenn sie in Wasser gelöst sind, dadurch wird die angreifende Wirkung des Säuregemisches gemäßigt.

In der nachstehend angegebenen Zusammensetzung eignet sich das Ätzmittel ausgezeichnet für die Gefügeentwicklung wie auch für den Nachweis einer Anzahl laufend vorkommender Sonderbestandteile. Es greift hauptsächlich die aluminiumreiche Grundmasse an. Von den Sonderbestandteilen werden einige nicht angegriffen und behalten ihre Eigenfarbe, andere werden dagegen leicht angeätzt und nehmen eine kennzeichnende Färbung an:

Salpetersäure	1 Teil
Flußsäure	1 Teil
Glycerin	3 Teile

Zur möglichst klaren Entwicklung der Korngrenzen eignet sich am besten das Verfahren des abwechselnden Polierens und Ätzens. Das Ätzmittel greift zuerst die aluminiumreiche Grundmasse an und macht infolgedessen die durch Kristallseigerung verursachte ungleichmäßige Kristallitzusammensetzung in Gußproben sichtbar.

Da der Angriff des Ätzmittels im Anfang langsam erfolgt, wird die Schliﬀprobe zuerst in heißem Wasser vorgewärmt und ohne Zwischentrocknung in die Ätzlösung gebracht. Das anhaftende Wasser beschleunigt den Ätzangriff.

4. Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure. DIX und KELLER empfehlen für Kornflächenätzung von kupferhaltigen Aluminiumlegierungen folgende Lösung:

Flußsäure, konz. (40%)	1,0 cm ³	Salpetersäure, konz.	2,5 cm ³
Salzsäure, konz.	1,5 „	Wasser	95 „

Ätzdauer etwa 10—20 sec. Nach dem Ätzen wird die Schliﬀprobe in heißem Wasser abgespült und am Föhn getrocknet. Beim Trocknen durch Abwischen entstehen leicht Flecke.

E. KÄPERNICK empfiehlt eine von FUSS angegebene Mischung der vorgenannten Säuren in folgenden Verhältnissen:

Wasser	2000 cm ³	Salpetersäure (1,40)	15 cm ³
Salzsäure (1,19)	50 „	Flußsäure, rein, handelsübl. (40%)	15 „

Die Mischung wird kalt verwendet. Die Ätzdauer beträgt bei:

- Reinaluminium und Aluminiumlegierungen ohne Kupfer 2—5 min
(Nach A. SCHRADER ist zur Korngrenzenentwicklung bei Reinstaluminium mehrere Minuten bis zu 1 Stunde zu ätzen bei abwechselndem Ätzen und Polieren.)
- kupferhaltigen Aluminiumlegierungen 45—60 sec
(Nach A. SCHRADER werden die Kristallarten Al-Cu-Mn, Al₅CuMg₄, Al-Cu-Fe und Al₃Ni dunkel gefärbt.)

Eingelagerte feine Oxydhäute können ohne störende Aufräuhung ihrer Umgebung durch 2 min langes Ätzen mit kurzem Nachpolieren und Trocknen sichtbar gemacht werden.

Zum Ätzen von Aluminiumlegierungen mit höheren Zinkgehalten sowie von Weichlötstellen ist das Ätzmittel mit der 20fachen Wassermenge zu verdünnen, da der Angriff sonst zu stark ist. Die Ätzdauer beträgt 1—3 min.

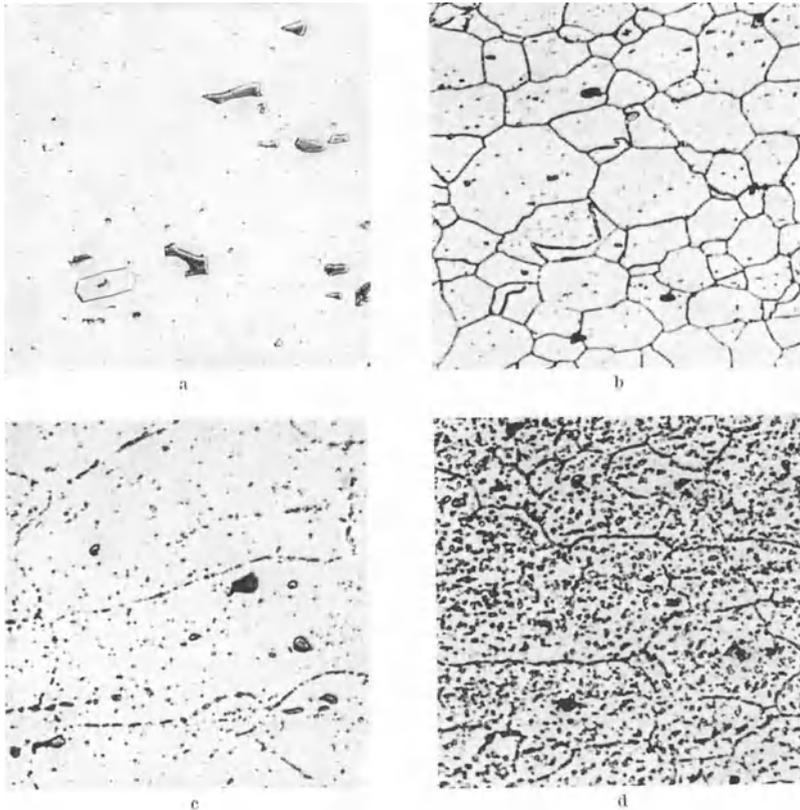
Die unverdünnte Lösung eignet sich für die Entwicklung von Rekristallisationsgefüge bei Aluminium und seinen Legierungen. Ätzdauer 2—6 min. Die Lösung wird deshalb auch als Korngrenzenätzmittel bezeichnet.

5. Phosphorsäure. Als Ätzmittel für Aluminium-Magnesium-Legierungen eignet sich nach I. G. Farben, Elektronwerk eine 9proz. wässrige Phosphorsäurelösung. Ätzdauer 30 min bei Raumtemperatur. Die Schliﬀproben sind vor dem Ätzen sorgfältig mit Alkohol zu säubern und während des Ätzens häufig zu bewegen, um örtliche Anfressungen auf der Schliﬀfläche zu vermeiden. Das Ätzmittel läßt den Mg₂Si-Bestandteil schwarz, den Mg₂Al₃-Bestandteil hellgrau und den Al-Mn-Fe-Bestandteil dunkelgrau erscheinen. Feinste Ausscheidungen in den Korngrenzen und in den Kristalliten werden deutlich sichtbar. Nach E. MÖCKEL.

Das Ätzmittel dient zum Nachweis des Gefügezustandes von Aluminium-Magnesium-Legierungen. Die interkristalline Korrosionsempfindlichkeit heterogener Al-Mg-Legierungen besteht nicht, wenn der Al₃Mg-Bestandteil nach Wärmebehandlung wenig unterhalb der Sättigungskurve in größeren Teilchen vorliegt. Homogenisierte Legierungen dürfen keine Korngrenzenabscheidungen zeigen. Durch eine Anlaßbehandlung von 3 Tagen bei 100° C und langsame Abkühlung können durch Abscheidung von Al₃Mg₂ an den Gleitlinien durch dieses Ätzmittel Kraftwirkungsfiguren entwickelt werden.

Zur Korngrenzenentwicklung bei Reinaluminium, Al-Mg-Si- und Al-Mn-Legierungen dient nach R. STEIN folgendes Verfahren:

Ätzung mit 25proz. Phosphorsäure bei 50°C. Die Ätzdauer beträgt etwa 15 min. Nach dem Ätzen wird unter fließendem Wasser abgespült und mit Föhn getrocknet.



Phosphorsäure-Ätzung für Aluminium-Magnesium (S. 233).

Abb. 51a. Homogenisiert (bei 460° C geglüht und abgeschreckt). (Vergr. × 200.)

Abb. 51b. Netzgefüge (bei 460° geglüht, ohne Abschrecken auf 300° abgekühlt, 30 min bei dieser Temperatur gehalten und abgeschreckt). (Vergr. × 200.)

Abb. 51c. Perlschnurgefüge (homogenisierte Probe 3 Tage bei 100° C angelassen), beginnende Ausscheidung von Al_3Mg_2 in feinen Körnchen. (Vergr. × 200.)

Abb. 51d. Stark heterogen (homogenisierte Probe 9 Tage bei 250° C angelassen), starke Ausscheidungen von Al_3Mg_2 an den Korngrenzen und in den Körnern. (Vergr. × 200.)

Die vier Proben wurden zusammen geschliffen und poliert und gleichzeitig 30 min bei Raumtemperatur in 9proz. wässriger Phosphorsäurelösung geätzt.

6. Eisennitrat. Nach CHOULANT eignet sich zum Ätzen von kupferhaltigen Legierungen eine mit Salpetersäure angesäuerte Lösung von Eisennitrat in Alkohol. Zur Herstellung der Lösung wird Elektrolyteisen in unverdünnter Salpetersäure bis zur Sättigung gelöst. Das so erhaltene Ätzmittel wird im Verhältnis 5:100 mit Äthylalkohol versetzt. Ätzdauer bei Zimmertemperatur etwa 3—5 min.

e) Ätzverfahren zur Unterscheidung intermetallischer Kristallarten in Aluminium und Aluminiumlegierungen.

Die metallographische Untersuchung von Aluminiumlegierungen bereitet Schwierigkeiten, da eine große Anzahl von Legierungen erst unvollständig

erforscht ist. Alle Aluminiumlegierungen sind durch eine aluminiumreiche Grundmasse gekennzeichnet, in der verschiedene Gefügearten auftreten. Je nach der Art und Menge der Zusatzstoffe erscheinen Netzwerk, Tannenbaumgefüge, Nadeln, Globuliten, Eutektika usw. Die Form und manchmal sogar die Farbe der Sonderbestandteile wechselt oft mit der Art der Anordnung, wie sie durch Verformung oder Wärmebehandlung bedingt ist. In gegossenen Legierungen ist der Nachweis der verschiedenen Sonderbestandteile meistens einfach.

Für den Nachweis von Sonderbestandteilen durch Ätzen ist eine große Zahl von Verfahren bekannt. Die nachfolgenden Angaben beruhen hauptsächlich auf den Arbeiten von VILELLA, DIX, KELLER, ANDERSON u. a., ferner auf den Angaben des A.S.S.T.-Handbuches und des Bureau of Standards Circular Nr. 346. Es muß betont werden, daß eine genaue mikroskopische Bestimmung sehr große Erfahrung erfordert. Die chemische Zusammensetzung der Sonderbestandteile ist in vielen Fällen nur teilweise bekannt, daher gelten einige der nachstehend mitgeteilten Angaben nur angenähert.

DIX [Bureau of Standards (3)] hat gezeigt, daß eine große Anzahl von Sonderbestandteilen in Aluminiumlegierungen schon in polierten Proben zu erkennen ist, vorausgesetzt, daß die Proben in entsprechender Weise poliert wurden. Viele Sonderbestandteile sind jedoch nur durch Ätzmittel kenntlich zu machen, namentlich in solchen Fällen, in denen die Bestandteile in sehr fein verteilter Form auftreten.

In äußerst feiner Verteilung auftretende Bestandteile werden oft durch einen dünnen Oberflächenschleier überdeckt, der sogar bei sorgfältigstem Polieren auftritt. In solchen Fällen empfiehlt VILELLA das abwechselnde Polieren und Ätzen.

Der Nachweis von Sonderbestandteilen erfolgt am besten bei 500facher und stärkerer Vergrößerung. Um bei der mikroskopischen Untersuchung stärkste Farbenunterschiede zu erzielen, empfiehlt es sich, durch Verwendung eines entsprechenden Filters (Wratten-Filter 78 A) bei weißem Licht zu arbeiten. Die einzelnen Bestandteile werden am besten zuerst im ungeätzten Zustand beobachtet und nach Farbe und Form beurteilt.

Je nach der Art des Sonderbestandteils und des verwendeten Ätzmittels bleiben einige Sonderbestandteile unangegriffen und erscheinen in ihrer Eigenfarbe, nur etwas stärker umrissen durch den Abbau des umgebenden Gefüges. Bei anderen Sonderbestandteilen wird eine Färbung durch eine sie bedeckende Haut hervorgerufen, die Färbung hängt ab von der Dicke der Haut. Da die letztere von der Dauer der Ätzung, der Stärke des Ätzmittels und der Größe der Bestandteile abhängig ist, sind Unterscheidungen von Sonderbestandteilen auf Grund von Farbenunterschieden nicht immer verlässlich.

Das Ätzen der Proben erfolgt durch Eintauchen oder ganz leichtes Ätzwaschen mit einem Wattebausch, letzteres ergibt die gleichmäßigsten Ätzungen. Es ist sehr wichtig, die Temperatur von Probe und Ätzlösung, ferner die Zusammensetzung des Ätzmittels und die Ätzdauer genau einzuhalten.

Auch hier ist die Verwendung neutraler Ätzzangen erforderlich.

Tabelle (S. 236) ist eine dem A.S.S.T.-Handbuch entnommene Aufstellung, in der die kennzeichnenden Eigenschaften der am häufigsten vorkommenden Sonderbestandteile in polierten Schliffproben aufgeführt sind. Ferner sei auf die Tabelle (S. 244) hingewiesen, die auf Arbeiten von DIX, KELLER und WILCOX beruht und von A. SCHRADER ergänzt und überarbeitet wurde.

Gefügebestandteil	Farbe	Kennzeichnende Form
X-Bestandteil.	lavendel	skelettartige Kristalle
Al ₂ Cu	weiß bis gelblich	Nadeln und Körner
Al ₃ Fe	lavendel bis purpur	Nadeln
Al ₃ Mg ₂	hell, weißlich	Nadeln und Körner
Al ₆ Mn	graublau	Nadeln und skelettartige Kristalle, ähnlich dem X-Bestandteil
Al ₃ Ni	weiß	Nadeln und Körner
Si	blaugrau	Körner, Nadeln und Tannenbaum- kristalle
Mg ₂ Si	blau	Körner und Kristalle
Filigranbestandteil . .	hell und dunkel inein- andergehend	Spitzenmuster

1. Salpetersäure in Wasser. Salpetersäure wird in 1—25proz. wässrigen Lösungen verwendet. Die Ätzung wird bei genau einzuhaltender Temperatur von 70° C ausgeführt, auch die Schliffprobe ist vor dem Ätzen auf diese Temperatur zu bringen. Nach bestimmter Ätzdauer (40sec, vgl. Tabelle S. 244) wird die Schliffprobe rasch in kaltes Wasser getaucht, um den Ätzvorgang abzubrechen. Es ist sehr wichtig, die Ätzung mit großer Genauigkeit auszuführen, wenn vergleichbare Ergebnisse erzielt werden sollen. Im englischen und amerikanischen Schrifttum wird diese Ätzung als „Salpetersäure-Abschreckung“ bezeichnet.

Nach HANSON und ARCHBUTT wird Al₂Cu nach einer Ätzung von 2—3 sec in 20proz. Lösung braun gefärbt, während Al₃Fe und die meisten anderen Sonderbestandteile nicht angegriffen werden. Wird die Ätzung auf 30 sec ausgedehnt (besonders in einer 25proz. Lösung), so nimmt Al₂Cu nach DIX eine schwarze Färbung an, während Al₃Fe seine lavendelfarbene Tönung behält, obwohl es schärfer umrissene Umgrenzungen zeigt. Der X-Bestandteil nimmt eine leicht graue Färbung an.

Durch eine Ätzdauer von 40 sec kann der schwache Gegensatz zwischen Al₃Fe und Fe-Si verstärkt werden. Unter der letzteren Bezeichnung ist ein Sonderbestandteil verstanden, dessen genaue Zusammensetzung noch nicht bekannt ist, der aber zum größten Teil aus den Bestandteilen Fe und Si zusammengesetzt ist.

Zum Nachweis feinsten Al₂Cu-Ausscheidungen in homogenen warmgelagerten Legierungen der Al-Cu- und Al-Cu-Mg-Gattungen empfiehlt KELLER eine Ätzung mit 25proz. Salpetersäure bei 70° C. Das Korngefüge solcher Legierungen ist durch Nachätzung mit der KELLERSchen Lösung (Tabelle S. 242, 5.) zu entwickeln.

2. Salpetersäure in Alkohol. Zum Ätzen von Aluminium-Magnesium-Legierungen sind alkoholische Lösungen mit 1 und 10% Salpetersäure gebräuchlich. Al₃Mg₂ wird durch die 1proz. Lösung braun gefärbt.

Nach CZOCHRALSKI ist auch eine 5—20proz. wässrige Chromsäurelösung ein besonders empfindliches Ätzmittel zum Nachweis von Al₃Mg₂.

3. Eisensulfatlösungen. Nach ANDERSON kann eine 5—10proz wässrige Lösung zur Unterscheidung zwischen Al₂Cu und Al₃Fe dienen.

Eine Ätzdauer von 45 sec in einer 10proz. und 3 min in einer 5proz. Lösung von Eisensulfat färbt Al₂Cu braun bis schwarz, während Al₃Fe unverändert bleibt. Dasselbe Ergebnis liefert jedoch die Salpetersäureätzung, die gebräuchlicher ist.

Nach CHOULANT gibt Eisensulfat gute Ätzungen bei Gußlegierungen. Für Knetlegierungen, in denen die Bestandteile in feinerer Verteilung auftreten, empfiehlt er das nachfolgende Ätzmittel.

4. Eisennitrat in Äthylalkohol. Das auf S. 234 angegebene Ätzmittel färbt Al_2Cu in 3—5 min hell- bis dunkelbraun, alle übrigen Bestandteile (einschließlich Al_3Ni und Al_3Fe) bleiben unverändert. Zum Nachweis von Al_3Fe wird die Probe anschließend mit 20proz. Schwefelsäure nach dem Verfahren von A. MEYER (S. 239) geätzt.

5. Flußsäure. Flußsäure kommt in Verdünnungen von 0,01—10% in Wasser zur Anwendung (unter dem Abzug arbeiten!). Die verdünnteren Lösungen können kurze Zeit in Glasgefäßen benutzt werden, wenn keine besonderen Gefäße aus Platin oder Hartgummi oder Blei oder solche mit Paraffinüberzug zur Hand sind. Die unverdünnte Säure muß in einem mit Paraffin ausgegossenen Meßgefäß abgemessen werden. Vorratslösungen sind in Paraffin- oder Hartgummiflaschen aufzubewahren.

Nach DIX besteht das beste Verfahren zur Vorprüfung einer Aluminiumlegierung in einem kurzen Ätzwaschen mit einer 0,5proz. Flußsäurelösung. Hierdurch wird die aluminiumreiche Grundmasse nur leicht angegriffen, jedoch gerade genügend, um den leichten Oberflächenschleier zu entfernen, der in der Regel die verschiedenen Gefügebestandteile nach dem Polieren noch überdeckt.

Zum Ätzen wird die Schlißprobe zunächst durch Eintauchen in heißes Wasser erwärmt und dann mit einem in die Lösung getauchten Wattebausch ätzgewaschen. Dadurch wird eine sich bildende schwärzliche Haut im Augenblick des Entstehens entfernt und es ist keine Nachbehandlung mit Chrom- oder Salpetersäure notwendig. Die Hautbildung bei kupferhaltigen Legierungen kann auch durch Zusatz von einigen Tropfen Salpetersäure zur Ätzlösung verhindert werden. Nach einer bestimmten Ätzdauer wird die Schlißprobe in heißem Wasser abgespült und am Föhn getrocknet. Für die Ätzung sehr fein verteilter Sonderbestandteile für photographische Aufnahmen bei starken Vergrößerungen wird die Anwendung sehr verdünnter Flußsäurelösungen (0,01—0,1% HF) empfohlen.

Leichtes Ätzen mit so verdünnten Lösungen betont nur die Eigenfärbungen der Sonderbestandteile. DIX macht bei der Bestimmung einzelner Bestandteile häufig Gebrauch von diesen Lösungen.

Verlängerte Ätzdauer führt langsam zu einer Schwärzung von Al_3Fe .

Nach einer Ätzdauer von 5 sec in einer 2proz. Flußsäurelösung nimmt Al_3Fe nach DIX eine purpur- bis hellbraune Färbung an, der X-Bestandteil wird goldbraun und Si dunkelpurpurfarben. Flußsäure ist in dieser Verdünnung ein sehr wertvolles Ätzmittel, um die einzelnen Sonderbestandteile deutlich zu umreißen. In der Regel genügt für diesen Zweck ein ganz kurzes Eintauchen in die Ätzlösung.

Eine 5proz. Flußsäurelösung färbt Al_3Ni braun und schwärzt Al_6Mn , durch eine 10proz. Lösung werden sowohl Al_2Cu als auch Al_3Fe sehr rasch geschwärzt.

6. Natriumhydroxyd. Natriumhydroxyd findet Anwendung in wässrigen Lösungen von 0,1—20%; Zusatz von Alkohol verzögert den Ätzangriff.

Kurzes Ätzen in 10—20proz. wässriger Lösung erhöht den Gegensatz zwischen Al_3Fe und Aluminium durch Umreißen des ersteren. Auf diese Weise ist eine 20proz. Lösung geeignet zum Nachweis von Al_3Fe in geknetetem Aluminium.

Natriumhydroxyd färbt nach genügend langer Ätzung das Al_2Cu braun. Al_3Ni wird rascher angegriffen, wenn es mit Al_2Cu zusammen auftritt. Al_3Ni wird braun gefärbt und rascher angegriffen als Al_2Cu . Al_2Cu kann von Al_3Fe oder Al_3Ni oder Al_6Mn unterschieden werden. Die zuletzt genannten Bestandteile

können jedoch nicht voneinander getrennt werden, da sie alle in gleicher Weise angegriffen werden.

Al_3Mg_2 bleibt durch Natriumhydroxyd praktisch unangegriffen.

Al_3Mg_2 wird durch Natriumhydroxyd mit etwas Wasserstoffsperoxydzusatz gedunkelt.

Sehr verdünnte etwa 0,1—1proz. Natriumhydroxydlösungen können zum Nachweis von Al_3Fe in Aluminium-Silizium-Legierungen dienen. Beim Ätzwaschen mit solchen Lösungen nimmt Al_3Fe zunächst eine blässere Tönung an. Bei längerer Ätzdauer wandelt sich diese Färbung schließlich in Braun um. Um zwischen Al_3Fe und Si zu unterscheiden, wird die Ätzung unterbrochen, wenn das erstere eine ausgesprochene Lavendelfarbe angenommen hat.

Nach DIX kann Al_6Mn nach 10 sec Ätzwaschen mit 1proz. Natriumhydroxydlösung von Fe-Cu und Cu-Ni unterschieden werden, weil es eine blaue bis bräunliche Farbe annimmt, während die anderen Bestandteile unangegriffen bleiben. 5 sec langes Ätzen bei 70°C in einer 10proz. Lösung läßt Cu-Ni von Cu-Fe unterscheiden, weil ersteres in nicht nennenswerter Weise angegriffen wird, während das letztere eine hellbraune Färbung annimmt. Bei der Ätzung bilden sich leicht Ätzgrübchen.

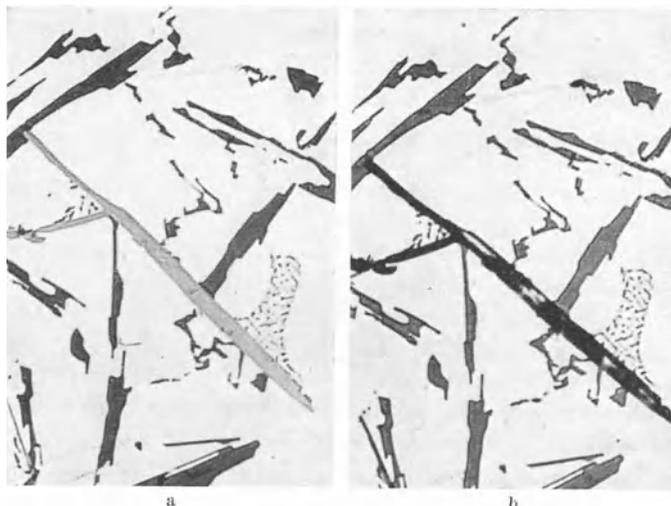
Nach A. SCHRADER wirkt 1proz. Natriumhydroxydlösung je nach der Ätzdauer folgendermaßen:

Temperatur ° C	Zeit	Anwendung
50	5 sec	Entwicklung des Kleingefüges bei Legierungen. Al_2Cu nicht gefärbt.
50	15 sec	Unterscheidung von Al_6Mn und Al_4Mn . Ersteres färbt sich schneller, es ist hellblau, wenn Al_4Mn hellbraun ist.
50	45 sec	Unterscheidung von Al_7Cr und Al_{11}Cr , ersteres ist hellbraun, letzteres noch nicht angegriffen.
50—70	2—3 min	Unterscheidung der intermediären Kristallarten in Legierungen der Gattung Al-Cu-Mg. Aluminium: wird stark angegriffen; Al_2Cu : wird dunkel (braunviolett) gefärbt; Si und Mg_2Si : nicht angegriffen. „S“-Bestandteil ($\text{Al}_{13}\text{Cu}_7\text{Mg}_8$): bleibt weiß; Vierstoffkristallart „Q“ (Al-Cu-Mg-Si): bleibt weiß, ist jedoch vom „S“-Bestandteil durch andere Kristallisationsform zu unterscheiden; Mehrstoffkristallart „P“ (Al-Cu-Fe-Mg?-Mn-Si): wird gelblich, bei noch längerer Ätzung rau und buntfarbig.

7. Pikrinsäure. Nach A. MEYER eignet sich eine 4proz. alkoholische Pikrinsäurelösung zum Nachweis von Al_2Cu in Aluminiumlegierungen mit geringem Fe-Gehalt. Nach einer Ätzdauer von 10—20 min erscheint Al_2Cu geschwärzt, während Al_3Fe und andere Bestandteile unangegriffen bleiben. Gegenüber Natriumhydroxyd hat Pikrinsäure den Vorteil, daß die Schlißfläche als solche kaum angegriffen wird, ersteres dagegen bewirkt eine starke Aufrauung der Oberfläche.

8. Schwefelsäure. Zum Nachweis von Al_3Fe nennt A. MEYER eine 10proz. wässrige Schwefelsäurelösung bei 70°C . Die Schlißprobe wird einige Sekunden in die heiße Lösung getaucht und dann in Wasser abgespült. Die Abkühlung ist jedoch nicht so wesentlich wie bei der „Salpetersäure-Abschreckung“.

Durch Ätzen mit Schwefelsäure wird Al_3Fe geschwärzt, während Al_2Cu oder Al_3Ni unangegriffen bleiben. DIX berichtet, daß Al_3Ni und der Fe-Mn-Bestandteil nach einer Ätzdauer von 30 sec in einer 20proz. Lösung bei $70^\circ C$ von Mn-Si und dem Cu-Fe-Mn-Bestandteil unterschieden werden können. Erstere werden nicht angegriffen, letztere dagegen angegriffen oder gefärbt. In ähnlicher Weise können Al_6Mn , Al-Cu-Fe und Al-Cu-Ni von Al_3Fe und Fe-Si unterschieden werden.



Nachweis von Al_3Fe .

Abb. 52a. Aluminium-Silizium-Gußprobe, unveredelt, ungeätzt. (Vergr. $\times 1000$.)

Abb. 52b. Gleiche Probenstelle nach Ätzung mit 10proz. Schwefelsäure bei $70^\circ C$. Al_3Fe -Nadeln angegriffen. (Vergr. $\times 1000$.)

9. Flußsäure-Salpetersäure-Glycerin.

Salpetersäure	1 Teil
Flußsäure	2 Teile
Glycerin	3 Teile

Dieses auf S. 231 erwähnte Ätzmittel nach VILELLA eignet sich in obenstehender Zusammensetzung sowohl zur Kleingefügeentwicklung wie auch zum Nachweis einer Anzahl von häufig vorkommenden Sonderbestandteilen. In der Hauptsache wird die aluminiumreiche Grundmasse angegriffen, einige Bestandteile werden nicht angegriffen und behalten ihre Eigenfarbe, andere werden leicht angeätzt und gefärbt.

Die Färbungen sind jedoch wie auch bei anderen Ätzmitteln nicht gleichartig und verläßlich, sondern sehr abhängig von der Teilchengröße der Bestandteile.

Die nachstehenden Angaben über das Auftreten von Eisen in Aluminium und Aluminiumlegierungen stammen von VILELLA.

f) Vorkommen von Eisen und dessen Nachweis.

Eisen kommt in Aluminiumlegierungen in wenigstens sechs oder sogar sieben verschiedenen Formen vor. In Reinaluminium mit weniger als 0,13% Eisen ist das Eisen vermutlich in fester Lösung. Eisen tritt auf:

1. Als Eutektikum Al_3Fe -Al in Legierungen bis zu 2,5% Eisen. In dieser Form wird es durch die VILELLASche Ätzung nicht angegriffen und kann durch seinen eutektischen Aufbau und seine natürliche helle Farbe erkannt werden.

2. Als sternförmige Primärkristalle in Legierungen mit mehr als 2,5% Eisen. Diese werden durch das Ätzmittel von VILELLA nicht angegriffen, erscheinen aber leicht blaugrau getönt.

3. Als X-Bestandteil in Legierungen mit mehr als 0,3% Silizium und 0,30% Eisen. Dieser Bestandteil bildet sich leicht in Legierungen mit mehr als 2% Kupfer und erscheint dort in Verbindung mit Al_2Cu . Er ist durch seine X-ähnliche Form und die rotbraune Färbung leicht zu erkennen.

4. In Legierungen mit 0,30% Silizium und 1% Kupfer kommt Eisen in dem mit „Chinesenschrift“ bezeichneten Gefügebestandteil vor. Nach der Ätzung mit der VILELLASchen Lösung erscheint dieser Bestandteil tief violett gefärbt, wenn er in feiner Form auftritt, bei größeren Kristallen grün oder rot schimmernd. Während der X-Bestandteil an den Grenzen der Kristallite auftritt, wird die Chinesenschrift immer im Kristallkern gefunden, und zwar niemals in Verbindung mit dem X-Bestandteil oder mit Al_2Cu .

5. In manganhaltigen Legierungen scheint das Eisen mit dem Mangan ein komplexes Aluminid zu bilden. Dieser Bestandteil hat eine wasserblaue Färbung und wird durch das VILELLASche Ätzmittel nicht angegriffen. Oft treten Doppelkristalle dieses Aluminids auf, bei denen ein Teil grau, der andere in der gewöhnlichen blauen Tönung erscheint.

6. In Legierungen mit hohem Gehalt an Silizium und mehr als 1% Eisen erscheint letzteres in Form langer dünner Nadeln. Diese wirken als Kristallisationskeime für das Silizium und sind in einer Hülle von letzterem eingeschlossen. Die Größe der Nadeln, nicht ihre Zahl, wächst mit zunehmendem Eisengehalt. In solchen Fällen, in denen der Kern der Nadeln bei der Schliifherstellung geschnitten wird, erscheint der eisenhaltige Teil von ähnlicher blauer Farbe wie in Legierungen mit dem als Chinesenschrift bezeichneten Bestandteil.

g) Vorkommen und Unterscheidung von Kupfer.

In aluminiumreichen Legierungen mit weniger als 2% Kupfer bleibt dieses in fester Lösung im Aluminium. In Legierungen mit mehr als 2% erscheint Kupfer in Form von Al_2Cu . Das Kupferaluminid, das durch die VILELLASche Ätzung nicht angegriffen wird, behält seine natürliche gelbrosa Färbung. Es findet sich immer in den Korngrenzen der kupferreichsten Mischkristalle.

Die Gefügebestandteile sehr reiner Aluminium-Kupfer-Legierungen mit 4% Kupfer und geringen Zusätzen von Eisen und Silizium verhalten sich nach M. GAYLER gegenüber den nachstehenden Ätzmitteln folgendermaßen:

Ätzmittel	Al_2Cu	Al_3Fe	$\alpha(\text{Fe-Si})$	$\beta(\text{Fe-Si})$	Si
20proz. Schwefelsäure	umrissen	schwarz, bei Gegenwart von $\alpha(\text{Fe-Si})$ ungefärbt	stark dunkelbraun	nicht angegriffen	umrissen
10proz. Eisennitrat	geschwärzt	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen
VILELLASches Ätzmittel. . .	nicht angegriffen	aufgerauht, u. U. geschwärzt	kräftig braun	ungefärbt, aber scharf umrissen	ungefärbt, aber scharf umrissen wie $\beta(\text{Fe-Si})$

Die verschiedenen Ätzmittel werden nicht nacheinander verwendet, sondern es ist nach jeder Ätzung zu polieren und am besten leicht mit 0,5proz. Flußsäurelösung ätzzuwaschen.

h) Vorkommen und Unterscheidung von Magnesiumsilizid.

In magnesiumhaltigen Aluminiumlegierungen verbindet sich das vorhandene Silizium mit Magnesium unter Bildung von Magnesiumsilizid, das in Aluminium begrenzt löslich ist. Zur Unterscheidung von Al_2Cu und Mg_2Si empfiehlt M. GAYLER elektrolytisches Ätzen mit Ammoniummolybdat. Hierdurch nimmt Al_2Cu eine hellblaue Färbung an, Mg_2Si bleibt unverändert.

Ist die Schlißprobe mit Wasser poliert worden, ist Mg_2Si angegriffen und erscheint blau, es ist nach der Ätzung mit Ammoniummolybdat von Al_2Cu durch die mehr ins Grünliche spielende Färbung des letzteren zu unterscheiden.

SUHR empfiehlt zur Unterscheidung von Sonderbestandteilen in einer Aluminiumlegierung mit 2% Silizium und 1% Magnesium folgende Lösung:

Wasser	90 cm ³
Flußsäure	4 „
Schwefelsäure	4 „
Chromsäure	2 „

Die Ätzdauer beträgt etwa 10 sec bei Raumtemperatur. In der obengenannten Legierung erscheinen die verschiedenen Bestandteile folgendermaßen:

Aluminiumreiche feste Lösung	weiß
Silizium	graublau
Mg_2Si	dunkelviolet

Ätzmittel zur Kleingefügeentwicklung und zum Nachweis von Sonderbestandteilen in Aluminium und Aluminiumlegierungen.

Werkstoff	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen
1. Reinstaluminium und Al-Legierungen.	Flußsäure (DIX u. KEITH).	Flußsäure 0,5 cm ³ Wasser 99,5 „	15 sec ätzwaschen mit Wattebausch. Läßt die Umrise der Gefügebestandteile deutlicher hervortreten. Nach A. SCHRADER zur Entwicklung von Korngrenzen und Gleitlinien in Reinstaluminium bis zu 1 Stunde abwechselnd ätzen und polieren.
2. Al-Legierungen.	Flußsäure-Salpetersäure-Glyzerin (VILELLA).	Flußsäure (40%) . . . 10 cm ³ Salpetersäure (1,40) . 10 „ Glyzerin 30 „ Bei Erhöhung der Flußsäuremenge auf . . 20 „	Zur Kleingefügeentwicklung, greift hauptsächlich die Al-reiche Grundmasse an. Zur Unterscheidung von Sonderbestandteilen.
3. Al-Legierungen.	Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure (KELLER u. WILCOX).	Flußsäure (40%) . . . 0,5 cm ³ Salzsäure (1,19) . . . 1,5 „ Salpetersäure (1,40) . 2,5 „ Wasser, dest. 95,5 „	Zur Kleingefügeentwicklung und zur Unterscheidung von Sonderbestandteilen.
4. Al-Legierungen.	Flußsäure-Salzsäure-Salpetersäure (FUSS).	Flußsäure (40%) . . . 7,5 cm ³ Salzsäure (1,19) . . . 25 „ Salpetersäure (1,40) . 8 „ Wasser, dest. 1000 „	Zur Unterscheidung von Sonderbestandteilen. Ätzdauer wenige Sekunden.

Ätzmittel zur Kleingefügentwicklung und zum Nachweis von Sonderbestandteilen in Aluminium und Aluminiumlegierungen (Fortsetzung).

Werkstoff	Ätzmittel	Zusammensetzung	Bemerkungen
4a Reinaluminium.			Zur Korngrenzenentwicklung bei Reinaluminium bis zu 1 Stunde abwechselnd ätzen und polieren (A. SCHRADER).
5. Al-Cu-Mg-Legierungen.	Natriumfluorid-Salzsäure-Salpetersäure (KELLER). Nach E. RUPPEL	Natriumfluorid . . . 0,5 g Salzsäure (1,19) . . . 2 cm ³ Salpetersäure (1,40) . 1 „ Wasser, dest. 97 „ dient diese Lösung in 10facher Verdünnung, Ätzdauer 30 min	Ätzdauer 30 sec. Entwicklung des Kleingefüges.
6. Reinaluminium u. Al-Legierungen, insbesondere eisenhaltige.	Schwefelsäure (A. MEYER).	Schwefelsäure. . . 10—20 cm ³ Wasser. 90—80 „	zum Nachweis von Gleitlinien und Kraftwirkungsfiguren in abgeschreckten und ausgehärteten Al-Cu-Mg-Legierungen. Ätzdauer bis zu 30 sec bei 70° C.
7. Al-Legierungen, insbesondere kupferhaltige.	Salpetersäure (KELLER).	Salpetersäure (1,40) . 25 cm ³ Wasser, dest. 75 „	Zum Nachweis feinsten Al ₂ Cu-Ausscheidungen in abgeschreckten und ausgehärteten kupferhaltigen Legierungen. Auch zur Unterscheidung von Sonderbestandteilen. Ätzdauer 40sec bei 70° C, in kaltem Wasser abspülen.
8. Al-Mg-Legierungen.	Phosphorsäure (I. G. Farben, Elektronmetall).	Phosphorsäure . . . 9 g Wasser, dest. 100 cm ³	30 min bei Raumtemperatur (genau einhalten). Nachweis interkristalliner Korrosionsempfindlichkeit. Durch Anlaßbehandlung (3 Tage bei 100° C) können durch Abscheidung von Al ₃ Mg ₂ an den Gleitlinien Kraftwirkungsfiguren entwickelt werden.
9. Reinaluminium, Al-Mn- u. Al-Mg-Si-Legierungen.	Phosphorsäure (R. STEIN).	Phosphorsäure . . . 25 cm ³ Wasser. 75 „	15 min bei 50° C für Korngrenzenentwicklung.
10. Al-Legierungen.	Natriumhydroxyd.	Natriumhydroxyd . . 1 g Wasser, dest. 100 cm ³ oder Natriumhydroxyd . . 10 g Wasser, dest. 100 cm ³ (5 sec bei 70° C).	5 sec bis 3 min bei 50° C Unterscheidung von Sonderbestandteilen je nach Ätzdauer (vgl. S. 231 u. S. 237).
11. Al-Legierungen, besonders Al-Si.	(PANSERI).	a) Ferrozyankalium . 10 g Wasser, dest. . . 100 cm ³ b) Flußsäure (40) . . 5 „ Salpetersäure (1,40) 5 „ Lösung a 5 „ Wasserstoffsulfoxid (30%) . . 50 „ Wasser, dest. . 1000 „	Blaufärbung von Al ₃ Fe und Al ₄ Si ₂ Fe und Umgebung.

Ätzverfahren zur Unterscheidung der intermediären Kristallarten in Aluminiumlegierungen nach KELLER und WILCOX, überarbeitet und ergänzt von A. SCHRAEDER.

Intermediäre Kristallarten (1)	Nummer und Zusammensetzung der Ätzlösungen					Mischlösung
	Salpetersäure	Schwefelsäure	Natronlauge		Flußsäure	
Eigenfarbe im polierten, ungeätzten Zustand	25 cm ³ Salpetersäure 1,40 75 cm ³ dest. Wasser Ätzung bei 70° 40 sec	20 cm ³ Schwefelsäure 1,84 80 cm ³ dest. Wasser Ätzung bei 70° 30 sec	1 g Natriumhydroxyd 100 cm ³ dest. Wasser Ätzung bei 50° 15 sec	10 g Natriumhydroxyd 100 cm ³ dest. Wasser Ätzung bei 70° 5 sec	0,5 cm ³ Flußsäure 40 % 1,5 cm ³ Salzsäure 1,19 2,5 cm ³ Salpetersäure 1,40 95,5 cm ³ dest. Wasser Ätzung bei Raumtemperatur 15 sec	
Silizium	nicht angegriffen	unverändert	nicht angegriffen	unverändert	unverändert	nicht angegriffen
Mg ₂ Si	wird herausgelöst	wird herausgelöst	nicht angegriffen	nicht angegriffen	etwas angegriffen, Farbe unverändert	wird herausgelöst
Al ₂ Cu	wird kupferrot gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen	dunkel gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen
Al ₇ Cr = θ (1)	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nur geringer Angriff mit schwacher Färbung	blau gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen
Al ₁₁ Cr ₂ = η (1)	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	sehr stark, jedoch unregelmäßig angegriffen	nicht angegriffen	leicht angeätzt, jedoch nicht gefärbt
Al ₃ Fe	nicht angegriffen	wird herausgelöst	nicht angegriffen	dunkel (bräunlich) gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen
β (Al ₃ Mg ₂)	wird herausgelöst	wird herausgelöst	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nur leicht angeätzt	nur leicht angeätzt, jedoch nicht gefärbt
Al ₆ Mn (2)	nicht angegriffen	nicht angegriffen	erst hellbraun, dann hellblau, Farbe je nach Orientierung verschieden	kräftig angegriffen und dunkelbräunlich gefärbt	nur leicht angeätzt	nicht angegriffen
Al ₄ Mn (2)	nicht angegriffen	nicht angegriffen	kräftiger Angriff und Braunfärbung	bräunlich gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen
Al ₃ Ni	nicht angegriffen	nicht angegriffen	bräunlich gefärbt	dunkel gefärbt (Farbton bräunlich, mitunter auch blau)	dunkle Färbung	intensive Färbung

	hellgrau, färbt sich an der Luft nach einiger Zeit schwärzlich hellgrau	angeätzt und dunkel gefärbt	nicht angegriffen	etwas aufgeraut und gedunkelt	sehr stark angegriffen	dunkel gefärbt	nicht angegriffen
AlSb		nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen
Al ₃ Ti		nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen
„N“ (Al-Cu-Fe) (3)	hellgrau, nur wenig heller als Al ₃ Fe	angeätzt und etwas dunkler gefärbt	nicht angegriffen bis schwarz gefärbt	leicht angeätzt und etwas gefärbt	leicht gefärbt, Färbung je nach der Orientierung verschieden	nicht angegriffen	nicht angegriffen
„Si“ (Al ₁₃ Cu ₇ Mg ₆) (4)	ähnlich Al ₃ Cu, jedoch etwas grauer	wird herausgelöst	dunkel (bräunlich) gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen	etwas angeätzt, jedoch nicht gefärbt	rotbraun gefärbt
„T“ (Al ₃ CuMg ₄) (4)	weiß bis gelblich, jedoch heller als β (Al ₃ Mg ₂)	stark angegriffen und dunkel rotbraun gefärbt	wird herausgelöst und schwarz gefärbt	nicht angegriffen	nicht angegriffen	kräftiger Angriff, dunkel gefärbt	stark angegriffen und dunkel gefärbt
„Ti“ (Al-Cu-Mn) (5)	hellgrau	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	stark angegriffen, dunkel gefärbt und aufgeraut	gefärbt	dunkel bis schwarz gefärbt
Al ₆ Mn-Mischkristall in Al-Fe-Mn-Legierungen (6)	hellgrau, Farbe wie bei Al ₆ Mn	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nur wenig angefärbt	dunkel gefärbt	nicht angegriffen	etwas angeätzt, jedoch nicht gefärbt
„Ti“ (Al-Mn-Si) (7)	hellgrau	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen
„Ti“ (Al ₄ Si ₂ Fe) (8)	hellgrau, heller als Al ₃ Fe	leicht angeätzt, jedoch nicht gefärbt	stark angegriffen oder herausgelöst	nicht angegriffen	stark angegriffen und dunkel (bräunlich gefärbt)	angegriffen und dunkel gefärbt	leicht bräunlich gefärbt
„Ti“ (Al-Cu-Ni) (9)	hellgrau, jedoch dunkler als Al ₃ Ni	wird herausgelöst	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen
Vierstoff-Kristallart in Legierungen der Gattung Al-Cu-Mg: „Q“ (Al-Cu-Mg-Si)? (10)	hellgrau	herausgelöst	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen	nicht angegriffen
Mehrstoff-Kristallart in Legierungen der Gattung Al-Cu-Mg: „P“ (Al-Cu-Fe-Mg?-Mn-Si)? (10)	hellgrau, etwas dunkler als „Q“	leicht angeätzt, jedoch ungefärbt	stark angegriffen und dunkel gefärbt	nicht angegriffen	angeätzt und braun gefärbt	hellbraun gefärbt	nicht angegriffen, jedoch Farbe etwas dunkler

(1) BRADLEY u. LU: J. Inst. Met. Bd. LX. 1937 (I) S. 319. — (2) HANSEN: Der Aufbau der Zweistofflegierungen. Berlin 1936. — (3) GWYER, PHILIPS u. MANN: J. Inst. Met. LX. 1928 (II) S. 297. — WICHT: Aluminium-Arch. 1939. — (4) NISHIMURA: Kioto, Imp. Univ. 1937 S. 18. — (5) PETRI: Aluminium-Arch. 1939. Nr. 14. — (6) DEGSCHER: Aluminium-Arch. 1939, Nr. 14. — (7) BÜCKLE: Aluminium-Arch. 1939 Nr. 13. — (8) JÄNICKE: Aluminium-Arch. 1939 Nr. 5. — (9) RAPP: Aluminium-Arch. 1939 Nr. 5. — (10) TÖLNER: Aluminium-Arch. 1939 Nr. 5.

B. Magnesium und Magnesiumlegierungen.

a) Vorbereitung der Schliffproben.

Die Vorbereitung von Schliffproben aus Magnesium und seinen Legierungen wird als sehr schwierig angesehen. Tatsächlich ist es bei ungenügender Erfahrung eine sehr zeitraubende Arbeit. Bei geeigneter Schleif- und Poliertechnik kann dagegen in viel kürzerer Zeit eine einwandfreie Schlifffläche hergestellt werden als bei den meisten Werkstoffen mit empfindlicher Oberfläche. Die Schwierigkeit beim Polieren besteht besonders in der leichten Oxydierbarkeit der Oberfläche.

Nachstehend einige Verfahren für die Schliffherstellung:

1. Vorschleifen von Hand auf abgenutztem trockenem Schmirgelpapier. Anfeuchtung mit Petroleum ist ungeeignet, da leicht Relief entsteht. Nach Körnung 4/0 sind die Proben mit Alkohol abzuwaschen. Anschließend wird mit feinstem, mit Alkohol verdünnter Tonerde poliert. Dabei wird die Probe mit mäßigem Druck an die Scheibe gehalten, zuletzt wird sehr leicht poliert. Reichliche Anfeuchtung ist notwendig, bei zu trockenem Polieren oxydiert die Schlifffläche sofort stark. (Nach A. BLUMENTHAL.)

2. Mit der Feile bearbeitete Proben werden etwa 30 sec auf Schmirgelpapier 1 und weitere 30 sec auf feuchtem Waschleder mit einem dicken Brei von Tripoli (vgl. S. 28) geschliffen. Diese Vorbereitung genügt für die anschließende Ätzung mit den üblichen Ätzmitteln. Der gleichmäßige Angriff der meisten für Magnesium und seine Legierungen gebräuchlichen Ätzmittel ermöglicht leichtes Entfernen der Bearbeitungsschicht, die das Gefüge überdeckt. Längeres Ätzen bewirkt Reliefbildung. (Nach PULSIFER.)

Nach I. A. GANN ist das von PULSIFER beschriebene Verfahren mehr geeignet für Makrountersuchungen. Die auf diese Weise entwickelten Gefügebilder zeigen zu breite Korngrenzen und zu starkes Relief, während es bei geeigneter Schlifftechnik möglich ist, in den meisten Fällen bei reinem Magnesium haarfeine Korngrenzenätzungen zu erzielen.

3. Vorschleifen auf Schmirgelpapier 1 F, 00, 0000, Vorpulieren auf langsamlaufenden Scheiben mit Seifenwasser und Tonerde oder Magnesiumoxyd. Zu langes oder zu trockenes Polieren erzeugt Mattschleier.

Nachpolieren von Hand auf Seidensamt mit denselben Poliermitteln. Nachspülen in Alkohol. (Nach BUSCH.)

4. Schleifen der abgedrehten Schliffproben auf langsamlaufenden Gußeisenscheiben mit Schmirgelpapier. Drei Körnungen genügen.

Vorpulieren mit Schlämmschmirgel (60 min) und Seifenwasser auf Tuchscheiben mit etwa 300 Umdr/min. Fertigpolieren auf mit weichem Tuch gespannter Scheibe mit etwa 600 Umdr/min mit Seifenwasser und Magnesiumoxyd, danach in Alkohol abspülen und sogleich am Foen trocknen oder ohne zu trocknen sogleich ätzen. (Nach A. SCHRADER.)

5. Nach dem Schleifen auf trockenem Schmirgelpapier auf zwei feinbehaarten Baumwolltüchern mit zwei verschiedenen Polierpasten (Dujardin-Paste 1 und 2) vorpulieren, bis die Bearbeitungsschicht entfernt ist und die Schliffprobe blank erscheint. Danach ist nur ganz kurzes Polieren auf samtbespannter Scheibe mit hoher Drehzahl erforderlich, etwa 15—20 sec, nicht länger, um Anlaufen und Reliefbildung zu vermeiden. Als Poliermittel dient Magnesiumoxyd oder Ton-

erde Nr. 3 in Spiritus oder Seifenwasser. Sehr oxydationsempfindliche Proben bleiben beim Polieren mit Tonerde in Ammoniakwasser blank. Sobald der Samt abgenutzt ist, entsteht ein Mattschleier. (Nach A. MEYER.)

6. Im Metals Handbook 1939 wird das Schleifen mit Petroleum empfohlen, um den Schleifstaub zu binden. Die Schleifwirkung soll dadurch verstärkt und die Benutzungsdauer für Schmirgelpapier verlängert werden, auch sollen glattere Schlißflächen dadurch erhalten werden. Ist ein geeignetes Mikrotom vorhanden, so können Mikrotomschnitte hergestellt werden, die ohne weitere Schleifbehandlung sogleich polierfertig sind.

Vorgeschliffene Proben sind nach einem Vorpolieren auf Tuchscheibe (500 Umdr./min) mit Schmirgelbrei auf derselben Scheibe weiterzupolieren, nachdem diese abgewaschen und durch Andrücken von Stückenseife an die drehende Scheibe mit Seifenschaum versehen wurde; bei diesem Polieren wird die Geschwindigkeit auf 300 Umdr/min herabgemindert.

Zuletzt werden die Proben auf Seidensamt mit Magnesiumoxyd (ponderosum) bei 150 Umdr/min fertigpoliert. Es ist nur dest. Wasser zu verwenden. Das Magnesiumoxyd wird in der üblichen Weise in die Scheibe eingerieben. Zuerst ist die Schlißprobe mit stärkerem Druck einige Male in Gegenrichtung um die Scheibe zu bewegen, dann bei 100 Umdr/min und geringerem Druck in 1—2 min fertigzupolieren. Die Scheibe ist dann mit reichlich dest. Wasser vom Poliermittel zu säubern, darauf wird die Probe mit etwas stärkerem Druck noch einige sec poliert, um auch sie völlig vom Poliermittel zu säubern. Anschließend wird die Probe rasch in heißes Wasser getaucht, sogleich herausgenommen und durch scharfes Blasen auf die Schlißfläche getrocknet. Dieses Verfahren soll dem Abspülen in Alkohol und Trocknen am Föhn vorzuziehen sein. Nach R. W. JAMES.

7. Nach I. G. Farben A. G. Elektronwerk Bitterfeld hat sich das folgende Verfahren bewährt:

Schlißproben, die der Betriebskontrolle dienen sollen, brauchen nur auf den Körnungen 70, 100 und 1 F geschliffen zu werden. Für Schlißflächen zur Herstellung von Gefügeaufnahmen von besonderer Wichtigkeit ist das Schleifen auf den Schmirgelkörnungen 0, 2/0, 3/0, 4/0 fortzusetzen. Zwischendurch ist das Schmirgelpapier mit Paraffin zu bestreichen.

Das Polieren erfolgt auf raschdrehenden Scheiben mit Tuchbespannung und Tonerde oder Magnesiumoxyd als Poliermittel. Um ein Anlaufen der Proben zu verhindern, kann nach I. A. GANN 0,001% Normalnatronlauge zugesetzt werden. Beim Polieren ist starker Druck und zu lange Polierdauer zu vermeiden. Zu feuchtes Polieren bewirkt Herausreißen der Sonderbestandteile. Schlißproben von Knetlegierungen sind zur Vermeidung von Reliefbildung senkrecht zur Walzrichtung zu polieren. Dem Polieren auf drehenden Scheiben ist ein Polieren von Hand auf tuchbespannten Glasplatten vorzuziehen, diese Art des Polierens erfordert nicht mehr als 2—3 Minuten zum Fertigpolieren.

Falls nicht anschließend an das Polieren geätzt wird, ist mit Alkohol und Warmluft zu trocknen.

Bei homogenen Legierungen und Legierungen mit wenig unterschiedlicher Phasenlöslichkeit kann das Schleifen und Polieren durch eine Ätzbehandlung ersetzt werden. Durch Sägen hergestellte Schnittflächen werden auf Schmirgelpapier 3/0 geschliffen und 30—60 sec mit 15proz. Salpetersäurelösung geätzt.

Durch dieses Verfahren wird eine glatte, mehr oder weniger stark angeätzte Schlißfläche erhalten, die, wenn nötig, mit den üblichen Ätzmitteln weiterbehandelt werden kann. Auf diese Weise hergestellte Schlißproben eignen sich für Betriebskontrolle, erforderliche Arbeitsdauer etwa 5 min. Nach H. VOSSKÜHLER.

b) Ätzverfahren für Magnesium und Magnesiumlegierungen.

Das Ätzen von Schlißproben aus Magnesium und seinen Legierungen erfolgt am zweckmäßigsten sogleich nach dem Abspülen in Alkohol ohne vorhergehendes Trocknen. Nach Beobachtungen von A. MEYER können zu kurz geätzte Proben nicht nachgeätzt werden, da der Ätzangriff bei einer bereits geätzten Schlißfläche ungleich und viel stärker einsetzt als beim ersten Ätzen. Abpolieren von Schlißproben nach ungeeigneter oder zu kurzer Ätzung erzeugt besonders bei heterogenen Legierungen ein zu starkes Relief. Unrichtig geätzte Proben sind deshalb abzuschleifen oder auf Paste abzureiben und erneut zu polieren.

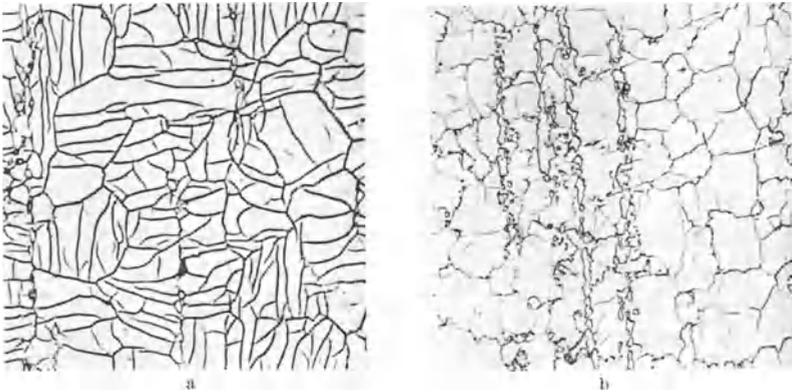


Abb. 53a zeigt ein scheinbares Äderungsgefüge, wie es beim Ätzen von Magnesium-Aluminium (9% Al) mit 0,5proz. alkoholischer Salpetersäurelösung durch Bildung einer feinen irisierenden Haut entstanden ist. Nach Abpolieren dieser Haut und erneutem Ätzen mit dem gleichen Ätzmittel zeigt die Legierung das Gefüge von Abb. 53b. (Vergr. $\times 200$.)

Zur Gefügeentwicklung von Magnesium und Magnesiumlegierungen sind die in Tabelle (S. 251) zusammengestellten Ätzmittel geeignet.

Das Werkstoff-Handbuch Nichteisenmetalle empfiehlt folgende Lösungen:

Flußsäure: 1 cm³ Flußsäure, 5–10 cm³ Alkohol. (Flußsäure wird, da sie Reinform magnesium nicht angreift, mit Erfolg zum Nachweis von Sonderbestandteilen verwendet. Nach persönlicher Mitteilung von H. VOSSKÜHLER.)

Chromsäure: 1 cm³ Chromsäure, 10 cm³ Wasser,

Salpetersäure: 1 cm³ Salpetersäure (1,40), 100 cm³ Alkohol.

A. SCHRADER empfiehlt für

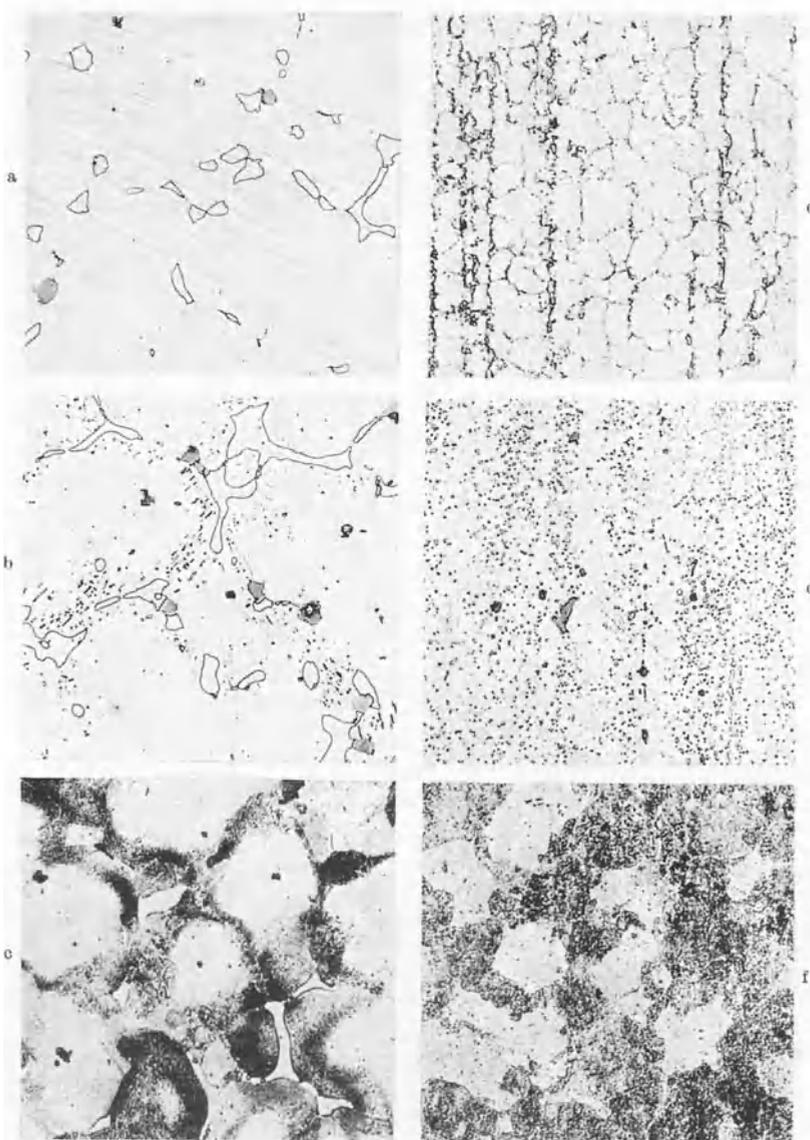
a) Entwicklung des Kleingefüges ebenfalls Salpetersäure in der oben angeführten Verdünnung, ferner

Eisessig, 5 cm³ Eisessig, 100 cm³ Alkohol;

b) für Kornflächenätzung:

Königswasser, 2 cm³ Königswasser, 100 cm³ Alkohol.

A. BLUMENTHAL nennt als geeignetes Ätzmittel für Magnesiumspritzguß eine Lösung von



Gefügebilder von vergütbaren Magnesium-Aluminium-Legierungen nach Ätzung mit 0,5proz. alkoholischer Salpetersäure. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 54a. Vergütbare Gußlegierung (8,5% Al, 0,4% Zn, 0,3% Mn, 0,1% Si). Gußprobe nach 1stündiger Glühung bei 420° C und Luftabkühlung. Nur primär ausgeschiedenes Mg_4Al_3 .

Abb. 54b. Dasselbe, wie a behandelt und anschließend 2 Stunden bei 380° C (kurz unterhalb der Sättigungsgrenze) gegliht. Luftabkühlung. Um das primär ausgeschiedene Mg_4Al_3 beginnt sekundäre Ausscheidung aus der übersättigten festen Lösung.

Abb. 54c. Wie a und b behandelte Probe nach 12stündigem Anlassen bei 200° C. Äußerst feine sekundäre Ausscheidungen aus der übersättigten festen Lösung um das primär ausgeschiedene Mg_4Al_3 . Perlitartiges Gefüge.

Abb. 54d. Vergütbare Knetlegierung mit 10% Al, 0,3% Mn. Preßstange 8 mm Durchmesser. Ausscheidung von Mg_4Al_3 in Zeilen und in den Korngrenzen.

Abb. 54e. Dasselbe, 1 Stunde bei 420° C, anschließend 2 Stunden bei 380° C gegliht und an Luft abgekühlt. Mg_4Al_3 in feinverteilter globulitischer Form.

Abb. 54f. Dasselbe, wie e behandelt und anschließend 12 Stunden bei 200° C angelassen. Perlitartiges Gefüge, bestehend aus der festen Lösung und äußerst feinen Ausscheidungen in den dunkleren Zonen.

Schwefelsäure, 5 Tropfen konz. Schwefelsäure auf 100 cm³ dest. Wasser. Ätzdauer etwa 8 sec.

Nach BUSCH ist 0,5proz. alkoholische Salpetersäure bei einer Ätzdauer von 5—15 sec für Magnesium und seine Legierungen geeignet. Diese Verdünnung ist auch nach Beobachtungen von A. MEYER zu empfehlen, da stärkere Lösungen in manchen Fällen bereits zu stark angreifen, besonders wenn es sich um Legierungen mit einem eutektoidartigen Gefügebestandteil handelt. Die ebenfalls als Ätzmittel gebräuchliche 2proz. wässrige Oxalsäure bewirkt in manchen Fällen einen sehr starken und ungleichmäßigen Angriff.

BASTIEN empfiehlt folgende Ätzmittel:

1. 2proz. alkoholische Salpetersäure,
2. 2 „ „ Salzsäure,
3. 2 „ „ Zitronensäure,
4. 4 „ „ Pikrinsäure.

Nach Angaben von BASTIEN kann das Kleingefüge je nach der Ätzdauer sehr verschieden sein. In aluminium- und kupferhaltigen Magnesiumlegierungen kann die ternäre Mg-Al-Cu-Verbindung alle Tönungen von Hellgelb bis Schwarz durchlaufen. Die Verbindungen Mg₄Al₃ und Mg₂Cu färben sich von Weiß bis Rotbraun. Die ternäre Verbindung Mg₂Cu₃Al₂ wird durch verdünnte Lösungen wenig angegriffen. Salzsäure bewirkt eine graue Färbung.

Bei mittlerer Ätzdauer stuft sich die Wirksamkeit der verschiedenen Ätzmittel in folgender Weise:

Ätzmittel	Zunehmende Angriffsgeschwindigkeit			
2proz. alkoholische Salpetersäure	Magnesium und der magnesiumreiche α -Mischkristall	—	Mg ₄ Al ₃	Mg ₂ Cu ₃ Al ₂
2proz. alkoholische Salzsäure.		Mg ₃ Cu	Mg ₂ Cu ₃ Al ₂	Mg ₄ Al ₃
2proz. alkoholische Zitronensäure		—	Mg ₄ Al ₃	Mg ₂ Cu ₃ Al ₂

I. A. GANN weist darauf hin, daß anorganische Säuren in wässriger Lösung und neutrale Salze der Alkalimetalle den Nachteil haben, beim Ätzen die Grundmasse zu stark anzugreifen. Er führt den ungleichen Angriff der Ätzmittel auf Kristallseigerung zurück. Diese ist abhängig von der Abkühlungsgeschwindigkeit des Metalles und seinem Reinheitsgrad. Rasche Abkühlung des Gusses und Verunreinigung des Metalls ergeben in Knetlegierungen ausgesprochenes Zeilengefüge als Folge der Kristallseigerung. Langsam abgekühlter Guß zeigt wenig oder gar keine Kristallseigerung.

Am besten eignet sich nach I. A. GANN 2proz. Salpetersäure für laufende Untersuchung der verschiedensten Legierungen. Durch Änderung der Ätztechnik können die hauptsächlichsten Gefügeerscheinungen mit diesem einen Ätzmittel sichtbar gemacht werden. Kurzes Ätzen entwickelt Korngrenzen und heterogene Bestandteile, längeres Ätzen bewirkt Kristallabbau und macht das Primärgefüge sichtbar. Bewegung der Ätzlösung oder der Schlißprobe beim

Ätzen erhöht die Gegensätze. Bei längerem Ätzen mit weniger verdünnten Säuren ersetzt der heftige Angriff das Ätzwaschen, die Ätzwirkung bringt die Kristallseigerung weniger zum Ausdruck, deshalb wird das Primärgefüge weniger deutlich. Das gilt sowohl für Lösungen von Säuren wie von Ammoniumsalzen. Beim Ätzen mit Natriumkarbonatlösung ist Reiben erforderlich, da die Schlißfläche sonst von basischen Salzen bedeckt wird, die den weiteren Ätzangriff verhindern. Eine Übersicht über das Verhalten verschiedener Magnesiumlegierungen gegenüber einer Reihe von Ätzmitteln gibt Tabelle (S. 254).

HAUGHTON und SCHOFIELD geben als Ätzmittel für Magnesium-Zer-Legierungen 4proz. alkoholische Salpetersäure oder eine Mischung von Salpetersäure, Zitronensäure und Glycerin an. Die Proben mit nahezu eutektischer Zusammensetzung sind sehr brüchig, deshalb werden sie zweckmäßig in Kunstharz eingebettet. Die Schlißvorbereitung erfolgt in üblicher Weise durch Handschleifen auf Schmirgelpapier und Handpolieren auf Samt mit einer Polierpaste.

HUME-ROTHERY und BUTCHERS empfehlen für Magnesium-Silber- und Magnesium-Gold-Legierungen ein Polieren auf Tuch mit Öl und Magnesiumoxyd. Als Ätzmittel dient TIMOFÉEFFSche Lösung (4 Teile Chromsäure und 96 Teile Salpetersäure), von der eine alkoholische Verdünnung von einigen Tropfen auf 10 cm³ Alkohol für Magnesium-Gold und heterogene Magnesium-Silber-Legierungen empfohlen wird. Homogene Magnesium-Silber-Legierungen erfordern eine etwas stärkere Lösung von etwa 18 Tropfen der Lösung auf 10 cm³ Alkohol.

Ätzmittel für Magnesium und seine Legierungen.

(Nach Metals-Handbook 1936.)

Ätzmittel	Zusammensetzung	Anwendung	Eignung
Essigsäure	10proz. wässrige Lösung	1—2mal mit getränktem Wattebausch behandeln, etwa 2 min	Makroätzung
Oxalsäure	2proz. wässrige Lösung	wie oben, 2—5 sec	für Guß- oder Walzproben aus Reinformmagnesium
Salpetersäure	2proz. wässrige Lösung	wie oben	entwickelt Kristallseigerung, geeignet für die meisten Gußlegierungen
Apfelsäure-Salpetersäure	5proz. wässrige Apfelsäurelösung mit Zusatz von 2% Salpetersäure	Ätzdauer 10—30 sec	für Knetlegierungen
Weinsteinsäure	2proz. wässrige Lösung	Ätzdauer 10—20 sec	für Mg-Mn-Legierungen im Guß- und Walzzustand, ferner für Mg-Al-Mn-Zn-Legierungen

Nach R. W. JAMES ist die „Glykolätzung“ den vorstehend genannten Ätzmitteln vorzuziehen und deshalb vorwiegend gebräuchlich. Die Ätzlösung setzt sich wie folgt zusammen:

Diäthylenglykol	75 Maßteile
Wasser, dest.	24 „
Salpetersäure, konz.	1 Maßteil

Die Glykolätzung ermöglicht genaue Bestimmung und Trennung der einzelnen Gefügebestandteile, ohne dabei diese sowie die Grundmaße stärker anzugreifen. Die Ätzung wird folgendermaßen ausgeführt:

Eine kleine Menge der Lösung wird auf ein Uhrglas gegossen; die mit den Fingern oder mit einer Zange gehaltene Probe wird mit der Schlißfläche nach unten nicht vertikal, sondern mit einer gleitenden Bewegung in die Flüssigkeit getaucht. Der Boden des Glases darf nicht berührt werden. Nachdem die Schlißfläche durch leichtes Hin- und Herbewegen der Probe völlig benetzt ist, wird die Probe herausgenommen, nach oben gewendet, und die Gasblasen durch Blasen entfernt. Die Ätzdauer beträgt durchschnittlich 10—15 sec. Sollen das Korngefüge und die Kristallseigerung bei Gußproben entwickelt werden, ist etwa 30 sec zu ätzen. Sobald die gewünschte Ätzwirkung erreicht ist, wird die Probe in heißes Wasser getaucht, am besten in ein Gefäß mit kochendem Wasser, und durch scharfes Blasen auf die Schlißfläche getrocknet.

Als Korngrenzenätzung für Knetlegierungen wird manchmal das Ätzen mit organischen Säuren bevorzugt (Zitronensäure 5% in Alkohol) oder die in obiger Tabelle angeführte Apfelsäure-Salpetersäurelösung. Bei Anwendung dieser Ätzmittel wird Ätzwaschen mit Wattebausch zur Verhinderung von Ätzablagerungen auf der Schlißfläche empfohlen. Bei der Zitronensäureätzung werden die Proben wie oben beschrieben gespült und getrocknet, bei der Apfelsäureätzung ist nach dem Abspülen in kochendem Wasser in Azeton nachzuspülen und mit Heißluft zu trocknen.

Nachweis von Sonderbestandteilen. Nach R. W. JAMES (Metals Handbook 1939).

Aluminium. Alle handelsüblichen Mg-Legierungen enthalten Al als Hauptzusatzmetall. Der als Mg_4Al_3 angesehene Bestandteil (dessen Zusammensetzung noch nicht als ganz feststehend angesehen werden kann) erscheint in primär ausgeschiedener Form als weißer, sich wenig von der Grundmasse unterscheidender Bestandteil. Die Glykolätzung umreißt den Bestandteil und entwickelt ein bestimmtes Relief. Derselbe Bestandteil — durch Anlassen aus der festen Lösung abgeschieden — zeigt ein dem Perlit ähnliches Gefüge.

Zink. Fast alle zinkhaltigen Mg-Legierungen enthalten Aluminium. In diesen Legierungen verbinden sich Al und Zn mit dem Magnesium zu einem ternären Bestandteil von fast gleichem Aussehen wie die binäre Mg-Al- oder Mg-Zn-Verbindung. Auch aus der ternären Verbindung scheidet sich durch Anlassen ein perlitartiger Bestandteil aus.

Mangan. Alle handelsüblichen Magnesiumlegierungen enthalten etwas Mangan. Der Mn-haltige Bestandteil tritt meistens in Form rundlicher grauer Einschlüsse auf, die ein starkes Relief zeigen und beim Polieren sehr leicht herausgerissen werden unter Zurücklassung von Löchern. Durch die Glykolätzung

wird der Bestandteil praktisch kaum angegriffen, er ist aber durch sein charakteristisches Aussehen leicht erkennbar.

Silizium. Silizium bildet mit Magnesium den Bestandteil Mg_2Si . Über etwa 1% tritt dieser Bestandteil in Form der sog. Chinesenschrift auf. Bei geringerer Mengen erscheint Mg_2Si in Form irisierender bläulicher Einschlüsse, deren Farbe durch die Glykolätzung etwas vertieft erscheint.

Eisen. Eisen ist im Magnesium nicht löslich, es ist meistens kenntlich durch das Auftreten von Höfen um die Einschlüsse, die bei längerem Lagern der Schlißproben eine rötliche Färbung annehmen.

Zinn. Bei höherem Sn-Gehalt (etwa 6%) erscheint der Mg-Sn-Bestandteil bei der Glykolätzung hell- bis dunkelbraun oder dunkelblau, je nach der Ätzdauer. In gegossenen Legierungen wird deutlich Kristalleigerung entwickelt. Unterhalb 6% und bei Anwesenheit von Al ist der Mg-Sn-Bestandteil durch seine charakteristische Färbung von diesem gut zu unterscheiden.

Kadmium. Bei normalen Gußbedingungen wird Kadmium bei den üblichen Gehalten in Lösung gehalten. Darüber hinaus tritt es als komplexer Bestandteil in eutektischer Form auf.

Kennlichmachung von Gefügebestandteilen in Magnesiumsandgußlegierungen nach A.S.T.M.-Standards 1936.

Legierungsbestandteil oder Verunreinigung	Günstigster Zustand für den Nachweis	Nachweis- barer Minimal- gehalt %	Aussehen im ungeätzten Zustand		Aussehen im geätzten Zu- stand (20 proz. Oxalsäure 2—5 min)	
			Form	Farbe	Form	Farbe
Aluminium in Rein-Mg in Mg-Leg.	geätzt geätzt	2,0 2,0			globulitisch globulitisch	weiß weiß
Eisen in Rein-Mg in Mg-Leg.	ungeätzt ungeätzt	0,03 0,03	eckig globulitisch	schwarz schwarz	eckig globulitisch	schwarz schwarz
Kadmium in Rein-Mg in Rein-Mg }	{ mikroskopischer Nachweis nicht möglich, da vollständig in Mg- und Mg-Legierungen löslich.					
Kupfer in Rein-Mg in Mg-Leg.	geätzt geätzt	0,5 0,5			Netzwerk globulitisch	irisierend grau
Mangan in Rein-Mg in Mg-Leg.	ungeätzt ungeätzt	0,1 0,1	rundlich rundlich	dunkelgrau dunkelgrau	Netzwerk globulitisch	dunkel- grau
Nickel in Rein-Mg in Mg-Leg.	geätzt geätzt	0,3 0,3 (5?)	Netzwerk globulitisch	grau grau	rundlich rundlich	dunkel- grau
Silizium in Rein-Mg in Mg-Leg.	ungeätzt ungeätzt	0,03 0,03	Netzwerk globulitisch	grau grau	Netzwerk globulitisch	schwarz grau

Verhalten von Magnesium-Gußlegierungen gegen verschiedene Ätzlösungen.

(Nach J. A. GANN.)

Legierung	2% HNO ₃	2% HCl	1% H ₂ SO ₄	2% H ₂ CrO ₄	2% HNO ₃ (alkohol.)	10% NH ₄ Cl
Reinmagnesium:						
Korngrenzen	scharf	scharf	scharf	scharf	scharf	scharf
Kristallseigerung	wenig	wenig	wenig	wenig	keine	keine
Eutektikum	—	—	—	—	—	—
Grundgefüge	gut	gut	gut	gut	schwach	schwach
Färbung	keine	keine	keine	keine	keine	keine
Eignung	ja	ja	ja	ja	ja	ja
Magnesium-Kadmium:						
Korngrenzen	keine	keine	zart	keine	keine	zart
Kristallseigerung	stark	stark	stark	stark	stark	stark
Eutektikum	—	—	—	—	—	—
Grundgefüge	unangegr.	n. angegr.	n. angegr.	n. angegr.	n. angegr.	n. angegr.
Färbung	stark	stark	stark	stark	stark	stark
Eignung	nein	nein	ja	nein	nein	ja
Magnesium-Aluminium:						
Korngrenzen	etwas	etwas	etwas	scharf	etwas	n. angegr.
Kristallseigerung	stark	wenig	wenig	wenig	wenig	wenig
Eutektikum	gut	gut	gut	gut	gut	schwach
Grundgefüge	gut	schwach	schwach	etwas	gut	etwas
Färbung	—	—	—	—	—	—
Eignung	ja	ja	ja	ja	ja	nein
Magnesium-Zink:						
Korngrenzen	schwach	keine	keine	keine	schwach	keine
Kristallseigerung	etwas	etwas	stark	stark	etwas	keine
Eutektikum	gut	kaum	schwach	gut	gut	gut
Grundgefüge	schwach	kaum	schwach	schwach	schwach	kaum
Färbung	keine	stark	etwas	etwas	keine	keine
Eignung	ja	nein	nein	nein	ja	nein
Magnesium-Zinn:						
Korngrenzen	keine	keine	keine	schwach	keine	keine
Kristallseigerung	etwas	etwas	etwas	etwas	etwas	etwas
Eutektikum	kaum	kaum	schwach	kaum	schwach	schwach
Grundgefüge	n. angegr.	n. angegr.	n. angegr.	kaum	n. angegr.	n. angegr.
Färbung	etwas	etwas	etwas	etwas	etwas	etwas
Eignung	nein	nein	ja	nein	ja	ja
Magnesium-Mangan:						
Korngrenzen	scharf	scharf	scharf	scharf	scharf	scharf
Kristallseigerung	etwas	etwas	etwas	stark	etwas	etwas
Eutektikum	gut	gut	gut	kaum	gut	gut
Grundgefüge	schwach	schwach	schwach	schwach	schwach	schwach
Färbung	keine	keine	keine	keine	keine	keine
Eignung	ja	ja	ja	ja	ja	ja

Verhalten von Magnesium-Gußlegierungen gegen verschiedene Ätzlösungen (Fortsetzung).
(Nach J. A. GANN.)

Legierung	2% HNO ₃	2% HCl	1% H ₂ SO ₄	2% H ₂ CrO ₄	2% HNO ₃ (alkohol.)	10% NH ₄ Cl
Magnesium-Kupfer:						
Korngrenzen	—	—	—	—	—	—
Kristallseigerung	—	—	—	—	—	—
Eutektikum	gut	gut	gut	schwach	gut	kaum
Grundgefüge	schwach	schwach	schwach	schwach	schwach	kaum
Färbung	keine	keine	keine	keine	keine	stark
Eignung	ja	ja	ja	ja	ja	nein
Magnesium-Nickel:						
Korngrenzen	—	—	—	—	—	—
Kristallseigerung	—	—	—	—	—	—
Eutektikum	gut	kaum	kaum	gut	gut	kaum
Grundgefüge	schwach	kaum	kaum	schwach	schwach	kaum
Färbung	keine	stark	stark	keine	etwas	stark
Eignung	ja	nein	nein	ja	nein	nein

Die Bezeichnung „Eutektikum“ bezieht sich auf als Sonderbestandteil auftretende Zusatzmetalle, ob sie nun als Verbindung, Eutektikum oder in freiem Zustand wie Mangan auftreten.

Zum Ätzen werden die Proben vollständig in die Ätzlösung eingetaucht und ständig darin bewegt oder mit Wattebausch leicht ätzwaschen. Die bei manchen Legierungen auftretende Färbung, die besonders bei kadmium-, zinn- und nickelhaltigen Legierungen auftritt, beruht auf einer Lösung dieser Zusatzmetalle und nachfolgendem Niederschlagen auf den magnesiumreichen Gefügezonen. In manchen Fällen haftet der Niederschlag fest, in anderen ist er so locker, daß er durch Ätzwaschen oder Ätzen in konzentrierteren Lösungen verhindert werden kann.

d) Zwillingsbildungen in Magnesium und Mg-Legierungen.

Die in Reinmagnesium und homogenen Magnesiumlegierungen häufig auftretenden Zwillingsbildungen sind in ihrer Ursache umstritten. Die mit zunehmendem Magnesiumgehalt um so ausgeprägter erscheinenden Zwillingsbildungen kommen in rasch abgekühlten Gußproben wie auch in homogenisierten Proben nach Abschreckung vor, am zahlreichsten aber in gepreßten und kalt verfestigten Proben.

PHILIPS hält sie für eine Folgeerscheinung unsachgemäßen Schleifens und Polierens, wenn sie sehr fein und dicht nebeneinanderliegen, während durch Abschrecken entstandene Zwillingsbildungen sehr lang und mehr verstreut auftreten.

MEISSNER, HANSON und SCHMIDT beobachteten Zwillingsbildungen nach Ausscheidungshärtung. Nach SCHMIDT sind die parallelen Linien verursacht durch innere Spannungen als Folge der Alterungswirkung, deren Mechanismus noch nicht völlig geklärt ist.

Nach GANN'S Auffassung erzeugt die der Homogenisierung folgende Abschreckung genügend mechanische Beanspruchung, um bei nachfolgender Wärmebehandlung Zwillingsbildungen hervorzurufen.

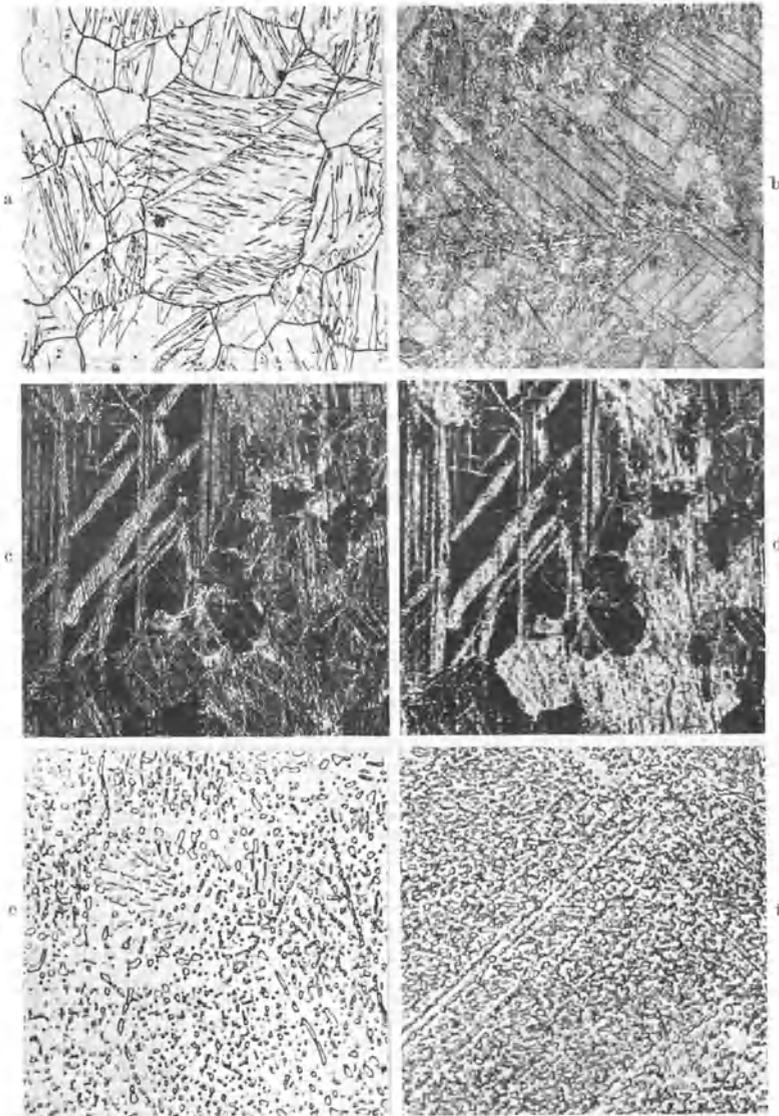


Abb. 55 a–f. Auftreten von Zwillingsbildungen in Reinformmagnesium und Magnesiumlegierungen. Ätzung HNO_3 , 0,5%.

Abb. 55 a. Preßstange aus Reinformmagnesium, 8 mm Durchmesser. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 55 b. Vergütbare Knetlegierung (10% Al, 0,3% Mn). Preßstange 20 mm Durchmesser, vergütet und kalt verfestigt. Grundmasse aus Alpha-Mischkristallen mit feinsten sekundären Ausscheidungen aus der gesättigten Lösung. Zwillingsbildungen in Form feiner Parallelstreifen. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 55 c. Gleiche Probe wie b, stärker geätzt. Andere Probenstelle mit größeren Zwillingsbildungen. Beleuchtung Planglas. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 55 d. Gleiche Probenstelle wie c, Beleuchtung mit Prisma. Verstärkte Kontraste. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 55 e u. 55 f. Gleiche Probe wie b–d. Zwecks Koagulierung der feinen Sekundärausscheidungen im Bereich der Sättigungsgrenze (380°C) 4 Stunden geglüht und langsam abgekühlt. Bevorzugte Koagulierung in den Korngrenzen und in den Zwillingslinien. (Vergr. $\times 1000$.)

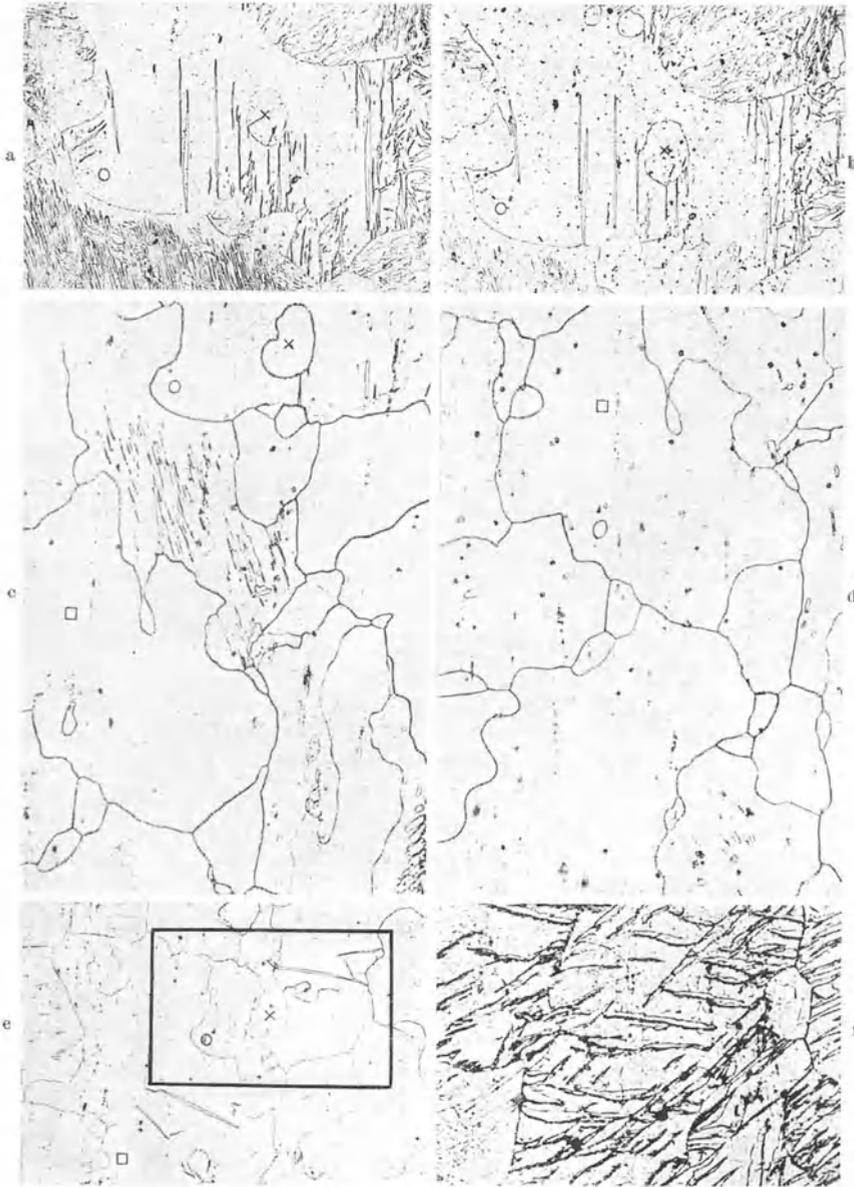


Abb. 56 a–f. Reinmagnesium, Preßstange 8 mm Durchmesser.

Abb. 56 a. Preßgefüge mit Zwillingsbildungen. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 56 b. Gleiche Probenstelle nach Glühung bei 400°C . Abkühlung an Luft. Zwillingsbildungen unverändert, geringes Kornwachstum, siehe das mit Kreuz bezeichnete Korn. (Vergr. $\times 200$.)

Abb. 56 c. Gleiche Probenstelle nach Glühung bei 550°C , Abkühlung an Luft. Nur noch Reste von Zwillingsbildungen erkennbar. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 56 d. Gleiche Probenstelle wie Abb. c nach Glühung bei 630°C und Luftabkühlung. Völlige Beseitigung der Zwillingsbildungen. (Vergr. $\times 100$.)

Abb. 56 e. Probe erneut bei 630°C geglüht und in Wasser abgeschreckt. Vereinzelt Auftreten neuer Zwillingsbildungen. Ausschnitt von Abb. a und b in verkleinertem Maßstab. (Vergr. $\times 50$.)

Abb. 56 f. Probe nach Glühung bei 630°C und Abschreckung leicht gestaucht. Auftreten zahlreicher ausgeprägter Zwillingsbildungen. (Vergr. $\times 100$.)

Die Abb. 55 und 56 zeigen Ergebnisse von Beobachtungen und Versuchen von A. MEYER. Das Auftreten von Zwillingsbildungen in Reinformmagnesium und in einer Mg-Al-Legierung mit 10% Al, 0,3% Mn, wird durch die Abb. 54a—f veranschaulicht. Auch Knetlegierungen im ausscheidungsgehärteten Zustand lassen Zwillingsbildungen erkennen, wenn die Ätzung länger als zur Feingefügeentwicklung notwendig ausgedehnt wird. Die Schlifffläche erscheint dann bläulich schimmernd, die einzelnen Kristallite sind verschieden getönt; und je nach der Färbung heben sich die Zwillingsbildungen hell oder dunkel von der Grundmasse ab (vgl. Abb. 55b—d). Beleuchtung mit Prisma erzeugt stärkere Gegensätze als Planglasbeleuchtung.

Glühbehandlung im Bereich der Sättigungsgrenze bewirkt bei heterogenen Magnesiumlegierungen mit Ausscheidungsbestandteilen Koagulierung der Ausscheidungsbestandteile, wobei Korngrenzen und Zwillingsbildungen deutlich in Erscheinung treten (s. Abb. 55e und f). Danach ist anzunehmen, daß Zwillingsbildungen nicht durch den Mechanismus der Ausscheidungshärtung entstehen, sondern durch diese in verstärktem Maße sichtbar werden. Dasselbe ist z. B. auch bei der Ausscheidungshärtung von Eisen durch Stickstoff der Fall (siehe Abb. 38e und f, S. 165).

Glühversuche zwecks Beseitigung von Zwillingsbildungen ergaben, daß hierfür eine ziemlich hohe Temperatur erforderlich ist. Die Versuche erstreckten sich nur auf Proben geringer Abmessungen (8 mm \varnothing), deshalb wurden die Proben nur etwa 5 min auf den verschiedenen Glühtemperaturen gehalten, mehrstündiges Glühen der gleichen Proben bei 400° bewirkte jedoch ebenfalls kein Verschwinden der Zwillingsbildungen sowohl bei Reinformmagnesium wie bei Legierungen. Wie die Abb. 56a—f zeigen, erfolgt Entfernung der Zwillingsbildungen bei Reinformmagnesium erst bei etwa 630° C. Eine von dieser Temperatur langsam abgekühlte Probe zeigt keine Zwillingsbildungen mehr. Abschreckung der gleichen Probe von 630° C in Wasser läßt vereinzelte neue Zwillingsbildungen entstehen, eine Bestätigung der GANNschen Annahme, daß die Abschreckung eine geringe mechanische Beanspruchung auslöst.

Leichtes Stauchen der bei 630° C geglühten und abgeschreckten Probe bewirkt starke Zwillingsbildung (s. Abb. 56f.).

Zu S. 81. Wirkung der einzelnen Reagenzien im OBERHOFFERSCHEN Ätzmittel. Tabelle nach HEINRICH und VOIGT [Z. anorg. allg. Chem. Bd. 154 (1926) S. 209].

Versuchsreihe	Versuch-Nr.	Zusammensetzung der Ätzflüssigkeit						Ausbildung der Primärstruktur nach min						Erstes deutliches Auftreten der Primärstruktur	Verhalten der Primärstruktur nach dem Abwischen	Dichtigkeitsgrad des ausgeschiedenen Cu-Niederschlags nach min						Bemerkung																
		H ₂ O cm ³	C ₄ H ₉ OH cm ³	SnCl g	CuCl ₂ g	FeCl ₃ g	HCl cm ³	0,5	1	2	3	5	10			15	0,5	1	2	3	4		5	10	15													
																										1	2	3	5	10	15							
I	1	40	.	.	0,04	.	.	a	a	c	c	d	d	d	.	.	+	+	+	2	3	4	5	6	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	Cu-Niederschlag lose haftend		
	2	20	20	.	0,04	a	a	a	+	+	+	+	1	2	„		
	3	20	20	0,02	0,04	2	3	4	5	6	„		
	4	20	20	0,02	0,04	1,2	.	b	b	b	b	b	b	c	c	30 sec	+	+	+	1	2	3	4	5	6	„			
	5	20	20	0,02	0,04	1,2	2	b	b	b	b	b	c	c	c	30 „	+	+	+	1	2	3	4	5	6	„			
II	1	40	Die obere Schicht sitzt lose, die untere fest
	2	20	20	.	0,04	.	2	a	b	c	c	d	d	d	1	2	3	4	5	„		
	3	20	20	0,02	0,04	.	2	a	a	c	c	d	d	d	1	2	3	4	5	„		
	4	20	20	0,02	0,04	.	2	a	a	c	c	d	d	d	1	2	3	4	5	„		
	5	20	20	0,02	0,04	1,2	2	b	b	b	b	b	c	c	c	30 sec	+	+	+	1	2	3	4	5	6	„			
III	1	40	.	.	.	1,2	a	b	b	b	c	c	d	d	60 sec	+	+	+	Die Primärstrukt. wird durch d. HCl zerstört
	2	20	20	.	1,2	.	a	b	b	b	c	c	d	d	60 „	+	+	+	„		
	3	20	20	.	1,2	2	.	a	c	c	d	d	d	d	„		
	4	20	20	0,04	1,2	2	b	b	b	b	c	c	c	c	30 sec	+	+	+	„		
	5	20	20	0,02	1,2	2	b	b	b	b	c	c	c	c	30 „	+	+	+	„		

Erläuterung:
a = In der Lösung schwach angedeutet, nach dem Trocknen nicht
b = deutlich und scharf. [mehr erkennbar.
c = verwaschen durch Überätzung.
d = verschwunden durch Überätzung.

Erläuterung:
+ = schwach angedeutet.
++ = deutlich und erhalten.
1, 2, 3, 4, 5, 6 = Dichtigkeitsgrad wachsend von 1—6.

Verfasserverzeichnis mit Schrifttumsnachweis und Seitenangabe für die im Handbuch genannten Verfasser.

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
A CKERMAN, D. E., u. R. H. SCHAEFER: Inco 1935/36, 13 , 24	193,
ADCOCK, F.: J. Inst. Met. 1921 (II), 26 , 361	195, 222
— J. Inst. Met. 1922 (I), 27 , 74	
AGTE, SCHÖNBORN u. SCHRÖTER: Z. techn. Phys. 1925, 6 , 293	157
ADLER s. MATTING: Autogene Metallbearb. 1934, 27 , 353	77, 78, 88, 182, 229
AKIMOW, G. W.: Metal Progr. 1934 (I), Nr. 3, 42	130
ALLISON, F. W., u. M. N. ROCK: Chem. metall. Engng. 1920, 23 , 383	77
— Stahl u. Eisen 1921 (II), 41 , 1007	
AMBERG, K.: Jernkont Ann. 1926, 110 , 482	135
— Jernkont Ann. 1937, 121 , 603 — Stahl u. Eisen 1938, 58 , 631	20
American Society	
— for Steel Treating, Handbook 1929 (jetzt: for Metals)	78, 79, 115, 117, 125, 126, 127, 128, 130, 133, 135, 179, 196, 215, 222, 231
— for Metals, Metals Handbook 1936 u. 1939	90, 144, 174, 187, 200, 216, 251
— for Testing Materials, Proceedings 1923, 23 (I), 520	65
— for Testing Materials, Proceedings 1924, 24 (I), 108	98
— for Testing Materials, Standards, E 3 1936	224, 253
AMMERMANN, E. s. a. VAN ROYEN	
— Stahl u. Eisen 1931, 51 , 207	102
— u. H. KORNFELD: Arch. Eisenhüttenw. 1929/30, 3 , 307	43
— — Arch. Eisenhüttenw. 1933/34, 7 , 567.	
ANDERSON, R. J.: (1) Chem. metall. Engng. 1918, 18 , 172	235
— (2) J. Franklin Inst. 1919, 187 (I), 1	237
— (3) Chem. metall. Engng. 1919, 21 , 229	
— (4) Metal Ind., Lond. 1921, 19 , 69 — Chem. Abstr. 1921, 15 , 1482	
— u. J. L. RODDA s. Metals Handbook 1939, 1763 u. 1766	202
ARCHER, R. S.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1920, 62 , 754	121
VAN ARKEL s. PORTEVIN u. BASTIEN, S. 182	227, 228
ARNES, W. B.: Trans. Amer. Soc. Met. 1936, 24 , 701	131, 148
ARPI, R., K. KJEREMAN u. G. THALÉN: Jernkont. Ann. 1938, 122 , 531	64
AST: Mitt. Mat.-Prüf.-Amt 1906, Ber. 36d — Metallurgie 1907, 4 , 123	62
ATKINSON, R. H., u. A. R. RAPER: J. Inst. Met. 1936 (II), 179	219, 221
B AARS, H., A. PRILL u. M. WERNER: Stahl u. Eisen 1932, 52 , 1291	98
BAEYERTZ, M.: Trans. Amer. Soc. Met. 1934, 21 , 625	163
— Trans. Amer. Soc. Met. 1937, 25 , 1185	144, 148
BAEYERTZ s. a. SCHEIL u. VILELLA	21, 172
BAIN, E. C., u. J. R. VILELLA: Metals Handbook 1939 (Amer. Soc. Met. S. 754)	120
BARADUC-MULLER: Rev. Métall. Mém. 1910, 7 , 680	171
BASSETT, W. H.: Trans. Amer. Inst. min. met. Engrs. Inst. Met. Div. 1927, 74a, 218 (Cu-Be)	191

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
BASSETT, W. H., u. C. J. SNYDER: Proc. Amer. Soc. Test. Mat. 1932, 32 , 558	212, 213, 215, 217
— u. C. J. SNYDER: Metals & Alloys 1935, 6 , 125	
BASTIEN, P.: Rev. Métall. 1933, XXX, 493 s. a. PORTEVIN	247
BAUCKE: Int. Z. Metallogr. 1912, 2 , 243	211, 214
BAUER, O.: Metallurgie 1906, 3 , 579	97
— u. M. HANSEN: Kupfer-Zink-Leg. Berlin 1927	186
BAUMANN, R.: Metallurgie 1906, 3 , 416	64, 96—102
BAYKOFF, M. A.: Rev. Métall. 1909, 6 , 829	60
BECK, F.: Metallwirtsch. 1933, 12 , 636	59, 219
BECKINSALE, S., u. H. J. WATERHOUSE: J. Inst. Met. 1928, 39 , 375	215
BEHRENS, H.: Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen. Hamburg und Leipzig 1894	55
BELAIEFF, S. S.: Chem. metall. Engng. 1922, 27 , 1086	134
BELYNSKI (BIBLINSKI), S.: Stahl u. Eisen 1912 II, 32 , 1467 — J. Russ. metall. Soc. 1912, 396	77
BENEDICKS, C.: (1) J. Iron Steel Inst. 1908 II, 77 , 153	118
— (2) Tidsk. Elem. Mat. Fys. Kemi 1925, 9 , 39	106
— (3) Metallographic Researches. New York 1926	57, 106
— (4) Stahl u. Eisen 1938, 58 , 698	133
— (5) Int. Assoc. Test. Mat. 6. Kongr. New York 1912 II, 9	61
— u. H. LÖFQUIST: Nonmetallic Inclusions in Iron and Steel. London 1930	
— u. P. SEDERHOLM: (1) Arkiv. Mat. Astron. Fysik 1925, 19 , Nr. 1 —	
— (2) Jernkont. Ann. 1928, 112 , 565	37
— u. R. TREJE: Rev. Métall. Mém. 1936, 33 , 203	164
— u. WALLDOW: Persönliche Mitteilung	57
— u. P. E. WRETBLOD: Jernkont. Ann. 1934, 118 , 45 — Schleif- u. Poliertechn. 1936, 13 , 1, 48, 101, 157, 202	20, 21, 22
BERGLUND, T.: Im Handbuch veröffentlichte Angaben	97, 99, 105, 112, 142
BEREGEKOFF, D., u. W. D. FORGENG: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1939 (Inst. Met. Div.), 133, 340	24, 27
BINGHAM, K. E.: J. Inst. Met. 1920, 24 , 542	203
BLUMENTHAL, A.: ZeiB-Nachrichten 1934 (April), 28	226, 247
BOLTON, J. W.: Foundry Trade J. 1922, 50 , 53	149, 150, 189
— Foundry Trade J. 1922, 50 , 787	
— Foundry Trade J. 1922/23, Data Sheets Nr. 451—461	
— Iron Coal Tr. Rev. 1924, 75 , 544	
BOYLSTON, H. M.: Amer. Soc. Steel Treat. Handbook 1929	112
— Metals Handbook (Amer. Soc. Met.) 1936, 554	5
Bureau of Standards	
— Circular Nr. 100, 1921 (Nickel)	196, 197
— Circular Nr. 113, 1921 (Gefügeentwicklung von Metallen)	188
— Circular Nr. 346, 1927 (Aluminium)	235
— Circular Nr. 395, 1931 (Zink und -Legierungen)	200
BURGESS u. FORGENG: Amer. Soc. Met., Metals Handbook 1939	146
BUSCH, W.: Gießerei 1936, 23 , 291	246, 250
C AMPBELL, W.: Chem. metall. Engng. 1929, 26 , 1163 — Stahl u. Eisen 1922 (II), 42 , 1219	106, 149, 187
— u. G. F. COMSTOCK: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1923, Nr. 1, 521	163, 173
CANFIELD, R. H.: Chem. metall. Engng. 1924, 30 , 470	83, 91
CARL, F.: Metals & Alloys 1934, 5 , Nr. 2, 39	192

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
CARPENTER, H. C. H., u. G. F. ELAM: J. Iron Steel Inst. 1922 I, 105 , 83 — Stahl u. Eisen 1922, 46 , 1722	60
CASTRO, R., u. A. PORTEVIN s. PORTEVIN	173
CHARPY u. BONNEROT: C. R. Acad. Sci. Paris 1917, 165 , 536	80
CHOULANT, H. Z.: Z. Metallkde. 1929, 21 , 197	234, 236
CLAYTON, C. Y.: Metal Progr. 1936, 30 , 70 (Aust. Korngr.)	
COMSTOCK, G. F.: (1) Iron Coal Tr. Rev. 1916, 59 , 1195 — Stahl u. Eisen 1917 (I), 37 , 383 — Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1916, 56 , 533	167 ff.
— Trans. Amer. Soc. Steel Treating, Handbook 1929	160, 161
— Amer. Soc. Met., Metals Handbook 1939	148
CORSON, M. G.: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. Nr. 96, 1928	141, 188
CURRAN, J. J.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating, Handbook 1929	123, 127, 130
CURRAN s. a. GILLIGAN	
CROOK, W. I.: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 998	221
CZOCHRALSKI, J.: Stahl u. Eisen 1915 (II), 35 , 1073 u. 1129 — Z. V.D.I. 1917, 61 , 345	73, 91, 151, 182
— Z. Metallkde. 1923, 15 , 273 (Fremdstoffe im Al)	
— Moderne Metallkunde, S. 56 ff. Berlin 1924	177, 214, 215, 237
— u. PRZYJAMSKI: Wiadomosci 1936, 3 , 113	208
D AEVES, K.: Stahl u. Eisen 1921 II, 41 , 1262	115, 131, 136
DAVIS, C. H. S.: Metals Handbook 1939, 1469 u. 1472	174
DAWIHL, W., u. R. FLÜSHÖH: Z. Metallkde. 1937, 29 , 135	157
DEAN, R. S., L. ZICKRICK u. F. C. NIX: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1926, 73 , 505	215
DEARDEN, W. H.: J. Iron Steel Inst. 1935, 131 , 297	98
— Int. Assoc. Test. Mat. Lond. Congr. Proc. 1937, 86	
DESCH, C. H.: J. Inst. Met. 1915 (I), 13 , 201	83, 88, 195
DICKENSON: J. Iron Steel Inst. 1919, XCIX, 294 — Amer. Soc. Test. Mat. Stand. 1930, Part I, 878	78, 88, 93
DIERGARTEN, H., u. W. ERHART: Sonderheft Hauptvers. Z. Metallkde. 1938, 43	26
DIX jr., E. H.: (1) Chem. metall. Engng. 1922, 27 , 1217	
— (2) Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1923, 69 , 957	235, 236
— (3) Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1925, 25 (II), 120	
— u. W. D. KEITH: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1926, 26 (II), 317	231
— u. H. H. RICHARDSON: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1926, 73 , 560	
— u. F. KELLER: Min. & Metall. 1928, 9 , 327	233
DOWDELL, R. L., u. M. J. WAHLL: Metals & Alloys 1933, 4 , 181	19
DRAKE, E. B.: Metals & Alloys 1931, 2 , 20; 1932, 3 , 77	207
DURAND, J.: Génie civ. 1924, 85 , 131 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 1388; 1925 (II), 45 , 1531	99, 100
DURRANT, I.: J. Inst. Met. 1931, 45 , 99	
E DLUND, D. L.: Trans. Amer. Soc. Steel Treat. 1929, 16 , 86	143
EICHHOLZ, W.: Ber. Ver. Dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffaussch. 1925, 134	88, 89
EILENDER u. CORNELIUS: Arch. Eisenhüttenw. 1935, 9 , 263	43
ELAM, C. F. (TIPPER): Trans. Faraday Soc. 1936 (II), 82 , 1604 — Metallwirtsch. 1937, 6 (Cu-O)	60
ELLINGER, G. A.: Trans. Amer. Soc. Met. 1936, 24 (1), 26	131, 146, 148
— u. J. S. ACKEN: Trans. Amer. Soc. Met. 1939, 27 , 382	20

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
ENDÔ, H.: Sci. Rep. Tôhoku Univ. 1928, 17 , 1245	69
ENLUND, B. D., H. KJERRMAN u. FR. VON HOMBYER: Jernkont. Ann. 1936, Nr. 6, 295	66
EPSTEIN, S., u. J. P. BUCKLEY: J. Res. Nat. Bur. Stand. 1929, 3 , 783 — Stahl u. Eisen 1930, 50 , 1001	26
ERDMAN: Metals & Alloys 1937, 8 , 27	12
ESSER, H., u. H. CORNELIUS: Stahl u. Eisen 1933, 53 , 532	60
FEIGL, F.: Z. anal. Chem. 1928, 74 , 369	95
FINKELDEY, W. H.: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1926, 26 , 304	204
FLICK, F. W.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1925, 71 , 816 — J. Inst. Met. 1925 (II), 34 , 472 — Chem. Abstr. 1926, 20 , 1381	227, 228
FRÉMONT, C. H.: Rev. Métall. 1908, 5 , 649	72, 73
FRY, A.: (1) Krupp. Mh. 1921, 2 , 118	} 43, 82, 83 } 85—89
— (2) Ber. Ver. Dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffaussch. 1921, Nr. 6	
FUSS, O.: Metallographie des Aluminiums und seiner Legierungen. Berlin 1934	226, 233
GANN, J. A.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Inst. Met. Div. 1929, 309	243, 246, 249, 253
GANN s. a. PULSIFER (3): Diskussion zu Mg-Gefügeentwicklung	
GAT, J. D.: Blast. Furn 1924, 12 , 536 — J. Iron Steel Inst. 1925 (I), 111 , 582	
— Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1926, 10 , 9—30	
GAYLER, M. L. V.: (1) J. Inst. Met. 1937, 60 , 75	241
— (2) J. Inst. Met. 1937, 60 , 379	223
GILL, J. P., u. L. D. BOWMAN: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1921, 2 , 184 — Stahl u. Eisen 1923 (II), 43 , 1178	135
— u. JOHNSTIN: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1933, 21 , 354	69
GILLIGAN, F. P., u. J. J. CURRAN: Iron Age 1920, 105 , 657 — Stahl u. Eisen 1920 (II), 40 , 1671	189
GIRARDET s. PORTEVIN u. BASTIEN: Graphitätzung, S. 238 — Bromätzung für Phosphid, S. 77	149, 153
GLAZUNOV, A.: Chim. et Ind. 1930, 23 , 247 — Stahl u. Eisen 1931, 51 , 207	59, 102
— Chim. et Ind. 1933, 29 , 688 (Zinküberzüge)	
— u. KRIVOHLAVY: Z. phys. Chem. 1932 A, 161, 373	103
— u. PÉTAK: Chem. et Ind. 1933, 131, 297	134
GLOCKER, R., u. H. WIDMAN: Z. Metallkde. 1928, 20 , 129	223
GOERENS, P.: (1) Metallurgie 1907, 4 , 177	111
— (2) Einführung in die Metallographie. Halle 1926	21, 27, 53, 120, 159, 203
— u. W. DOBBELSTEIN: Metallurgie 1908, 5 , 561	55
GRARD: Cuivre et laitons à cartouches. Berger-Levrault 1909	179, 188, 195
GREENE, O. V.: Iron Age 1924, 144 , 615 u. 670 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 1543 — J. Iron Steel Inst. 1924 (II), 110 , 448	117
GREGG, J. L., u. K. KÜTTNER: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1929, Nr. 184	155, 156
GROESBECK, E. C.: (1) Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1924, 24 (I), 740	
— (2) Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1926, 26 (I), 569	
— (3) U. S. Bur. Stand. Sci. Papers 1925, Nr. 518, 544	113, 114, 115, 130, 135—140
GRUBER: Z. Metallkde. 1931, 23 , 151	199
GUERTLER, W.: Metalltechnischer Kalender. Berlin 1926	172, 222
— Metalltechnisches Handbuch. Berlin 1939	
GUILLET, L.: (1) Étude Industrielle des Alliages Métalliques. Paris 1901	130

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
GUILLET, L.: (2) Rev. Métall. 1920, XII, 494	182
— u. J. COURNOT: Rev. Métall. 1930, XXVII, 2	222
— u. A. PORTEVIN: Précis de Métallographie Microscopique et de Macrographie. Paris 1918	126
GUTHRIE, R. G.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1925, 7, 337	25
GWYER, PHILIP u. MANN: J. Inst. Met. 1928 (II), 297	257
H ACK, C. H. s. Metals Handbook 1939, 1731 (Zinn)	
HADFIELD, R. A.: Inst. Civ. Eng. 1888 — J. Iron Steel Inst. 1906 (I), 74	134, 145
HAJDA u. POPOFE: XII. Congr. de Chim. Industr. Prag 1932	204
HANEMANN, H.: (1) Stahl u. Eisen 1912, 32, 1397	60
— (2) Arch. Eisenhüttenw. 1930/31, 4, 475	118
— K. HERRMANN, U. HOFMANN u. A. SCHRADER: Arch. Eisenhüttenw. 1930/31, 4, 479	118—120
— u. A. SCHRADER: (1) Arch. Eisenhüttenw. 1930/31, 4, 475	113, 118
— — (2) Atlas Metallographicus, Teil I: Kohlenstoffstähle, S. 50. Berlin 1934; Teil II: Gußeisen. Berlin 1936	43
— — (3) Z. Metallkde. 1937, 29, 37	213, 214, 216
HANSON, D., u. S. L. ARCHBUTT: J. Inst. Met. 1919 (I), 21, 291 — Stahl u. Eisen 1919 (II), 39, 1477	236
— u. W. T. PELL-WALPOLE: J. Inst. Met. 1935, 56, 165	207
HARGREAVES, F.: J. Inst. Met. 1927 (II), 38, 315	206, 214
HARPER, T. F.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1925, 7, 237	64
HATFIELD, W. H.: J. Iron Steel Inst. 1915 (II), 92, 122 — Stahl u. Eisen 1926 (II), 46, 1063	81
HAUFE: Krupp. Mh. 1926, 7, 66 — Stahl u. Eisen 1926 (I), 46, 899	76, 79, 81—82
HAUGHTON, J. L., u. T. H. SCHOFIELD: J. Inst. Met. 1937, 60, 339	249
HAYES, H. H.: J. Inst. Met. 1920 (I), 23, 541 — Engineering 1920, 109, 466 — Stahl u. Eisen 1920 (I), 40, 731	201, 204
HEIKE, W., u. J. GERLACH: Gießerei 1933, 20, 561	150
HEINRICH, F., u. W. VOIGT: Z. anorg. allgem. Chem. 1926, 154, 209	82
HENGSTENBERG, O., u. F. BORNEFELD: Krupp. Mh. 1930, 12, 265	142, 166
HEYN, E.: (1) Mitt. Königl. Materialprüfungsamt, Berlin-Lichterfelde 1906, 5, 253	75—77, 88, 91, 94, 96, 195
— (2) Internat. Congr. Test. Mat. Brüssel 1906, 6e	
— (3) Stahl u. Eisen 1906 (I), 26, 8	
— (4) Stahl u. Eisen 1908 (II), 28, 1827	
— u. O. BAUER: Metallographie, S. 21. Berlin 1909	
HILPERT, S., u. E. COLVER-GLAUERT: J. Iron Steel Inst. 1910 (II), 82, 54 — Z. anorg. allg. Chem. 1910, 68, 63 — Metallurgie 1911, 8, 155	118, 161
HINZMANN, R. s. Werkstoffhandbuch, Nichteisenmetalle C 13/14, C 15	
HITSATSUNE: Mem. Coll. Engng., Kyoto 1934, 74	190
HOKE s. RAWDON u. EPSTEIN.	
HOLMANN, B. W.: J. Inst. Met. 1927 (I), 37, 69	179
HOMERBERG, V. O.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1924, 6, 295 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44, 1543	106
— u. J. P. WALSTED: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1929, 16, 94	
HONDA, K., u. T. MURAKAMI: Sci. Rep. Tôhoku Univ. 1917, 6, 235 — Rev. Métall. 1920, 17, 37 — Stahl u. Eisen 1920, 40	129, 143
— — Sci. Rep. Tôhoku Univ. 1920, 9, 143 — J. Iron Steel Inst. 1920, 101, 647 — Stahl u. Eisen 1920, 40, 1677	
HOUDREMONT, E., u. H. SCHRADER: Arch. Eisenhüttenw. 1935, 9, 273	73
HOYT, S. L.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1930, 17, 54	156
HRUSKA, J. H.: Heat. Treat. Forg. 1931, 17, 1034	102
D'HUART, G.: Rev. Métall. 1929, 26, 300	83, 88, 89

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
HUGHES, W. E. J.: J. Inst. Met. 1921 (II), 26 , 361	215
HULTGREN, A.: Jernkont. Ann. 1921, 105, 499	135, 140
— u. G. LILLJEKVIST: J. Iron Steel Inst. 1929, 120 , 111	79
HUME-ROTHERY, W.: J. Inst. Met. 1931, 46 , 239	223, 230
— u. E. BUTCHERS: J. Inst. Met. 1937, 60 , 345	249
— u. G. V. RAYNOR: J. Inst. Met. 1937, 61 , 205	191
HUMFREY, J. C. W.: J. Iron Steel Inst. 1919 (I) 99 , 273 — Stahl u. Eisen 1920 (I), 40 , 550	77, 78, 88, 92
HÜTTE: Taschenbuch für Ingenieure Bd. 1, 707. Berlin 1925	93, 121
I ron and Steel Institute, Report on the Heterogeneity of Steel Ingots. J. Iron Steel Inst. 1926 (I), 113 , 99	77
ISCHEWSKY (IGEVSKI), W.: Stahl u. Eisen 1903 (I), 23 , 120	113, 118
JAMES, R. W.: Metals Handbook 1939 (Magnesium)	245, 251
JARRETT, T. C.: Trans. Amer. Soc. Met. 1939, XXVII, 758	26
JAQUET, P. P.: C. R. Acad. Sci., Paris 1935, 201 , 1473 — Rev. Métall. 1938, 35 , 49, 116, 176	34—36
— C. R. Acad. Sci., Paris 1939, 208 , 1012	
JEDELE, A.: Metallwirtsch. 1934, 13 , 335	218
JEFFRIES, Z.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1919, LX, 1917 — A.S.T.M. Stand. 1930 (I), 895	157
— u. ARCHER: Chem. metall. Engng. 1921 (Okt.), 697 (Vakuümätzung)	60
JENICEK, L.: Congr. Internat. Min. Mét. Géol. 1935 (II), 132 — Rev. Métall. 1936, 33 , 371	198
JENNISON, H. C.: Metals & Alloys 1935, 6 , 348	195
JEVONS, J. D.: (1) J. Iron Steel Inst. 1925 (I) 111 , 191 — Stahl u. Eisen 1925 (II), 45 , 1540	87
— (2) Engineering 1927, 123 , 155, 221 — J. Iron Steel Inst. (1927 (I), 115 , 946	87
JIMENO, E., u. C. DEL FRESNO: Ann. Soc. Espan. Fisi. Quimi. 1924, 22 , 246 — Stahl u. Eisen 1925 (I), 45 , 317	74
JOHNSON, G. D.: Heat. Treat. Forg. 1928, 14 , 870	62
JONES, B.: (1) Iron Steel Inst. Carnegie Schol. Mem. 1933, 22 , 51	143
— (2) J. Inst. Met. 1933, 52 , 73	212
JUNGBLUTH, H.: Krupp. Mh. 1924, 5 , 95 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 955	150, 151
JURICH, H.: Gießerei 1937, 24 , 341	153, 154
K ÄPERNICK, E.: Aluminium, Berl. 1936, 18 (9), 433	225, 233
KALLING, B.: Jernkont. Ann. 1927, 111 , 609	79, 84, 85, 121
— u. G. PAGELS: Jernkont. Ann. 1926, 110 , 209	123, 128
KELLER, F.: Min. Metallurgy 1935, 513	235, 242
— S. W. L. FINK u. D. W. SMITH: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1936, Nr. 706 (Al-Cu)	235, 242
— u. G. W. WILCOX: Metal Progr. 1933, 23 (4), 45	236, 244
KENWORTHY, L.: Metal Ind., Lond. 1937, 51 , 268 — J. Inst. Met. 1937, 61 , 143	204, 205
KERNS, R. S.: Foundry Data Sheets 1920, Nr. 335—338	
KESHIAN, H. G.: (1) Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1927, 12 , 689 — Stahl u. Eisen 1924, 48 , 1055	64, 66, 69, 72
— (2) Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1930, 17 , 321	90, 91, 93
— (3) Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1933, 21 , 293	103
KIRNER, J.: Metallurgie 1911, 8 , 76	166
KJERRMAN, H.: Jernkont. Ann. 1929, 113 , 181 — Stahl u. Eisen 1929, 49 , 1346	60, 61

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
KLEINSCHMIDT, B.: Z. Ver. Techn. Ind. 1929, 71	17
VAN KLOOSTER, H. S., u. W. J. SCHAEFER: Metals & Alloys 1935, 6, 57	114
KNIGHT, O. A.: Iron Age 1920, 105, 327	189
KOCAREK, J. s. KRIZ: J. Iron Steel Inst. 1932, 125, 133	84
KÖRBER, F.: Z. anorg. allgem. Chem. 1926, 154, 267	142
KÖSTER, W.: Arch. Eisenhüttenw. 1930/31, 4, 145 285	60
— Metallwirtsch. 1937, 16 (6), 129	85
KOURBATOFF: Rev. Métall. 1905, 2, 169; 1906, 3, 648	108, 116, 117, 118, 138, 204
KRAUSE, D. E., u. J. F. OESTERLE: Metal Progr. 1933, 24, 33	11
KRITZLER, G.: Gießerei 1938, 25, 216	16
KRIZ, A.: J. Iron Steel Inst. 1932, 125, 133 — Stahl u. Eisen 1932, 52, 667	84
— u. F. POBORIL: J. Iron Steel Inst. 1932, 125, 323 — Stahl u. Eisen 1932, 52, 1229	142
KROLL, A.: J. Iron Steel Inst. 1910 (I), 81, 304 (Heißätzung)	
KROLL, W.: Z. Metallkde. 1936, 28, 317	158
KROMBHOLTZ, A. J.: Trans. Faraday Soc. 1937 (April)	198
KÜNKELE, M.: Ber. Ver. Dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffaussch. 1925, Nr. 75	
— Gießerei 1931, 18, 75 — Stahl u. Eisen 1930, 50, 1208; 1931, 51, 1373	147, 153, 160, 161 164
KURBATOFF s. KOURBATOFF	
LAU, E. F.: J. Iron Steel Inst. 1907 (II), 74, 94 (Silber)	163
LEACH, R. H., u. C. H. CHATFIELD: Proc. Amer. Inst. Min. Met. Engrs. Inst. Met. Div. 1928, 743	223
LE CHATELIER: (1) Séance du 21. juin 1902 des membres français de l'Association internationale des méthodes d'essais des matériaux de construction	113
— (2) Bull. Soc. d'Encour. 1896, 95, 559	
— u. B. BOGITCH: Rev. Métall. 1919, 16, 129	74, 75
— u. E. L. DUPUY: C. R. Acad. Sci., Paris 1917, 165, 349 — Stahl u. Eisen 1919 (I), 39, 67 — Rev. Métall. 1918, 15, 127	81
— u. J. LEMOINE: Rev. Métall. 1915, 12, 649	80
— u. ZIEGLER: Metallographist 1903, 19	
LEITNER, F.: Stahl u. Eisen 1926 (I), 46, 25	63, 82
LEWIS, T. W.: J. Iron Steel Inst. 1932, 126, 184	10
LILLPOPP: ZeiB-Nachrichten 1934, Heft 7, 20	211
LOSKIEWICZ, L.: Rev. Métall. 1922, 19, 681 — Stahl u. Eisen 1923 (II), 43, 1081; 1924 (II), 44, 1756	48, 49, 111, 113, 114, 115, 116
LUCAS, F. F.: (1) Proc. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. (Inst. Met. Div.) 1927, 481	17, 19, 30
— (2) Trans. Amer. Soc. Met. 1935 (Okt.), 481	
— (3) Trans. Amer. Soc. Met. 1936, 29, 1	19
LUERSSEN, G. V.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1933, 21, 343	69
LUNDGREN, A. (persönl. Mitteilung)	108
MAHIN, E. G., u. H. W. BOTTS: Chem. metall. Engng. 1922, 27, 980 — Stahl u. Eisen 1922 (II), 42, 1918	160
MALETTE, J.: C. R. Acad. Sci., Paris 1935, 201, 1385	56, 109, 162, 165
MARBLE: A.S.S.T.-Handbook 1929	146
MARTENS: Z. VDI 1878, 22, 11	1, 55
— u. HEYN: Materialienkunde Bd. IIA, S. 178. Berlin: Julius Springer 1912	1, 115
MASON u. FORGENG: Metals & Alloys 1935, 6, 87	208

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
MATTING, A. (s. a. ADLER): Autogene Metallbearb. 1934, 27 , 353	87, 88
MATWEIEFF, M.: (1) Rev. Métall. 1910, 7 , 447	147, 150
— (2) Russ. Met. Soc. 1911, 301 — Stahl u. Eisen 1911 (II), 31 , 1428	
— (3) Rev. Métall. 1920, 17 , 736	161
MAURER, E., u. G. RIEDRICH: Arch. Eisenhüttenw. 1930/31, 4 , 95	118
McCANCE, A.: (1) J. W. Scot. Iron Steel Inst. 1916/17, 24 , 55 — J. Iron Steel Inst. 1918 (I), 97 , 239 — Iron Coal Tr. Rev. 1918, 96 , 439	160
— (2) J. W. Scot. Iron Steel Inst. 1919, 27 , 38	
— (3) Chem. metall. Engng. 1920, 22 , 634 — Trans. Faraday Soc. 1925 21 , 176 — Iron Coal Tr. Rev. 1925, 110 , 1002 u. 1038	
McCARTHY, B. L.: Trans. Amer. Soc. Met. 1937, 25 , 1058 (Korn-grenzenangriff)	
McKEEHAN, L. W., u. H. HOGE: Z. Kristallogr. 1935, 92 , 5/6, 476	206
MERICA, P.: (1) U. S. Bur. of Stand. 1919, Circ. Nr. 76	169, 199
— (2) Chem. metall. Engng. 1928, 19 , 135	
MERICA, WALTENBERG u. FREEMAN: U. S. Bur. of Stand. Sci. Pap. 1918, Nr. 337 — A.S.T.M. Stand. 1930 I, 894	
Metalltechnischer Kalender 1927 (W. GUERTLER)	215, 222
Metals Handbook, 1939 Edition — Amer. Soc. Metals	
VILELLA, J. R.: Metallographic Polishing, S. 170	20
Subcommittee on: Etching Solutions (G. T. WILLIAMS, M. BAEYERTZ, G. F. COMSTOCK, O. E. HARDER, L. F. LOTTIER, M. NORTON, H. S. RAWDON, J. R. VILELLA): Etching Reagents for Microscopic Examination, S. 722	144—148
Subcommittee on: Macro Etching of Iron and Steel (M. W. DALRYMPLE, R. L. DOWDELL, A. STEEVER, G. V. LUERSEN, J. H. HIGGINS, M. G. YATSEVITCH), S. 726	90—93
Subcommittee on: The Significance and Interpretation of Nonmetallic Inclusions (C. E. WILLIAMS, C. H. HERTY jr., J. CHIPMAN, D. J. McADAM jr., M. SCHEIL, C. E. SIMS, E. C. SMITH, S. F. URBAN, A. L. BOEGEHOLD, H. W. GRAHAM, J. B. JOHNSON, L. A. LANNING, B. M. LARSEN, G. C. RIEGEL, F. SCOTT, F. N. SPELLER, H. STYRI), S. 736	172
BAIN, E. C., u. J. R. VILELLA: Austenitic Grain Size in Steel, S. 754	120
DIX, E. H., u. F. KELLER: Polishing Aluminium for Metallographic Examination, S. 1288	174, 175
— — Etching Aluminium for Metallographic Examination, S. 1290	228
DAVIS, C. H.: Polishing of Copper and Its Alloys for Metallographic Examination, S. 1469	174—175
— Etching Solutions for Copper and Its Alloy, S. 1472	194, 195
VILELLA, J. R.: Preparation of Lead and Lead Alloys for Metallographic Examination, S. 1556	174—175
— Etching Lead and Lead Alloys for Metallographic Examination, S. 1558	216
JAMES, R. W.: Polishing of Magnesium Alloys for Metallographic Examination, S. 1589	245
— Etching of Magnesium Alloys for Metallographic Examination, S. 1591	250
VINES, R.: Polishing Nickel and Its Alloys for Metallographic Examination, S. 1674	174, 175, 193
MUDGE, W. A.: Etching Nickel and Its Alloys for Metallographic Examination, S. 1675	200

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
Metals Handbook, 1939 Edition — Amer. Soc. Metals	
ANDERSON, E. A., u. J. L. RODDA: Polishing of Zinc and Its Alloys for Metallographic Examination, S. 1766	174, 175
— — Etching of Zinc and Zinc Alloys for Microscopical Examination, S. 1763	
HACK, C. H.: Preparation and Etching of Tin and Tin Alloys for Metallographic Examination, S. 1731	209
MEYER, A.: Z. Metallkde. 1923, 15 , 257 — J. Inst. Met. 1924 (I), 31 , 443 — Chem. Abstr. 1924, 18 , 1972	239
— Metallographische Schlißbildersammlung „Gußeisen“ (Nachweis von Phosphid durch Ferrizyankalium). Gießerei 1933, 20 , 315	150—151
— Erstmalig im Handbuch veröffentlichte Angaben: Ammoniumpersulfat-Wasserstoffsperoxyd-Ätzung für Cu-Legierungen	182—186, 190, 191
Natriumpikratfärbung zum Nachweis von Primärgefüge und Temperhaut in Temperguß	154, 155
Pikrin-Salzsäure-Ätzung für Kristallabbau von Ferrit	40, 41, 106, 107
Einfluß von Wärmebehandlung auf Zwillingsbildung bei Mg und Mg-Legierungen	253—255
Schleifen und Polieren von Al und Al-Legierungen	226
Schleifen und Polieren von Mg und Mg-Legierungen	245
Gefügeentwicklung von Platin und Pt-Legierungen ohne Glühbehandlung	219, 220
— u. F. RAPATZ: Handbuch der mikroskopischen Technik. Stuttgart 1926	
MEYER, O., u. A. WALZ: Arch. Eisenhüttenw. 1934, 7 , 531	164
MILLER, S. W.: J. Inst. Met. 1917 (II), 18 , 253 — Stahl u. Eisen 1918 (I), 38 , 494	188, 222
MITSCHE, R.: (1) Berg- u. hüttenm. Jb. 1935, 83 , 127	164
— (2) Arch. Eisenhüttenw. 1935, 9 , 311 — Stahl u. Eisen 1935, 55 , 1544	104, 136
— (3) Arch. Eisenhüttenw. 1936/37, 10 , 263 — Stahl u. Eisen 1936, 56 , 1538	81, 82, 155
MÖCKEL, E.: Aluminium, Berl. 1937, 19 (7), 433	233
MOORE, H., S. BECKINSALE u. C. F. MALLINSON: Engineering 1921	193
MUDGE, W. A.: Metal Progr. 1930, 18 , 72	196, 198
— Metals Handbook 1939, 1675	
MURPHY, A. J.: J. Inst. Met. 1926, 35 , 111	
MURPHY, A. M. C.: The Wire Industry 1936, III (34), 412	7
MURAKAMI, T.: Sci. Rep. Tôhoku Univ. 1918, 7 (I), 217 — J. Iron Steel Inst. 1919 (II), 100 u. 445 — Stahl u. Eisen 120 (II), 40 , 988	114, 115, 130, 131, 136—140, 148, 150
— u. K. SOMEYA: Sci. Rep. Tôhoku Univ. 1927, 16 , 429 — Stahl u. Eisen 27, 47 , 1424	131
National Metals Handbook s. Metals Handbook: Amer. Soc. Met. 1939	
NELSON, G. A.: Metals & Alloys 1932, 3 , 168	206
NEWELL, H. D.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1932, 19 , 677	127, 145
Nickel-Bull. 1936, 12 , 256	192
NIEDENTHAL, A., u. H. BENNEK: Arch. Eisenhüttenw. 1933/34, 683	100, 161
NIESSNER, M.: (1) Arch. Eisenhüttenw. 1929, 3 , 157 (Jodazid)	96, 173
— (2) Mikrochemie 1932, 2 , 121	164
NORBURY, A. L.: J. Inst. Met. 1928 (I), 39 , 145	199—122
NORTHCOTT, L.: (1) J. Iron Steel Inst. 1932, 126 , 267 — Stahl u. Eisen 1932, 52 , 1003	43—46
— (2) Metallurgist (Beilage zu The Engineer) 1934 (Okt.), 163	

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
NORTHCOTT, L.: (3) Metallurgist (Beilage zu The Engineer) 1935 (Febr.), 7	
— (4) Metallurgist (Beilage zu The Engineer) 1936 (Okt.), 165, 184	
— (5) J. Inst. Met. 1936, 59 , 225	
— (6) Metal Progr. 1937, 31 , 152, 208	
Ö BERHOFFER, P.: (1) Z. Elektrochem. 1909, 15 , 634	60
— (2) Stahl u. Eisen 1916 (II), 36 , 798	48, 76, 81—83, 86, 89, 91, 154, 208
— (3) Stahl u. Eisen 1920 (I), 40 , 705 u. 872	
— (4) Stahl u. Eisen 1925 (I), 45 , 223	48, 97
— (5) Das technische Eisen. Berlin 1925	
— (6) Stahl u. Eisen 1926 (II), 46 , 1191	73
— u. A. HEGGER: Stahl u. Eisen 1921 (II), 41 , 1579	75
— — Stahl u. Eisen 1923 (II), 43 , 1322	60
— u. A. KNIPPING: Stahl u. Eisen 1921 (I), 41 , 253	97
— — Stahl u. Eisen 1921 (II), 41 , 1772	
— u. POENGEN: Stahl u. Eisen 1922 (II), 42 , 1189	149
— u. M. TOUSSAINT: Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 1330	88
— H. J. SCHIFFLER u. W. HESSENBRUCH: Arch. Eisenhüttenw. 1927, 1 , 57	43, 75
ÖRTEL, W., u. E. PAKULLA: Stahl u. Eisen 1924, 44 , 1717	157
OSMOND, F.: (1) Méthode Générale pour l'Analyse Micrographique des Aciers au Carbone. Deutsch von HEURICH. Halle 1895	1, 33, 19, 55, 72, 108, 113
— (2) Cristallographie du Fer, S. 25. Paris 1900	
— (3) Ann. Mines 1900, 27	
— (4) Metallographist 1900, 3 , 181 u. 275	
— u. G. CARTAUD: Metallographist 1900, 3 , I	
OURASSOW s. URASOW	221
P ANSERI: Alluminio 1935, 3—50	191, 193
PARMITER, O. K.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1929, 15 , 796 u. 809	125
PHILIPS s. Diskussion zu PULSIFER: Proc. Amer. Inst. Min. Met. Engrs. Inst. Met. Div. 1928, 461—477	253
PHRAGMÉN: s. PORTEVIN u. BASTIEN S. 55	141
PILLING, M. B.: (1) Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1924, 70 , 254 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 799, 1756	142
— (2) Min. & Metall 1924, 5 , 31 — Stahl u. Eisen 1924 (I), 44 , 266	
POMP, A.: Werkstoffhandbuch Stahl und Eisen	
PORTEVIN, A.: Anne es au Cours de Métallographie de l'École supérieure de Fonderie, S. 48. 1926	153
— (1) Rev. Mét. 1911, VIII, 802 (Königswasser)	145
— (2) Rev. Mét. 1919, 16 , 340	101
— Metal Progr. 1933 (März), 52	163
— u. P. BASTIEN: Réactifs d'Attaque Métallographique. 1937	2, 129, 228, 229
— u. R. CASTRO: J. Iron Steel Inst. 1935, 132 , 237; 1936, 134 , 213 — Stahl u. Eisen 1936, 56 , 75 u. 1391 — Rev. Mét. 33 , 400—408, 448—460, 516—525, 574—584, 671—677; 1937, 34 , 307—327	21, 159
— u. C.YMBOLISTE: Rev. Mét. 1933, 30 , 323 (Ni)	199, 200
— u. D. SÉFÉRIAN: Rev. Mét. 1936, 33 , 705; 1937, 34 , 225	143, 166
PRIESTLEY, K. H.: Foundry 1935, 43 (Okt.), 30	24
PRIMROSE, J. S. G.: Edgar Allen News 1926, 5 , 890	99
PULSIFER, H. B.: Structural Metallography, Easton Pa. 1924	
— Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1929, Nr. 137, 1—18 (Ätzen von Cu-Ni, Bronze, Messing, Stahl)	195

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
PULSIFER, H. B.: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1927, Nr. 42, 1—17 (Gefügentwicklung von Mg) — Proc. Amer. Inst. Min. Met. Engrs. Inst. Met. Div. 1928, 461—477	146 246
— Metals & Alloys 1931, 2, 84 (Gefügentwicklung von Metallen und Legierungen)	
— Metal Progr. 1934, 26 (2), 31—34 (Abwechselndes Polieren und Ätzen)	28, 29, 106, 177, 185
— u. O. V. GREENE: Chem. metall. Engng. 1923, 28, 354	117, 120
R AGATZ, R. A.: Min. & Metall. 1929, 10, 372	4, 6, 7
RAPATZ, F., u. A. MEYER: Handbuch der mikroskopischen Technik. 1925	
RAWDON, H. S.: (1) U. S. Bur. Stand. Sci. Papers 1920, Nr. 402	9, 74
— (2) Chem. metall. Engng. 1921, 24, 385 — Stahl u. Eisen 1921 (I), 41, 737	
— u. T. BERGLUND: U. S. Bur. Stand. Sci. Papers 1927, Nr. 571	110
— u. F. EPSTEIN: U. S. Bur. Stand. Techn. Papers 1920, Nr. 1556	
— u. M. G. LORENTZ: (1) U. S. Bur. Stand. Sci. Papers 1920, Nr. 399	176, 180, 182, 186
— — (2) Chem. metall. Engng. 1921, 25, 955	188, 189
— — (3) U. S. Bur. Stand. Sci. Papers 1922, Nr. 435 — Stahl u. Eisen 1923 (II), 43, 1177	190, 196, 197
RAWDON, H. S., M. A. GROSSMANN u. A. N. FINN: Chem. metall. Engng. 1919, 20, 458, 536	204
— u. H. SCOTT: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1922, 67, 414 — Stahl u. Eisen 1923 (I), 43, 1177 — Chem. metall. Engng. 1920, 22, 787 — Iron Age 1920, 105, 300 — Stahl u. Eisen 1920 (II), 40, 1676	1
RINMAN, S.: (1) Vetensk. Akad. Hdl. 1773, 34, 318	
— (2) Vetensk. Akad. Hdl. 1774, 35, 14	
ROBIN, F.: Traité de Métallographie, S. 12. Paris 1912	129
RODDA, J. L.: (1) Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. (Met. Div.) 1932, 99, 149	26
— (2) Metals Techn. 1936, 3 (6), 5 (Cu-Zn im γ - und ε -Gebiet)	
— Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. Nr. 746	
RÖHRIG, H., u. E. KÄPERNICK: Z. Metallkde. 1936, 28, 281 u. 385 (Al-Widerstandsschweißungen)	
— — Z. Metallkde. 1936, 28, 261 u. 385 (Al-Punktschweißung)	
ROGERS, F.: Engineering 1912, 94, 102 — Stahl u. Eisen 1912 (II), 32	100, 101
ROLL, F.: (1) Arch. Eisenhüttenw. 1934, VIII, 129	153
— (2) Gießerei 1936, 23, 645	14, 16
— (3) Z. VDI 1937, 77, 979	
— (4) Z. anorg. allg. Chem. 1937, 224, Nr. 3, 322	
— (5) Z. Metallkde. 1938, 30, 205	158
ROLLASON, E. C.: Iron Steel Ind. 1932, 5, 197	84, 124, 126, 128, 145
ROSENHAIN, W., u. J. L. HAUGHTON: J. Iron Steel Inst. 1914 (I), 89, 515.	78—80, 84, 88, 91
VAN ROYEN, H. J., u. E. AMMERMANN: Stahl u. Eisen 1927 (I), 47, 631	94—97
— — Arch. Eisenhüttenw. 1931, 4, 435	
RUDER: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1922, 67, 306	146
— u. BROPHY: Chem. metall. Engng. 1921, XXV, 867	166
RUPPEL, E.: Metallwirtsch. 1937, XVI, 1307	242
RUSSEL, u. NEIL GREENWOOD: Proc. Austral. Inst. Min. Metallurgy 1932, 87, 135	216
RUTHERFORD: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1924, 24 (I), 739	
S ACHS: Handbuch der Experimentalphysik	103
SANITER, E. H.: (1) J. Iron Steel Inst. 1897 (II), 52, 115—Metallgraphist 1898, 1, 27	59

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
SANITER, E. H.: (2) J. Iron Steel Inst. 1898 (I), 53 , 206	
SAUERWALD, F., W. SCHULTZE u. G. JACKWIRTH: Z. anorg. allg. Chem. 1924, 140 , 384	60
SAUVEUR, A., u. V. N. KRIVOBOK: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1924, 70 , 239 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 798 u. 955	74, 134
— u. E. L. REED: Trans. Amer. Soc. Met. 1931, 19 , 89	
SCHAFMEISTER, P.: Arch. Eisenhüttenw. 1936/37	132
SCHEL, M. A., M. BAEYERTZ u. I. R. VILELLA: Trans. Amer. Soc. Met. 1939 (Juni)	21, 172
SCHLEICHER, H. M., u. J. L. EVERHART: Metals & Alloys 1934, 5 , 59	12, 13
SCHNEIDERHÖHN: Erzmikroskopie 1931	173
SCHOTTKY, H.: Krupp. Mh. 1924, 5 , 93	99
SCHRADER, A.: Ätzheft. Berlin 1939	126, 127, 140, 156, 158, 185, 190, 201, 205, 207, 221, 222, 226, 231, 233, 236, 238, 244, 246, 248
SCHRAMM, J.: Z. Metallkde. 1936, 28 , 159	203, 204
SCHRÖTER, K.: (1) Z. Metallkde. 1928, 20 , 31	155
SCHRÖTER, K.: (2) Z. Metallkde. 1931 (Juli), 197 — Mitt. Osram-Studienges. Berlin 1931 (April)	
SCHUHMACHER u. BOUTON s. Diskussion zu BASSETT u. SNYDER: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1932	213, 217
SEFSTRÖM, N. G.: Jernkont. Ann. 1825, 155	1
SMITH, C. S.: (1) J. Inst. Met. 1927 (II), 38 , 133 — Trans. Amer. Soc. Steel Treat. 1927, 12 , 837	60, 192
— (2) Metals Techn. 1939 (Juni), 7	
— u. W. E. LINDLIEF: Amer. Inst. Min. Met. Engrs — Inst. Met. Div. 1932, 99 , 100	192
SORBY, H. C.: (1) Proc. Sheffield Lit. Phil. Soc. 1864 — Brit. Assoc. Rep. 1864, II, 189	1
— (2) J. Iron Steel Inst. 1887 (I), 255	
SNYDER u. GRAFF: Metals Handbook 1939	146
STEAD, I. E.: (1) Metallographist 1900, 3 , 220	113
— (2) Metallographist 1900, 3 , 261	150
— (3) J. Iron Steel Inst. 1900 (II), 58 , 137	151
— (4) J. Iron Steel Inst. 1915 (I), 91 , 173	
— (5) J. Iron Steel Inst. 1918 (I), 97 , 408	
— (6) J. Iron Steel Inst. 1921 (I), 103 , 271 — Stahl u. Eisen 1921 (II), 41 , 1579 — Engineering 1918, 125 , 422 — Iron Coal Tr. Rev. 1918, 96 , 558	
STEIN, R.: Persönl. Mitteilung	242
STOCKTON: Metallurgia, Manch. 1936, 81 , 57	17, 32
STRAUSS, B.: Stahl u. Eisen 1914 (II), 34 , 1814	85, 167
STRAUSS, I.: Chem. metall. Engng. 1923, 28 , 852	189, 195
SUHR: Rev. Aluminium Appl. 1929, Nr. 34, 969	241
SUTTON u. PEAKE: J. Inst. Met. 1936, 59 , 59	228, 229
SYKES, W. P.: Trans. Amer. Soc. Steel Treat. 1933, 21 , 395	156—158
TAFFS, H. J.: J. roy. microsc. Soc. 1936, 56 , 300	6, 13, 205—207
TANGERDING: Arch. Eisenhüttenw. 1935/36, 113	43
TAYLOR, R.: J. Inst. Met. 1934, 54 , 255	192
TETMAJER u. FRÉMONT: Assoc. Internat. pour l'essai des Matériaux. Brüssel 1906	72, 73
TEMPLIN, R. C.: Metals & Alloys 1932, 3 , 137	158

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
THOMPSON, F. C., u. E. WHITEHEAD: Trans. Faraday Soc. 1923, 19 , 152 — Stahl u. Eisen 1924 (II), 44 , 1128 — Metal Ind., Lond. 1923, 22 , 675	114, 115, 136, 138
TICHY, G.: Stahl u. Eisen 1925 (II), 45 , 1531	100
TIMOFÉEF: Amer. Soc. Test. Met. Stand. 1930 (I), 578	202
TOBIN, H., u. R. L. KENYON: Trans. Amer. Soc. Met. 1938, 26 , 133 (Aust. Korngr.)	120
TOFAUTE u. BÜTTINGHAUS: Arch. Eisenhüttenw. 1938, 11 , 33	130, 131
TRITTON, F. S., u. D. HANSON: J. Iron Steel Inst. 1924 (II), 110 , 117	
TRUITT: s. BERGLUND, Metallographers Handbook of Etching	180
TUCKER, C. M.: Metals & Alloys 1930, 22 , 747	227, 228
URASOW (OURASSOW), G. G.: Z. anorg. allg. Chem. 1909, 64 , 375	221
URBAN, S., u. J. CHIPMAN: Trans. Amer. Soc. Met. 1935, 23 (3), 645	168, 171
URBAN, S. F., u. R. SCHNEIDEWIND: Metal Progr. 1932, 22 (2), 39	23, 24, 167
UNGERER, M.: Persönliche Mitteilung	32
VALENTA , E.: Iron Steel Inst. (Carnegie Schol. Mem.) 1930, 19 , 79	149
VELGUTH, W.: Chem. metall. Engng. 1921, 25 , 567 — Stahl u. Eisen 1921 (II) 41 , 1552	53, 130, 197, 198, 199
VIALLE, M., u. A. VAN DEN BOSCH: Rev. Métall. Mém. 1934, 31 , 116	85, 129
VILELLA, J. R.: (1) Iron Age 1926, 117 , 761	122, 123, 126, 135, 197, 199
— (2) Iron Age 1926, 117 , 834	177, 188, 195
— (3) Iron Age 1926, 117 , 903	231, 232, 235, 240
— (4) Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1930, 18 , 461	
— (5) Metals & Alloys 1932, 3 , 205	
— (6) Trans. Amer. Soc. Test. Mat. 1934, 34 (1), 193	
— (7) Metals Handbook 1939 (Polieren und Ätzen von Pb)	216, 217
— u. E. C. BAIN: Metal Progr. 1936	120
— u. D. BEREGEKOFF: Industr. Engng. Chem. 1927, 19 , 1049	211—214
VINES, R. s. Metals Handbook (Amer. Soc. Met.) 1939, 1674	193
VOGEL, R.: Z. anorg. allg. Chem. 1922, 126 , 1	43
— u. W. SCHLÜTER: Arch. Eisenhüttenw. 1938/39, 12 , 207	141
— u. H. J. WALLBAUM: Arch. Eisenhüttenw. 1938/39, 12 , 304	129
VOSSKÜHLER, H.: Persönliche Mitteilung	248
WACHÉ s. PORTEVIN u. BASTIEN, S. 232	131
WARING, F. M., u. K. E. HOFAMANN: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1919, 19 (II), 182 — Iron Age 1919, 104 , 13 — Stahl u. Eisen 1920 (I), 40 , 308 — Iron Coal Tr. Rev. 1919, 68 , 1687 — Stahl u. Eisen 1920 (I), 40 , 124	66, 72
WARK, N. J.: Metallurgie 1911, 8 , 731	60
WAZAU, G.: Jernkont. Ann. 1924, 108 , 343 — Z. VDI 1924, 68 , 1185	88, 89
WEDDING, H.: Stahl u. Eisen 1899 (I), 9 , 263	1
WEGNER, K. H.: Metals and Alloys 1932, 3 , 116	214
WELLS, C., u. F. M. WALTERS: Trans. Amer. Soc. Met. 1935, XXIII, 727, 751	134
Werkstoffhandbuch Stahl und Eisen, 2. Aufl. Düsseldorf 1937 (VDEh.)	126
Werkstoffhandbuch Nichteisenmetalle, 2. Aufl. Berlin 1936 (VDI)	196, 197, 206
WESSLÉN, B.: Jernkont. Ann. 1938, 122 , Nr. 11, 592	65
WESTGREN, A., G. PHRAGMÉN u. T. R. NEGRESCO: Jernkont. Ann. 1927, 111 , 513 — J. Iron Steel Inst. 1929, 117 , 383 — Stahl u. Eisen 1928, 1103	121
WIDMANNSTÄTTEN s. F. OSMOND: Cristallographie du Fer, S. 25. Paris 1900	1
WIESTER, H. I.: Arch. Eisenhüttenw. 1935/36, 9 , 525	16

Verfasser mit Quellenangabe	Seitenangabe
WIMMER, A., u. P. WERTEBACH: Stahl u. Eisen 1934, 54 , 385 (Ätzen Si-Stahl)	141
WINTER s. KENWORTHY	205
WHITELEY, J. H.: (1) J. Iron Steel Inst. 1920 (I), 101 , 359 — Stahl u. Eisen 1920 (II), 40 , 1496	
— (2) J. Iron Steel Inst. 1920 (I), 102 , 145	160, 163
— (3) J. Iron Steel Inst. 1921 (I), 103 , 277 — Stahl u. Eisen 1921 (II), 41 , 1579	78, 81, 88
WISE, M. E. s. Metals Handbook 1936, 1272 (Polieren von Ni)	174
WOHRMAN, C. R.: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1928, 14 , 81, 255, 385, 539	167
WÜST, F.: (1) Metallurgie 1909, 6 , 791	206
— (2) Metallurgie 1908, 5 , 73	151
WYMAN, L. L.: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1938 (I), 511 — Stahl u. Eisen 1938, 58 , 1350	10
— u. F. C. KELLEY: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. Nr. 354 — Inst. of Metals Div. 1931, 93 , 208	157
YATSEVITCH, M. G.: (1) Rev. Mét. 1918, 15 , 65	136, 137, 148
— (2) Army Ordnance (Washington, D. C) 1931, 11 , 297	2, 66, 67, 90
— (3) Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1933, 21 , 310	
v. ZEELEDER s. A. SCHRADER: Ätzheft. Berlin 1939	220, 228
ZIFFRIN, L.: Metal Progr. 1935, 28 , 52	24

Zusätzliche Schrifttumsangaben.

Lehr- und Handbücher der Metallographie und Metallkunde.

- MARTENS, A.: Erläuterungen einer in der Kgl. Bergakademie zu Berlin befindlichen Sammlung von 120 Schliffen zur Darstellung des mikroskopischen Gefüges verschiedener Eisen- und Stahlsorten. Berlin 1884. (24 S.)
- WEDDING, H.: Das Kleingefüge des Eisens. Berlin 1890.
- BEHRENS, H.: Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen. Hamburg 1894. (170 S.)
- LE VERRIER: La Micrographie des Métaux. Budapest 1896. (25 S.)
- SAUVEUR, A.: Die Mikrostruktur des Stahles. Leipzig 1898. (94 S.)
- LE CHATELIER, H.: L'Étude des Alliages. Paris 1901.
- HEYN, E.: Die Metallographie im Dienste der Hüttenkunde. Freiberg 1903. (43 S.)
- GUILLET, L.: Contribution à l'Étude des Alliages. Paris 1901.
- HOWE, H. M.: Iron, Steel and other Alloys. Boston 1903. (457 S.)
- BAUER, O.: Die Metallographie. Stuttgart 1904. (8 S.)
- OSMOND, F.: Mikrographische Analyse der Eisenkohlenstofflegierungen. 1895. Deutsch. Halle 1906. (36 S.)
- GOERENS, P.: Einführung in die Metallographie. Halle 1906 (185 S.); 6. Aufl. 1932. (392 S.)
- RUER, R.: Metallographie in elementarer Darstellung. Hamburg und Leipzig 1907 (312 S.); 2. Aufl. 1922. (347 S.)
- GULLIVER, C. H.: Metallic Alloys: their Structure and Constitution. London 1908. (254 S.)
- HEYN, E., u. O. BAUER: Metallographie I (80 S.); II (151 S.). Berlin und Leipzig: 1. Aufl. 1909, 3. Aufl. 1926 (I, 128 S., II, 128 S.)
- RENGADE, E.: Analyse Thermique et Métallographie Microscopique. Paris 1909. (176 S.)
- SAVOIA, U.: Metallografia. Milano 1909. (205 S.)
- BAUR, E.: Metallographie. Leipzig 1910. (429 S.)

- BREARLEY, H.: The use of Microscopic Methods in Relation to Industrial Problems. Sheffield 1910. (24 S.)
- DESCH, C. H.: Metallography. New York 1910 (429 S.); 4. Aufl. London, New York, Toronto 1937. (402 S.)
- RÉVILLON, L.: La Métallographie Microscopique. Paris 1910. (176 S.)
- KRÖHNKE, O.: Gefügebau der Eisenkohlenstofflegierungen. Berlin 1911. (121 S.)
- MARTENS, A., u. E. HEYN: Materialienkunde Bd. II A. Berlin 1913. (506 S.)
- GUERTLER, W.: Handbuch der Metallographie. Berlin 1912—1914.
- ROBIN, F.: Traité de Métallographie. Paris 1912 (464 S.); Berlin 1913 (253 S.); 3. Aufl. 1922. (324 S.)
- GOERENS, P., u. R. RUER: Metallographie. Leipzig 1913.
- BREARLEY, H. (Deutsch von R. SCHÄFER): Die Wärmebehandlung der Werkzeugstähle. Berlin 1913 (253 S.); 3. Aufl. 1922 (324 S.)
- PREUSS, E.: Die praktische Nutzenanwendung der Prüfung des Eisens durch Ätzverfahren und mit Hilfe des Mikroskops. 1913 (102 S.); 3. Aufl. 1927 (198 S.). Bearbeitung von G. BERNDT und M. v. SCHWARZ.
- PRIMROSE, J. S. G.: The Practical Metallography of Iron and Steel. Manchester 1913. (129 S.)
- TORRADO, P. Y CÉSAR SERRANO: Metalografía y su Aplicación al Estudio de Los Aceros y Latones. Zaragoza 1913. (379 S.)
- TAMMANN, G.: Lehrbuch der Metallographie. Leipzig 1914 (390 S.); 4. Aufl. 1932. (536 S.)
- HANEMANN, H.: Einführung in die Metallographie und Wärmebehandlung. Berlin 1915. (128 S.)
- UBERHOFFER, P.: Das technische Eisen. Berlin 1920 (344 S.); 3. Aufl. 1936 (642 S.). Bearbeitung von W. ELLENDER u. H. ESSER.
- HOWE, H. M.: Metallography of Steel and Cast Iron. New York 1916. (641 S.)
- HOYT, S. L.: Metallography I (Principles) 1920 (256 S.); II (The Metals and Common Alloys). New York und London 1921. (462 S.)
- BAUER, O., u. E. DEISS: Probenahme und Analyse von Eisen und Stahl. Berlin 1922, 2. Aufl. (304 S.)
- GUILLET, L.: Les Methodes de l'Étude des Alliages Metalliques. Paris 1923.
- CZOCHRALSKI, J.: Moderne Metallkunde in Theorie und Praxis. Berlin 1924. (292 S.)
- GREAVES, R. H., u. H. WRIGHTON: Practical Microscopical Metallography. London 1924 (125 S.); 2. Aufl. 1933. (256 S.)
- GUILLET, L., u. A. PORTEVIN: Précis de Métallographie Microscopique et de Macrographie. Paris 1924 (337 S.); 3. Aufl. 1932 (407 S.)
- HEYN, E.: Die Theorie der Eisen-Kohlenstoff-Legierungen. Berlin 1924 (185 S.). Bearbeitung von E. WETZEL.
- PULSIFER, H. B.: Structural Metallography. Easton Pa. 1924. (210 S.)
- BENEDICKS, C.: Metallographic Researches. London und New York 1926. (307 S.)
- SARRATE, C. LANA: Metalografía y Tratamientos Termicos Industriales de Hierro y Aceros. Bilbao, Madrid und Barcelona 1926. (382 S.)
- SAUVEUR, A.: The Metallography and Heat Treatment of Iron and Steel. Cambridge Mass. 1926 (535 S.); 3. Aufl.
- BAUER, O., u. M. HANSEN: Der Aufbau der Kupfer-Zink-Legierungen. Berlin 1927. (150 S.)
- GUERTLER, W.: Metalltechnischer Kalender. Berlin 1924—1927.
- RAPATZ, F., u. A. MEYER: Apparate und Arbeitsverfahren der Metallmikroskopie. Stuttgart 1927. (48 S.)
- WILLIAMS, R. S., u. V. O. HOMERBERG: Principles of Metallography. New York und London 1928 (259 S.); 2. Aufl.
- REED, E. L.: Photomicrographs of Iron and Steel. 1929. (253 S.)
- SAUERWALD, F.: Lehrbuch der Metallkunde. Berlin 1929. (462 S.)
- PIWOWARSKY, E.: Hochwertiger Grauguß und die physikalisch-metallurgischen Grundlagen seiner Herstellung. Berlin 1929. (336 S.)
- BENEDICKS, C., u. H. LÖFQUIST: Non-metallic Inclusions in Iron and Steel. New York 1930. (311 S.)
- BRONIEWSKI, W.: Travaux Pratiques de Métallographie. Paris 1930. (110 S.)
- SCHÜZ, E., u. R. STOTZ: Der Temperguß. Berlin 1930. (390 S.)

- SCHIMMEL, A.: Metallographie der technischen Kupferlegierungen. Berlin 1930. (134 S.)
 BERGLUND, T.: Metallographers' Handbook of Etching. London 1931. (183 S.)
 DUJARDIN, J., u. A. MEYER: Metallographische Schlibfbildersammlungen (A. Stahl und Eisen. B. Nichteisenschwermetalle. C. Gußeisen. D. Leichtmetalle). Düsseldorf.
 GARRE, B.: Einführung in die praktische Metallographie. Leipzig 1932. (52 S.)
 MASING, G.: Ternäre Systeme. Leipzig 1933. (164 S.)
 HANEMANN, H. u. A. SCHRADER: Atlas Metallographicus. Berlin. Bd. I Kohlenstoffstähle 1927—1933; Bd. II Gußeisen 1936—1939.
 SCHWARZ, M. v.: Gußeisen-Gefügelehre. Halle 1933. (164 S.)
 FUSS, V.: Metallographie des Aluminium und seiner Legierungen. Berlin 1934. (219 S.)
 RAPATZ, F.: Die Edelmstähle. 2. Aufl. Berlin 1934. (386 S.)
 CASTRO, R.: Progrès dans la Technique de la Métallographie Microscopique. Paris 1935. (58 S.)
 SCHRAMM, J.: Kupfer-Zink-Nickel-Legierungen. Würzburg 1935. (129 S.)
 HOUDREMONT, E.: Einführung in die Sonderstahlkunde. Berlin 1935. (566 S.)
 HANSEN, M.: Der Aufbau der Zweistofflegierungen. Berlin 1936. (1100 S.)
 HUME-ROTHERY, W.: The Structure of Metals and Alloys. London 1936. (120 S.)
 JÄNECKE, E.: Kurzgefaßtes Handbuch aller Legierungen. Leipzig 1937. (493 S.)
 MIES, O.: Metallographie. Berlin 1937. (64 S.)
 KOCH, G.: Studien über den Gefügeaufbau der Zweistoff-Aluminiumbronzen. Forschungsarbeiten über Metallkunde und Röntgenmetallographie. München 1937. (71 S.)
 Handbuch der Metallphysik T. III (SACHS: Spanlose Formung der Metalle). Leipzig 1937.
 MITSCHKE, R., u. M. NIESSNER: Angewandte Metallographie. Leipzig 1939. (229 S.)
 STADE, G., u. H. STAUDE: Mikrophotographie. Leipzig 1939. (202 S.)
 Aluminium-Zentrale: Aluminium-Taschenbuch. Berlin 1. Aufl. 1932, 8. Aufl. 1939.
 GUERTLER, W.: Metalltechnisches Taschenbuch. Berlin 1939.
 BECK, A.: Magnesium und seine Legierungen. Berlin 1939. (520 S.)

Weitere Angaben über verschiedene Arbeitsgebiete.

Schliffvorbereitung.

- LUCAS, F. F.: The Preparation of Iron and Steel Specimens for Microscopic Investigation. Trans. Amer. Soc. Met. 1936, **24**.
 AMBERG, K.: Grinding Microscope Specimens on Lead Disks with Fixed Abrasives. Jernkont. Ann. 1937, **121**, 603 — Stahl u. Eisen 1938, **58**, 631.
 ELLINGER, G. A., u. J. S. ACKEN: Trans. Amer. Soc. Met. 1936, **27**, 382.
 JARRETT, T. C.: Automatic Polishing of Metallurgical Specimens using Cast Iron and Lead Laps. Trans. Amer. Soc. Met. 1936, **27**, 758.
 VILELLA, I. R.: Metallographic Technique for Steel. A. S. M. 1938.
 WYMAN, L. L.: The plastics for Mounting Metallographic Samples. Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1938, **38** (I), 511.
 VILELLA, J. R.: Improved Methods of Polishing Metall. Specimens of Cast Iron. Metals & Alloys 1932 (III), (Sept.) 205.
 URBAN, S. F., u. R. SCHNEIDWIND: Dry Polishing will retain Graphite and Inclusions. Metal Progr. 1932, **22** (2), 39.
 FARROW, W. G. M.: The Preparation and Etching of Microsections. Student's Prize Essay. J. Birmingham Metallurgical Soc. 1938 (März), **32**.
 ROLL, F.: Grenzen und Fehler des Mikrobildes. Congrès International de Fonderie en Pologne 17. IX. 1938. Bericht Nr. 14.

Zusammenstellungen von Ätzmitteln.

- CZOCHRALSKI: Hauptarten der Ätzerscheinungen und die metallographischen Ätzmittel. Stahl u. Eisen 1915, **35**, 1073.
 GUERTLER: Die Ätzmittel des Metallographen. Int. Z. Metallogr. 1916 (8), 228.
 — Nachweis geeigneter Ätzmittel für die verschiedenen Legierungen. Z. Metallkde. 1920, **12**, 44. — Stahl u. Eisen 1920 (I), **40**, 451. — Metalltechnisches Taschenbuch 1939.

- HUDSON: Réactifs d'Attaque et leur Application en Métallographie. Rev. Mét. 1916, Extr., 198.
- VOGEL: Die Anfänge der Metallographie. Stahl u. Eisen 1917, **37**, 665.
- JARVIS: Ätzflüssigkeiten und ihre Anwendung. Metal Ind., Lond. 1919, **15**, 170.
- SCHULZ, E. H.: Über Ätzmittel bei Eisenuntersuchungen. Ber. Ver. Dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffaussch. 1920, Nr. 2.
- BERGLUND, T.: Metallographers Handbook of Etching. New York: Isaac Pitman & Sons 1931.
- PORTEVIN, A., u. P. BASTIEN: Réactifs d'Attaque Métallographique. Paris 1937.
- SCHRADER, A.: Ätzheft. Anweisung zur Herstellung von Metallschliffen. Berlin 1939.

Makroätzungen.

- AST, W.: Internat. Cong. Test. Mat. Brüssel 1906.
— Metallurgie 1907, **4**, 123.
- BAUER, O.: Mitt. Königl. Materialprüfungsamt Berlin-Lichterfelde 1917, 204.
- BERGLUND, T.: Jernkont. Ann. 1923, **107**, 149.
- BYERS, A. M.: Iron Coal Tr. Rev. 1916, **59**, 1052 — Stahl u. Eisen 1917 (I), **37**, 212.
- CHARPY, G., u. S. BONNEROT: Rev. Mét. 1918, **15**, 132.
- CLAUF, F.: Rev. Mét. 1910, **7**, 605.
- COMSTOCK, G. F.: Iron Coal Tr. Rev. 1916, **59**, 941.
— Chem. metall. Engng. 1920, **23**, 1081 — Stahl u. Eisen 1921 (II), **41**, 1858.
- DESCOLAS, J., u. E. PRÉTET: Rev. Mét. 1923, **20**, 597.
- FRY, A.: Stahl u. Eisen 1920 (I), **40**, 622.
— Stahl u. Eisen 1923 (II), **43**, 1029.
- GILLIGAN, F. P., u. J. J. CURRAN: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1926, **10**, 10 — Stahl u. Eisen 1926 (II), **46**, 1200.
- HARNECKER, K., u. E. RASSOW: Stahl u. Eisen 1918 (II), **38**, 1079.
- HEINRICH, F., u. W. VOIGT: Z. anorg. allg. Chem. 1926, **154**, 209 — Stahl u. Eisen 1926 (II), **46**, 1063.
- JONES, J.: Chem. metall. Engng. 1915, **22**, 124 — Stahl u. Eisen 1917 (I), **37**, 503 — Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1915, **15** (II), 89.
- KRUFIT, L.: Stahl u. Eisen 1909 (I), **29**, 517.
- PORTEVIN, A.: Génie civ. 1925, **85**, 860 — Stahl u. Eisen 1925 (I), **45**, 860.
— u. V. BERNHARD: Rev. Mét. 1918, **15**, 273.
- POT, J.: Rev. Mét. 1923, **20**, 770.
- RAWDON, H. S.: Iron Age 1920, **106**, 965 — Stahl u. Eisen 1921 (II), **41**, 1858.
- ROSENHAIN, W.: Internat. Cong. Test. Mat. Fifth Congr. 1909, I.
- SCHULZ, E. H.: Ber. Ver. Dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffaussch. 1920, Nr. 2 — Stahl u. Eisen 1922 (II), **42**, 1916.
— Ber. Ver. Dtsch. Eisenhüttenleute, Werkstoffaussch. 1921, Nr. 7 — Stahl u. Eisen 1922 (II), **42**, 1917.
- THOMPSON, F. C.: Metal Ind., Lond. 1924, **24**, 229 — Stahl u. Eisen 1924 (I), **44**, 381 u. 539.

Makroätzmittel für kaltbearbeitete Stähle.

- BAUERFELD, F., u. M. HORNIG: Mitt. Dortmunder Union 1922, **50**, 71 — Stahl u. Eisen 1923 (I), **43**, 735.
- FELL, E. W.: Carnegie Schol. Mem. Iron Steel Inst. 1927, **16**, 101.
- FRY, A.: Stahl u. Eisen 1921 (II), **41**, 1093.
- PORTEVIN, A.: J. Inst. Met. 1926 (I), **35**, 363 — Stahl u. Eisen 1926 (II), **46**, 1343.
- SCHWARZ, M. v., u. W. BERMAN: Z. bayer. Rev.-Ver. 1924, **28**, 191 — Stahl u. Eisen 1924 (II), **44**, 1805.
- STRAUSS, B., u. A. FRY: Stahl u. Eisen 1921 (II), **41**, 1133.
- TURNER, H., u. J. JEVONS: J. Iron Steel Inst. 1925 (I), **111**, 170 — Engineering 1925, **119**, 588.

Ätzen bei hohen Temperaturen.

- BAYKOFF, M. A.: Rev. Mét. 1909, **6**, 829.
- CARPENTER, H. C. H., u. C. F. ELAM: J. Iron Steel Inst. 1921 (I), **105**, 83.

- HANEMANN, H.: *Int. Z. Metallogr.* 1912, **3**, 176.
 HEMINGWAY, E. H., u. G. R. ENSMINGER: *Trans. Amer. Inst. Min. Met. Engrs.* 1922, **67**, 392.
 OBERHOFFER, P.: *Metallurgie* 1909, **6**, 542.
 — u. HEGER: *Stahl u. Eisen* 1923 (II), **43**, 1322.
 OSMOND, F.: *Ann. Min.* 1900, **18**, 113.
 — u. G. CARTAUD: *Ann. Min.* 1900, **17**, 110.
 ROSENHAIN, W., u. J. C. W. HUMFREY: *Proc. roy. Soc. (A)* 1909, **83**, 200.
 SAUERWALD, F., W. SCHULTZE u. G. JACKWIRTH: *Z. anorg. allg. Chem.* 1924, **140**, 384 —
 Stahl u. Eisen 1924 (II), **44**, 1805.
 TSCHISCHESKY, N., u. N. SCHULGIN: *J. Iron Steel Inst.* 1917 (I), **95**, 189 — Stahl u. Eisen
 1917 (II), **37**, 1033.
 WARK, N. J.: *Metallurgie* 1911, **8**, 731 — *J. Iron Steel Inst.* 1913 (I), 219.
 WEVER, F.: *Z. anorg. allg. Chem.* 1926, **154**, 294.

Aluminium und Aluminiumlegierungen.

- ANDERSON, R. J.: *Metallography of Aluminium. Chem. metall. Engng.* 1918, **17**, 64 u. 172.
 — *Metallography of Aluminium. J. Franklin Inst.* 1919, **187**, 1.
 — *Metallurgy of Aluminium and its Alloys.* New York 1925.
 Aluminium-Taschenbuch. Berlin 1939.
 Aluminium and its Light Alloys. Nat. Bur. Stand. 1919, Circ. Nr. 76.
 Light Metals and Alloys, Nat. Bur. Stand. 1927, Circ. Nr. 346.
 BINGHAM, K. E., u. J. L. HAUGHTON: *J. Inst. Met.* 1923 (I), **29**, 71.
 BLUMENTHAL, A.: *Zeiß-Nachr.* 1934 (Okt.), 83.
 CORSON, M. G.: *Aluminium and its Alloys*, S. 239. New York 1926.
 CZOCHRALSKI, J.: *Stahl u. Eisen* 1915 (II), **35**, 1073.
 DANIELS, S. D.: *Industr. Engng. Chem.* 1924, **16**, 1243; 1926, **18**, 393.
 DIX JR., E. H.: *Proc. Amer. Soc. Test. Mater.* 1925 (II), **25**, 120.
 — u. H. H. RICHARDSON: *Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs.* 1926, **73**, 1560.
 — u. W. D. KEITH: *Proc. Amer. Soc. Test. Mater.* 1926 (II), **26**, 37.
 — *Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs.* 1923, **69**, 957.
 — u. F. KELLER JR.: *Min. & Metall.* 1928, **9**, 327.
 DORN, E., u. M. SPIEGEL: *Z. Metallkde.* 1925, **17**, 133 — *J. Inst. Met.* 1926 (I), **35**, 602 —
 Chem. Abstr. 1927, **21**, 3036.
 FLICK, F. B.: *Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs.* 1925, **71**, 816.
 FUSS, V.: *Die Konstitution der aluminiumreichen Al-Fe-Si-Legierungen. Z. Metallkde.*
 1931, **23**, 231—236.
 GAYLER, M. L. V.: *J. Inst. Met.* 1923 (I), **29**, 507.
 GUILLET, L.: *Rev. Métall.* 1924, **21**, 12.
 GWYER, PHILLIPS u. MANN: *Die Konstitution der Legierungen des Al mit Cu, Si und Fe.*
 Haus-Z. Alumin. 1929, **1**, 155—186.
 HAENNI, P.: *Rev. Métall.* 1926, **23**, 342.
 HANSON, D., u. S. L. ARCHBUTT: *J. Inst. Met.* 1919 (I), **21**, 291.
 — u. M. L. V. GAYLER: *J. Inst. Met.* 1925 (II), **34**, 125.
 MELCHIOR, P.: *Aluminium. Die Leichtmetalle und ihre Legierungen.* Berlin: VDI-Verlag
 1929.
 MERICA, P. D.: *Chem. metall. Engng.* 1918, **19**, Nr. 3, 135.
 — R. G. WALTEBERG u. J. R. FREEMAN: *U. S. Bur. Stand. Sci. Papers* 1919, Nr. 337.
 MEYER, A.: *Z. Metallkde.* 1923, **15**, 257.
 PULSIFER, H. B.: *Trans. Inst. Met. Div. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs.* 1929, 291.
 RÖHRIG, H., u. W. BORCHERT: *Z. Metallkde.* 1924, 1629 — *Stahl u. Eisen* 1924 (I), **44**, 267.
 — u. E. KÄPERNICK: *Z. Metallkde.* 1936, **28**, 281 u. 385.
 STOCKDALE, D.: *J. Inst. Met.* 1924 (I), **31**, 275.
 TEMPLIN, R. L.: *National Metals Handbook Data Sheet Al 5701.*
 TUCKER, C. M.: *Metals & Alloys* 1930, **1**, 655.
 VILELLA, J. R.: *Metal Ind., Lond.* 1926, **28**, 389 — *Iron Age* 1926, **117**, 761, 834, 903.

Äderung.

- AMMERMANN u. KORNFELD: Arch. Eisenhüttenw. 1929, 307 — Stahl u. Eisen 1934, **54**, 376.
 BANNISTER u. JONES: J. Iron Steel Inst. 1931, **123**, 395.
 EILENDER u. CORNELIUS: Arch. Eisenhüttenw. 1935/36, **9**, 263.
 HANEMANN, H.: Metallwirtsch. 1937, 3.
 — u. A. SCHRADER: Atlas Metallographicus, Teil I. 1934.
 HANSON, M., u. Miss FORD: J. Inst. Met. 1923, **27**, 197.
 HUMFREY, J. C. W.: J. Iron Steel Inst. Carn. Schol. Mem. 1912, 80.
 KRINGS u. KEMPGENS: Z. anorg. allg. Chem. 1929, **103**, 225; 1930, **190**, 313.
 NORTHCOTH: J. Iron Steel Treat. 1932 (II), 267 — Metallurgist (Supplement to Engineer)
 1936, 165 u. 184 — J. Iron Steel Treat. 1936 (II), 225.
 RAWDON u. BERGLUND: U. S. Bur. Stand. 1928, Nr. 571.
 TANGERDING: Arch. Eisenhüttenw. 1935/36, **9**, 113.

Blei und Bleilegierungen.

- BASSETT jr., W. H., u. C. J. SNYDER: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1932 (II), **32**, 558.
 DEAN, R. S., L. ZICKRICK u. F. C. NIX: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1926,
73, 505.
 JONES, B.: J. Inst. Met. 1933, **52**, 73.
 JOHNSTON, R. J.: Metal Ind., Lond. 1932, **41**, 392.
 LUCAS, F. F.: Application of Microtome Methods for the Preparation of Soft Metals for
 Microscopic Examination. Proc. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Inst. Met. Div.
 1927, **75**, 481.
 RUSSELL u. NEIL GREENWOOD: Proc. Austral. Inst. Min. Met. 1932, **87**, 135.
 RUTHERFORD, G. S.: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1924 (I), **24**, 379.
 SCHUHMACHER, E. E., u. G. M. BOUTON: Diskussion zu BASSETT u. SNYDER: Proc. Amer.
 Soc. Test. Mater. 1932 (II), **32**, 569.
 VILELLA, J. R., u. D. BEREGEKOFF: Industr. Engng. Chem. 1927, **19**, Nr. 9, 1049.

Kupfer und Kupferlegierungen.

- ADCOCK, F.: J. Inst. Met. 1923, **27**, 74.
 BAMFORD, T. G.: J. Inst. Met. 1925 (I), **33**, 167.
 CHARPY, G.: Bull. Soc. d'Encour. 1896, **95**, 200.
 COMSTOCK, G. F.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1919, **60**, 386.
 DESCH, C. H.: Metallography. New York 1913.
 EASH, J. T., u. C. UPTEGROVE: The Copper-rich Alloys of the Copper-Nickel-Tin-System.
 Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs., Iron Steel Div. 1933, **104**, 221.
 HUDSON, O. F.: J. Inst. Met. 1915, **13**, 193.
 PRIMROSE, J. S. W.: Metal Ind., Lond. 1926, **28**, 569 u. 592.
 PULSIFER, H. B.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1926, **73**, 707.
 RAWDON, H. S., u. M. G. LORENTZ: Nat. Bur. Stand. Sci. Paper 1922, Nr. 435; 1920, Nr. 399 —
 Chem. metall. Engng. 1921, **25**, 955.
 STOCKDALE, D.: J. Inst. Met. 1925 (II), **34**, 111.
 STRAUSS, J.: Chem. metall. Engng. 1923, **28**, Nr. 19, 852.

Magnesium und Magnesiumlegierungen.

- GANN, J. A.: Treatment of Structure of Mg-Alloys. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs.
 Inst. Met. Div. 1929, **83**, 309.
 PULSIFER, H. B.: Magnesium, its Etching and Structure. Trans. Amer. Inst. min. metallurg.
 Engrs. Inst. Met. Div. 1928, **78**, 461.
 CHADWICK, R.: The Constitution of the Alloys of Mg and Zn. J. Inst. Met. 1928, **39**, 285.
 HANSON, D., u. M. L. V. GAYLOR: The Constitution of the Alloys of Aluminium and Ma-
 gnesium. J. Inst. Met. 1920, **24**, 201.
 HAUGHTON, J. L., u. R. J. M. BAYNE: Alloys of Magnesium, Part. III: Constitution of the
 Mg-rich Alloys containing Al and Cd. J. Inst. Met. 1935, **57**, 287.

- HAUGHTON, J. L., u. W. E. PRYTHERCH: Mg and its Alloys. His Majesty's Stationary Office, S. 100. 1937.
- HUME-ROTHERY, W., u. E. O. ROUNSEFELL: The System Mg-Zn. J. Inst. Met. 1929, **41**, 119.
- STOUGHTON, B., u. M. MIYAKE: Preliminary Study of Mg-base Alloys. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1926, **73**, 541.
- Dow-Metal Magnesium-alloys, Dow Chemical Co. 1937.
- Magnesium Alloys, Am. Mg-Corporation 1936.
- BEEK, A.: Magnesium und seine Legierungen. Berlin 1939.

Zink und Zinklegierungen.

- MATHEWSON, C. H., C. S. TREWIN u. W. H. FINKELDEY: Some Properties and Applications of Rolled Zinc Strip and Drawn Zinc Rod. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1920, **64**, 305.
- MATHEWSON, C. H.: Twinning in Metals. Proc. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Inst. Metals Div. 1928, **78**, 7.
- RODDA, J. L.: Notes on Etching and Microscopical Identification of the Phases Present in The Copper-Zinc-System. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1937, **124**, 189.
- EDMUNDS, G., u. C. W. BARTHOLOMEW: Unpublished Data, The New Jersey Zinc Co. Palmerton, Pa.
- Molded Plastic Mountings for Zinc Microsections. The Zinc Alloy Pot 1937, **5**, Nr. 3.

Zinn und Zinnlegierungen.

- VILELLA, I. R., u. D. BEREGEKOFF: Polishing and Etching Lead, Tin and Some of their Alloys for Microscopic Examination. Industr. Engng. Chem. 1927, **19**, 1049.
- DRAKE, E. B.: The Macro-Etching of Tin-base Bearing Metals. Metals & Alloys 1931, **2**, 20.
- HIERS, G. O., u. G. P. DE FOREST: The Eutectic Composition of Copper and Tin. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Inst. Met. Div. 1930, 207.
- Report of Com. E-4 on Metallography. Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1935, **35** (I), 511.
- MASON, C. W., u. W. D. FORGENG: Effect of Bismuth as an Impurity on the Structure and Allotropic Transformation of Tin. Metals & Alloys 1935, **6**, 87.
- JONES, W. D., u. W. E. HOARE: A Microscopic Examination of Iron-Tin Reaction Products. J. Iron Steel Inst. 1934, **129**, 273.
- TAFFS, H. J.: Preparation of Tin and Tin Alloys for Microscopical Examination. J. roy. microscop. Soc. 1936, **56**, 300.

Untersuchung von Schlackeneinschlüssen bei gewöhnlichem auffallendem Licht.

- MOORE, H. F.: Univ. Illinois Bull. 152 Series of 1925, 40.
- u. J. B. KOMMERS: Univ. Illinois Bull. 1921, 124.
- MCADAM jr., D. J.: Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1923, **23** (II), 56.
- MATHEWS, J. A.: Adress before Dayton Eng. Club May 1919.
- HAIGH, B. T.: Metal Ind., Lond. 1922, **21**, 466.
- JOHNSON, J. B.: „Aircraft Engine Materials“, S. A. E. Journal 1937 (April), 153—162.
- Joint Committee. Proc. Amer. Soc. Test. Mater. 1926, **26** (I), 114.
- SIMS, C. E., u. LILJEKVIST: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1932, **100**, 154.
- BAIN, E. C.: Yearb. Amer. Iron Steel Inst. 1934, 36.
- EPSTEIN, S.: Metals & Alloys 1931, **2**, 186.
- KINZEL, A. B., u. W. CRAFTS: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1931, **95**, 143.
- HERTY jr., C. H.: Coop. Bull. Min. & Met. Adv. 1930 — Bur. Mines rept. of Inv. 1931, 3081 — Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1932, **19**, 271.
- DAYTON, R. W.: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1935, 593.
- HOYT, S. L., u. M. SCHEL: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Iron Steel Div. 1935, **116**, 405.
- CUNNINGHAM, T. R., u. R. J. PRICE: Industr. Engng. Chem. Anal. Ed. 5 1933, 27.
- SCOTT, F. W.: Industr. Engng. Chem. Anal. Ed. 4 1932, 121.
- HARE, W. A., u. G. SOLER: Metals & Alloys 1937, **8**, 169.

- THOMPSON, J. G., H. C. VACHER u. H. A. BRIGHT: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1936 (Juni), 758.
- REEVE, L.: Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Iron Steel Div. 1934, **113**, 82.
- MC COMBS, L. F., u. M. SCHRERO: Bibliography of Nonmetallic Inclusions in Iron and Steel 1935, 308.
- Coop. Bull. Nr. 70 — Min. & Metall. — Adv. Bds. Carnegie Inst. Techn. Bur. Mines.
- LARSEN, B. M.: Origin and Effect of Inclusions in Steel. Metals & Alloys 1930 (Sept./Nov.), **1**, 703, 763, 819; 75 References.
- CHIPMAN, JOHN, u. S. F. URBAN: Nonmetallic Inclusions in Steel. Trans. Amer. Soc. Met. 1935, **23**, 93; Teil II, 645.
- DIERGARTEN, H.: Beurteilung von Wälzlagerstählen nach den Schlackeneinschlüssen. Arch. Eisenhüttenw. 1936, **10**, 197.
- BENEDICKS, CARL, u. HELGE LÖFQUIST: Nonmetallic Inclusions in Iron and Steel. New York: John Wiley and Son 1931.
- WOHRMAN: Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1928, **14**, 81, 255, 385, 539.
- SCHNEIDERHÖHN, H.: Erzmikroskopie 1931.
- MATWEIEFF: Rev. Mét. 1910, **13**, 447.
- LE CHATELIER, P. H., u. M. ZIEGLER: Metallographist 1903, 19.
- LAW, P. H. F.: J. Iron Steel Inst. 1907, Nr. 2, 96.
- RÖHL, G.: Carnegie Schol. Mem. 1912, 28.
- BECKER, B.: Stahl u. Eisen 1912, **32**, 1017.
- ARNOLD, J. O., u. G. R. BOLSOVER: J. Iron Steel Inst. 1914, **89**, 396.
- COMSTOCK, G. F.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1916, Nr. 1, 553.
- LOEBE, R., u. B. BECKER: Z. anorg. allg. Chem. 1913, **77**.
- FELL, F. W.: Arch. Eisenhüttenw. 1931, **4**, 393.
- CHIPMAN, J., u. D. W. MURPHY: Solubility of Nitrogen in Liquid Iron. Amer. Inst. Min. metallurg. Engrs. Techn. Publ. 1935, Vol. 591.
- COMSTOCK, G. F.: Chem. metall. Engng. 1914, **12**, 577.
- CAMPBELL, W., u. G. F. COMSTOCK: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1923, Nr. 1, 521.
- FEILD, A. L.: Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1924, **70**, 201.
- HEERTY, C. H., u. O. TRUE: Blast. Furn. 1925, **13**, 493.
- SHIBATA, E.: Technol. Rep. Tôhoku Univ. 1928, **7**, 279 u. 299.
- FRIEDERICK, E., u. L. SITTIG: Z. anorg. allg. Chem. 1925, **143**, 293.
- NIESSNER, R.: Arch. Eisenhüttenw. 1929, **3**, 157.

Untersuchungen in polarisiertem Licht.

- FARNHAM, C. M.: Determination of the Opaque Minerals. McGraw-Hill Book Comp. 1931.
- CHAMOT, E. M., u. C. W. MASON: Handbook of Chemical Microscopy. New York: John Wiley and Sons, Inc. 1938.
- BEREK, M.: Optische Meßmethoden im polarisierten Auflicht, insbesondere zur Bestimmung der Erzminerale, mit einer Theorie der Optik absorbierender Kristalle. Verlag der Deutschen Mineralogischen Ges. E. V. Berlin 1937.
- FOSTER, L. V.: A Polarizing Vertical Illuminator. J. opt. Soc. Amer. 1938, **28**, 124.
- KÖNIGSBERGER, J.: Eine neue Methode für die mikroskopische Metallographie. Metallurgie 1909, **6**, 605.
- HANEMANN, H., u. K. ENDELL: Über die mikroskopische Untersuchung von Metallen mittels polarisierten Lichtes. Stahl u. Eisen 1913, **33**, 1644.
- WRIGHT, F. E.: Polarized Light in the Study of Ores and Metals. Proc. Amer. Phil. Soc. 1919, **58**, 401.
- Examination of Ores and Metals in Polarized Light. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. 1920, **63**, 370.
- HEINDLHOFER, K., u. E. C. BAIN: A Study of the Grain Structure of Martensite. Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1930, **18**, 673.
- PRIMROSE, I. S. G.: Metallography with Polarized Light. Metallurgia, Manchr. 1931, **5**, 9.
- SCHNEIDERHÖHN, H., u. P. RAMDOHR: Lehrbuch der Erzmikroskopie. Gebr. Bornträger 1931.
- SHORT, M. N.: Microscopic Determination of the Ore Minerals. U. S. Geol. Survey Bull. 1931, 825.

- DASCHNER, H.: Polarisationsoptische Untersuchungen in der Metallographie. München 1936. Forsch.Arb. Metallkde u. Röntgenmetallographie, Folge 19.
- SCHWARZ, M. v.: Die Anwendung des Polarisationsmikroskops bei der Untersuchung von Kupferlegierungen. Z. Metallkde. 1932, **24**, 97.
- VARGHA, G. v.: Über die Anwendung polarisierten Lichts in der Metallkunde. Diss. 1935. (45 S.)
- COOKE, S. R. B.: Microscopic Structure and Concentratability of the Important Iron Ores of the United States. U. S. Bur. Mines Bull. 1936, 391.
- FOSTER, L. V., u. J. E. WILSON: The Examination of Metals in Polarized Light. A. S. T. M. 1938, Preprint 24a.
- HARTMANN, F.: Die Untersuchung von Sandeinschlüssen im Stahl mit Hilfe des Polarisationsmikroskopes. Arch. Eisenhüttenw. 1931, **4**, 601.
- BAEYERTZ, M.: A Note on Chromium Oxide Inclusions in Stainless Steel and Ferrochromium. Trans. Amer. Soc. Met. 1934, **22**, 625.
- AHMAD, N.: Über die Anwendung des Polarisationsmikroskops bei der Untersuchung von Stahl und Eisen. Forsch.Arb. Metallkde. Röntgenmet. Folge 15. München u. Leipzig: Verlag F. u. J. Voglrieder 1934.
- ZIELER, W.: Arch. Eisenhüttenw. 1931/32, **5**, 303 — Nichtmetall. Einschl. i. Stahl.
- GRAHAM u. HAY: Chem. Zbl. 1937, **108**, 4850 — J. roy. techn. Coll., Glasg. 1937, **4**, 77.
- DAYTON, R. W.: Theory and Use of the Metallurgical Polarization Microscope. Trans. Amer. Inst. min. metallurg., Inst. Met. Div. 1935, **117**, 119.
- HOYT, S. L., u. M. A. SCHEIL: Use of Reflected Polarized Light in the Study of Inclusions in Metals. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs., Iron Steel Div. 1935, **116**, 405.
- PORTEVIN, A., u. R. CASTRO: Morphology of the Inclusions in Siderurgical Products. J. Iron Steel Inst. 1935, **132**, 237; 1936, **134**, 213; 1937, **135**, 223 — Stahl u. Eisen 1936, **56**, 75 u. 1391.
- URBAN, S. F., u. J. CHIPMAN: Nonmetallic Inclusions in Steel. Trans. Amer. Soc. Met. 1935, **23**, 93; Teil II, 645.
- SCHAFMEISTER, P., u. G. MOLL: Die Verwendbarkeit polarisierten Lichtes bei der Gefügeuntersuchung von Eisen und Stahl. Arch. Eisenhüttenw. 1936, **10**, 155.
- BAEYERTZ, M.: Observations on the Oxidation of Steel. Trans. Amer. Soc. Met. 1936, **24**, 420.
- PORTEVIN, A.: Erroneous Interpretation of Studies under Polarized Light. Metal Progr. 1937 (Juli), **32**, 63.
- MONYPENNY, I. H. G.: The Use of Polarized Light in the Microscopical Examination of Iron and Steel. Metallurgist, Engrs. 1937, **163**, 25. Juni, S. 46; 27. August, S. 50.
- GRANT, L. E.: Identification of Inclusions in Steel. Trans. Amer. Soc. Steel Treating 1931, **19**, 165.
- SMITH, E. C.: Some Problems of Steel Melting. Trans. Amer. Inst. min. metallurg. Engrs. Iron Steel Div. 1935, **116**, 13.
- HARE, W. H., u. G. SOLER: A Study of Deoxidation Type of Inclusions in Alloy-Steels. Trans. Amer. Soc. Met. 1938, **26**, 903.

Beleuchtungsarten in der Metallmikroskopie.

- GEORGE, H. S.: Simulating Natural Light in Metallography. Trans. Amer. Min. Met. Engrs. 1924, **70**, 259.
- ZIELER, W.: Darkfield Illumination adds contrast and resolving power. Metals and Alloys 1933, **23**, Januar S. 19.

Sachverzeichnis.

Die mit * versehenen Seitenangaben entsprechen Abbildungen.

Abdruckverfahren 59.

auf photographische Platten oder Filme 100.
elektrochemische für Makrountersuchungen 102.
mit Ferrizyankalium für Oxydeinschlüsse 160.
zum Nachweis von Schwefel in Eisen u. Stahl 94.
Abkühlungsrisse in tiefgeätzten Proben 72.

Abrasit 17.

Adler-Ätzmittel zur Makrountersuchung:
von Aluminium 229.
von Eisen und Stahl 77.
von Cu-Legierungen 182.
von Schweißnähten 78.

Äderung:

Ätzmittel für Eisenlegierungen 43*.
— für Nichteisenmetalle 45.
scheinbare bei Magnesiumproben 248*.

Ätzabbau:

bei Ferrit 41, 107, 109, 110.
bei Kupfer 40, 184.
bei Messing 181, 184.
bei Platin 220.
mikroskopische Beobachtung von — 3.

Ätzabdruckverfahren 59.

Ätz-Anlaß-Verfahren 54, 55*.
für Gußeisen 151.
für polierte Stahlproben 54.
für Schnellstahl 135.
für Sulfide 163.

Ätzarten 51.

Ätzbedingungen für elektrolitisches Ätzen von nichtrostenden Stählen (Schafmeister) 130.

Ätzdauer:

Einfluß auf Tiefätzung 67, 71.
Einfluß bei C-Stahl 48.

Ätzdauer:

bei Gefügeentwicklung mit alkalischem Natriumpikrat 118.

Ätzen 36.

bei hohen Temperaturen durch Angriff von Gasen 60.

chemische Vorgänge beim — 37.

durch Ätzwaschen 51.

durch Auftropfen 51.

durch Eintauchen 51.

durch Reiben 52.

durch atmosphärische Einflüsse 203.

durch kathodische Zerstäubung 60.

Einfluß von Bewegung des Ätzmittels 49, 50*.

eingebetteter Proben 8, 50.
Gasentwicklung beim 51.

geschichtliche Anfänge 1.
in Salzschmelzen für Platinmetalle 59, 219.

mit färbender Wirkung 56.

mit Gelatineüberzug und nachfolgender Färbung 57.

mit Gelatineüberzug und gleichzeitiger Färbung 57.

Ätzen mit abwechselndem Polieren:

bei austenitischen Stählen 122.

bei Blei und -Leg. 211, 213.

bei C-armen Stählen 15, 105.

bei Kupfer u. -Leg. 178.
bei Reinaluminium 241, 242.

bei Zink u. -Leg. 201.

Ätzergebnisse, Einflüsse auf 48.

Ätzfiguren 40, 41, 181, 189.

Ätzfolgen:

für Einschlußbestimmung 168—172.

für intermediäre Kristallarten in Al-Legierungen 243, 244.

für Gefügebestandteile in Sonderstählen 137 bis 140.

Ätzgefäße 49.

Ätzmittel, s. bei entspr. Namen und bei den zu ätzenden Werkstoffen.

Angaben über Zusammensetzung 2.

chemische Wirkung 37.

Einfluß von Bewegung 49.

— von Temperatur 48, 49.
— von Temperatur bei Tiefätzungen 65, 70.

für Tiefätzungen von Stahl 63.

Ätzmittelmenge für Tiefätzungen von Stahl 66.

Ätzmitteltabellen:

für Aluminium und -Legierungen:

Makro- 228.

Mikro- 241.

für Blei 216.

für Edelmetalle 224.

für Einschlußbestimmungen 168.

für Eisenlegierungen, Makro- 90.

— Mikro- 144.

für Kupfer und -Leg. 186.
f. Magnesium und -Leg. 251.

für Nickel und -Leg. 200.
für Sonderstähle 138, 139, 140.

für Zinn und -Leg. 209.

Ätzmitteltemperatur, Einfluß auf Tiefätzung 70.

Ätzpolieren 52, 105.

Ätztemperatur, bei Tiefätzungen von Stahl 67.

- Ätztemperatur:
 beim Tiefätzen mit Salzsäure 65.
 für Gefügeentwicklung mit alkalischem Natriumpikrat 119.
 Vorwärmen beim Tiefätzen 67.
- Ätzverfahren s. bei entspr. Namen und bei den zu ätzenden Werkstoffen.
- Ätzwaschen 51.
- Ätzwirkung bei stehender oder bewegter Lösung 49.
- Ätzzangen 50.
- Alkalische Hydroxydlösung für Karbidnachweis in chromreichen Stählen 130.
- Alkalisches Kaliumpermanganat zum Nachweis von Karbid und δ -Eisen in austenitischen Legierungen 131.
- Alkalisches Kupferkaliumcyanid zum Ätzen von Wolframstählen 136.
- Alkalische Natriumpikratlösung zur Sichtbarmachung des Tannenbaumgefüges von gegossenem Manganstahl 134.
- Alkalisches Natriumpikrat zum Nachweis von Karbiden und Wolframiden in Schnellstählen und Wolframstählen 135.
 — s. a. unter Natriumpikrat.
- Alkohol(e):
 als Lösungsmittel 108.
 Einfluß auf Angriffsgeschwindigkeit bei Ätzmitteln 108.
 Einwirkung auf Kunstharz 10.
 — auf Piccin 5.
 verschiedene für Kourbottfätzmittel 108, 117.
 zum Polieren 32, 226, 246.
 zum Trocknen von Schliffproben 33.
- Alpha-Eisen:
 Nachweis neben Gamma-Eisen in V 2 A-Stahl nach Kaltbearbeitung 130.
- Alpha-Eisen:
 Nachweis in Invarstählen 133.
- Aloxit 17, 174—176.
- Aluminate s. Einschlüsse 159.
- Aluminide, Nachweis 234 bis 245.
- Aluminium und -Legierungen:
 Ätzmittel für Äderung 45.
 Ätzmitteltabelle für Gefügeentwicklung und Sonderbestandteile 241, 242.
 Ätzverfahren zur Unterscheidung intermediärer Kristallarten nach Keller u. Wilcox und A. Schrader 243, 244.
 Dicke der Bearbeitungsschicht bei Schliffproben 14.
 Eisen in — 239.
 — Nachweis durch Flußsäure 237.
 — — durch Natriumhydroxyd 237.
 — — durch Schwefelsäure 238.
 — — durch Vilellasches Ätzmittel 238.
- Kupfer in — 240.
 — Nachweis durch Eisennitrat 237.
 — — durch Eisensulfat 236.
 — — durch Pikrinsäure 238.
 — — durch Salpetersäure 236.
- Korngrenzenätzung 231, 232, 233, 234, 241, 242.
- Makroätzverfahren 227 bis 231.
- Mikroätzverfahren 231 bis 242.
- Makroätzverfahren-Tabelle 228.
- Mikroätzverfahren-Tabelle 241.
- Mikrotomschliffproben 225.
- Nachbehandlung polierter Proben 226.
- Polierverfahren 32, 176, 225, 226.
- Schliffprobenvorbereitung, Tabelle 176, 177.
- Aluminium und -Legierungen:
 Schliffprobenvorbereitung, verschiedene Verfahren 225, 226.
 Wirkung alkal. Ätzmittel 231, 237.
- Aluminium-Bronze:
 Ätzmittel für Gußzustand 191.
 — kaltbearbeiteten Zustand 191.
 Vermeiden von Passivität beim Ätzen von — 193.
 verschiedene Ätzmittel 192.
- Aluminium, in Mg-Legierungen 252, 253, 254.
- Aluminium - Kupfer - Magnesium:
 Makroätzmittel 228, 230.
 Mikroätzmittel 233*, 236 bis 240.
- Aluminium-Magnesium:
 Ätzen von — 233.
- Aluminiumoxyd:
 s. a. Tonerde 30.
 als Poliermittel 30.
 in Stahl 62.
 Ausbröckeln beim Vorpolieren 27.
 Nachweis durch Tiefätzen 69.
- Aluminium-Silizium, Makroätzmittel 229, 230.
- Aluminium-Zink, Ätzen von 231.
- Ammoniak:
 Ätzwaschen für Kupfer 178.
 mit schwach oxydierenden Zusätzen für Kupfer 179.
- Ammoniak - Kaliumpermanganat für Kupfer 179.
- Ammoniak-Wasserstoffsuperoxyd f. Kupfer 178, 186.
 für Messing 182, 186.
 für Reinsilber 222.
- Ammoniummolybdat (Malette) 57*, 58*, 162*, 165*.
 Fehler beim Ätzen 57, 58*.
 für Al-Mg-Leg. 241.
 für Blei-Leg. 216.
- Ammoniumnitrat für elektrolytisches Ätzen von nichtrostenden Stählen 132.
- Ammoniumpersulfat:
 Wirkungsweise als Ätzmittel 38.

- Ammoniumsulfat:
für Gußeisen 149.
für Gußnickel 197.
für Kupfer 179.
für Makrountersuchung
von Eisen und Stahl
73.
für Mikrountersuchung
kohlenstoffarmer Stähle
110.
für Messing und Bronze
182.
für nickelreiche Stähle 133.
- Ammoniumsulfat-Wasser-
stoffsperoxyd für Kupfer-
legierungen 182.
Ätzbeispiele 183—185*,
192*.
- Ammoniumsulfat - Wein-
steinsäure für Blei und
-Legierungen 215.
- Ammoniumpolysulfid für
zinnreiche Lagermetalle 207.
- Ammoniumzitratanwendung
nach Tiefätzung 68.
- Amylalkohol als Verdün-
nungsmittel für Salpeter-
säure 108.
- Angriffbarkeit von Gefüge-
bestandteilen 3.
- Angriffsgeschwindigkeit der
Ätzmittel 37.
- Anlassen, Einfluß auf Tief-
ätzung 70.
für stickstoffhaltige Ge-
fügebestandteile 167.
s. ferner Ätzanlassen.
- Aperturblende bei Schräg-
beleuchtung 3.
- Apfelsäure für Magnesium
251.
- Arsen in Blei-Lagermetall
214.
- Asphalt, syrischer zum Ein-
betten von Wolframdräh-
ten 158.
- Atmosphärisches Ätzen von
Zink 203.
- Aufbewahrungsmaßnahmen
für Tiefätzungsproben 67.
für geätzte Zinkproben
201.
- Aufnahmen von Makroätzun-
gen 73.
- Anlaßbehandlung zur Ent-
wicklung von Kraftwir-
kungslinien in Stahl 87.
- Anlaßbestandteile in Stahl,
Nachweis durch Natrium-
pikrat 118.
- Anlaßdauer für geätzte Pro-
ben 56.
- Anlaßfarben 54.
bei Graugußproben 152.
- Anlaßwirkung beim Schleifen
9.
- Antimon, Ätzmittel für Äde-
rung 45.
- Antimon-Blei, Ätzmittel 216.
- Ausscheidungsbestandteile:
in Al-Leg. 233, 236, 240,
241.
in Blei-Antimon-Leg. 216.
in Magnesiumleg. 249, 252,
256.
in nichtrostenden Stählen
131.
in stickstoffhaltigem Eisen
165.
- Ausscheidungshärtung von
Mg-Leg. 255.
- Ausscheidungskarbid:
Nachweis durch Ferrizyan-
kalium 129.
— durch Überchlorsäure-
Kupfersulfat 131.
— durch Ammoniumnitrat
132.
- Austenit, s. gehärtete und
hochlegierte Stähle.
neben Martensit in nicht-
rostenden Stählen 128.
- Austenitische Korngröße, Ätz-
mittel für — 120.
- Austenitische Elektroschwei-
ße 127*.
- Austenitische Nickelstähle
133*.
- Baumann-Abdruck:**
für Primärgefügenachweis
von Gußeisen 95.
von Gußeisenproben 153.
von Bruchproben 100.
auf Filme oder Platten
100.
- Baumann-Verfahren für Ma-
krountersuchung der
Schwefelverteilung in
Stahl und Gußeisen s. a.
Abdruckverfahren 96.
Ausführung 97.
Auswertung 99.
Einwirkungsdauer 98.
- Baumann-Verfahren:
Konzentration der Schwe-
felsäurelösung 98.
Vorbereitung der Proben
98.
- Baustähle, legierte, Ätzver-
fahren für 121.
- Bearbeitungsschicht, Ent-
fernung durch abwech-
selndes Ätzen und Po-
lieren (14, 15, 28,
124)*.
—, Entfernen von — bei
Blei 210*.
—, — von — bei C-armen
Stählen 15*, 124*.
—, — von — bei Platin
220*.
- Beleuchtungsarten:
bei Einschlußunter-
suchungen 159.
bei mikroskopischen Unter-
suchungen 3.
- Benzin beim Schleifen von
Blei 212.
- Blankätzen (elektrolyt. Polie-
ren) 34.
- Bleche, Probeentnahme 4.
- Blechproben, Einspannen zur
Probenvorbereitung 4.
- Blei:
Elektrolytisches Polieren
von 35.
Entfernen der Bearbei-
tungsschicht 210*.
Massenschliffproben und
Mikrotomverfahren 212.
Schleifen mit Benzin
212.
- Blei und Bleilegierungen:
— Ätzverfahren 213.
— Polieren 32, 176, 210
bis 213.
— Schliffprobenvorberei-
tung 209.
—, — Tabelle 174.
—, — Verfahren nach Vi-
lletta und Beregekoff
211.
—, —, — nach Lillpop 211.
—, —, — nach Jones 212.
—, —, — nach Basset und
Snyder 212.
—, —, — nach Hanemann
und Schrader 213.
- Bleibronze, Vorpolieren von
27.

- Bleiglätte-Glyzerin als Einbettmittel 6.
- Blei-Kabel-Legierungen, Ätzmittel für 217, 218.
- Bleikabelschuhe, Mikrotomschnitte 17.
- Bleilagermetall, arsenhaltig 214.
- Blei-Natrium-Leg. 215.
- Bleischeiben zum Schleifen 19, 20, 26.
- Blei-Zinnscheiben zum Schleifen 26.
- Blei in Kupferlegierungen, Ätzmittel für 191.
und Eisen in Zink, Nachweis durch Ätzmittel 203.
- Blockquerschnitte von Eisen und Stahl, Makroätzung 77.
- Borkarbid, Schliifferstellung und Ätzen von 157.
zum Schleifen von Hartmetallen 156.
- Braunit s. Nitride 166, 167.
- Bromdämpfe zur Vorbehandlung von Tiefätzungsproben 68.
- Bromsilber-Gelatineschicht für Abdruckverfahren von Bruchproben 100.
- Bromwasser für Blei-Zinnätzungen 215.
- Bronze (α), Ätzverfahren 182.
(α - δ), Ätzverfahren 188.
mit Bleizusatz 191.
Guß- und Knetgefüge von— 46*.
- Bruchflächen, Probenentnahme 3.
- Bruchproben, Schwefelabdruckverfahren für 101.
- Carborundum** 17.
- Carborundumscheiben mit weicher Bindung für Hartmetalle 155.
- Carbosilit 17.
- Cellophan zum Aufbewahren geätzter Zinkproben 201.
- Chinesenschrift-Bestandteil in Al-Leg. 240.
- Chlor im naszierenden Zustand, Angriff durch — 122, 126, 159, 219.
- Chlorgas bei Tiefätzungen 68.
- Chrom, Ätzen von — 158.
Nachweis in Stahl oder Gußeisen durch elektrolytisches Abdruckverfahren 103.
- Chrom-Doppelkarbide 115.
- Chromkarbid, Ätzverhalten 140.
elektrolytisches Ätzen mit Ammonium- oder Natriumhydroxyd oder Zyannatrium 141.
Nachweis durch alkalische Hydroxydlösung 130.
— durch alkalisches Kaliumpermanganat 131.
Unterscheidung von Vanadiumkarbid 141.
— von Chromsilizid 142.
- Chromite in Ferrochromlegierungen 163, 168, 172.
- Chrom-Nickel-Draht, Einbetten in Glas 7.
- Chromoxyd als Poliermittel 30.
- Chromoxyd-Wachs als Poliermittel 32.
- Chromreiche Eisenlegierungen, Ätzverfahren für — 121.
- Chromsilizid, Unterscheidung von Chromkarbid 142.
- Chromstähle, Ätzdauer beim Tiefätzen 67.
elektrolytisches Ätzen, Karbidnachweis 130.
ferritische, Gefügeentwicklung mit verschiedenen Ätzmitteln 124*.
hitzebeständige, Tiefätzen 70.
mit hohem Chromgehalt, Ätzmittel 121—129.
nichtrostende, Primärgefügeentwicklung 79.
selenhaltige 130.
Sulfide in — 130.
- Chrom und Chrom-Nickel-Stähle, Karbidnachweis 130.
—, Makroätzmittel 84.
- Chrom-Nickel-Stähle, austenitische Korngröße 120.
Primärgefügeentwicklung 77, 79.
- Chrom-Nickel-Molybdän-Stähle, Makroätzmittel 84.
- Chrom-Vanadium-Stähle, Ätzdauer beim Tiefätzen 67.
- Chromsäure:
für elektrolytisches Ätzen von Nickelstählen 130.
für Kupfer 177.
zum Nachweis von Mangansulfid 162.
- Chromsäure-Ammoniumnitrat für Silberleg. 222.
- Chromsäure-Natriumsulfat (Palmerton-Ätzmittel) für Zink 202.
- Chromsäure-Schwefelsäure f. Fe-Cr- u. Fe-Ni-Leg. 129.
— für Kupferleg. 188.
— für Silber-Kupfer-Leg. 222.
— zum Tiefätzen von Stahl 66.
- Chromsäure-Wasserstoff-superoxyd für Kupferleg. 190.
— für Silberleg. 222.
- Delta-Eisen**, Nachweis in austenitisch-ferritischen Leg. 131.
- Delta-Ferrit, Nachweis neben Austenit durch Ferrizyankalium 129.
durch Pikrinsäure-Kupferchlorid 130.
durch Kaliumpermanganat 131.
- Diamant-Bort für Schleifen von Hartmetallen 155.
- Diamantin 17.
- Dissoziationsgrad alkoholischer Lösungen 37.
von Elektrolyten 132.
- Doppelkarbide, Ätzverhalten 140.
- Drahtproben, Einbettung in Kunstharz 12*.
Hilfsvorrichtung zum Einbetten 7.
- Dunkelfeldbeleuchtung für Einschlussuntersuchungen 159, 163.
- Durchsichtige Einbettmasse (Kunstharz) 11, 12.
- Dynamoblech, Ätzmittel für 141.

- Edelmetalle**, Schliffproben-
vorbereitung 218.
—, Tabelle 174.
Ätzverfahren 219, 224.
Eigenfarbe von Sonderbe-
standteilen in Aluminium-
legierungen 235.
- Einbetten:**
feiner Drähte 7.
in Glas 7.
in leichtschmelzende Me-
tallegerungen 5.
in Isolierkitt 5.
in Kunstharz bei höheren
Temperaturen 12.
in Kunstharz bei niedrigen
Temperaturen 13.
in Kunstharz ohne Druck
12.
in Siegellack 6.
in Schwefel 6.
in verschiedene Einbett-
mittel 6.
von Wolframdrähten 158.
zur Untersuchung von
Überzugsschichten 4.
- Einbettform** 5.
für Hartpreßmassen 11.
- Einbettlacke** 6.
- Einbettmasse**, durchsichtig
11, 12.
- Einbettmittel** 5.
Tabelle nach Ragatz 8.
vergleichende Unter-
suchung 6.
- Einbettverfahren**, für Wolf-
rampulver 157.
— für Wolframdrähte
158.
- Einflüsse** beim Ätzen 48.
beim Tiefätzen 68.
- Einsatzhärtung** bei tiefgeätz-
ten Proben 72.
- Einsatztiefe**, Ätzmittel für 90.
- Einschlüsse(n)**, Ausbröckeln
beim Schleifen 20, 21.
Nachweis und Unterschei-
dung von — 159.
Verhalten gegenüber Ätz-
mitteln (Tabellen) 168
bis 172.
- Einschlußuntersuchungen**,
Ätzverfahren für —, 159
bis 173.
Schleifverfahren für —, 20,
21.
- Eintauchätzung** 51.
- Eisen:**
Gefügeentwicklung durch
Heißätzungen 60.
in Al-Legierungen 237 bis
239.
in Mg-Legierungen 253, 254.
- Eisenblechproben**, Einspan-
nen mit Kupferblech 5.
- Eisenchlorid:**
als Oxydationsmittel 38.
für Bleilegerungen 214.
für Eisenlegierungen
(Makro) 78, 84, 87.
für Eisenlegierungen
(Mikro) 118, 120, 127.
für Kupferleg. 186.
für Nickelleg. 196.
für Reinaluminium
(Makro) 230.
für Zinnleg. 207, 209.
Wirkungsweise als Ätz-
mittel 38.
zur Korngrenzenentwick-
lung in gehärteten und
vergüteten Stählen 120.
- Eisen-Chrom- u. — — -Nik-
kel-Legierungen:**
— — Makroätzverfahren
84, 85.
— —, — (Tabelle) 90—93.
— — Mikroätzverfahren
121—133.
— —, — (Tabelle) 144 bis
148.
— — Gruppierung und
ÄtzmittelnachVilella
122.
- Eisenkarbid:**
im Härte-Anlaßgefüge 118.
in Schnellstählen u. Wolf-
ramstählen 135, 136.
Nachweis durch Ätzmit-
tel 113.
Verhalten bei elektroly-
tischem Ätzen 115.
- Eisenlegierungen:**
Ätz-Anlaßverfahren 54.
Kraftwirkungsfiguren 85
bis 89.
Makroätzverfahren 61 bis
104.
— (Tabelle) 90.
Mikroätzverfahren 105 bis
143.
— (Tabelle) 144.
Tiefätzungsverfahren 63 bis
72.
- Eisenlegierungen:**
Schliffprobenvorbereitung
14—36.
Seigerungsnachweis 74 bis
85.
Schwefelabdruckverfahren
94—104.
- Eisen-Nickel-Legierungen**
133.
Eisenoxyd als Poliermittel 30.
Eisenphosphid, Ätzverhalten
140.
Nachweis im Steadit 149
bis 153.
- Eisennitrat** f. Al-Cu-Leg.
234.
für Al_2Cu -Nachweis 237.
- Eisennitrid** s. a. Nitride.
Art des Auftretens und
Nachweis 165.
Ätzverhalten 140.
- Eisennitridbildung** b. Schlei-
fen 16.
- Eisen-Sauerstoff-Legierun-
gen:**
Äderung in — 75.
Ätzverhalten von — 75.
- Eisen-Silizium-Legierungen**,
Ätzmittel für — 141.
- Eisensulfat** f. Al-Cu-Leg.
236.
- Eisensulfid** s. Sulfide.
- Eisen-Wolframid**, Ätzverhal-
ten 140.
—, Nachweis 135—140,
147.
—, — in Schnellstählen
u. Wolframstählen 135.
- Eisen-Wolframkarbid**, Nach-
weis 135—140, 147.
- Eisenzement** als Einbettmit-
tel 6.
- Eisessig:**
im Kourbatoff-Ätzmittel
117.
in Abdruckverfahren 96,
103.
in Ätzmitteln für:
Bleileg. 213—218.
Kupferleg. 194.
Nickelleg. 196, 198, 199.
Zinnleg. 209.
- Elektrochemische Abdruck-
verfahren** zur Makrounter-
suchung von Stahl auf
Seigerung und Schlacken
102.

Elektrolytisches Ätzen:

- Verfahren 52.
 günstigste Ätzbedingungen für Gefügeentwicklung nichtrostender Stähle 132.
 in Salzschmelzen, für Platinmetalle 219.
 Natur des Elektrolyten 39.
 von Blei und -Leg. 215.
 von Blei-Zinn-Leg. 215.
 von Chrom 198.
 von chromreichen Stählen 130.
 von Kupfer 180.
 von Kupfer-Zink-Legierungen (γ u. ϵ) 203.
 von Nickel und -Legierungen 197—206.
 von Stellite 157.
 von Sonderstählen (Tabelle) 139.
 von Wolfram 157.
 von Wolframstählen 137.
 zum Nachweis von Karbiden in nichtrostenden Stählen 131.
 zum Nachweis von Wolframkarbid 137.
- Elektrolytisches Polieren** (Blankätzen) 34—36.
Elektrolyteisen 18, 31.
Elektrolytkupfer 40, 178*.
Elektronenmikroskop 61.
Elektronmetall 246.
Elektrostahl, Tiefätzung 70.
Elektroschweiße, austenitische 127*.
Entfetten von Stahlproben für Makroätzungen 62.
Entkohlung bei tiefgeätzten Proben 72.
Erhärtungsbeschleunigung bei Kunstharz 13.
Erwärmung der Proben beim Schleifen 16.
Essigsäure:
 für Kornflächenätzung von Blei 214.
 für Verzinnung und bleihaltige Zinnlegierungen 207.
 -Wasserstoffsperoxyd für Blei-Natrium-Leg. 215.

Farbunterschiede durch Ätzen 43.

- Fasergefüge, Entwicklung durch Ammoniumsulfat** 74, 90.
 in Stahlrundstangen 62.
Faserverlauf bei tiefgeätzten Proben 70, 71.
Fehler:
 bei der Schliffprobenherstellung 16, 17.
 bei Ammoniummolybdatätzung 57.
 Beurteilung nach Tiefätzung 68.
 Walz- 62, 72.
Ferrit:
 s. a. Alpha- und Delta-Ferrit.
 Ätzabbau durch verschiedene Ätzmittel 105 bis 111.
 Ätzbeispiele (11, 15, 18, 25, 31, 41, 42, 44, 54, 58, 105, 107, 109, 110, 124)*.
 Färbung durch Anlassen 54.
 — durch Ätzmittel 50, 58, 110.
 in Gußeisen 149.
 Kornflächenätzung 106 bis 111.
 Korngrenzenentwicklung 106—111.
 im Manganstahl 134.
 Mikrountersuchung 105.
 neben Austenit in nichtrostenden Stählen 128 bis 130.
Ferrizyankalium, beim Oxydabdruckverfahren 164.
 zum Ätzen von Wolfram 158.
 zum Nachweis:
 von Karbiden u. Wolframiden in Wolframstählen 135.
 von Vanadiumkarbid 140.
 zum Karbidnachweis:
 in Chromstählen 131.
 in nichtrostenden Stählen 129.
 in Vanadiumstählen 140.
 zur Unterscheidung:
 von Eisennitrid und Zementit 166.

Ferrizyankalium:

- zur Unterscheidung:
 von Zementit und Phosphid 150.
Ferrochromlegierungen, Einschlüsse in — 163.
Ferronickellegierungen, Ätzen von — 133, 199.
Filigranbestandteil in Al-Legierungen 236.
Filter zur Erzeugung weißen Lichts 235.
Filz als Polierstoff 19.
Flachätzung bei Nickel und -Legierungen 200.
Flavit 166.
Flocken bei Tiefätzungen 71.
Flußsäure:
 für Gefügeentwicklung von Aluminium und Legierungen 231.
 für Sonderbestandteile:
 in Al-Legierungen 237.
 in Magnesium-Leg. 248.
 zur Unterscheidung von Einschlüssen 161.
Flußsäure-Salpetersäure für Hartmetalle 156.
Flußsäure-Salpetersäure-Glycerin:
 für Gefügeentwicklung von Aluminium 231.
 zum Nachweis von Sonderbestandteilen in Al-Legierungen 239.
Flußsäure-Salzsäure für Makroätzung von Aluminium 227.
Flußsäure - Salzsäure - Salpetersäure:
 für Al-Cu-Leg. nach Dix und Keller 233.
 für Al-Cu-Leg. nach Fuß 233.
 für Makroätzen von Aluminium 227.
Frisches Ätzmittel:
 für Kornflächenätzungen und zum Nachweis von Seigerungen 82, 89.
 für Kraftwirkungsfiguren 85, 89.
 für Eisennitrid 167.
Füllstoffzusatz bei Kunstharzeinbettung 13.

- Gamma-Eisen**, Unterscheidung von Gamma- und Delta-Eisen durch Pikrinsäure - Kupferchlorid 130.
Zwillingsbildung in — 60.
Gallussäure für Zementitnachweis 114.
Gasblasen 69.
Gasblasenseigerungen 72.
Gefügebildner von Stahl, Sonderstahl und Gußeisen, Verhalten gegenüber Ätzmitteln 140.
Gefügeentwicklung bei hohen Temperaturen 59.
Gefügeentwicklung C-arme Stähle 105*, 107*.
— durch abwechselndes Ätzen und Polieren 15*, 124*.
Gefügeerscheinungen an tiefgeätzten Proben 71.
Gehärtete Stähle:
Ätzmittel 115.
Karbonabscheidung beim Schleifen 19.
Karbonnachweis 118.
Korngröße, austenitische 120.
Makrogefüge 64, 70.
Reißen in Säuren, 70, 103.
Verhalten bei Tiefätzung 70.
Weichfleckigkeit 64, 93.
Gelatinehaltige Ätzmittel zum Nachweis von Sulfiden 160.
Glas, Einbetten in — 6.
— von Wolframdrähten 158.
Glazunov-Verfahren für Makrountersuchungen mittels elektrochemischer Abdruckverfahren 102.
Gleitlinien in Gußbronze 185*.
in Messing 183*.
in Reinaluminium 231.
Gleitlinienbildung beim Schleifen 17.
Glykolätzung für Magnesium und -Legierungen 252.
Glyzerin, Einfluß auf Ätzgeschwindigkeit 126, 232.
Golaz-Kitt als Einbettmittel 6.
- Gold, Einbettmittel für — 6.
Gold und -Legierungen:
— Gefügeentwicklung 221.
— Ätzmittel s. a. Tabelle Edelmetalle 224.
— Schliffvorbereitung s. Tabelle 174.
- Graphit:
Ätzung für Messungen 149.
Ausbröckeln beim Schleifen 22.
zum Schleifen von Gußeisen und Einschlüssen 21, 24.
Erhaltung beim Schleifen 22, 23*.
Schwefel in — 149.
Gradsches Ätzmittel 179, 188, 195, 199, 221, 224.
zur Färbung des β -Bestandteils in Messing 179.
für Monelmetall 199.
Grauguß, siliziumreich, Ätzung mit Salpetersäure 149.
Grobschleifen 16.
Gußblöcke, (Stahl-), Primärgefüge 79.
—, Schwefelabdrucke 99.
Gußbronze:
Eutektoid 187.
Tannenbaumgefüge 189.
Gußeisen:
Ätzmittel für Gefügeentwicklung 149.
Polieren von — 23—25.
Trockenpolieren 24.
Vorpholieren 27.
Primärgefügeätzung 153.
Schleifverfahren:
— nach Allen 24.
— nach Beregekoff und Forng 24.
— nach Priestley 24.
— nach Urban und Schneidewind 23.
— nach Vilella 24.
— nach Ziffrin 24.
Gußformen für flüssiges Kunstharz 13.
Gußgefüge (Primärgefüge):
bei Aluminiumleg. 231.
bei Eisenleg. 48, 61, 71, 77, 79, 82, 84, 85, 93.
bei Gußeisen 153.
- Gußgefüge (Primärgefüge):
bei Kupferleg. 185, 187, 188.
bei Magnesiumleg. 249.
Gußkunstharze als Einbettmittel 9.
- Hadfield-Stahl**, Gefügeentwicklung 134.
Halogene als Ätzmittel 39.
Halteringe beim selbsttätigen Schleifen und Polieren 26.
Haltbarkeit tiefgeätzter Proben 67.
Härte der Einbettmasse bei Kunstharz 13.
Härte-Anlaß-Bestandteile in Stahl, Nachweis durch Natriumpikrat 118.
Hartgummigefäße für Flußsäure 237.
Hartguß, Ätzen von 149.
Hartmetalle, Schliffvorbereitung 155.
Ätzverfahren 156.
Hartpreßmassen als Einbettmittel 9.
Hautbildung:
beim Ätzen von Magnesiumproben 248.
beim Ätzen kupferhaltiger Al-Legierungen 237.
bei Temperguß, Verhalten beim Ätzen 154.
Heißätzungen 60.
Einwirkung auf Kunstharz 11.
Heißätzverfahren für Platinmetalle 219.
Heynsches Ätzmittel, Kupferammonchlorid 75.
Heyns Schwefelabdruckverfahren für Eisen und Stahl 94.
Hitzebeständige Stähle, Ätzverfahren für 121.
Hobeln von Schliffproben 14.
Homale bei Schrägbeleuchtung 3.
- Interkristalline Ausscheidungen**:
in nichtrostenden Stählen 131.
in Al-Mg-Legierungen 233.

- Interkristalline Korrosionsempfindlichkeit:
bei Al-Mg-Legierungen 233.
bei nichtrostenden Stählen 123, 131.
- Invarstahl, Nachweis des α -Bestandteils 133.
- Ionenzerstäubung, Ätzen durch — 60.
- Iridium s. Platin.
- Isolierkitt (Picein) als Einbettmittel 5.
Angriff durch Lösungsmittel 5.
- J**avellsche Lauge zum Ätzen von Wolfram 158.
- Jod, Ätzwirkung 39.
- Jodazidlösung für Einschlussuntersuchungen 173.
- Jodreaktion zum Nachweis des Phosphors b. Schwefelabdruckverfahren 95.
- Joddämpfe bei Tiefätzungen 68.
- Jodlösung:
Ätzbeispiele von Ferrit 110.
für Makroätzmittel für Eisen und Stahl 61, 72, 113.
als Mikroätzmittel für kohlenstoffarme Stähle 110.
für Silberlegierungen 222.
für zink- und kadmiumreiche Legierungen 203.
- K**admium:
Ätzmittel für Äderung 45. und -Leg., Ätzen m. Chromsäure und Jod 202, 203.
in Mg-Legierungen 253, 254.
- Kadmiumlot, Ätzen von 202.
- Kadmiumreiche Cd-Mg-Leg. 202.
- Kalibrechweinstein 113, 160.
- Kalilauge-Kupferniträt für zinkreiche Legierungen 203.
- Kalium —
-bichromat für Kupfer 179.
-bitartrat zum Nachweis von Ferrit 113.
— zum Nachweis von Sulfiden 160.
- Kaliumferrizyanid s. Ferri-zyankalium.
- Kaliumhydroxyd, für Zink-Kupfer-Legierungen 203.
oder Natriumhydroxyd für Zementitnachweis 113.
- Kaliumnitratschmelze zum Ätzen von Borkarbid 157.
- Kaliumpermanganat (alkal.):
für Einschlüsse 169.
für Zementitnachweis 115.
zum Ätzen von Chrom- und Vanadiumkarbid 141.
zum Ätzen von Wolframstählen 136.
zum Karbidnachweis in legierten Baustählen 121.
zum Nachweis von Karbid und δ -Eisen in austenitischen Legierungen 131.
- Kaltbearbeitung, Einfluß auf Ätzergebnisse 48.
Nachweis bei Stahl 85.
s. a. Gleitlinien.
- Kanaubawachs zur Ausfüllung poröser Proben 4.
- Karbidabscheidung durch Anlaßwirkung beim Schleifen 19.
- Karbidausscheidungen, Nachweis in nichtrostenden Stählen 129.
- Karbide:
im Chromstahl, Ätzverhalten 140.
im nichtrostenden Stahl, Ätzverhalten 140.
im Schnelldrehstahl, Ätzverhalten 140.
Nachweis in Sonderstählen 121.
Verhalten bei elektrolytischem Ätzen 115.
- Karbidnachweis:
Ätzmitteltabellen für — 132, 137, 138, 139, 140, 147.
in austenitischen Leg. 131.
in Chromstählen u. Chrom-Nickel-Stählen 130.
in Eisenlegierungen 104.
in legierten Baustählen 121.
in Manganstählen 134.
in Schnellstählen und Wolframstählen 135.
in Siliziumstählen 142.
in verschiedenen Stählen 135.
- Karborundum 17.
- Kathodische Zerstäubung, Gefügeentwicklung durch — 60.
- Kobalt-Wolfram-Leg., Ätzen von — 158.
- Kobalt-Wolframkarbid-Leg., Ätzverfahren 157.
- Körniger (auch kugelig) Zementit 114, 115, 119.
- Kohlenstoffarme Stähle, sekundäres Zeilengefüge 75.
- Kohlenstoffstähle:
Ätzmitteltabelle für makroskopische Gefügeentwicklung 99.
— für mikroskopische Gefügeentwicklung 144.
Ätzdauer beim Tiefätzen 67.
mit 1,1% C, makroskopische Gußblockuntersuchung 79.
gehärtet, Martensitgefüge 119.
1% C, Tiefätzen von — 69.
- Kohlenstoffverteilung, makroskopischer Nachweis 74.
- Königswasser:
für Nickel 147.
für nichtrostende Stähle 123, 124, 145.
für Platinmetalle 219.
Einwirkung auf Kunstharz 10.
- Kontrastätzung von Nickel und Nickellegierungen 198.
- Konzentration, genaue Einhaltung bei Ätzlösungen 2.
- Kornätzung, Allgemeines 39.
- Kornfärbung 54, 56.
Abbildungen 50, 54, 58, 109.
- Kornflächenätzung:
Abbildungen 41, 42, 46, 50, 107.
Allgemeines 39—41.
von Aluminium (Makro-) 227.
von Eisen 106—111.
von Kupfer 179.
von Messing 182.
- Korngrenzenausscheidungen:
in austenitischen Stählen 123, 131.
in ferritischen Chromstählen 42*.
in Al-Mg-Legierungen 233.

- Korngrenzenätzung:
Allgemeines 39.
Abbildungen: 31, 41, 42, 44, 46, 47, 50, 107, 109, 110, 232, 234.
von Aluminium 231—234.
von Al, Al-Mg-Si und Al-Mn durch Phosphorsäure 234.
von austenitischen Nickelstählen 133.
von Bronze 46*, 185*.
von Ferrit 106, 112.
von gehärtetem Stahl 117, 120.
von Kupfer 178*.
von Kupferlegierungen im Walzzustand 190.
von Magnesium-Knetlegierungen 252.
von Messing 182.
Abb. 42, 181, 183, 184.
von nichtrostendem Stahl 124.
von Platin 220*.
von Schnellstahl 135.
von Zinklegierungen (kupferhaltig) 202.
- Korngrenzenetzwerke nach Ätzen bei hohen Temperaturen 60.
- Korngrenzen und Tannenbaumgefüge, gleichzeitige Entwicklung bei Makrountersuchung von Stahl und Eisen 82.
- Korngröße:
austenitische 120.
tiefgeätzter Proben 72.
von Schleif- und Poliermitteln 26.
- Korrosionsempfindlichkeit von Al-Mg-Leg. 233.
von nichtrostenden Stählen 131.
- Korrosionsfiguren bei Eisen 85.
- Korund 17.
- Kraftwirkungsfiguren:
Abhängigkeit von der Stahlzusammensetzung 87.
Feingefüge von 146, 147.
Nachweis bei Stahl 85.
— bei Al-Cu-Leg. 241.
- Kreide zum Entfetten von Schlißflächen 63.
- Kristallachsen, Lage zur Schlißfläche 39.
- Kristallfigurenätzung von α -Messing 181*.
von α - β -Messing 189*.
von Ferrit 41*, 107*.
von Kupfer 40*.
von Nickelstahl 133*.
von Platin 40*.
- Kristallseigerung: 43.
in Aluminiumgußproben 232.
in Eisen-Sauerstoffschmelzen 75.
Nachweis durch Ätzen 46.
in Magnesiumgußleg. 250.
in nichtrostendem Stahl, Makroätzmittel 85.
in Zinn-Wismut-Leg. 208.
- Kupfer:
elektrolytisches Polieren von — 34.
Gefügeentwicklung bei hohen Temperaturen 60.
Makrogefügeentwicklung durch elektrochemisches Verfahren 103.
Silizide in — 190.
Verhalten gegen Ätzmittel 37.
Vorkommen und Unterscheidung in Al-Legierungen 240.
zum Einbetten von Wolf-rampulver 157.
- Kupfer und -Legierungen:
Ätzmittel, Allgemeines 180.
— -angaben 176—195.
— für Äderung 45.
— -tabelle nach Metals Handbook 186.
— nach Rawdon und Lorentz 188.
Gußgefüge 189.
Makroätzmittel 182.
Polieren 29, 32, 175.
Probenvorbereitung 175.
- Kupfer-Aluminium 191—193.
Kupfer-Beryllium 193.
Kupfer-Gallium 193.
Kupfer-Nickel 199.
Kupfer-Silber 194.
Gefügeentwicklung durch kathodische Zerstäubung 61.
- Kupfer-Silizium-Eisen, Schlißprobenvorbereitung, Ätzmittel 193.
Kupfer-Palladium 194.
Kupfer-Zink 180—191.
Gefügeentwicklung durch kathodische Zerstäubung 61.
Kupfer-Zinn 180—191.
Kupferaluminid (Al_2Cu), Nachweis von —:
— durch Eisennitrat 237.
— durch Eisensulfat 236.
— durch Pikrinsäure 238.
— durch Salpetersäure 236.
- Kupferammonchlorid:
als Mikroätzmittel für kohlenstoffarme Stähle 110.
als Mikroätzmittel für Kupferlegierungen 186.
neutral, Makroätzmittel für Eisen und Stahl 75, 88.
saure Lösungen von — für Makroätzung:
von C-armen Stählen 77, 78, 88, 90, 92.
von Kupferleg. 182.
von Aluminiumschweißen 229.
für Makroätzung von Al-Si 230.
Wirkungsweise als Ätzmittel 38.
- Kupferhaltige Ätzmittel für Eisen und Stahl: 85—93.
tabellarische Zusammenstellungen 88—93.
zum Nachweis von Seigerungen 77—83.
zum Nachweis von Kraftwirkungsfiguren 85—89.
- Kupferoxydul, Verhalten gegen Ätzmittel 176—179.
- Kupfersalze in neutralen und sauren Lösungen als Makroätzmittel für Eisen und Stahl 77.
- Kupferscheiben zum Schleifen von Hartmetallen 156.
- Kupfersulfat als Makroätzmittel für Eisen und Stahl 77.
- Kupferzyankalium (alkal.) für Eisen-Wolfram-Karbid und Wolframid 136.
- Künkelesches Ätzmittel für Sulfidnachweis 160, 164.

- Kunstharz:**
 als Einbettmittel 9—14, 11*, 12*.
 Erhärtungsbeschleunigung 13.
 Haltbarkeit im flüssigen Zustand 12.
 zur Ausfüllung poröser Proben 4.
- Lagermetalle auf Bleibasis** 214.
 auf Zinnbasis 206, 207, 209.
 Latente Schleifkratzer 48.
 Legierte Stähle s. unter Legierungsmetall.
 Leichtmetalle:
 s. Aluminium 225—245.
 s. Magnesium 246—258.
 Schlißprobenvorbereitung:
 — Tabelle 176.
 — Polierstoffe für — 32.
 Leichtschmelzende Legierungen als Einbettmittel 5.
 Letternmetall s. Zinnleg. 205.
 Lichtbogenschweißungen von nichtrostenden Stählen, Ätzmittel für — 131.
 Lichteinfall bei mikroskopischen Untersuchungen 3.
 Lipowitzmetall als Einbettmittel 6.
 Lösungsmittel für Ätzmittel 37.
 — Einflüsse beim Ätzen 37.
 Lötmetalle s. entspr. Grundmetall.
 Lüderssche Linien 85.
 Luftblasenbildung, Vermeidung beim Ätzen 51.
 Lunkerbildung im Stahl, Nachweis durch Jodlösung 73.
- Magnesium, Ätzmittel für Äderung** 45.
Magnesium und -Legierungen:
 Ätzverfahren 248—258.
 — Tabellen 251, 254.
 scheinbares Äderungsgefüge 248*.
 Schlißprobenvorbereitung (Tabelle) 176.
 —, verschiedene Verfahren 246—248.
 Zwillingsbildung in — 255, 256*, 257*.
- Magnesium-Gußlegierungen:**
 Verhalten gegen Ätzlösungen (Tabelle) 254.
 Kristallseigerung in — 250.
Magnesium-Legierungen, Ätzmittel für:
 — Cer 251.
 — Gold 251.
 — Silber 251.
Magnesium-Legierungen, vergütbare 249*.
Magnesiummischung als Einbettmittel 6.
Magnesiumoxyd als Poliermittel 30.
Magnesiumsandgußlegierungen, Tabelle für Nachweis von Gefügebestandteilen 253.
Magnesiumsilizid (Mg_2Si), Vorkommen und Unterscheidung in Al-Leg. 241.
Magnetpulververfahren:
 zum Nachweis von Rissen 104.
 zum Nachweis von α -Eisen neben γ -Eisen in V 2 A-Stahl nach Kaltbearbeitung 130.
Magnetstahl (6% W), Gefügeentwicklung 128.
Makroätzmittel:
 für Aluminiumleg. (Tabelle) 228.
 für Eisen und Stahl (Tabelle) 90—93.
 für Kupferleg. 182.
 für Nickel und -Leg. 200.
Makroätzungen
 von Eisen und Stahl:
 — Allgemeines 61.
 — Kraftwirkungsfiguren 85.
 — Primärgefügeentwicklung 74.
 — Seigerungen 74.
 — Tiefätzungen 85.
 von Stahl-Gußblockquerschnitten 79, 99.
Makroätzverfahren f. Einschlußbestimmungen 159.
Makrogefügeerscheinungen bei Eisen und Stahl 71, 72.
Makroskopischer Nachweis von Rissen 103
- Makroskopische Untersuchungen, Probenvorbereitung** 14, 62.
Mangan in Mg-Legierungen 252, 253, 254.
Manganbronze, Ätzmittel für 187, 190.
Mangan-Eisen-Doppelkarbid, Ätzung mit Natriumpikrat 134.
Manganoxysulfide 163.
Manganstähle:
 Ätzverfahren für Gefügeentwicklung 134.
 Ätzverfahren für Karbidnachweis 134.
Mangansulfid-Einschlüsse 159.
 Ätzen mit schwefeliger Säure 118.
 Nachweis durch Schwefelsäure 161.
Mangansulfid-Eisensulfid 130.
Manganverteilung im Stahl 81.
Marblesches Ätzmittel für nichtrostenden Stahl 128, 146.
Martensit, s. gehärtete Stähle 115—118.
 Karbidabscheidung beim Schleifen 19.
 tetragonal, Nachweis durch Ätzung 119.
Martensitgefüge abgeschreckter Kohlenstoffstähle 120.
Martensitumwandlung, Nachweis mit alkalischem Natriumpikrat 119.
Maschennummer für Schleifmittel 17.
Maschinenbearbeitungsspuren, Beseitigung von — 72.
Messing (α), Ätzverfahren 182, 183*, 189*.
 (α - β), Ätzverfahren 188.
 elektrolytisches Polieren von — 34.
 mit Bleizusatz 191.
Metallegierungen, leichtschmelzende als Einbettmittel 5.
Metallische Einbettungen, Einfluß beim Ätzen 8, 50.

- Metallniederschläge, elektrol.,
Vorbereitung zur Untersuchung 4.
- Metallüberzüge:
als Einbettmittel 9, 11*.
(Cu, Ni) auf Stahl, Messing
und Zink: Probenvorbereitung
und Ätzmittel 194, 199.
Probentnahme 3.
Vorbereitung für Untersuchung 4.
- Metanitrobenzolsulfonsäure
199, 204, 207, 209.
für Gußeisen 149.
für gehärtete und vergütete
Stähle 118.
für ungehärtete Stähle
113.
- Methylalkohol:
Destillation von 142.
im Kourbatoff-Ätzmittel
117.
als Lösungsmittel 108.
- Mikroätzverfahren s. Werkstoffe.
- Mikroätzungen, Allgemeines
bei Stahl und Eisen 104.
- Mikrotomverfahren für Blei
212.
- Mikrotomschnitte von Magnesium
247.
von weichen Werkstoffen
17.
- Molybdänstähle, Ätzdauer
beim Tiefätzen 67.
—, Ätzmittel 121, 145.
- Monelmetall:
Ätzmittel s. Tabellen 184,
199, 200.
— für Guß-, Walz- und
Glühzustand 199.
elektrolytisches Ätzen 198.
-plattierung auf Stahl
200.
- Murakamisches Ätzmittel:
Angabe der Zusammensetzung
114.
für Karbidnachweis in
geglühten Chrom- und
anderen Stählen 131.
für Titankarbidnachweis in
Fe-Ti-C-Leg. 131.
für Wolframstähle 135.
für Zementitnachweis 114.
für Vanadiumkarbid 140.
- Natriumbenzoat, alkalisch,
für Zementitnachweis 114.
- Natriumbichromat für Messing,
Bronze und Neusilber 185.
- Natriumchlorid für elektrolytisches
Ätzen von Chromlegierungen 159.
- Natriumchloridschmelzen für
Gefügeentwicklung von
Platin 219.
- Natriumhydroxyd:
für Blei-Zinn 215.
für Karbide und Wolframamide
in Wolframstählen 135.
für Makroätzung von Aluminium
227.
für Mikroätzung von Aluminium
231.
für Unterscheidung von
Aluminiden 237, 238.
für Zink und -Leg. 203.
- Natriumhydroxyd-Wasserstoffsuperoxyd
für Eisenwolframid und Eisen-Wolframkarbid
136.
- Natriumpikrat, alkalisch:
Herstellung der Lösung 113.
zum Nachweis:
von Anlaßbestandteilen und
von Eisenkarbid im Stahl 118.
von Karbiden und Wolframiden
135.
von Primärgefüge in Gußeisen
und Temperguß 154.
von Sulfiden 160.
von Zementit 113, 150.
zur Schwärzung von Siliziumferrit
142.
- Natriumpikratfärbung für
Primärgefüge von Gußeisen
und Temperguß 154*.
- Natriumpikrat, kochend, Einwirkung
auf Kunstharz 10.
- Natriumpikrat, neutral:
Herstellung der Lösung 136,
150.
zum Nachweis von Phosphid
150.
für Unterscheidung von
Eisen-Wolframid und
Eisen-Wolframkarbid in
Schnellstählen 136, 138.
- Natriumplumbat, alkalisch,
für Zementitnachweis 114.
- Natriumsulfat-Chromsäure
für Makroätzung von Reinaluminium
230.
- Natriumzitat-Behandlung
nach Tiefätzung 68.
- Natriumzyanid für elektrolytisches
Ätzen von 18/8-Stählen 131.
- Neusilber, Ätzmittel, 196 bis
199.
s. a. Tabellen 186, 200.
- Nichteisenmetalle, Schliffprobenvorbereitung
(Tabelle) 174—176.
- Nichtmetallische Einschlüsse
s. Einschlüsse.
Schliffprobenvorbereitung
21.
- Nichtrostende Stähle:
Ätzdauer beim Tiefätzen 67.
Ätzmittel:
für Gefügeentwicklung
123—130.
für Karbidnachweis 130
bis 133.
— (tabellarische Zusammenstellung)
145.
Primärgefügeentwicklung
durch Makroätzmittel
85.
Vorpoliervverfahren 29.
- Nickel:
Nachweis durch elektrochemisches
Abdruckverfahren 103.
- Nickelchlorid statt Kupferchlorid
in Makroätzmitteln 83, 88, 89.
- Nickel und Nickellegierungen:
Ätzmittel für Äderung 45.
Ätzverfahren 196—200.
— (Tabelle) 200.
Schliffprobenvorbereitung,
Allgemeines 195.
— (Tabelle) 174.
- Nickel-Gußlegierung, schwefel-
und hitzebeständig,
Ätzmittel für — 199.
- Nickellegierungen, Ätzmittel
für:
Nickel-Beryllium 199.
Nickel-Chrom 199.
Nickel-Kupfer 199.
— elektrolytisches Ätzen 53.

- Nickelstähle:
 austenitische, Ätzmittel 133*.
 elektrolytisches Ätzen 130.
 Tiefätzungen 64.
 —, Ätzdauer 67.
- Nickelstähle und Nickel-Chrom-Stähle:
 elektrolytisches Ätzen 130.
 elektrolytisches Polieren von — 36.
 Karbidnachweis 130—132.
 Makroätzungen 77, 84.
 Mikroätzungen 121—130.
 Tiefätzungen 66.
 —, Ätzdauer 67.
- Nickelüberzüge auf Stahl 194, 199.
 elektrolytisches Ätzen 198.
 Nitranilin 117.
- Nitride s. a. Eisennitrid und Einschlüsse 159.
 Abscheidung in Korngrenzen, Gleitlinien und Äderung 165*.
 Ätzverfahren 147, 166.
 Auftreten 165, 166.
 Nachweis 147, 165, 166, 167.
- Nitrierschichten, Ätzmittel für — 143, 147, 167.
- Nitrierte Stähle:
 Gefügeentwicklung 142.
 Tiefenbestimmung von Nitrierschichten 142, 147.
- Nitroaustenit 143.
 Nitrobenzol 120.
 Nitrophenol 116, 117.
- O**berflächenfehler bei tiefgeätzten Proben 72.
- Oberflächenhaut, Bildung durch Brom-Jod-Dämpfe und Schwefelwasserstoff 56.
- Oberflächenschleier bei Gefügebestandteilen in Al-Legierungen 235, 237.
- Oberflächenuntersuchungen, Schutzschichten für — 9.
- Oberflächenveränderung beim Schleifen 16.
- Oberhoffersches Ätzmittel:
 für Phosphorverteilung (Seigerungen) 81, 91.
 für Primärgefüge von Gußeisen 153.
- Oberhoffersches Ätzmittel:
 für Primärgefüge von Stahl 47, 48, 82.
 für Primärgefüge von sauerstoffhaltigem Stahl 75.
 Zusammensetzung 81.
- Osmium s. Platin 219.
- Oxalsäure:
 für Magnesium 251.
 für Unterscheidung von Sulfiden 161.
- Oxyde 159.
 Ätzverfahren für — 163.
- Oxyde neben Sulfiden 162*, 163.
- Oxydeinschlüsse, Nachweis durch Abdruckverfahren 164.
- Oxydhäute in Aluminiumleg., Sichtbarmachen von 233.
- Oxydschichten auf metallischen Oberflächen 55.
- Oxydierende Angriffsmittel 39.
- Oxydische Einschlüsse in Ferrochromlegierungen 163.
- Oxydische Haut bei Temperguß 154*, 162*.
- Oxysulfide 163.
- P**alladium und -Legierungen, Gefügeentwicklung 221.
- Palmerton-Ätzmittel: zum Ätzpolieren von Zink und -Legierungen 175, 201.
 Zusammensetzung 202, 204.
- Paraffin: beim Schleifen 19, 20, 24, 25.
 zum Ausfüllen poröser Proben 4.
- Paraffingefäße für Flußsäure 49.
- Paraffin in Petroleum zum Schleifen 174, 176.
- Paranitrophenol statt Trinitrophenol (Pikrinsäure) für Fe-Mn-Doppelkarbide 134.
- Passivität: beim Ätzen von Aluminiumbronze 193.
 beim Ätzen von Chromlegierungen 38.
- Perlit, günstigste Ätzarten 105*, 112*, 113.
 in Gußeisen 149.
 in Wolframstählen 136.
- Perlitartiger Bestandteil in Mg-Legierungen 252.
- Petroleum: beim Schleifen von Magnesium 246, 247.
 beim Schleifen von Nicht-eisenmetallen 174, 176.
- Phasen, Unterscheidung von — in gehärtetem und angelassenem Stahl 118—120.
- Phosphidnachweis in Gußeisen 149—153.
 mit Ferrizyankalium 150, 151*.
 mit neutralem Natriumpikrat 147, 150.
 durch Ätzanlaßverfahren 151—153.
- Phosphideutektikum in Gußeisen:
 Menge und Verteilung 149.
 Nachweis durch Tiefätzung in Grauguß 149.
 pseudobinär 149, 150.
 ternär 149, 150.
 Untersuchungsverfahren nach Künkele 153.
- Phosphor-Abdruck nach Canfield 83.
- Phosphorsäure:
 für Al-Mg-, Al-Mg-Si-, Al-Mn-Leg. 233, 242.
 zum Ätzen von Wolfram 158.
 zur Gefügeentwicklung von Gußeisen 149.
- Phosphorsäure-Flußsäure für Makroätzung von Al-Cu-Mg-Legierungen 230.
- Phosphorseigerungen im Stahl:
 Ätzmittel für makroskopischen Nachweis 74.
 — für mikroskopischen Nachweis 146.
- Beurteilung des Seigerungsgrades mit Fryschen Ätzmitteln 82.
 Nachweis durch kupferhaltige Ätzmittel 74 bis 95.
 Ätzmittel-Tabellen 88—93.
- Phosphorverteilung in Stahl, makroskopischer Nachweis 74.
- Photokulare bei Schrägbeleuchtung 3.

- Picein (Isolierkitt) als Einbettmittel, 5.
- Pikrinsäure:
für Gefügeentwicklung von Gußeisen 149.
für geglühte und gewalzte Kohlenstoffstähle 111.
für gehärtete und vergütete Kohlenstoffstähle 117.
für kohlenstoffarme Stähle 116.
für Makroätzung von Stahl 71.
für Mikroätzung von Stahl 106.
zum Nachweis von Kupferaluminid (Al_2Cu) 238.
in Azeton für Blei und Blei-Legierungen 215.
- Pikrinsäure-Kupferchlorid zur Unterscheidung von γ - und δ -Eisen in nichtrostenden Stählen 130.
- Pikrinsäure-Salpetersäure für gehärtete und vergütete Stähle 117.
- Pikrinsäure-Salzsäure für austenitische Korngröße gehärteter Stähle 120.
für Ätzabbau von Ferrit 106.
für Nickelleg. 197.
- Planglas bei Schrägbeleuchtung 3.
- Plastische Masse für Abdruckverfahren 101.
- Platin und -Legierungen:
Gefügeentwicklung 218, 220*.
Probenvorbereitung 218.
- Platin und Platinmetalle, Ätzverfahren für 219.
- Platindraht:
Einbetten in Glas 7.
Einbetten in Kunstharz 219.
Einbetten in Metallhalter 219.
- Plattierungen, Vorbereitung zur Untersuchung 4, s. a. Metallüberzüge.
- Polarisiertes Licht für Ein- schlußuntersuchungen 159, 163, 168, 280.
- Polieren und abwechselndes Ätzen s. entspr. Werkstoffe.
- Poliergeschwindigkeit 32.
- Poliermittel 30.
- Polierpasten 27.
- Polierscheiben aus Paragummi für Wolframdrähte 158.
- Polierstoffe 32.
- Poliertuch, Beschaffenheit und Einfluß auf Polierwirkung 30, 31*.
- Polierverfahren 29, 33, selbsttätige 25.
- Poröse Proben, Ausfüllung 4.
- Preßdruck bei Einbettung in Kunstharz 11.
- Preßkunstharze als Einbettmittel 9.
- Primärausscheidungen in Mg-Leg. 249*, 252*.
- Primäre Korngrenzen 42, 43, 46*, 47*.
- Primärgefüge: (s. a. Gußgefüge, Tannenbaumgefüge):
Nachweis bei Eisen und Stahl durch kupferhaltige Ätzmittel 74—85.
- Primärgefügeätzung: 46.
nach Oberhoffer 48.
von austenitischen Stählen 85.
von Gußeisen 153 und Temperguß 154*.
von Magnesiumleg. 250.
von nichtrostenden Chromstählen 85.
von V 2 A-Stahl 128.
- Probenvorbereitung für — 62.
- Primär- und Sekundärgefüge in Stahlformguß 47*.
- Prisma bei Schrägbeleuchtung 3.
- Probenentnahme 3.
- Probenhalter beim selbsttätigen Schleifen und Polieren 25.
- Probenvorbereitung: 3.
für makroskopische Untersuchung von Eisen und Stahl 62.
für Tiefätzung mit Salzsäure 65.
- Pulsifersches Ätzmittel:
Abbildungen von Ätzbeispielen 184*.
für Kupferlegierungen 29.
zum Ätzpolieren von Kupferlegierungen 29.
- Pulsifersches Ätzmittel:
zur Färbung des β -Bestandteils in Messing 185*.
Zusammensetzung 29.
- Pyrogallol für Zementitnachweis 114.
- Q**uecksilberchlorid für Schwefelabdrucke 94.
- Quecksilberchlorür für Nitrirschichten 143.
- Quecksilbernitrat für nichtrostende Stähle 128.
- Quecksilberprobe zur Auslösung von Spannungen in Messing 195.
- Quecksilberzyanid für elektrolytisches Ätzen 139.
- Querproben bei Tiefätzungen 71.
- Querrisse in Schienen 80.
- R**ekristallisationsgefüge von Aluminium und Leg. 233.
- Reinaluminium, Korngrenzenätzmittel 241, 242.
- Reißen von Stahl in Säuren 103.
- Reliefbildung beim Polieren 30.
- Reliefpolieren 19, 33.
- Rhodium s. Platin 219.
- Risse:
Abdruckverfahren 104.
bei Tiefätzungen 71.
Ermüdungs— im Stahl 92.
Härte— im Stahl 92.
makroskopischer Nachweis 92, 103.
Quer— in Schienen 80.
Schleif— im Stahl 72, 92.
- Roheisen, weißes, Gefügeentwicklung 149.
- Rostentfernung bei Tiefätzungsproben 68.
- Rostfreie Stähle, Ätzverfahren für 121.
- Ruthenium s. Platin 219.
- S**ägen, unter Vermeiden von Verformung 4.
- Salpetersäure:
für Al_2Cu -Nachweis in Al-Cu-Legierungen 236.
für Entfernung der Hautbildung beim Ätzen von Al-Cu-Legierungen 237.

- Salpetersäure:
für Gefügeentwicklung:
— von Gußeisen 149.
— kohlenstoffarmer Stähle 108.
— ungehärteter Kohlenstoffstähle 112.
— von Kupferlegierungen 176.
— von Magnesium 248, 250, 251.
— von Nickellegierungen 196.
— von Zinn und -Leg. 206.
— von zinn- und bleireiche Legierungen 213.
— von Zink 101.
für Tiefätzung von Stahl 63.
- Salpetersäure-Chromsäure:
für Primärgefügeätzung von Gußeisen 153.
für Zink 202.
- Salpetersäure-Eisessig für Blei und Bleilegierungen 114.
- Salpetersäure-Essigsäure für Nickellegierungen 196.
- Salpetersäure-Flußsäure für austenitische Fe-Cr-Ni-Leg. 129.
- Salpetersäure in Lösungsmitteln:
in Amylalkohol zur Gefügeentwicklung von gehärteten und angelassenen Stählen 116.
in Äthylalkohol zum Vorätzen von gehärtetem Manganstahl 134.
in Äthylalkohol zur Gefügeentwicklung von Stählen 116 u. Al-Mg-Leg. 236.
in Glycerin zur Unterscheidung von Austenit und Martensit 117.
in Methylalkohol und Nitrobenzol zum Nachweis von Härte-Anlaß-Bestandteilen und Karbiden 120.
in Nitrophenol zur Gefügeentwicklung von gehärtetem Stahl 117.
in Wasser für Al-Cu-Leg. 236.
- Salpetersäure-Nitranilin zur Gefügeentwicklung von Stählen 117.
- Salpetersäure-Salzsäure für Silber und -Legierungen 222.
- Säubern:
der Oberfläche von Eisen und Stahl für Makroätzungen 62.
von Schliffproben nach dem Schleifen 19.
von Schliffproben nach dem Polieren 33.
- Sauerstoff im Eisen, Einfluß auf Makroätzungen mit Cu-haltigen Ätzmitteln 74, 75.
- Säuren:
als Erhärtungsbeschleuniger bei Kunstharz 13.
als Ätzmittel s. unter entsprechendem Namen.
Ätzwirkung 37.
- Salzsäure:
Konzentration und Menge für Tiefätzung von Stahl 65.
als Makroätzmittel für Zink 201.
für austenitische Korngröße 120.
für Blei, Zinn, Antimon und ihre Leg. 214.
für Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen 123.
für Magnesium 250.
für Nickel 196.
für Tiefätzung von Stahl 64.
für Zink und -Leg. 201.
für Zinn und -Leg. 206.
- Salzsäure-Äthylalkohol für Gefügeentwicklung von Stählen 115.
für Korngrenzenätzung in austenitischen Nickelstählen 133.
- Salzsäure-Chromsäure für wärmebehandelte Chrom-Nickelstähle (V 2 A) 127.
- Salzsäure-Eisenchlorid für Blei-Antimon-Legierungen 214.
für Kupfer 177.
für Kupferleg. 182, 186.
- Salzsäure-Eisenchlorid für nichtrostende Stähle 127.
für Nickel 196.
- Salzsäure-Eisessig in Alkohol zur Gefügeentwicklung von Stählen 117.
- Salzsäure-Kaliumchlorat für Korngrenzenentwicklung u. Ätzfiguren bei Zinn 206.
- Salzsäure und Kupfersalze für nichtrostende Stähle 128.
- Salzsäure-Nitrophenol zur Gefügeentwicklung von Stählen für Mikrountersuchung 116.
- Salzsäure-Pikrinsäure für Ätzabbau von Ferrit 106.
für austenitische Korngröße 120.
für Nickel und -Leg. 196.
- Salzsäure-Quecksilbernitrat für nichtrostende Stähle 128.
- Salzsäure-Salpetersäure s. a. Königswasser.
- Salzsäure-Salpetersäure:
für Blei-Zinn-Leg. 206.
für eutektische Blei-Zinn-Legierungen 214.
für Gefügeentwicklung von nichtrostendem Stahl 124.
- Salzschmelzen:
für Ätzen von Borkarbid 157.
für Gefügeentwicklung von Platin und -Leg. 219.
- Seifenwasser:
als Überzug für geätzte Zinkproben 201.
als Verdünnungsmittel beim Vorpolieren 24, 25, 27, 175.
als Verdünnungsmittel beim Polieren 25, 28, 174, 176, 247.
- Seifenwasser-Glycerin zum Vorschleifen von Gußeisenproben 24.
- Seigerungen:
bei Tiefätzungen 71.
Einfluß auf Tiefätzung 70.

Seigerungen:

- in Eisen und Stahl, Nachweis mit kupferhaltigen Ätzmitteln 74—84. (Tabelle) 91—93.
- Makronachweis durch elektrochemisches Abdruckverfahren 102.
- s. a. Kristallseigerungen.
- s. a. Phosphorseigerungen.
- Sekundäre Ausscheidungen in Mg-Legierungen 252, 255. 249*, 257*.
- Sekundäre Korngrenzen 42. 46*, 47*.
- Sekundäres Zeilengefüge 75.
- Sekundärzementit, Nachweis in Wolframstählen 136.
- Selbsttätiges Schleifen und Polieren 25.
- Selenide in selenhaltigen Chromstählen 130.
- Siegellack als Einbettmittel 6.
- Siemens-Martin-Stähle(n):
 - Schlackeneinschlüsse in — 161.
 - Nitrieren von — 86.
- Silber:
 - Ätzmittel für Äderung 45.
 - Makrogefügeentwicklung durch elektrolytisches Abdruckverfahren 103.
 - und -Legierungen:
 - Schlißprobenvorbereitung 221.
 - s. a. Tabelle 174.
 - Ätzverfahren 222.
- Silber-Antimonlegierungen, Probenvorbereitung und Ätzen 223.
- Silber-Beryllium-Legierungen, Ätzverfahren 223.
- Silber-Kupfer-Legierungen, Gefügeentwicklung 223.
- Silber-Zinn-Quecksilber-Legierungen, Ätzpolieren 223.
- Silbernitrat, Ätzmittel für Kupfer 180.
- Silbernitrat-Gelatine-Ätzung für Sulfidnachweis 159.
- Silikate 159.
- Silizide in Kupferlegierungen 190.
- Silizium:
 - Ätzen zum Nachweis des Reinheitsgrades 158.
 - Ätzmittel für — 158.

Silizium:

- Entwicklung von Korngrenzen und Zwillingsbildungen 158.
- in Mg-Legierungen 253, 254.
- Siliziumferrit, Nachweis mit Salpetersäure 149.
- Schwärzung durch Natriumpikrat 142.
- Siliziumkarbid zum Schleifen 17.
- Silizium-Mangan-Stähle, Ätzdauer beim Tiefätzen 67.
- Siliziumstähle, elektrolytisches Polieren von 36.
- Gefügeentwicklung und Karbidnachweis 141.
- Siliziumverteilung im Stahl, Prüfung mit Jodlösung 73.
- Sintermetalle 155.
- Sondermessing 185*.
- Sonderstähle, Ätzmitteltabelle 145.
- Sorbit s. gehärtete und verteilte Stähle 115—118.
- Spannungen in Messing, Auslösung durch Quecksilberchlorid 195.
- Spritzguß (Zink), Ätzen von — 202.
- Aluminium 228.
- Sulfide: 159.
- Ätzverfahren für — 160, 161*.
- in chromreichen Stählen, Verhalten bei elektrolytischem Ätzen 130.
- in Gußeisen 149.
- Unterscheidung 161.
- Syrischer Asphalt zum Einbetten von Wolframdrähten 158.
- Schienenquerschnitte:**
 - Risse 80.
 - Tiefätzen von — 66.
- Schlackeneinschlüsse: 159.
 - in Stahl, elektrochemisches Abdruckverfahren 102.
 - in kaltgewalzten Stahlproben 159.
 - in ungeätzten Schlißflächen 62.
- Schlackenzeilen, makroskopische Beurteilung 62.

Schleifen: 14, 17.

- Anlaßwirkung beim — 19.
- Fehler beim — 16—19.
- Unterlagen beim — 19.
- Schleifbahnen 17.
- Schleifkratzer, Beseitigung 17.
- „latente“ 48*.
- Reste von —(n) 18.
- Schleifmittel 17.
- Schleifmittelkörnungen 17.
- Schleifrisse, an gehärteten Stählen 72, 92.
- gehärteter Proben beim Tiefätzen 72.
- Schleifverfahren:
 - nach Amberg 20.
 - nach Benedicks u. Wretblad 20.
 - nach Dowdell u. Wahle 19.
 - nach Ellinger u. Acken 20.
 - nach Goerens 21.
 - für Einschlußuntersuchungen:
 - nach Benedicks u. Wretblad, Goerens, Portevin u. Castro, Scheil u. a. 21.
 - für Gußeisen:
 - nach Allen 24.
 - nach Priestley 24.
 - nach Urban u. Schneidewind 23.
 - nach Vilella 24.
 - nach Ziffrin 24.
 - selbsttätige 25.
 - für starke Vergrößerungen 19.
- Schlißhalter 49.
- Schlißprobenentnahme 3.
- Schlißprobengröße 4.
- Schlißprobenvorbereitung:
 - s. entspr. Metalle und Leg. Allgemeines 14.
 - f. starke Vergrößerungen 19.
 - von Nichteisenmetallen (Tabelle) 174.
- Schmierschicht bei Schlißproben 14.
- Schmirgel 17.
- Schmirgelstein zum Grobschleifen 16.
- Schneidmetalle s. Hartmetalle 155.
- Schnelleinbettung mit Hartpreßmassen 10.

- Schnellstähle:
 Ätzmittel (tabellarische Zusammenstellung) 145.
 Ätzverfahren für Gefügeentwicklung und Karbidnachweis 135.
 Tiefätzen 70.
 Schrägbeleuchtung bei mikroskopischen Untersuchungen 3.
 Schrammsches Ätzmittel, für Zink und zinkreiche Legierungen 203.
 für Zink-Eisen-Leg. 204.
 Schutzmaßnahmen bei Tiefätzungen 63.
 Schwarzkern-Temperguß 155.
 Schwefel als Einbettmittel 6.
 Schwefelabdruckverfahren 94.
 Schwefelabdrucke auf Filme oder Platten 100.
 Schwefelkies und Schwefel als Einbettmittel 6.
 Schwefelsäure:
 Ätzwirkung 37.
 für Kupfer, mit verschiedenen Zusätzen 177.
 für elektrolytisches Ätzen von Nickel 197.
 für Tiefätzung von Stahl 64.
 zum Nachweis von Al_3Fe 238.
 zum Nachweis von Mangansulfid 161.
 zur Primärgefügeentwicklung von Gußeisen 153.
 Schwefelsäure-Flußsäure-Salzsäure für Makroätzung von Al-Cu-Mg 229.
 Schwefelsäure - Natriumfluorid für Makroätzung von Al-Cu-Mg 229.
 Schwefelsäure u. oxydierende Zusätze für Nickel 197.
 Schwefelsäure-Salzsäure zum Tiefätzen von Stahl 65.
 Schwefelseigerungen, Nachweis durch Abdruckverfahren:
 — nach Baumann 96.
 — nach Heyn 94.
 — nach v. Royen und Ammermann 94.
- Schweflige Säure für gehärtete Stähle 118.
 Schweißbeisen, Makroätzung 74.
 Schweißnähte, Makroätzungen: 61.
 von Aluminium und Al-Legierungen 78.
 von Eisen und Stahl, 74, 78.
 von Kupfer und Kupferlegierungen 78.
 von Manganbronze 190.
- Stead**-Ätzmittel für Makrountersuchungen von Eisen und Stahl 79.
 Steadit in Gußeisen s. a. Phosphideutektikum 149.
 Stearinsäure beim Schleifen und Polieren von Gußeisen 23.
 Stellite s. Hartmetalle 155, 157.
 Stickstoffaufnahme des Eisens beim Schleifen 16.
 Stickstoff im Eisen s. a. Nitride 165.
 s. a. Nitrierstähle 142.
 Stahl (s. a. Eisenlegierungen):
 Einfluß der Ätzdauer und Temperatur auf Gefügeentwicklung 48.
 Einschlüsse im — 159.
 (Elektro-)Makrogefüge 70.
 elektrolytisches Polieren von — 36.
 Nachweis der Verteilung:
 — von Mangan 81.
 — von Phosphor 74.
 — von Schwefel 94.
 — von Silizium 73, 81.
 Reißen in Säuren 103.
 Tiefätzungen von — 66, 69.
 Stahlbeschaffenheit, Einfluß auf Makrogefüge 69 bis 72.
 Stahlgefügebestandteile und deren Verhalten gegen verschiedene Ätzmittel (tabellarische Zusammenstellung) 140.
 Stahlherstellung, Einfluß auf Tiefätzungen 70.
 Stahlzusammensetzung, Einfluß auf Tiefätzung 69.
- Stähle, chromreiche, hitzebeständige, korrosionsbeständige, nichtrostende, säurefeste 121—134.
 Stähle (Kohlenstoff):
 Einfluß von Ätzdauer und Temperatur 48.
 gehärtete und vergütete:
 — austenitische Korngröße 120.
 — Gefügeentwicklung 115.
 — Karbidnachweis 113, 118.
 kohlenstoffarme:
 — Ätzmittel 106—111.
 — Ätzpolieren 105.
 — Gefügeentwicklung 105.
 — Makroätzung mit neutralem Kupferammonchlorid 76.
 kohlenstoffreiche, Makroätzung mit Oberhoffer-Ätzmittel 76.
 Stähle, legierte:
 Baustähle 67, 121.
 Chromstähle 67, 121.
 Chrom-Nickel-Stähle 67, 121.
 — Molybdän-Stähle 121.
 Manganstähle 67, 134.
 Nickelstähle 67, 133.
 Molybdänstähle 67, 121.
 Schnellstähle 67, 135.
 Siliziumstähle 67, 141.
 Wolframstähle 67, 135.
 Vanadiumstähle 141.
- T**annenbaumgefüge:
 s. a. Primärgefüge.
 bei Tiefätzungen 71.
 in Chrom-Nickel-Stahl 84.
 in gegossenen Manganstählen 134.
 in nichtrostenden Stählen (V 2 A, 18/8) 84.
 in Gußbronze 189.
 in Gußeisen 153.
 in Gußstählen für Elektroindustrie, Makroätzung 77.
 im Stahl, Nachweis durch kupferhaltige Ätzmittel 74, 93.
 in Stählen mit 0,1 bis 0,3% C 77.
 in Schwarztemperguß 155.

- Temperatur:
 Ätzen bei hoher 59.
 Einfluß auf Mikroätzungen von Stahl 48, 49.
 — auf Tiefätzungen von Stahl 67, 70.
 — beim Ätzen mit Natriumpikrat 113, 118.
- Temperguß, Ammoniummolybdatätzung 58.
 Ätzbeispiele 23*.
 oxydische Haut 154*, 162*.
 Primärgefügeentwicklung 153, 154*, 155.
- Temperkohle, Erhaltung beim Schleifen 22, 23*.
- Tertiärzementit:
 in kohlenstoffarmen Stählen 108.
 zur Bestimmung des Lichteinfalls bei Schrägbeleuchtung 3.
- Tiefätzungen von Stahl:
 Ausführung 66.
 Berücksichtigung der Ätzeinflüsse 68.
 Beurteilung der Proben 68.
 Einfluß des Anlassens 70.
 Einfluß der Ätzdauer 71.
 Einfluß der Ätztemperatur 70.
 — von Seigerungen 70.
 — der Stahlzusammensetzung 70.
 — der Werkstoffherstellung 70.
 — der Wärmebehandlung 70.
 Gefügeerscheinungen 71.
 Quer- und Längsproben 71.
 Probenvorbereitung 63.
 Vorwärmen der Proben 67.
- Tiefätzungsmittel, Auswahl 68.
- Tiefätzungsproben, Aufbewahrungsmaßnahmen 67.
- Tiegelstahl, Tiefätzungen von 70.
- Timofeefsches Ätzmittel:
 für Mg-Ag- und Mg-Al-Legierungen 251.
 für Zink 202.
- Titankarbid, Nachweis neben α - und γ -Mischkristallen 131.
- Titanitrid, Unterscheidung von Zirkonitrid 166.
- Titanzyannitrid, Nachweis 172.
- Tonerde als Poliermittel 30.
- Tonerdecinschlüsse:
 im Stahl 62.
 Nachweis beim Tiefätzen 69.
- Transformatorenblech, Ätzmittel für — 141.
- Translationstreifen 18, 165, 183, 185, 256.
- Tripel 17.
- Tripoli (Tripel) zum Vorpolieren 28, 175.
- Trockenpolieren von Gußeisen und Einschlüssen 21, 22.
- Trockenschleifen bei Einschlüssen 21.
- Trocknen von Schlißproben 33.
- Troostit s. gehärtete und vergütete Stähle 115, 118.
- Troostit-Sorbit 116.
- Tropfenätzung 51.
- Ü**berchlorsäure-Kupfersulfat zur Prüfung auf Korrosionsempfindlichkeit von nichtrostenden Stählen 131.
- Übereutektoider Zementit 112.
- Übergefüge bei Schlißproben 14.
- Überlappungen bei tiefeätzten Proben 72.
- Ungleichmäßigkeit der chemischen Zusammensetzung tiefeätzter Proben 68.
- V**akuümätzung 59, 60.
- Vakuümheitzisch 60.
- Vanadiumkarbid:
 Nachweis 139, 140.
 Unterscheidung von Chromkarbid 141.
- Vanadiumstähle, Ätzmittel für Gefügeentwicklung und Karbidnachweis 140.
- Verarbeitungsgrad, Einfluß auf Tiefätzungen 70.
- Verchromte Eisenproben 11*.
- Verdünnungsmittel für Poliermittel 28.
- Verformungslinien, Nachweis bei Stahl 85, 93.
 s. a. Kraftwirkungslinien.
- Verformungsschicht auf Schlißproben 14.
- Vergütbare Aluminiumlegierungen 232*, 234*.
 Magnesiumlegierungen, 249*.
- Vergütete Stähle, Ätzmittel 115, 118.
- Vergütung s. a. Aushärtung.
- Verkupferung:
 als Schutzschicht für Oberflächenuntersuchungen 9, 11*.
 für Untersuchung von Nickelüberzügen 199.
- Vernickelung, elektrolytisches Ätzen 198.
- Verteilung von Einschlüssen, Nachweis durch Makroätzverfahren 159.
- Verzinkung:
 Einbetten und Ätzen, Prüfung auf Gleichmäßigkeit 204.
 Schlißprobenvorbereitung 201.
 Vorbereitung für Untersuchungen 4.
- Verzinnung:
 Ätzmittel 207, 209.
 Vorbereitung zur Untersuchung 4, 205.
- Verzögerungsmittel:
 beim Ätzangriff 37, 232.
 beim Tiefätzen von Stahl 66.
- Vilellasches Ätzmittel:
 für Aluminiumlegierungen, 231*, 232*.
 — Nachweis von Sonderbestandteilen 239.
 für Eisen-Chrom-Nickel-Legierungen 126.
 für Gefügeentwicklung von nitrierten Stählen 143.
- Vorbereitung von Schlißproben 14.
 s. a. entspr. Metalle und Legierungen.
- Vorpolierverfahren:
 nach Goerens 27.
 nach Pulsifer 28.
 nach Meyer 27.
- Vorschlichten von Schlißproben 14.
- Vorwärmen der Proben bei Tiefätzungen 67.

- Walzfehler beim Stahl, Makro-Nachweis 62, 72.
Walznähte bei tiefgeätzten Proben 72.
Walzsinter, Ätzmittelf. — 161.
Wärmebehandelte Stähle s. a. gehärtete und vergütete Stähle.
Wärmebehandlung, Einfluß auf Tiefätzungsproben 70. — auf Zwillingsbildung bei Mg 258.
Wässrige Lösungen von Ätzmitteln 37.
Wasserstoffsuperoxyd als Zusatz zu Ätzmitteln: für Kupferlegierungen 178, 182, 186, 188, 190, 194. für Nickelleg. 197, 200. für Bleileg. 215, 216. bei Tiefätzungen 68. für elektrolytisches Ätzen von Nickel 197. für Wolfram 158.
Weicheisen: Gefügeentwicklung 108. „latente“ Schleifkratzer 48.
Weichfleckigkeit von Stahl, Nachweis 62, 93.
Weichmetalle: Mikrotomschnitte von — (n) 17. Schlißprobenvorbereitung 204.
Weichpreßmassen als Einbettmittel 9.
Weißkern-Temperguß 155.
Weißmetalle s. Zinnleg. 205.
Werkzeugstähle, Ätzdauer beim Tiefätzen 67.
Whiteley-Ätzmittel: für Makrountersuchung von Eisen und Stahl 78. für Sulfidnachweis 160.
Widerstandsdrähte in Kunstharz 12*.
Widmannstättensche Gefügeanordnung 165.
Wismut, Ätzen von — 214.
Wismuthaltige Zinnlegierungen: Ätzmittel für — 208. Nachweis von Kristallseigerung 208. Schlißprobenvorbereitung 208.
Wolframdrähte, Einbettverfahren 158. Einbetten in Glas 7.
Wolframkarbid: Ätzverhalten 140. elektrolytisches Ätzen mit Zyannatrium 141. Nachweis in Sonderstählen 135, 136. zum Feinschleifen 21.
Wolfram-Kobalt-Legierungen: Ätzverfahren — 157.
Wolframpulver, Einbettverfahren für — 157.
Wolframstähle: Ätzdauer beim Tiefätzen 67. Ätzmittel für Gefügeentwicklung 135. Ätzmittel für Karbide und Wolframide 135. Verhalten beim Tiefätzen 69.
Wolfram und Wolframlegierungen: Ätzverfahren 158. Schlißprobenvorbereitung 157.
Wolframide, Nachweis in Schnellstählen und Wolframstählen 135—140, 147.
Woodsche Legierung: beim Einbetten in Glas 7. als Einbettmittel 5.
Wrattenfilter zur Erzeugung von weißem Licht 235.
X-Bestandteil in Aluminiumlegierungen 236.
Yatsevitchsches Ätzmittel: für Tiefätzung 67. für Wolframkarbid 136, 137, 148.
Zeilengefüge: bei Magnesium-Knetlegierungen 250. in Stahl: — bei Tiefätzungen 71. — Nachweis durch kupferhaltige Ätzmittel 74. — sekundäres 75. — s. a. Phosphorseigerungen.
Zementit (Eisenkarbid): freier 115. körniger (kugelig) 114, 115. sorbitischer 115. streifiger 115. übereutektoider 112, 115. Ätzverhalten 138, 139, 140. Löslichkeit im α -Eisen 81. Nachweis durch Ätzmittel 113, 118, 137, 138, 139, 140. — in Gußeisen 150—152. — in sehr kohlenstoffarmen Stählen 81.
Zementitumwandlung (Curiepunkt) in Fe-Mn-C-Leg. 134.
Zementit- und Phosphidnachweis mit Ferrizyankalium in Gußeisen 150.
Zink: Aufbewahrung geätzter Proben 201. Ätzmittel für Äderung 45. in Al-Legierungen 231, 233. in Mg-Leg. 252, 253, 254. Polieren von 32, 175, 200.
Zinkchlorid als Flußmittel beim Einbetten 5.
Zinkhaltige Aluminiumleg., Ätzen von — 231, 233.
Zinklegierungen, kupferhaltige, Korngrenzenätzung 202.
Zinkspritzgußlegierungen, Ätzen von — 202.
Zinküberzüge: Einbetten und Ätzen 204. Prüfung auf Gleichmäßigkeit 205. Schlißprobenvorbereitung 201.
Zink und -Legierungen: Ätzverfahren 201. Schlißprobenvorbereitung 200. — (Tabelle) 174. Vorpoliervverfahren 175.
Zink-Aluminium-Legierung: Ätzen von 202.
Zink-Eisen-Leg., Ätzen von 204.
Zink-Kadmium-Legierungen, Ätzen von — 203.

<p>Zinn: in Mg-Legierungen 253, 254. Polieren von — 32, 176, 205. Zinnchlorür-Ätzung für Ein- schlüsse 169. Zinnfolien, Einbetten von — 205. Zinnlot s. Zinnlegierungen 205. Zinn und Zinnlegierungen 205. Ätzmitteltabelle 209. Ätzverfahren 206.</p>	<p>Zinn und Zinnlegierungen: Einbetten in Kunstharz 13. Schliffprobenvorbereitung 205. — (Tabelle) 174. Zinn-Antimon-Kadmium-Le- gierungen, Ätzmittel für — 207. Zinn-Wismut-Leg., Nachweis von Kristallseigerung 208. Zirkonnitrid, Unterscheidung von Titanitrid 166. Zitronensäure für Magnesium und Mg-Legierungen 250.</p>	<p>Zunderschichten: Ätzmittel 161. Probeentnahme 3. Zwillingsbildungen: in austenitischen Stählen 131. in Magnesium und -Legie- rungen 255. in Zink und Zinkleg. 200. Zwischenätzen beim Polieren 29, 106, 201. Zyankalium für zinkhaltige Neusilberlegierungen 200. Zyannatrium,elektrolytisches Ätzen mit — 132, 139.</p>
--	---	---

Reine und angewandte Metallkunde in Einzeldarstellungen.

Herausgegeben von Professor Dr. W. Köster, Direktor des Kaiser-Wilhelm-Instituts für Metallforschung und des Instituts für angewandte Metallkunde an der Technischen Hochschule Stuttgart.

Erster Band: **Technologie der Zinklegierungen.** Von Dr.-Ing. Arthur Burkhardt. Mit 413 Abbildungen. IX, 256 Seiten. 1937. RM 30.—; gebunden RM 31.50

Zweiter Band: **Metalle und Legierungen für hohe Temperaturen.** Von Dr.-Ing. W. Hessenbruch, Hanau a. M.

Erster Teil: **Zunderfeste Legierungen.** Mit 231 Abbildungen. IV, 254 Seiten. 1940. RM 30.—; gebunden RM 31.50

Zweiter Teil: **Warmfeste Legierungen.** Von E. Both und W. Hessenbruch. Erscheint im Sommer 1940

Dritter Band: **Diffusion in Metallen (Platzwechselreaktionen).** Von Professor Dr. Wolfgang Seith. Mit 127 Abbildungen. IV, 151 Seiten. 1939. RM 18.—; gebunden RM 19.50

Vierter Band: **Kupfer im technischen Eisen.** Von Dr.-Ing. habil. Heinrich Cornelius. Mit etwa 165 Abbildungen. Etwa 180 Seiten. Erscheint im April 1940

Praktische Metallkunde. Schmelzen und Gießen, spanlose Formung, Wärmebehandlung. Von Professor Dr.-Ing. G. Sachs, Frankfurt a. M.

Erster Teil: **Schmelzen und Gießen.** Mit 323 Textabbildungen und 5 Tafeln. VIII, 272 Seiten. 1933. Gebunden RM 22.50

Zweiter Teil: **Spanlose Formung.** Mit 275 Textabbildungen. VIII, 238 Seiten. 1934. Gebunden RM 18.50

Dritter Teil: **Wärmebehandlung.** Mit einem Anhang: „Magnetische Eigenschaften“ von Reg.-Rat Dr. A. Kussmann. Mit 217 Textabbildungen. V, 203 Seiten. 1935. Gebunden RM 17.—

Reine Metalle. Herstellung, Eigenschaften, Verwendung. Bearbeitet von zahlreichen Fachgenossen. Herausgegeben von Direktor Professor Dr. A. E. van Arkel, Leiden. Mit 67 Abbildungen. VII, 574 Seiten. 1939. RM 48.—; gebunden RM 49.80

Metallographie des Aluminiums und seiner Legierungen.

Von Dr.-Ing. V. Fuß. Mit 203 Textabbildungen und 4 Tafeln. VIII, 219 Seiten. 1934. RM 21.—; gebunden RM 22.50

Metallographie der technischen Kupferlegierungen.

Von Dipl.-Ing. Alfred Schimmel. Mit 199 Abbildungen im Text, einer mehrfarbigen Tafel und 5 Diagrammtafeln. VI, 134 Seiten und 4 Seiten Anhang. 1930. RM 17.10; gebunden RM 18.45

Texturen metallischer Werkstoffe.

Von Dr. phil. habil. G. Wassermann. Mit 184 Abbildungen im Text. VI, 194 Seiten. 1939. RM 18.—; gebunden RM 19.80

Handbuch der Werkstoffprüfung. In vier Bänden. Herausgegeben unter besonderer Mitwirkung der Staatlichen Materialprüfungsanstalten Deutschlands, der zuständigen Forschungsanstalten der Hochschulen, der Kaiser-Wilhelm-Gesellschaft und der Industrie sowie der Eidgenössischen Materialprüfungsanstalt Zürich von **E. Siebel**, Stuttgart.

Zunächst erschien:

Zweiter Band: **Die Prüfung der metallischen Werkstoffe.** Herausgegeben von Professor Dr.-Ing. **E. Siebel**, Vorstand der Materialprüfungsanstalt an der Technischen Hochschule Stuttgart. Mit 880 Textabbildungen. XVI, 744 Seiten. 1939. RM 66.—; gebunden RM 69.—

Erster Band: **Allgemeine Grundlagen. Prüf- und Meßeinrichtungen.** Herausgegeben von Professor Dr.-Ing. **E. Siebel**, Vorstand der Materialprüfungsanstalt an der Technischen Hochschule Stuttgart. Mit etwa 660 Abbildungen. Etwa 560 Seiten. Erscheint Ende April 1940

Dritter Band: **Die Prüfung nichtmetallischer Baustoffe.** Herausgegeben von Professor **O. Graf**, Stuttgart. Erscheint im Frühjahr 1940

Vierter Band: **Organische Werkstoffe.** In Vorbereitung

Werkstoffe. Physikalische Eigenschaften und Korrosion.

Von Dr. **Erich Rabald**.

Erster Band: **Allgemeiner Teil. Metallische Werkstoffe.** Mit 415 Figuren und einer farbigen Tafel. XXI, 976 Seiten. 1931.

Zweiter Band: **Nichtmetallische Werkstoffe.** Mit 96 Figuren im Text und 3 Zahlentafeln. IX, 392 Seiten. 1931. Zusammen RM 115.20; gebunden RM 121.50

Der Aufbau der Zweistofflegierungen. Eine kritische Zusammenfassung. Von Dr. phil. habil. **M. Hansen**, Düren. Mit 456 Textabbildungen, XV, 1100 Seiten. 1936. Gebunden RM 87.—

Die ferromagnetischen Legierungen und ihre gewerbliche Verwendung. Von Dipl.-Ing. **W. S. Messkin**. Umgearbeitet und erweitert von Regierungsrat Dr. phil. **A. Kussmann**. Mit 292 Textabbildungen. VIII, 418 Seiten. 1932. Gebunden RM 44.50

Magnesium und seine Legierungen. Bearbeitet von **H. Altwicker**, **A. Bauer**, **A. Beck**, **H. Bohner**, **W. Buchmann**, **R. Fiedler**, **G. Gossrau**, **O. Keinert**, **P. Menzen**, **W. Moschel**, **E. Nachtigall**, **E. J. de Ridder**, **W. Schultze**, **H. Seliger**, **G. Siebel**, **P. Spitaler**, **R. Suchy**, **H. Vosskühler**, **W. H. O. Ziegler**. Herausgegeben von Direktor Dr.-Ing. e. h. **Adolf Beck**, Bitterfeld. Mit 524 Abbildungen. XVI, 520 Seiten. 1939. RM 54.—; gebunden RM 56.70

Spannungszustand und Bruchausbildung. Anschauliche Darstellung der spannungsmechanischen Grundlagen der Gestaltfestigkeit und der Gesetzmäßigkeiten der Bruchausbildung. Von Professor Dr. **A. Thum** und Dr.-Ing. **K. Federn**, Darmstadt. Mit 83 Abbildungen im Text. V, 78 Seiten. 1939. RM 9.60
