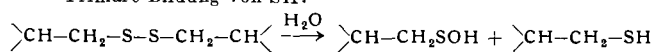
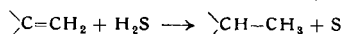
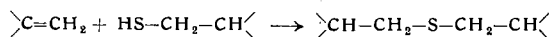
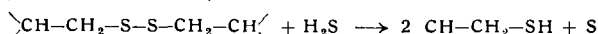
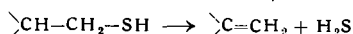


fel gebildet werden. Cystein vermag wieder  $\text{H}_2\text{S}$  abzuspalten, so daß eine Kettenreaktion in Gang kommt. Gleichzeitig wird durch Addition von Cystein an Aminoacrylsäure Lanthionin gebildet:

Primäre Bildung von SH:



Folgereaktionen:



Die chemische Modifizierung der Disulfidbrücke im intakten Keratin wurde von A. Schöberl untersucht. SH-Gruppen reduzierter Wolle reagieren leicht mit Vinylsulfon, was zur Bestimmung des Reduktionsgrades herangezogen werden kann. Bifunktionelle Divinylsulfone geben an reduzierter Wolle Vernetzungsreaktionen. Entsprechende Umsetzungen wurden mit Dimethylmaleat und N-p-Phenetylmaleinimid erzielt. Durch Umsatz von SH-Wolle mit Thiosulfonsäureestern konnten unsymmetrisch substituierte SS-Bindungen eingeführt werden.

Über weitere, vor allem technisch wichtige Modifizierungen von Wolle berichteten M. Oku und H. Ishibashi sowie G. Kajimoto.

Eine Cyanäthylierung in der Gasphase setzt vor allem die Filzneigung herab, jedoch werden die Mottenecht-Eigenschaften dabei nicht verändert. Die Formalisierungs-Reaktion erwies sich als abhängig vom Streckungsgrad der Faser. Die Ergebnisse wurden so gedeutet, daß Formaldehyd zu klein ist, um die Abstände zwischen zwei Seitenketten in einer bifunktionellen Reaktion zu überbrücken. Durch Streckung findet eine Annäherung der Seitenketten statt.

Schwefelsäure reagiert mit Wolle unter Bildung von Aminosäure-Derivaten. So bildet z. B. Lysin eingebaute Sulfaminsäure; Serin, Cystein und Threonin geben die Schwefelsäure-ester; Tyrosin wird im Kern sulfoniert. Nach Untersuchungen von N. La France, Klaus Ziegler und H. Zahn sind die Verbindungen hydrolysebeständig und können als O-Serinsulfat, O-Threoninsulfat und S-Cysteinsulfat sowie Tyrosin-disulfonsäure im Hydrolysat nachgewiesen werden. Da diese Verbindungen bei der Hochspannungspapier-elektrophorese mit Cysteinsäure überlappen, sind die bisherigen Bestimmungen von Cysteinsäure in carbonisierter Wolle nicht zutreffend.

Die Zunahme von Serin- und Threonin-Aminoendgruppen in carbonisierter Wolle beruht auf einer  $\text{H}^+$ -katalysierten N.O-Acylwanderung<sup>1)</sup>. E. Hille und H. Zahn konnten jetzt zeigen, wie weit sich bei sorgfältiger Neutralisation die Peptidbindung zurückbildet. Sie erhielten durch Neutralisation auf  $\text{pH} = 8,6$  eine 80-proz. Rückbildung der Serin- und eine 70-proz. Rückbildung der Threonin-Peptidbindungen. [VB 337]

<sup>1)</sup> H. Zahn u. E. Hille, Z. Naturforsch. 13b, 824 [1958].

## Deutsche Gesellschaft für Metallkunde

vom 9. bis 11. Juni 1960 in Wien

Die Hauptversammlung stand unter dem Leitwort „Rekristallisation“.

K. Lücke, Aachen, besprach Fragen des atomistischen Aufbaus der Korngrenzen, Grundvorgänge bei der Rekristallisation und den Einfluß von Verunreinigungen. Während über die Kleinwinkel-Korngrenzen relativ viel bekannt ist, ist dies bei den Großwinkel-Korngrenzen nicht der Fall. Man diskutiert heute drei Modellvorstellungen des Korngrenzenaufbaus (Versetzungsmodell, Inselmodell und Korngrenze als unterkühlte Flüssigkeit). Die Tendenz zur Erniedrigung der freien Enthalpie löst die Rekristallisation an der Korngrenze aus. Wandern oder Klettern von Versetzungen in den Kleinwinkel-Korngrenzen, Diffusion von Atomen oder Fehlstellen in den Großwinkel-Korngrenzen sind die Folge.

P. Beck, Urbana, Ill. (USA) diskutierte die Bewegung von Großwinkel-Korngrenzen bei der Rekristallisation. Sie führt zu einer lokalen Umordnung. Treibende Kraft dieser Bewegung sind die Oberflächenspannung und die Grenzflächenspannung der Korngrenzen, die das normale Kornwachstum bewirken. Bei der Primärrekristallisation ist es die durch die Kaltverformung eingebrachte Energie. Fremdatome bewirken dabei eine z.T. sehr starke Abnahme der Rekristallisationsgeschwindigkeit (z. B. Tellur in Kupfer). Die Sekundärrekristallisation setzt erst ein, wenn die Wachstumshemmung einzelner Körner durch Zusammenballung unterschiedlicher Partikel aufgehoben wird. Bei unetstetiger Sekundärrekristallisation entstehen Riesenkristalle, die sog. Duplex-Struktur.

Prozesse der Keimbildung bei der Rekristallisation behandelte W. G. Burgers, Delft (Holland). Die neuen Kristalle entstehen immer dort, wo das Gefüge sehr inhomogen ist. Sie besitzen eine Vorzugsorientierung und entstehen nicht gleichzeitig.

Erholung und Polygenisation diskutierte A. Seeger, Stuttgart. Nach Untersuchungen an Edelmetallen lassen sich vier Erholungsprozesse unterscheiden, die bei verschiedenen Temperaturen ablaufen und die spezifischen Vorgängen zugeordnet werden können.

Die Texturbildung bei der Primärrekristallisation untersuchte H. P. Stüwe, Aachen. Durch Kaltverformung erhält man eine Verformungstextur. Diese ist effektiv durch drei Parameter gekennzeichnet, während die Röntgenauswertung in der Polfigur nur zwei ergeben kann. Bei der Rekristallisation kann diese Verformungstextur verloren gehen und eine sog. graue Textur entstehen; die Verformungstextur kann auch erhalten bleiben und schließlich kann sich eine vollkommen neue Rekristallisationstextur ausbilden. Eine graue Textur entsteht, wenn keine oder zu viele Orientierungsbeziehungen bestehen, so daß keine Auswahl stattfindet. Wird keine Orientierungsrichtung im Volumen geändert oder werden nur bestimmte Ebenen gedreht, so daß zwar eine lokale Änderung eintritt, insgesamt die Textur aber gleich bleibt, dann ist die Rekristallisationstextur identisch mit der Verformungstextur. Eine neue Textur kann bei der Primärrekristallisation durch eine

Wachstumsauslese der Keime, durch makroskopische (Spannungen usw.) oder mikroskopische (Umklappvorgänge usw.) Vorgänge entstehen.

Technische Aspekte der Rekristallisation besprach K. Detert, Berlin. Grundsätzlich lassen sich durch Glühen die mechanischen und physikalischen Eigenschaften von Metallen und Legierungen verändern. Die Glühprozesse werden so geführt, daß entweder keine Rekristallisation (Entspannungsglühen) eintritt oder eine Rekristallisation stattfindet. Rekristallisationsdiagramme stellen die Zusammenhänge zwischen Verformungsgrad, Temperatur und Korngröße nach einer bestimmten Glühzeit dar, geben aber keine Auskunft über die Kornwachstumsvorgänge selbst, die nach Abschluß der Primärrekristallisation einsetzen. Dabei wird die Endkorngröße wesentlich durch Einflüsse bestimmt, die das Kornwachstum hemmen. Erst nach deren Überwindung setzt die Sekundärrekristallisation ein.

F. Lihl, Wien, berichtete den Einfluß von Legierungselementen auf das Gußgefüge und das Rekristallisationsverhalten von Aluminium. Als Basismetall diente Al 99,99, das unabhängig von den Gußbedingungen immer grobkörnig dendritisch kristallisiert. Als Zusatzelemente wurden Eisen, Silicium, Titan, Chrom, Kupfer, Magnesium und Zink verwendet, die durchweg eine Kornverfeinerung ergeben. Die Korngröße ist vom Zusatzelement, von der Höhe des Zusatzes und von der Gußtemperatur abhängig. Die stärkste Wirkung, auch bei Gußtemperaturen bis 1000 °C, zeigte Titan. Bei allen anderen Zusatzelementen ließ sich ein feinkörniges Gußgefüge nur bei Gußtemperaturen erzielen, die nur wenig über der Liquidus-Temperatur lagen. Praktisch bedeutungslos ist die Kornverfeinerung bei Zusatz von Chrom, Mangan und Zink. Setzt man mehrere Elemente gleichzeitig, so ergibt sich keine additive Wirkung auf die Kornverfeinerung.

Das Rekristallisationsverhalten ändert sich in Abhängigkeit von Art und Menge der Zusätze ebenfalls. Eisen und Titan erhöhen die Rekristallisationstemperatur des Aluminiums besonders stark, während Silicium, Kupfer, Magnesium und Zink praktisch keinen Einfluß auf die Temperatur des Rekristallisationsbeginns ausüben. Die verschieden starke Rekristallisationshemmung läßt sich mit dem Gefügeaufbau erklären. Die Korngröße im rekristallisierten Zustand hängt nur von der Art und der Menge des Zusatzelementes sowie vom Verformungsgrad, nicht aber von der Gußtemperatur der Legierung ab. Wenn man vom besonderen Verhalten des Eisens absieht, ergab sich bei gleichem Verformungsgrad die gleiche Reihenfolge hinsichtlich der Wirkung der Zusatzelemente auf die Korngröße bei der Rekristallisation wie vorher auf das Gußgefüge. Titan nimmt also auch bei der Rekristallisation eine Vorrangstellung ein.

Ortsänderungen von Verunreinigungen während des Rekristallisationsvorganges untersuchte T. Millner, Budapest, autoradiographisch. An Kupfer-Proben, die 0,01 %  $^{110}\text{Ag}$  enthielten, wurde festgestellt, daß sich im Gußkörper diese im festen Kupfer

lösliche Silber-Menge vorwiegend an den Dendritgrenzen (Subgrenzen) und kaum an den Kristallgrenzen anreichert. Nach 8 h Glühen bei 1000 °C ist eine homogene Silber-Verteilung entstanden. Eine 92-proz. Verwulstung des unbehandelten Gußkörpers hat keinen Einfluß auf die Silber-Verteilung. Nach der Rekristallisation ist das Silber wiederum homogen verteilt. Auch in gegossenen Zinn-Proben, die mit  $^{198}\text{Au}$  versetzt waren, zeigte sich sowohl eine Anreicherung in den Dendritgrenzen als auch in den Kristallgrenzen. Bei Zinnproben, die 0,2 %  $^{110}\text{Ag}$  enthielten, sammelte sich das Silber vornehmlich an den Kristallitgrenzen an. Da die Löslichkeit von Silber bei Zimmertemperatur nur 0,02 % beträgt, ist in der Zinn-Probe ein unlöslicher Silber-Anteil enthalten. Ein kaltbearbeiteter Gußkörper bildete bei der Rekristallisation im Vergleich zu den alten Kristallen fünfmal größere neue Kristalle. Die Silber-Aktivität erschien dann ausschließlich an den Grenzen der neuen Kristalle. Da man auf Grund der Untersuchungen an Kupfer annehmen muß, daß der lösliche Silber-Anteil sich während der Rekristallisation gleichmäßig verteilt, muß man hier folgern, daß der unlösliche Silber-Anteil von den alten auf neue Plätze, auf die neuen Korngrenzen „verschoben“ wurde oder dorthin „wanderte“. Bei Zinn-Proben, die nur 0,02 %  $^{110}\text{Ag}$  enthielten, sammelt sich das Silber im Gußkörper sowohl an den Subgrenzen wie auch an den Kristallgrenzen an. Während einer 80-proz. Walzung bei Zimmertemperatur rekristallisiert die Probe. Es entstehen neue, etwa 30 mal kleinere Kristallite. Die Aktivität beschränkt sich an den neuen Kristallgrenzen nur auf kleine Bezirke. Es entsteht keine homogene Verteilung. Um zu entscheiden, ob diese Anhäufungen aus löslichen oder unlöslichen Silber-Anteilen bestehen, wurde die rekristallisierte Probe 60 h bei 220 °C gegläut. Wiederum sammelt sich der unlösliche Silber-Anteil im Gußkörper an den Sub- und Kristallgrenzen an, verläßt dann während des Rekristallisationsprozesses seine alten Plätze und erscheint an den neuen Korngrenzen.

C. A. Verbraak, Delft (Holland), sprach über die martensitische Keimbildung. Für die *Kurdjumow-Sachs*-Orientierung des Martensits haben *Burgers* und *Jawlon* eine Erklärung vorgeschlagen, die der mechanischen Zwillingsbildung im flächenzentrierten Gitter ähnlich ist. Zur Erklärung der *Nishiyama*-Orientierung und der von *Houdremont*, *Wilman* und kürzlich auch *Pitsch* gefundenen Orientierung ist aber das Gittermodell von *Rowland* besser geeignet. Dieses Modell war der Ausgangspunkt einer neuen Deutung einiger Rekristallisationstexturen, da die Keime durch Neuaufbau des Gitters mittels eines martensit-ähnlichen Umklappvorganges gebildet werden. Eine experimentelle Prüfung an Kupfer ergab Hinweise, daß die Keime der Würfellage durch Rückbildung von Zwillingen der  $[112] \langle 111 \rangle$  Walztextur entstehen. Dem Versetzungsmodell dieser Transformation liegt eine Reaktion zwischen zwei  $\langle 112 \rangle$  Halbversetzungen und einer Zwillingsgrenze zugrunde.

J. Grewen, Clausthal, berichtete über Rekristallisation und  $\gamma$ - $\alpha$ -Umwandlung bei irreversiblen Nicleisen. An Drähten einer irreversiblen Eisen-Nickel-Legierung mit 30 % Ni, die im  $\alpha$ -Zustand und nach Umwandlung in den  $\alpha$ -Zustand kaltverformt worden waren, wurde das Verhalten bei der zu Rekristallisation bzw. Rückumwandlung führenden Erhitzung verfolgt. Die Textur der Drähte ergab, daß sich die nach der 12-fachen Lagenmännigfaltigkeit zu erwartenden Orientierungen bei der Rückumwandlung nicht einstellen. Daraus läßt sich schließen, daß die  $\alpha$ - $\gamma$ -Rückumwandlung nicht martensitisch, sondern über Keimbildung und Kornwachstum abläuft. Bei den kaltverformten Drähten ist die Rekristallisation der auch für die Umwandlung maßgebende Vorgang. Diese setzt ab 400 °C ein und vollzieht sich unter gleichzeitiger Umwandlung, wobei eine  $\langle 111 \rangle$ -Fasertextur bevorzugt wird. Dieser Vorgang bleibt aus, wenn die Rekristallisation im  $\gamma$ -Zustand ohne Umwandlung abläuft. Die Fasertexturen nach  $\langle 100 \rangle$  und  $\langle 111 \rangle$  bleiben hier zu etwa gleichen Teilen erhalten.

Über sekundäre Rekristallisation in metallischen Doppel- und Mehrfachschichten referierte H. G. Baer, Hanau. Unter den treibenden Kräften zur sekundären Rekristallisation scheint die Oberflächenspannung eine besonders wichtige Rolle zu spielen. Werden auf eine Unterlage kleine Stücke von Metallen oder Legierungen aufgelegt und gegläut, so findet nicht nur ein örtliches Verschweißen, sondern auch ein Hindurchwachsen sekundärer Kristalle von einer Schicht zur anderen statt. Die Kombination von primär und sekundär rekristallisiertem Material gleicher Art, aber verschiedener Vorgeschichte läßt deutlich erkennen, daß das sekundäre Gefüge einen Zustand niedrigerer Energie einnimmt als primäres kristallisiertes oder kornvergrößertes Material.

E. Bode, Darmstadt, diskutierte Erholungsmessungen an spektralreinem Silber nach schwachen Verformungen. Die Konzentration der Eigenfehlstellen im Gitter ist nach plastischer Verformung erhöht. Zur Untersuchung dieses Vorganges wurden Kriechkurven gemessen. Die Probe war bis zum Verschwinden des Korngrenzenmaximums der inneren Reibung getempert. Nach stati-

sehen Verformungen in Torsion mit maximalen Dehnungsamplituden von  $1 \cdot 10^{-5}$  treten elastische Nachwirkungen auf, die nach kürzeren Anregungszeiten wieder vollständig ausheilen. Die Erholungskurven lassen sich durch  $\delta = \delta_0 \exp(-\alpha t^{1/3}) + b$  beschreiben ( $\delta$  = Dehnung,  $t$  = Zeit nach Rückkehr des Pendels von der Anregungsamplitude  $A$ ).

F. Stangler, Wien, besprach elastische und plastische Eigenschaften eines austenitischen Chrom-Nickel-Stahls (12 % Cr, 12 % Ni, Rest Fe). Bei dieser Zusammensetzung liegt der  $A_1$ -Punkt unterhalb 0 °C, so daß die Eigenschaften dieses  $\gamma$ -Eisen-Mischkristalls bei Zimmertemperatur untersucht werden können. An Einkristallen wurden der E- und G-Modul in Abhängigkeit von der Orientierung gemessen. Die elastischen Parameter  $S_{ik}$  ergeben sich zu:

$$\begin{aligned} S_{11} &= 10,0 \cdot 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{dyn} \\ S_{12} &= -4,1 \cdot 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{dyn} \\ S_{44} &= 8,1 \cdot 10^{-13} \text{ cm}^2/\text{dyn} \end{aligned}$$

und die entsprechenden Extremwerte der Module sind:

$$\begin{aligned} E[100] &= 10100 \text{ kp/mm}^2 & G[100] &= 12500 \text{ kp/mm}^2 \\ E[111] &= 30700 \text{ kp/mm}^2 & G[111] &= 4700 \text{ kp/mm}^2 \end{aligned}$$

Zur Charakterisierung des plastischen Verhaltens wurde die Translationsrichtung aus Dehnungsversuchen und die Translationsebene aus Stauchversuchen bestimmt. Es ergab sich wie bei allen kubisch flächenzentrierten Metallen eine Oktaedertranslation: Translationsebene ist eine Oktaederebene und Translationsrichtung ist eine Flächendiagonale. Die kritische Schubspannung liegt bei 5,15 kp/mm<sup>2</sup>. Die Verfestigungskurve weist ein Gebiet von „easy glide“ auf, an das sich Gebiete stärkerer Verfestigung anschließen.

Über Substrukturen in kaltverformten und gegläuteten Mischkristallen großer Löslichkeit trug F. Erdmann-Jesnitzky, Freiberg (Sa.), vor. Für kaltverformtes  $\alpha$ -Messing traten nach Anlaßglühungen charakteristische Entfestigungsanomalien. Das Spannungs-korrosionsverhalten von Kupfer-Zink-Legierungen im  $\alpha$ -Messing-Bereich läßt sich durch Silicium und Silicium mit Spuren Zinn verbessern.

E. Hornbogen, Monroeville, USA, berichtete über die diskontinuierliche Entmischung von  $\alpha$ -Eisen-Mischkristallen. Voraussetzung für eine diskontinuierliche Entmischung ist die gleiche Gitterstruktur des Legierungselements, ein größerer Atomradius als  $\alpha$ -Eisen und eine hohe Übersättigungsmöglichkeit im  $\alpha$ -Eisen. Dies trifft für Wolfram und Molybdän zu. Unter 500 °C bilden sich W- und Mo-reiche Zonen, die soweit wachsen, daß schließlich zwei kubisch raumzentrierte Gitter vorhanden sind. Dabei entstehen hohe Kohärenzspannungen. Dieser Vorgang löst oberhalb 500 °C die diskontinuierliche Entmischung aus. Sie führt zu einem feinverteilten Gemisch von intermetallischer Phase und  $\alpha$ -Eisen in Gleichgewichtskonzentration. Der Teilchenabstand ist fast unabhängig von der Auslagerungstemperatur. Die Entmischung beginnt an Kleinwinkelkorngrenzen, Gleitlinien und einzelnen Versetzungen im Kristall. Großwinkelkorngrenzen spielen eine untergeordnete Rolle.

Untersuchungen zum Umwandlungsverhalten von Titan-Molybdän- und Titan-Vanadin-Legierungen ergaben nach W. Knorr, Essen, daß der Zusatz von Molybdän und Vanadin von einer bestimmten Grenzkonzentration ab beim Abschrecken aus dem  $\beta$ -Gebiet die  $\beta$ -Phase stabilisiert. Beim Anlassen dieser  $\beta$ -stabilisierten Legierungen tritt vor der Ausscheidung der  $\alpha$ -Gleichgewichtsphase die Übergangsphase  $\omega$  auf, die eine starke Aushärtung bewirkt. Die Messung der Temperaturabhängigkeit des E-Moduls von abgeschreckten Proben ergibt im Existenzbereich der  $\omega$ -Phase einen starken Anstieg des E-Moduls. Drei verschiedene Gebiete lassen sich aus dem Verlauf des E-Moduls abgrenzen: 1. die Vorstufe der  $\omega$ -Bildung; 2. die  $\omega$ -Ausscheidung; 3. die Ausscheidung der Gleichgewichtsphase. Die Vorgänge 1 und 2 laufen nach einem logarithmischen Zeitgesetz  $[w(t) \sim \log t]$ , Vorgang 3 nach einem exponentiellen Zeitgesetz  $[w(t) \sim \exp(-t/\tau)]$  ab.

Nach K. Laue, Frankfurt a. M., läßt sich mit den üblichen Verfahren der thermische Vorgang beim Strangpressen nicht eindeutig beherrschen. Während des Preßvorganges werden die Preßbedingungen durch die Steigerung der inneren und äußeren Reibung dauernd verändert. Die Wärmesteigerung bei fortschreitendem Pressen kann so weit gehen, daß das Preßgefüge zerstört wird. Den thermischen Ablauf des Strangpressens beeinflussen Faktoren wie Werkstoffart, Halbzeugform, Verpressungsgrad, Stranglänge und Austrittsgeschwindigkeit. Besonders bei warmriempfindlichen Legierungen ist es wichtig, gefährliche Temperaturerhöhungen zu verhindern und den thermischen Ablauf während des Preßvorganges zu regeln.

G. Reinacher, Hanau a. M., berichtete über Versuche zur Erweiterung des technischen Einsatzes der höchstschmelzenden Platin-Beimetalle. Abgesehen vom Preis stehen dem einerseits die Schwie-

rigkeiten ihrer Verarbeitung, vor allem der spanlosen Kalt- oder Warmverformung, andererseits ihre Neigung zur Oxydation bei höheren Temperaturen entgegen. Durch Einlegen von Zwischenglühungen kann das Tiefziehen von Rhodium und Iridium etappenweise in der Kälte vorgenommen werden. Durch Aufbringen von Schmierschichten wird dieser Verformungsvorgang wesentlich erleichtert. Ihre bessere Beständigkeit gegenüber Platin-Giften, wie Phosphor, Arsen und Silicium, ergibt sich daraus, daß die Schmelzpunktsminima der entsprechenden Zweistoffsysteme bei wesentlich höheren Temperaturen liegen als bei Platin und Palladium.

W. Hofmann, Braunschweig, berichtete über die Reibungsschweißung von Aluminium und Kupfer. Die Übertragung der Reibungsschweißung thermoplastischer Kunststoffe auf Aluminium und Kupfer brachte keinen Erfolg. Durch Anwendung kleiner Reibwege konnten dagegen Anfangserfolge erzielt werden. So ließ sich ein Rohr aus Reinaluminium mit einer Platte aus dem gleichen Werkstoff verschweißen. Bei Anpreßdrücken bis zu 12 kg/mm<sup>2</sup> und Verdrehwinkeln bis 720 °C erzielte man Festigkeiten der Verbindungen, die in einigen Fällen die Festigkeit des Grundwerkstoffs überschritten. Gute Festigkeitswerte wurden auch bei Verschweißungen von Aluminium mit Kupfer und Kupfer mit Kupfer erzielt. Die gemessenen Reibungswerte lagen zwischen 1 und 2. Eine meßbare Erwärmung der Proben konnte nicht festgestellt werden.

Eisen-Einkristallen lassen sich nach H. Hillmann, Hanau a. M., durch das Zonenschmelzverfahren erzeugen. Der Herstellung von Eisen-Einkristallen durch Ziehen aus der Schmelze oder durch Rekristallisation nach kritischer Verformung bereiten die Gitterumwandlungen des Eisens sowie seine Neigung zur Polygonisation erhebliche Schwierigkeiten. Durch Zonenschmelzen bei variierendem Temperaturgradienten und variierender Ziehgeschwindigkeit konnten Stäbe mit sektorförmigen Einkristallen bis zu 25 cm Länge erhalten werden.

B. Predel, Münster/Westf., berichtete über eine einfache Versuchsanordnung, bei der die quantitative Differential-Thermoanalyse zur genauen Bestimmung der Erstarrungs- und Umwandlungsenthalpien verwendet wird. Der mittlere Fehler ist kleiner als  $\pm 1,5\%$ .

G. Schimmel, Frankfurt a. M., entwickelte eine Apparatur, in der metallographische Schiffe im Hochvakuum ( $10^{-4}$  Torr) hergestellt werden können.

E. Macherauch, Stuttgart, berichtete über röntgenographische Gitterdehnungsmessungen von reinem Nickel während und nach elastischer und plastischer Zugverformung. Der einachsige Zugversuch ist auch bei Nickel nicht im Sinne von Heyn und Masing beschreibbar. Infolgedessen ist auch die Theorie von Greenough, die von den Heyn-Masingschen Überlegungen ausgeht, bei Nickel nicht gültig. Sowohl bei kompaktem als auch bei gesintertem Nickel nehmen die Oberflächenschichten beim Zugversuch geringere Spannungen auf, als dem mittleren Spannungswert der Gesamtprobe entspricht. Das ist offenbar einer sich ausbildenden Verfestigungsinhomogenität zwischen Kern- und Randbereich der Vielkristallprobe zuzuschreiben. Als Folge tritt nach einer Zugverformung ein Eigenspannungszustand 1. Art auf.

Den Einfluß von thermischer und mechanischer Behandlung auf den elektrischen Widerstand von Kupfer-Nickel- und Kupfer-Nickel-Zink-Legierungen untersuchte W. Schüle, Stuttgart. Kupfer-Nickel-Legierungen mit etwa 35 bis 55 % Ni zeigen in der Widerstand-Temperatur-Kurve einen Temperaturkoeffizienten, der zunächst schwach negativ und oberhalb 400 °C scheinbar positiv wird. Der Temperaturkoeffizient von Proben, die oberhalb 400 °C gegläht und abgeschreckt wurden, wird aber bis 600 °C immer negativer, um sich bei noch höheren Temperaturen nur noch wenig zu ändern. Verformt man eine solche Legierung bei Raumtemperatur, dann nimmt der Widerstand zu, und der Temperaturkoeffizient wird negativer. Durch Zulegieren von Zink zu diesen Kupfer-Nickel-Legierungen wird der negative Temperaturkoeffizient kleiner und schließlich positiv.

H. A. Schell, Nürnberg, diskutierte elektrische Eigenschaften von Halbleiter-Korngrenzen. Germanium-Bikristalle mit einem Neigungswinkel von 15 bis 30 ° wurden hergestellt und die Orientierung der Korngrenze, der Neigungswinkel der Kristalle, die Fehler der Korngrenze und die Versetzungsdichte der Kristalle bestimmt. Die Halbleiterparameter, elektrischer Widerstand und Diffusionslänge der Minderheits-Ladungsträger ändern sich an der Korngrenze stark. Quer zur Korngrenze wird der Widerstand erhöht, die Diffusionslänge erniedrigt. Diese Mittelwinkelkorngrenze in Germanium bildet einen p-leitenden Bereich von nur  $10^{-6}$  cm Breite, so daß sich npn-Halbleiterelemente mit extrem dünner p-Zwischenschicht herstellen lassen. Von den Korngrenzen-(KG)-Bauelementen wird die KG-Photozelle bereits gefertigt.

Flüssige Metalle, u. a. Aluminium, Kupfer und Silber, verdampfte B. Ilchner, Essen, im Druckbereich von  $10^{-5}$  Torr bis Atmosphärendruck. Unterhalb eines kritischen Wertes (etwa  $10^{-2}$  Torr, abhängig vom Metall) beeinflußt das Inertgas die Verdampfung nicht mehr. Bei höheren Drücken macht sich die Streuwirkung der Argon-Atome in einem ausgeprägten Abfall der Verdampfungsgeschwindigkeit bemerkbar. Dieser Abfall wird oberhalb einiger 10 Torr abgeschwächt, da der bis dahin diffusionsbestimmte Stofftransport durch Konvektion des Inertgases abgelöst wird. Diese Konvektionsvorgänge sind durch die starken Temperaturgradienten im Vakuumofen bedingt.

E. Wittig, München, bestimmte die Bildungswärmen von Aluminium-Mischkristallen mit Silber und Zink. Im System Aluminium-Zink liegt der kritische Punkt bei derselben Valenzelektronen-Konzentration wie der Knick in der Phasengrenze im System Aluminium-Silber. Beide Erscheinungen lassen sich nach Raynor durch den Einfluß der  $N(E)$ -Kurve des Aluminiums deuten. Die Bildungswärmen beider Mischkristalle sind positiv. Sie gehen bei 10 Atom-% Ag und 20 Atom-% Zn, also bei derselben Valenzelektronen-Konzentration, durch ein Maximum, das etwa bei der halben Konzentration des Knickpunktes bzw. kritischen Punktes liegt. Im Bereich des Knickpunktes bzw. kritischen Punktes zeigen die Bildungswärmen lediglich einen linearen Abfall nach negativeren Werten. Der Verlauf der freien Enthalpie ergibt sich aus dem positiven Maximum der Bildungswärme, dessen Lage offensichtlich durch die Valenzelektronen-Konzentration gegeben ist. [VB 353]

## Gaschromatographisches Symposium

8. bis 18. Juni 1960 in Edinburgh

Dieses dritte von der „Gaschromatographischen Diskussionsgruppe“ veranstaltete Symposium erreichte nicht mehr ganz das Niveau der vorhergehenden in London (1956) und Amsterdam (1958). Dies war keinesfalls die Schuld der vorzüglichen Organisation. Es scheint vielmehr, als ob die lawinenartige Entwicklung der allgemeinen Grundlagen der Gaschromatographie im letzten Jahrzehnt heute zu einem gewissen Abschluß gelangt ist. Offensichtlich treten wir nun in eine Periode des Ausbaues und der Ausweitung ein. Nichtsdestoweniger oder vielleicht gerade deshalb nehmen das allgemeine Interesse und die Verbreitung noch weiter stark zu, wie die Teilnahme von rd. 600 Personen zeigte. Es ist allerdings zu fragen, ob diese Teilnehmerzahl für ein Symposium nicht bereits zu hoch ist und eine rege Diskussion und engere Kontakte eher hemmt als fördert. Vielleicht wäre es auch zweckmäßig den Zeitraum zwischen den Symposien auf 3 Jahre auszudehnen. Leider war unter den 30 Vorträgen nur ein Beitrag aus Deutschland.

Wie zu erwarten, konzentrierte sich ein großer Teil des Interesses auf die Ionisationsdetektoren (5 Vorträge), und es hatte den Anschein, als ob es zwei Arten von Chemikern gäbe: Anhänger des Flammen- und Verfechter des Argon-Detektors. Die Standpunkte waren so verschieden, daß es nicht gelang eine gemeinsame Basis für eine Diskussion zu finden.

Enttäuschend war, daß der angekündigte Vorstoß der Gaschromatographie in das Gebiet höherer Temperaturen ausgeblieben ist. Die Theorie und Praxis hochwirksamer gepackter Säulen ist schon in Amsterdam ausführlich behandelt und im Hinblick auf analytische Trennungen zu einem gewissen Abschluß gebracht worden. Die gaschromatographische Stofftrennung im präparativen Maßstab wurde in Edinburgh weitgehend geklärt (2 Vorträge). Enttäuschend für allzu Hoffungsvolle war das Ergebnis in bezug auf die Probemengen, die in einem Arbeitsgang gewinnbar sind. Nicht weniger als sieben Vorträge befaßten sich mit Kapillarsäulen. Für alle, die noch mit den Schwierigkeiten einer reproduzierbaren Herstellung von Kapillarsäulen kämpfen, war es erfreulich zu hören, daß die Fa. Perkin Elmer begonnen hat, derartige Säulen mit garantiert 3000 theoretischen Böden pro Meter in den Handel zu bringen. Leider wurde das so wichtige Thema der Injektion kleiner Probemengen, wie sie für Kapillarsäulen notwendig sind, nicht behandelt. Daß das Interesse für neue stationäre Phasen noch immer groß ist, zeigten vier Vorträge. Das Hauptanwendungsgebiet der Gaschromatographie ist nach wie vor die Öchemie. Daneben findet sie in steigendem Maß Eingang in die Chemie der Aromastoffe und auch die Ausdehnung auf die Medizin wurde verwirklicht. Bekanntlich wird an vielen Stellen an der An-