

$$\varepsilon_{mnrt} \varepsilon^{slbt} = g_m^b g_n^l g_r^s + g_m^l g_n^s g_r^b + g_m^s g_n^b g_r^l \quad (39)$$

$$\varepsilon_{mnrt} \varepsilon^{mnlk} = 2 [g_r^k g_t^l - g_r^l g_t^k], \quad (40)$$

$$-g_m^s g_n^l g_r^b - g_m^b g_n^s g_r^l - g_m^l g_n^b g_r^s, \quad \varepsilon_{mnrt} \varepsilon^{mnrk} = -6 g_t^k. \quad (41)$$

In entsprechender Weise führen wir jetzt die Projektionen der Formeln (19), (20), (21), (22), (23), (24), (26), (28), (33), (34), (35) und (36) aus und erhalten beziehungsweise:

$$\sigma_m^{\dot{B}} \sigma_n^{\dot{B}C} = g_{mn} \gamma_{AC} \pm \frac{i}{2} \varepsilon_{mnrt} \sigma_r^{\dot{B}} \sigma_t^{\dot{B}C}, \quad (42)$$

$$\sigma_m^{\dot{B}} \sigma_n^{\dot{B}C} + \sigma_n^{\dot{B}} \sigma_m^{\dot{B}C} = 2 g_{mn} \gamma_{AC}, \quad (43)$$

$$\sigma_m^{\dot{B}} \sigma_n^{\dot{B}C} - \sigma_n^{\dot{B}} \sigma_m^{\dot{B}C} = \pm i \varepsilon_{mnrt} \sigma_r^{\dot{B}} \sigma_t^{\dot{B}C}, \quad (44)$$

$$\sigma_m^{\dot{B}} \sigma_n^{\dot{B}A} = -2 g_{mn}, \quad \sigma_m^{\dot{B}A} \sigma_n^{\dot{B}A} = -8, \quad \sigma_m^{\dot{B}} \sigma_n^{\dot{B}C} = 4 \gamma_{AC}, \quad (45-47)$$

$$6 \sigma_{\dot{D}A}^k = \pm i \varepsilon^{kmnl} \sigma_{l\dot{D}}^C \sigma_n^{\dot{B}} \sigma_m^{\dot{B}A}, \quad \sigma_{\dot{D}C}^s \sigma_{s\dot{B}A} = 2 \gamma_{\dot{D}B} \gamma_{AC}, \quad (48-49)$$

$$\sigma_{r\dot{B}C} (\sigma_i^{\dot{B}} \sigma_j^{\dot{B}C} + \sigma_j^{\dot{B}} \sigma_i^{\dot{B}C}) = -2 (\sigma_{j\dot{D}A} g_{ir} + \sigma_{i\dot{D}A} g_{jr} - \sigma_{r\dot{D}A} g_{ij}), \quad (50)$$

$$\sigma_n^{\dot{B}} \sigma_{r\dot{B}C} \sigma_{s\dot{D}}^C = g_{ns} \sigma_{r\dot{D}A} - g_{rs} \sigma_{n\dot{D}A} - g_{nr} \sigma_{s\dot{D}A} \pm i \varepsilon_{nrst} \sigma_{\dot{D}A}, \quad (51)$$

$$\sigma_n^{\dot{B}} \sigma_{r\dot{B}C} \sigma_{s\dot{D}}^C \sigma_m^{\dot{D}} = \gamma_{FA} (g_{ns} g_{mr} - g_{rs} g_{mn} - g_{nr} g_{ms}) \quad (52)$$

$$\pm \frac{i}{2} \sigma_{\dot{B}F}^k \sigma_{\dot{B}A}^l (g_{ns} \varepsilon_{mrkt} - g_{nr} \varepsilon_{mskt} - g_{rs} \varepsilon_{mnkt}) \mp i \varepsilon_{nrst} \sigma_{\dot{D}A}^l \sigma_m^{\dot{D}} \sigma_{\dot{B}F}^k,$$

$$\sigma_n^{\dot{B}} \sigma_{r\dot{B}C} \sigma_{s\dot{D}}^C \sigma_m^{\dot{D}A} = 2 (g_{nr} g_{ms} + g_{rs} g_{mn} - g_{ns} g_{mr}) \mp 2 i \varepsilon_{nrsm}. \quad (53)$$

Durch Vergleich mit der bereits erwähnten Arbeit des Verf.⁴ ersieht man, daß der 4-dimensionale Formelapparat genau mit dem dort entwickelten übereinstimmt, weshalb wir unsere 5-dimensionale Axiomatik als die konsequente Verallgemeinerung der 4-dimensionalen anzusehen haben.

NOTIZEN

Sichtbarmachung von Versetzungen auf Oberflächen von Eisen-Nickel-Legierungen (50/50) durch chemisches Ätzen

Von W. D. HANNIBAL

Institut für Werkstoffe der Elektrotechnik
der Technischen Hochschule Aachen

(Z. Naturforsch. 15 a, 835—836 [1960]; eingegangen am 30. Mai 1960)

Kürzlich ist über elektrolytische Ätzverfahren zur Sichtbarmachung von Korngrenzen, Kleinwinkelkorngrenzen und Versetzungen auf elektrolytisch polierten Oberflächen berichtet worden¹. Chemische Ätzverfahren für Versetzungen auf Eisen-Nickel-Legierungen sind m. W. bisher nicht bekannt geworden. Im folgenden werden einige Beobachtungen darüber mitgeteilt, wie das Ätzverhalten auf Eisen-Nickel-Legierungen (50/50) bei einer nur chemischen Ätzung vom Eisen- und Nickelgehalt der Lösung und dem Oberflächenzustand abhängt.

Die Ätzung wird in geschlossenen Wägeschälchen bei Zimmertemperatur vorgenommen und dauert 12 bis 14 Stunden. Die Ätzlösung besteht

1. entweder aus ursprünglich reiner A2-Lösung² oder aus A2-Lösung mit so geringer Eisen- und Nickel-Ionenkonzentration, daß die Lösung nur ganz schwach gefärbt ist, oder

2. aus A2-Lösung, in der eine Fe⁺⁺- und Ni⁺⁺-Ionenkonzentration von etwa 0,05 Mol/l durch anodische Auflösung von 50/50 Fe/Ni hergestellt wird. Eine störende Fe⁺⁺⁺-Ionenkonzentration wird durch Bleche aus dem gleichen Material, die vor Benutzung der Ätzlösung einige Tage bei Raumtemperatur in ihr liegen bleiben, beseitigt. Spuren von Kupfer beeinträchtigen den Ätzvorgang nicht.

Die Proben werden vor dem chemischen Ätzen

a) mit A2 im Disa-Electropol³ oder mit Chromsäure-Eisessig nach MORRIS⁴ elektrolytisch poliert, oder
b) wie in a) elektrolytisch poliert und dann im gereinigten H₂ bei irgendeiner Temperatur zwischen

¹ W. D. HANNIBAL, Acta Met. 7, 697 [1959].

² Ein Elektrolyt, der von der Firma P. F. Dujardin u. Co., Düsseldorf, geliefert wird.

³ Gebaut nach KNUTH-WINTERFELDT von H. STRUERS, Kopenhagen.

⁴ C. E. MORRIS, Metal Progr. 56, 696 [1949].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

220 °C und etwa 1000 °C eine Stunde lang gegläht und langsam abgekühlt.

Zur Wirkung der beiden Ätzlösungen auf die so vorbehandelten Oberflächen kann folgendes gesagt werden:

1 a) und 1 b): Auf (100)-Flächen kommen Versetzungen schwach heraus, ebenfalls auf Flächen mit kleinen Abweichungen von dieser Lage. Auf Flächen mit stark von (100) abweichender Orientierung auf 50/50 Fe/Ni mit sonst vorwiegender Würfeltextur oder mit regelloser Orientierung⁵ sind bei kürzerer Ätzzeit zum Teil ebenfalls Versetzungen zu sehen, falls sie in Gleitlinien angeordnet sind. Größtenteils ist aber die Kornflächenätzung auf diesen Kristalliten stärker als die Versetzungsätzung, während auf (100) noch letztere überwiegt.

2 a): Es kommt nur zur Ausbildung von kristallographisch orientierten Ätzgruben, die offensichtlich nicht der vorhandenen Versetzungsdichte entsprechen. Auch Korngrenzen werden kaum sichtbar.

2 b): Auf Flächen mit der Orientierung (100) oder mit kleinen Abweichungen von dieser günstigen Lage werden Versetzungen und Kleinwinkelkorngrenzen sehr gut sichtbar, Flächen mit stark von (100) abweichender Orientierung zeigen dagegen nur erhebliche Kornflächenätzungen ohne sichtbare Spuren von Versetzungen. Die Ätzgruben der Versetzungen in den Gleitlinien ermöglichen eine Zuordnung von gleich großen, regellos verteilten Ätzgruben zu regellos verteilten Versetzungen.

In Abb. 1* ist so auf einem Korn mit Würfeltextur eine Versetzungsdichte von $10^7/\text{cm}^2$ ausgezählt worden. Abb. 2 zeigt in stärkerer Vergrößerung ein „piling up“ an einer Korngrenze. In diesem Korn der gleichen Probe wie in Abb. 1 betrug die Dichte der regellos verteilten Versetzungen etwa $5 \cdot 10^6/\text{cm}^2$. In Abb. 3 ist die Oberfläche einer Probe mit beginnender Sekundärrekristallisation zu sehen. Vor der Politur und Glühung wurde diese Probe durch leichtes Biegen plastisch verformt. Neben Körnern mit Würfeltextur befinden sich anders orientierte Kristalle, auf denen eine Kornflächenätzung stattgefunden hat.

Zu 2 a) und 2 b): Dieser bemerkenswerte Unterschied im Verhalten der Oberflächen in der gleichen Lösung tritt auch auf, wenn polierte und geglähte Proben, die sich gut ätzen lassen, nach dem Ätzen nochmals elektrolitisch poliert und ohne bzw. mit Nachglühung erneut in die Lösung gelegt werden. Es ist also anzunehmen, daß die passivierende Deckschicht auf der Polierstelle, die beim Elektropolieren entsteht, durch die Glühung in

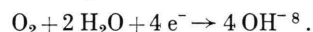
dem oben erwähnten Temperaturbereich so reduziert wird, daß die chemische Ätzung im gewünschten Sinn wirkt. Die an der Atmosphäre auf der ganzen Probe nach dem Glühen sich bildende Deckschicht⁶ beeinträchtigt den Ätzbvorgang nicht mehr, selbst bei Proben, bei denen zwischen Glühung und Ätzung ein Zeitraum von einem Jahr lag.

Wie läßt sich nun dieser Unterschied im Oberflächenverhalten deuten?

Eine Differenz der Lösungsgeschwindigkeiten von Metallatomen in Korngrenzen und Versetzungen einerseits und Metallatomen auf ungestörten Kornflächen andererseits müßte auch zur Ätzung von Versetzungen auf nur polierten Oberflächen in Lösungen mit höherer Eisen- und Nickel-Ionenkonzentration führen. Und das ist — wie schon gesagt — nicht der Fall.

Wir betrachten hierfür zwei weitere Vorgänge:

- A) die Auflösung der Oxydschicht⁷ beim chemischen Ätzen,
- B) die Bildung kathodischer Stellen durch Sauerstoff (Lokalelement):



Man darf nun für 2. bei geringer Auflösungs geschwindigkeit der Oxydschicht im Ätzbad infolge höherer Metallionenkonzentration und wenig freier Säure annehmen, daß:

a) auf den polierten Oberflächen die Reaktion B) abläuft und die unpolierten Stellen oder Störstellen an heterogenen Einschlüssen anodisch werden,

b) auf den geglähten Oberflächen die an der Atmosphäre auf der ganzen Probe erneut gebildete Deckschicht⁶ nur über den Korngrenzen und Versetzungen aufgelöst wird und nach JAENICKE⁹ anodische Bezirke an Gitterstörungen des Grundmetalls entstehen, während die Elektronen durch die elektronenleitende Deckschicht (FeO und NiO sind p-leitend, Fe_2O_3 ist n-leitend¹⁰) zum Oxydationsmittel (H^+ , O_2 , Halogene) wandern.

Dagegen ist bei 1. eine Auflösung der gesamten Oxydschicht zu erwarten. In diesem Fall werden daher mit und ohne Nachglühen nicht nur die Korngrenzen, Kleinwinkelkorngrenzen und Versetzungen angeätzt, sondern auch die übrige Kornfläche. Einzelheiten der hier als Vorbericht kurz zusammengefaßten Beobachtungen werden nach Abschluß einer Dissertation ausführlicher mitgeteilt.

⁵ Hyperm 50 T und 50 A der Firma Fried. Krupp, Widia-Fabrik, Essen.

* Abb. 1 bis 3 auf Tafel S. 836 a.

⁶ Vgl. F. TÖDT, Korrosion und Korrosionsschutz, Verlag de Gruyter, Berlin 1955, S. 142, 333.

⁷ Vgl. K. HAUFFE, Oxydation von Metallen und Metalllegierungen, Springer-Verlag, Berlin 1956, S. 364 ff. — W. SCHOTTKY, Halbleiterprobleme, Bd. 2, Verlag Vieweg, Braunschweig 1955, S. 233 ff.

⁸ Vgl. G. KORTÜM, Lehrbuch der Elektrochemie, Verlag Chemie GmbH., Weinheim 1957, S. 536. — F. TÖDT, Korrosion und Korrosionsschutz, S. 29.

⁹ W. JAENICKE, in: H. FISCHER, K. HAUFFE u. W. WIEDERHOLT, Passivierende Filme und Deckschichten, Springer-Verlag, Berlin 1956, S. 160 ff.

¹⁰ Vgl. K. HAUFFE, l. c. ⁷, S. 18, 21.

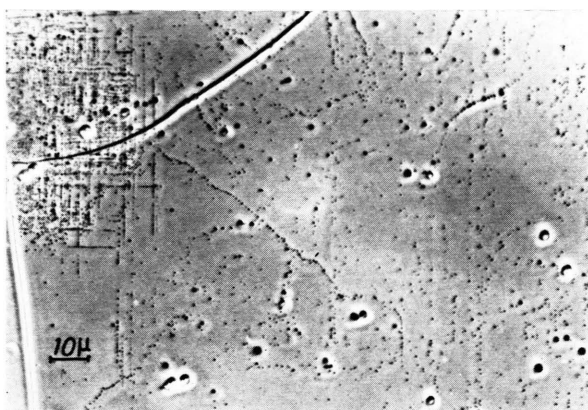


Abb. 1.

Abb. 1. 50/50 Fe—Ni-Band, 0,1 mm dick, überwiegend in Würfelform rekristallisiert. Elektrolytisch poliert mit A2 im Disa-Electropol, dann 1 Stde. bei 510 °C in H₂, anschließend 12 Stdn. in A2-Lösung mit 0,05 Mol/l Fe⁺⁺ und Ni⁺⁺ bei 20 °C chemisch geätzt. Mikroskop Ortholux, E. Leitz, Wetzlar; Auflicht-Phasenkontrast.

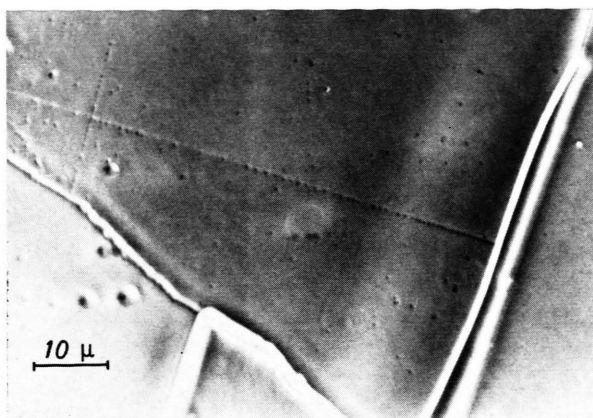


Abb. 2.

Abb. 2. Gleiche Probe wie in Abb. 1.
Abb. 3. 50/50 Fe—Ni-Band, 0,1 mm dick, Würfelform mit beginnender Sekundärrekristallisation, leicht gebogen, elektrolytisch poliert in Chromsäure-Eisessig, 1 Stde. bei 510 °C in H₂, anschließend 19 Stdn. chemisch geätzt in der gleichen Lösung wie bei Abb. 1.

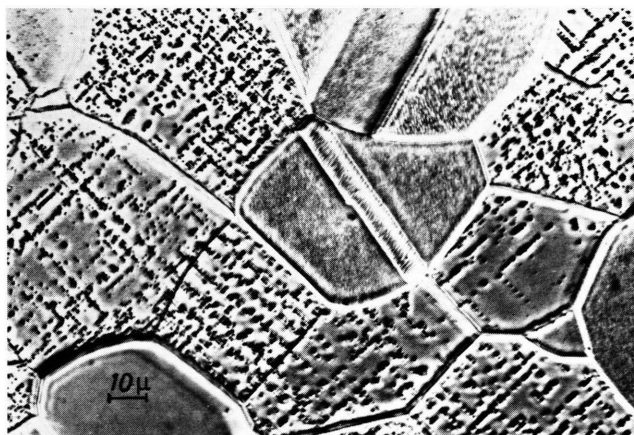


Abb. 3.

W. D. HANNIBAL, *Elektrolytische Ätzung von Versetzungen auf Siliciumeisen mit Gosstextur* (S. 837)

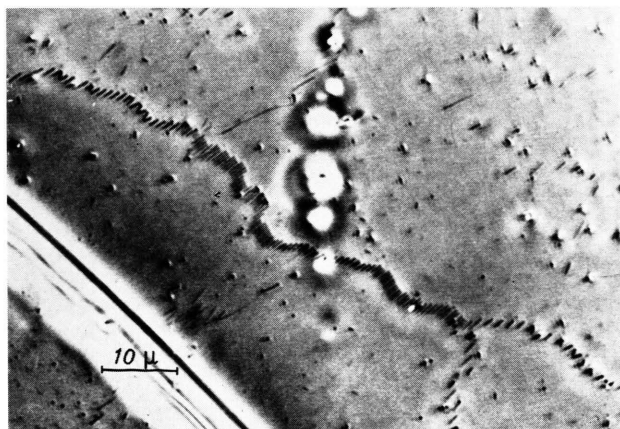


Abb. 1. Schräg zur Oberfläche verlaufende Versetzungen in einer Kleinwinkelkorngrenze auf Siliciumeisen mit Gosstextur und 0,004% C. Politur und Ätzung mit Elektrolyt B im Poliermikroskop. Ätzung: 13 Minuten mit 7 mA bei 2,7 V Klemmspannung. Mikroskop: Ortholux, E. Leitz, Wetzlar. Auflicht-Phasenkontrast. Negativmaterial: Perutz Dokumentenfilm.

