

# КРАТКИЕ СООБЩЕНИЯ — BRIEF REPORTS — KURZE MITTEILUNGEN

---

## ÜBER DAS SICHTBARMACHEN DER VERSETZUNGEN AN DEN GRENZEN DER SUBKÖRNER DER Fe—Cr- LEGIERUNGEN MITTELS BOMBARDIERUNG DURCH IONEN

Von

ALOIS MAŠÍN,

FORSCHUNGSINSTITUT FÜR VERKEHRSWESEN, PRAG, TSCHECHOSLOWAKEI

VLADIMÍR HAVEL,

FORSCHUNGSINSTITUT FÜR EISENMETALLURGIE, PRAG, TSCHECHOSLOWAKEI

(Eingegangen: 14. II. 1958)

In der letzten Zeit wurde bewiesen, dass zwischen der Verteilung der Ätzfiguren auf der Oberfläche der Metall- oder Ionen-Kristalle, die noch deformiert sind, und den Punkten, in denen die Versetzungen an die Oberfläche treten, ein enger Zusammenhang besteht. Ein Beispiel dafür sind die Ergebnisse der Arbeiten [1—8], in denen sowohl Versetzungen an den Grenzen der Körner, Subkörner und den Gleitlinien, als auch die Art der Versetzungen festgestellt wurde.

Gegenwärtig ist einstweilen noch nicht ganz klar, unter welchen Bedingungen diese Versetzungen geätzt werden. Wie FORTY und FRANK [9] und WYON und MARCHIN [6] bei reinem Aluminium gefunden haben, treten hier Versetzungen nur in dem Fall auf, wenn an ihm Verunreinigungen heften bleiben. DASH [10] gelang es, durch Anwendung von infrarotem Licht auf Kristallen von Silizium mit Kupferbeimischung zu beweisen, dass die Ätzgrüblein an den Stellen erscheinen, wo die Versetzungen an die Kristalloberfläche hervortreten und bei denen fadenähnliche Präzipitate von Kupfer ausgeschieden wurden. Ähnlich kann man bei Legierungen von Al-Mg (3% Mg), Al-Zn (6—12% Zn) und Al-Mn (0,56% Mn) [6] Reihen von Ätzfiguren, welche den Versetzungen in den Gleitlinien entsprechen, erst nach Ältern durch Verformung feststellen. Bei reinem Kupfer und bei hochreinem Aluminium gelang es dagegen nicht, die Versetzungen anzuätzen [11,6]. Es scheint also, das Anätzen der Versetzungen durch die Anwesenheit der Verunreinigungen bei diesen Versetzungen bedingt wird.

In der vorliegenden Arbeit möchten wir das Sichtbarmachen der Versetzungen an den Grenzen der Subkörner einer gehärteten Fe-Cr Legierung mittels Bombardierung durch Ionen beschreiben. Die experimentellen Arbeiten wurden auf einer Eisenlegierung mit 24% Cr, 0,14% C, 0,65% Si, 0,04% Mn durchgeführt. Die Proben hatten die Form von Walzen mit einem Durch-

messer von 8 mm und einer Höhe von 6 mm und wurden bei einer Temperatur von 1100° C in Wasser gehärtet. Die Oberfläche der Stirnseite der Probe wurde vor dem Bombardieren durch Ionen metallographisch geschliffen und mechanisch poliert.

Das Bombardieren durch Ionen wurde in einer Vakuum-Vorrichtung durchgeführt, die aus einer Glasröhre, welche an beiden Enden eingeschliffen wurde, bestand. In den Einschliff an dem einen Ende wurde ein Messinghalter mit der Probe gelegt und in den entgegengesetzten Einschliff die Anode, welche durch eine Aluminiumfolie gebildet wurde. Der Halter, welcher die Form des Kernes des Einschliffes hatte, wurde durch zirkulierendes Wasser gekühlt, sodass die Probe während des Bombardierens ununterbrochen ge-

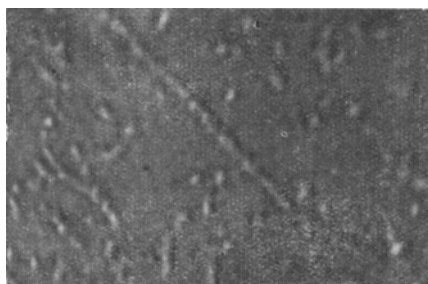


Abb. 1. Detail der angeätzten Spuren, entstanden durch Bombardierung durch Ionen (Ursprüngliche Vergrößerung 1320 ×)

kühlt wurde. Die Probe wurde in ihm derart befestigt, dass sie die Stirn des Halters um 0,15 mm überhöhte und, um das Bombardieren durch Ionen nur auf ihre Oberfläche zu konzentrieren, wurde die Stirn des Halters mit einer dünnen elektrischen Isolationsmasse bedeckt. Das Bombardieren durch Ionen wurde bei einer Spannung von 1700—1900 V Gleichstrom und einer Stromintensität von 3 mA durchgeführt. Die Ätzzeit bewegte sich zwischen 80—130 Minuten.

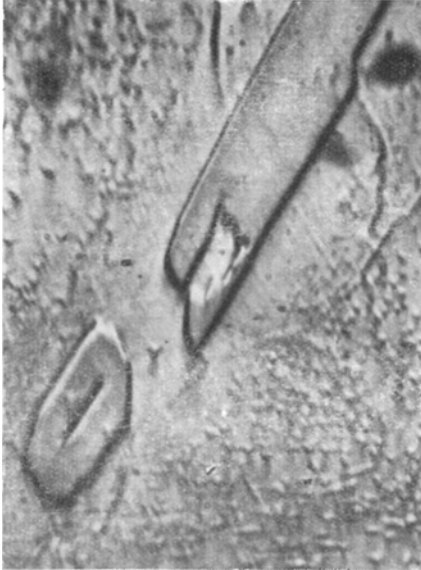
Nach einem zweistündigen Bombardieren der Oberfläche durch Ionen erschienen innerhalb der einzelnen Körner Ketten von Spuren, die an die Spuren der Versetzungen z. B. an den Grenzen der Subkörner oder an den Gleitlinien am Germanium, Siliziumeisen, Aluminium u. a. erinnern [1—8]. Ihre Ausbildungsform ist aus den Abbildungen 1 und 2 ersichtlich.

Die Ketten der Spuren umgrenzen meistens kleine Gebiete — die Subkörner innerhalb der Körner.

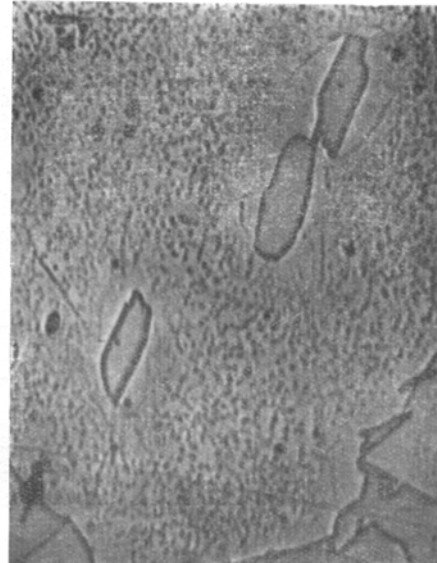
Da die Grenzen der Subkörner, wie bekannt [5], durch Versetzungen gebildet werden und da die durch Bombardierung der Ionen entstandenen Spuren mit den Spuren der Versetzungen an anderen Metallen identisch sind,

können sie auch hier den Versetzungen zusprechen, die an der Oberfläche zum Vorschein kommen.

Aus den Abbildungen 2 und 3 wird ersichtlich, dass die Versetzungen nur in den Gebieten sichtbar gemacht werden, wo keine grossen Karbidbestand-



*Abb. 2.* Umgebung von karbidischen Bestandteilen ohne sichtbargemachte Versetzungen  
(Urspr. Vergrösserung 550 ×)



*Abb. 3.* Umgebung von karbidischen Bestandteilen ohne sichtbargemachte Versetzungen  
(Urspr. Vergrösserung 250 ×)

teile ausgeschieden werden, trotzdem in der Umgebung dieser Bestandteile auch Versetzungen existieren müssen.

Dieses Ergebnis folgt als selbstverständlich aus der Annahme, dass das Sichtbarmachen der Versetzungen von der Anwesenheit von Verunreinigungsatomen — in unserem Fall des Kohlenstoffes — an diesen Versetzungen abhängig ist, wie aus [6, 9, 10, 11] folgt. Wie aus dem Gleichgewichtsdiagramm der angewandten Legierung folgt, ist bei der Temperatur von 1100° C, bei der das Härten der Proben durchgeführt wurde, die Lösbarkeit des Kohlenstoffes grösser, als bei normaler Temperatur. Beim Härten wird deswegen also ein Teil des Kohlenstoffes wegen der sich verringernden Lösbarkeit in Form von Karbiden ausscheiden und der übrige Teil des Kohlenstoffes in der festen Lösung festgehalten. Das während des Härten entstehende Karbid verbraucht dabei zu seiner Bildung den Kohlenstoff der ihm umgebenden, angrenzenden Gebiete und, da die grosse Geschwindigkeit des Temperatur-

sinkens beim Härten nicht mehr erlaubt, den entstandenen Konzentrationsunterschied durch Diffusionsvorgang auszugleichen, werden diese Stellen fast ohne Kohlenstoff sein. Wenn also die Bedingung für das Sichtbarmachen der Versetzungen die Anwesenheit der Kohlenstoffatome an ihnen ist, ob im freien Zustand oder am Anfang des Ausscheidungsstadiums feiner Präzipitate, dann müssen die Versetzungen in den Kornflächen ohne grosse karbidische Teilchen, wo der Kohlenstoff — eventuell schon in der Form von submikroskopischen Karbiden — bei den Versetzungen anwesend ist, angeätzt werden, dagegen in den Gebieten um die karbidischen Teilchen herum, wo der Kohlenstoff verbraucht wurde, werden sie nicht sichtbar gemacht. Das ist in völligem Einklang mit den Abbildungen 2, 3.

Aus der Lage und dem Aussehen der Schatten einzelner Versetzungsspuren, die den Schatten grosser karbidischer Teilchen gleichen, (siehe Abbildung 2) ist ersichtlich, dass einzelne Versetzungen an die Oberfläche hervortreten — Hügelchen bilden — im Gegensatz zum Germanium, Aluminium [1, 4—6] u. a., wo durch das Ätzen Grüblein entstanden sind. Dies bezeugt, dass entweder die Anwesenheit der Kohlenstoffatome um diese Versetzungen herum die Vergrösserung des Widerstandes dieser Stellen gegen die Zerstörung bei der Bombardierung durch Ionen zur Folge hat, oder dass es sich um sehr feine Präzipitate, welche bei diesen Versetzungen ausgeschieden wurden, handelt.

Der Möglichkeit, dass Versetzungen beim Ätzen nicht Grüblein sondern Hügelchen bilden müssen, begegnen wir auch in der Arbeit von COILEY und SMITH [12], welche die Struktur der Grenzen des Stahls mit niedrigem Kohlenstoffgehalt mittels eines Elektromikroskops studierten. Sie haben dabei festgestellt, dass die Grenze durch einen ganzen Kamm gebildet wird, der aus kleinen Hügelchen besteht. Diese Hügelchen erklären sie dann als Versetzungskanten, die die Grenze bilden, zu der die Kohlenstoffatome diffundieren.

#### LITERATURVERZEICHNIS

1. F. L. VOGEL, W. G. PFANN, H. E. COREY und E. E. THOMAS, *Phys. Rev.*, **90**, 489, 1953.
2. S. AMELICKX, *Acta Met.*, **2**, 848, 1954.
3. S. AMELICKX, *Phil. Mag.*, **1**, 269, 1956.
4. G. WYON und P. LACOMBE, *Rep. Bristol. Conf. Phys. Soc.*, 187, 1955.
5. P. HIRSCH, R. HORNE und M. WHELAN, *Phil. Mag.*, **1**, 677, 1956.
6. G. WYON und J. MARCHIN, *Phil. Mag.*, **46**, 1119, 1955.
7. J. GILMAN und W. JOHNSTON, *J. of Appl. Phys.*, **27**, 1018, 1956.
8. C. G. DUNN und F. W. DANIELS, *Trans. AIME*, **191**, 147, 1951.
9. A. J. FORTY und F. C. FRANK, *J. Phys. Soc. Japan*, **10**, 656, 1955.
10. W. C. DASH, *J. of Appl. Phys.*, **27**, 1193, 1956.
11. P. A. JACQUET, *Acta Met.*, **2**, 752, 1954.
12. J. NUTTING, *Rev. Universelle des Mines*, 9. serie, **12**, 512, 1956.