

## Versammlungsberichte.

### Jahresversammlung des Iron and Steel Institute.

London, 5.—8. Mai 1927.

Vorsitzender: F. W. Harbod, London.

(Fortsetzung und Schluß.)

Dr. J. L. Haughton, Teddington: „Über die Konstitution der Eisen-Phosphorlegierungen.“

Vortr. gibt zunächst eine Übersicht über die älteren Arbeiten. Die früheren Forscher hatten aber niemals reines Eisen zur Verfügung; es war immer noch kohlenstoffhaltig. Vortragender hat seine Untersuchungen mit reinem, im Hochfrequenzofen hergestellten Eisen durchgeführt und konnte auf diese Weise kohlenstofffreie Eisenlegierungen untersuchen. Phosphor wurde in chemisch reiner Form als roter Phosphor verwendet. Die Legierungen wurden in einem Hochfrequenz-Induktionsofen hergestellt durch Zusammenschmelzen des Eisens und Phosphors in einer Stickstoffatmosphäre. Es wurden auf diese Weise Legierungen mit 0,1—30% Phosphor hergestellt. An diesen Legierungen wurden Erhitzungs- und Abkühlungskurven aufgenommen. Die Legierungen, welche mehr Phosphor enthielten, als den eutektischen Mengen entsprach, zeigten eine merkliche Unterkühlung. Die Legierungen wurden einer magnetischen Untersuchung unterworfen, außerdem wurden sie bei verschiedenen Temperaturen erhitzt. Für Temperaturen unterhalb 1100° wurde ein Haughton-Hanson-Thermostat verwendet. Die Legierungen wurden immer im Vakuum erhitzt mit Ausnahme der Fälle, wo ein sehr hoher Phosphorgehalt einen Verlust an Phosphor bedingt hätte. Diese Legierungen wurden in Stickstoffatmosphären erhitzt. Für tiefere Temperaturen wurde die Wärmebehandlung in einem Kohlenstoffringofen durchgeführt in Stickstoffatmosphäre. Bei Legierungen mit geringen Mengen von Fe<sub>3</sub>P erwies sich Ferrichlorid-Kupferchlorid-Lösung als Ätzmittel geeignet. Im allgemeinen ließen sich die Legierungen, welche kein Fe<sub>3</sub>P enthielten, am besten elektrolytisch mit verdünnter Salzsäure ätzen. Legierungen mit Fe<sub>3</sub>P wurden elektrolytisch mit konzentriertem Königswasser geätzt. Wenn viel Fe<sub>3</sub>P in der Legierung vorhanden war, waren die Proben so spröde, daß sie leicht in der Hand zerkrümelten. Die Proben waren sehr schwer zu polieren, im Falle sehr hoher Porosität mußten die Poren mit Wachs ausgefüllt werden. Die Löslichkeit des Phosphors in festem Eisen wurde bestimmt, indem man die Proben 24 Stunden auf 1000° erhitzte, dann langsam auf die gewünschte Temperatur abkühlen ließ, und zwar so, daß je Stunde die Temperatur um 8° sank. Sodann wurden die Proben 25—250 Stunden geglüht. Es zeigte sich, daß das sekundäre Phosphid sich entweder längs der Kristallnadeln oder längs der Hohlräume ausscheidet. Die röntgenographischen Aufnahmen gaben gute Uebereinstimmung mit den Ergebnissen der thermischen Analyse. Für die chemische Analyse der Legierungen fand B. L. M. Clark ein geeignetes Verfahren, indem er die Legierungen mit mehr als 12% Phosphor durch gelindes Erwärmen im Chlorstrom zersetzte.

Kotaro Honda und Kinnosuke Takahashi, Tokio: „Untersuchungen über die Kerbhärte von Metallen.“

Vortr. hat schon früher gezeigt, daß die gewöhnliche Art der Messungen des Durchmessers des Eindruckes bei der Härteprüfung nach Entfernung der Belastung nicht richtig ist und daß man den Durchmesser während der Einwirkung der Last messen sollte. Die Brinellhärte wird gemessen durch die Intensität des Drucks an der Berührungsfläche zwischen der Kugel und der Probe. Es war jedoch früher nicht möglich, während der Belastung die Berührungsfläche zu messen; man mußte deshalb die Probe einer Belastung unterwerfen, die hoch genug ist, um einen bleibenden Eindruck zu hinterlassen, und man mußte dann nach Entfernung der Belastung den Durchmesser des Eindrucks messeu unter der Annahme, daß keine elastische Rückwirkung stattgefunden hat. Heute verfügt man über verschiedene Instrumente, mit denen man die Tiefe des Eindrucks und damit den Durchmesser während der Belastung messen kann. Es sollte deshalb diese Art der Härteprüfung möglichst bald allgemein eingeführt werden. Die Untersuchungen wurden mit einem Brinellschen Härteprüfer durchgeführt, der mit einem Tiefenmesser ausgestattet war. Da die

während der Belastung gemessenen Brinellschen Härten eine bessere Uebereinstimmung mit anderen Härteprüfungen zeigen als die nach der Entlastung gemessenen Härten, so sollte man die Brinellsche Härte so definieren, daß die Härte gemessen wird durch das Verhältnis der angewandten Belastung zu der Oberfläche des Eindrucks während der Belastung. Schon früher konnte gezeigt werden, daß die Härte eines Metalls in der Umgebung der Druckstelle mit der Zunahme des Druckes steigt; diese Zunahme ist zurückgeführt worden auf die Härtung dieser Stelle infolge der Kaltbearbeitung während der Kompression, d. h. sie ist auf innere Spannungen zurückzuführen. Diese wachsen mit dem Maße der Kaltbearbeitung, können aber nicht grenzenlos wachsen. Die Meyer'sche Formel über die Beziehung zwischen Druck und Härte gilt nur für ein begrenztes Druckgebiet. Sie ist eine empirische Formel, die außerhalb der beobachteten Grenzen keine Gültigkeit mehr hat. Infolgedessen sind die Berechnungen über die maximale Härte, wie sie O'Neill durchgeführt hat, wertlos.

Tokujiro Matsushita und Kiyoshi Nagasawa, Tokio: „Die Erscheinung der Temperhärtung in Stählen.“

Die Zunahme der magnetischen Härte, die durch das Tempern verursacht wird, wurde mit „Temperhärtung“ bezeichnet. Die Erscheinung ist von Änderungen in den mechanischen Eigenschaften Härte, Zugfestigkeit, Schlagfestigkeit begleitet. Probestäbe wurden von 800° in Wasser abgeschreckt, die magnetische Härte wurde durch eine magnetometrische Methode gemessen. Hiernach wurden die Probestäbe längere Zeit in einem elektrischen Widerstandsofen auf 100—650° erhitzt. Während des Tempers der Proben wurden sie von Zeit zu Zeit aus dem Ofen genommen, und die magnetische Härte wurde gemessen. Wurde unterhalb 400° getempert, so nahm die magnetische Härte mit zunehmender Zeit ab; bei 425° nimmt die magnetische Härte zunächst ab, steigt dann langsam mit der Zeit und erreicht nach 10 Stunden ein Maximum. Wird das Tempern über das Maximum hinaus längere Zeit fortgesetzt, so nimmt in allen Fällen die magnetische Härte wieder ab. Oberhalb 550° bekommt man ein allmähliches Abfallen der magnetischen Härte. Die Kurven zeigen, daß die magnetische Härte abgeschreckter Kohlenstoffstähle zuerst abnimmt, wenn die Tempertemperatur auf etwa 400° steigt; sie nimmt dann zu bis zu einem Maximum bei etwa 500° und nimmt dann mit zunehmender Tempertemperatur allmählich ab; die Stähle werden dann der Kerbschlagprobe ausgesetzt; sowohl in Kohlenstoffstählen als in den zum Vergleich untersuchten Nickel- und Nickelchromstählen verschieben sich das Maximum der magnetischen Härte und der Knick in der Kerbschlagfestigkeit zu niedrigeren Temperaturen mit ansteigender Temperzeit. Die Stücke wurden auch auf Zugfestigkeit untersucht; es zeigte sich entsprechend den abnormalen Erscheinungen in der magnetischen Härte und bei der Kerbschlagprobe auch eine abnormale Änderung in der Zugfestigkeit. Die Brinellhärten zeigen gleichfalls den abnormalen Verlauf der magnetischen Härte. Nach Ansicht des Vortr. wird diese Temperhärtung verursacht durch die Desintegration oder Verfeinerung der Eisenkristalle, die vor dem Beginn des Kristallwachstums einsetzt. Diese Rekristallisation ist von einem Nachlassen der inneren Spannungen mit zunehmender Temperatur begleitet. Die innere Spannung wieder ist zurückzuführen auf die Bildung von Martensit während des Abschreckens. Daß trotz der Zersetzung des Martensits die Härte von abgeschrecktem Stahl nicht merklich abnimmt, ist einerseits auf die Feinheit des Tropstikorns zurückzuführen, andererseits auf die Erhaltung der inneren Spannung bis zu 500—550°. Die Temperhärtung ist auf die Verfeinerung oder Rekristallisation der Eisenkristalle zurückzuführen, die durch die inneren Spannungen begünstigt werden. In kaltbearbeiteten Stählen ist die Änderung der mechanischen und magnetischen Härte, die durch das Tempern bei verschiedenen Temperaturen auftritt, sehr ähnlich den Erscheinungen in abgeschreckten Stählen. Es ist bekannt, daß kaltbearbeitete Stähle beim Glühen eine Rekristallisation erleiden. Die Temperatur der Rekristallisation wird durch eine Reihe von Faktoren beeinflußt, so durch die chemische Zusammensetzung, die inneren Spannungen usw. Man kann aber die Rekristallisationstemperatur aus der Temperatur der magnetischen Temperhärtung berechnen, und diese Methoden dürften für die physikalische Metallurgie von größter Bedeutung werden.

Prof. J. Seigle, Nancy: „Die technischen und die wirtschaftlichen Bedingungen der Schwermetallindustrie in Ostfrankreich unter besonderer Berücksichtigung der Ausnutzung der Gase.“

Nach dem Kriege sind die drei Eisenlager bei Longwy, Briey und Nancy sowie die Lager westlich von Metz und Thionville an Frankreich gefallen. Im Gebiet von Longwy sind jetzt acht, im Gebiet von Briey drei, im Gebiet von Nancy sechs und im Moselgebiet acht Eisenwerke im Betrieb. Im Jahre 1926 wurden in den genannten Gebieten 81,5% Roheisen und 71,5% Stahl der Gesamtproduktion Frankreichs erzeugt. Eine Statistik über den Kokerverbrauch besteht nur für das Moselgebiet. Dort sind im Jahre 1926 für die Erzeugung von 7726000 t Roheisen rund 9400000 t Koks verbraucht worden. Vor dem Kriege stammte der Koks aus dem Ruhrgebiet. Nach dem Kriege wurde das Kokspproblem überaus schwierig. Die Kohle aus dem Saargebiet lieferte einen Koks, der nur für kleine Hochöfen verwendbar ist, da er zu reich an flüchtigen Bestandteilen, sehr zerbrechlich ist und den Transport schlecht verträgt. Man hat versucht, den Koks zu verbessern, indem man die feine Kohle aus dem Saardistrikt mit Kohlen aus anderen Gegenden oder mit teilweise destillierter Saarkohle mischte. Heute hat eine Reihe von Gesellschaften selbst Koksofen im Betrieb, und die Kokserzeugung an Ort und Stelle entwickelt sich rasch. Die Koksofen liefern je Kilogramm Kohle 250—330 cbm Gas von 4000—5000 WE. Etwa die Hälfte dieses Gases ist überschüssig, und die Frage der Verwendung beschäftigt die Werke sehr. Nur ein einziges Werk, Homécourt, verwendet das Gas zur Beheizung der Hochöfen. Das Koksofengas in Moyeuvre wird zum Teil für die Gasbeleuchtung des Gebiets verwandt. Andere Werke haben die Herstellung von Ammoniumsulfat aufgenommen unter Ausnutzung des in den Koksofengasen enthaltenen Wasserstoffs und unter Anwendung des katalytischen Verfahrens von Claude zur Vereinigung von Wasserstoff und Stickstoff. In dem Maße, wie technische Verbesserungen Gas für verschiedene Heizzwecke in immer größerem Maße zur Verfügung stellen, nimmt der Kohleverbrauch in Stahl- und Eisenwerken ab. Die Kohlenstaubfeuerung führt sich gleichfalls ein. Es bestehen in den genannten Gebieten insgesamt 151 Hochöfen; hiervon sind 111 im Betrieb; die kleinsten erzeugen täglich 70—75 t Roheisen. Die größten Hochöfen in Hagondange erzeugen täglich 300 bis 350 t basisches Roheisen. Vom Standpunkt der Erzlager wie auch hinsichtlich der technischen Vervollkommenung der Anlagen ist die Lage der Metallindustrie in Ostfrankreich sehr günstig. Weniger befriedigend sind die Verhältnisse der Koksversorgung. Die Schwerindustrie in Ostfrankreich hat große finanzielle Lasten zu tragen, im Gebiet der Maas und Mosel durch den Wiederaufbau der im Krieg zerstörten Werke, im Moselgebiet durch die Erwerbung der ursprünglich deutschen Betriebe und die allgemeine schlechte Lage des Metallmarktes in den Jahren 1919—1923. Diese aus der Vergangenheit übernommenen Lasten werden weniger drückend werden, wenn sich die Produktion günstig entwickelt, und deshalb ist es wünschenswert, daß unter den Nationen sich freundliche Beziehungen entwickeln.

T. Swinden und G. R. Bolsover, Sheffield: „Einige Untersuchungen an kaltgewalzten Stahlbändern.“ (Vorgetragen von Bolsover.)

Die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften an Stählen mit 0,1%, 0,34%, 0,54% und 0,7% Kohlenstoff nach verschiedenem Grad des Kaltwalzens zeigte, daß die größte Zugfestigkeit mit der Kaltbearbeitung stieg, daß aber für einen gewissen Prozentsatz der Reduktion durch Kaltbearbeitung die Zunahme der Zugfestigkeit proportional geringer war als die Kaltbearbeitung. Die Festigkeit folgte zwar ziemlich eng dem Maximum der Zugspannung, aber war proportional geringer bei zunehmendem Kohlenstoffgehalt im Stahl. Die Scherfestigkeit nahm mit der Kaltbearbeitung zu, aber in geringerem Maße als das Maximum der Zugspannung, und die Brinellsche Härteprüfung in kaltbearbeitetem Material ist nicht geeignet, einen Hinweis auf das Maximum der Zugspannung zu geben. In der Regel nimmt aber das Verhältnis zwischen diesen beiden Proben mit der Kaltbearbeitung zu. Im allgemeinen ist die Änderung der Eigenschaften in den verschiedenen Stählen gleicher Art, aber bei allen Untersuchungen zeigte sich der weiche Stahl durch die Kaltbearbeitung weniger härbar,

während ein Kohlenstoffstahl mit 0,7%, der vor dem Kaltwalzen geglüht war, viel rascher gehärtet wurde. Die von einigen Beobachtern angegebene Abnahme der Härte durch fortgesetztes Walzen konnte nicht bestätigt werden. Eine Reihe der Stähle wurde, nachdem sie etwa 33—60% heruntergewalzt waren, untersucht, nachdem sie eine Stunde lang auf verschiedene Temperaturen bis zu 700° erhitzt waren. Das Maximum der Zugspannung stieg mit zunehmender Erhitzungstemperatur in allen Stählen, mit Ausnahme des weichen Stahls, wo das Maximum der Zugspannung mit zunehmender Temperatur bis 300° C fiel. Glühen vor dem Kaltwalzen verringerte das Ansteigen der Zugspannung durch Erhitzen nach dem Walzen. Die Scherfestigkeit nahm bis ungefähr 300° zu, und zwar wurde hier der weiche Stahl in gleicher Richtung beeinflußt, nur in geringerem Maße. Die Brinellhärte stieg durch das Wiedererhitzen, aber das Verhältnis zur Maximalspannung fiel, so daß man ein höheres proportionales Ansteigen für die Brinellhärte als für die Zugspannung fand. Die Erhitzungsdauer von über einer Stunde bei 700° C zeigte einen merklichen Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften.

Seisch T amura, London: „Pseudozwillingskristalle im Ferrit und die Löslichkeit von Kohlenstoff in  $\alpha$ -Eisen.“

Wenn  $\gamma$ -Eisen und Austenit nach dem Dehnen erhitzt werden, so bilden sich leicht Zwillingskristalle. Ähnliche Kristalle sind jedoch sehr selten in  $\alpha$ -Eisen und Ferrit beobachtet worden. Dieses verschiedene Verhalten hängt möglicherweise mit den verschiedenen Atomstrukturen in diesen Phasen zusammen. Vortr. konnte in einem Stück Roheisen einen Zwillingskristall im Ferrit entdecken. Das Röntgenbild zeigte deutlich große Ferritkristalle und eine beträchtliche Menge Schlackeneinschlüsse. Kurz darauf konnte die gleiche Struktur in einem weichen Stahlrohr beobachtet werden. Ein Stück dieses Stahles wurde 18 Stunden an der Luft auf 680° erhitzt, sodann wurde die Temperatur auf 900° gesteigert und 6 Stunden bei dieser Temperatur gehalten. Das Stück erkaltete sehr langsam im Ofen. Bei der Analyse zeigte sich, daß die Zusammensetzung praktisch die gleiche geblieben war, mit Ausnahme des Kohlenstoffs, der durch Oxydation verringert war. Nach dem Atzen mit 1%iger alkoholischer Salpetersäure zeigten sich kleine Ferritkristalle und einige Perlitstellen, außerdem waren dunkelgraue Einschlüsse vorhanden und Cementit. Eine sorgfältige Untersuchung ergab das Vorhandensein sehr kleiner Zwillingskristalle im Ferrit. In der Regel sind durch Glühen erzeugte Zwillingskristalle im Metall sehr stabil. Die Bildung dieser Art Zwillingskristalle hängt eng mit der Atomstruktur des Metalls zusammen. In flächenzentrierten kubischen Kristallen, wie bei Kupfer, tritt Zwillingsbildung verhältnismäßig leicht auf; Metalle, die, wie Ferrit, körperzentriert kubisch kristallisieren, zeigen sehr selten diese Struktur. Es war deshalb nicht möglich, festzustellen, daß die im Ferrit gefundene Struktur wirklich wahre Zwillingskristalle sind. Vortr. würde sie daher zweckmäßig als Pseudozwillingskristalle bezeichnen. Vortr. untersuchte dann die Löslichkeit des Kohlenstoffs im  $\alpha$ -Eisen. Zweifellos ist die Löslichkeit von Kohlenstoff in  $\alpha$ -Eisen sehr gering, aber sicherlich nicht 0, denn sonst wäre das Wachstum der Cementitteilchen im Eisen unterhalb des Haltepunktes A<sub>1</sub> schwer darauf zurückzuführen. Unter der Annahme, daß  $\alpha$ -Eisen bei Zimmertemperatur keinen Kohlenstoff löst und daß die Lösung von Kohlenstoff in Eisen ein endothermer Vorgang ist, wird durch Temperaturerhöhung die Löslichkeit des Kohlenstoffs zunehmen. Da  $\delta$ - und  $\alpha$ -Eisen gleiche kristallinische Form haben, kann die Löslichkeit des Kohlenstoffs in  $\delta$ -Eisen bei 1486° als gleich angenommen werden mit der Löslichkeit des Kohlenstoffs in  $\alpha$ -Eisen, wenn letzteres auf diese Temperatur erhitzt wird. Man kann auf diese Weise im Diagramm die Löslichkeit des Kohlenstoffs in  $\alpha$ -Eisen beim Haltepunkt A<sub>1</sub> auffinden. Sie berechnet sich mit 0,034% Kohlenstoff und bestätigt so theoretisch die experimentell gefundenen Werte von Scott und Yamaada.

B. Yaneske, Janishedpur (Indien): „Stahlerzeugung in Indien nach dem Duplexverfahren.“

Das Duplexverfahren besteht in einer Kombination des Bessemer- und Kupolofenverfahrens. Das geschmolzene Eisen wird entsiliziert und teilweise oder vollständig entkohlt in einem sauren Bessemer-Convertor und hierauf in einem basischen Kupolofen entphosphiert. Dieses Verfahren wird

mit Erfolg in Indien angewendet. Das von der Indischen Gesellschaft benutzte Verfahren lehnt sich sehr an das amerikanische an. Für die Verarbeitung im Duplexofen eignet sich am besten Roheisen mit 0,9—1,2% Silicium und etwa 0,7 bis 0,8% Mangan, der Phosphorgehalt soll 0,045% nicht überschreiten. Ferromangan wird aus indischen Manganerzen in einem der Hochöfen erzeugt. Beim Duplexverfahren kommt das geschmolzene Eisen aus dem Hochofen bei der Temperatur von etwa 1350° in den Mischer und wird dort durch Koksofengas oder Steinkohlenteer heiß gehalten. Das aus dem Mischer entnommene Metall darf nicht zu heiß sein, besonders wenn der Siliciumgehalt hoch ist. Bei zu hohen Temperaturen treten Schwierigkeiten bei der Entphosphorung im basischen Kupolofen auf. Die Eisenverluste im Mischer betragen durchschnittlich  $\frac{1}{2}\%$ , das Ausbringen vom Hochofen zum Converter ist etwa 98,5%. Ist die Temperatur des Metalls aus dem Mischer nicht zu heiß, so wird der größte Teil des Siliciums und Mangans in der ersten Schmelzperiode oxydiert, und die Oxyde verbinden sich mit dem gleichzeitig erzeugten Eisenoxyd zu einem Doppelsilicat von Eisen und Mangan. Man nimmt an, daß die Oxydation der Elemente eine indirekte Reaktion ist und daß die Luft in Berührung mit dem Eisen das Oxyd  $Fe_3O_4$  bildet, welches dann durch Silicium, Mangan und Kohlenstoff zersetzt wird. Unter normalen Betriebsbedingungen wird der Kohlenstoff nicht merklich angegriffen, bevor nicht ein beträchtlicher Teil des Siliciums entfernt ist. Schwefel und Phosphor werden während des Ofenganges nicht vollständig entfernt. Durchschnittlich erhält man 91,5% des Mischermetalls wieder, 8,5% gehen durch Oxydation, Verflüchtigung und Abbrand verloren. Der hohe Phosphorgehalt des Eisens aus der Bessemer-Birne macht die folgende Raffination im basischen Kupolofen notwendig. Vortr. weist dann auf das Verfahren hin, welches in der Tata-Gesellschaft zur Erzeugung von Schienenstahl in der Duplexanlage angewandt wird. Es ist dies Verfahren einzig dastehend. Da es schwieriger ist, die Entfernung des Phosphors zu garantieren und seine Reduktion in der Asche leichter ist, wenn im Bad viel Kohlenstoff vorhanden ist, wird für die Herstellung von Schienenstahl mehr Kalkzusatz benutzt als für die Erzeugung von weichem Stahl. Die Kupolöfen haben eine gute Lebensdauer, durchschnittlich sind mit einem Ofenfutter 686 Schmelzen erreicht worden, nur geringe Reparaturen waren erforderlich. Die Stahlverluste in der Gießerei, d. h. die Differenz im Gewicht der aus dem Ofen in die Pfanne gegossenen Stahlmengen und der zu den Walzwerken gehenden Stahlblöcke beträgt durchschnittlich  $2\frac{1}{2}\%$ . Die durchschnittliche Ausbeute von Hochofenmetall zum Stahlwerk beträgt etwas über 85,5%.

Prof. Dr. Walter Rosenthal, Teddington: „*Untersuchung über Eisenlegierungen*.“

Im National Physical Laboratory in Teddington ist eine systematische Untersuchung über Eisenlegierungen im Gang. Der Zweck ist, die Legierungssysteme im höchsterreichbaren Reinheitsgrad zu untersuchen, wobei besonderes Gewicht auf die Abwesenheit von Kohlenstoff gelegt wird. Man nahm bisher an, daß gasförmige Verunreinigungen nicht im gleichen Maße wie feste Verunreinigungen zu beurteilen sind. Man fand jedoch, daß bei Chrom und seinen Legierungen Stickstoff einen sehr merklichen Einfluß ausübt. Infolgedessen mußten die Untersuchungen über die Eisen-Chrom-Legierungen neu aufgenommen werden. Es wurden Mangan, Chrom und Silicium in einem möglichst reinen Zustand hergestellt; um Trugschlüsse während der Untersuchung der Legierungen zu vermeiden, mußte man nicht nur der Frage der Atmosphäre, der die Legierungen ausgesetzt werden können, besondere Aufmerksamkeit schenken, sondern auch den feuerfesten Materialien, mit denen sie in Berührung kommen. Interessant ist die Beobachtung, daß bei Eisen-Mangan-Legierungen die Bedingungen, die es gestatten, reines Eisen oder reines Mangan ohne Störungen zu schmelzen, nicht ausreichen, um die Reinheit von Eisen-Mangan-Legierungen zu gewährleisten, die hinsichtlich der Beeinflussung durch das Ofenfutter viel empfindlicher sind als die reinen Metalle selbst.

F. A. dock, Teddington: „*Herstellung von reinem Chrom*.“

Chrom wurde durch Elektrolyse einer wässrigen Lösung mit 30% reiner Chromsäure und 1% Schwefelsäure hergestellt. Die sogenannte reine Chromsäure des Handels erwies sich infolge des hohen Sulfatgehalts als ungeeignet. Es wurden zuerst

Anoden von „Thermit“-Chrom verwendet, deren schnelle Auflösung jedoch störend war, und es wurden diese Anoden durch Bleianoden ersetzt, die von dem Elektrolyten nur in geringem Maße angegriffen werden. Es sind drei Verfahren entwickelt worden, alle unter Verwendung von Bleianoden und Chromsäurelösungen mit geringem Zusatz von Schwefelsäure: 1. Bleianode, poröse Zelle, Zinnkathode, 2. Bleianode, quadratische Stahlkathoden, und 3. Bleianoden und rotierende Stahlrohrkathoden. Die nach diesem Verfahren hergestellten Chromproben unterschieden sich sehr im Aussehen und zum Teil auch in Reinheit. Alle Niederschläge enthielten jedoch Wasserstoff und Sauerstoff. Der Wasserstoff scheint während der normalen Vakuumsschmelze in Freiheit gesetzt zu werden. Der Sauerstoff, der in der Chromkathode in einer Form enthalten ist, der bei Lösung in Säure keinen Rückstand hinterläßt, ändert sich beim Erhitzen im Vakuum und bildet dann das unlösliche Oxyd  $Cr_2O_3$ . Dieses kann entfernt werden, indem man die feste Chromkathode in einem Wasserstoffstrom bei hoher Temperatur erhitzt (1500—1600). Die große Härte des elektrisch niedergeschlagenen Chroms wird offenbar durch den Wasserstoffgehalt bedingt, durch die kristallinische Form und vielleicht auch durch den Sauerstoff. Geschmolzenes oder bei hohen Temperaturen geglühtes Chrom von hoher Reinheit zeigt diese große Härte nicht. Der Schmelzpunkt des Chroms liegt beträchtlich über dem des Eisens, aber eine genaue Bestimmung konnte nicht durchgeführt werden wegen der Schwierigkeiten, das Metall während der Durchführung der Bestimmung in diesem Reinheitszustand zu erhalten. Die spektroskopischen Untersuchungen zeigten keine Verunreinigungen in dem elektrisch niedergeschlagenen Metall.

Dr. Marie S. V. Gayler, Teddington: „*Herstellung von reinem Mangan*.“

Mangan vom Reinheitsgrad 99,3% wurde hergestellt durch Reduktion des Oxyds mit Aluminium. Mangan mit weniger als 0,01% Verunreinigung kann man durch das sehr einfache Destillationsverfahren darstellen unter Anwendung eines Hochfrequenz-Induktionsofens; das Mangan destilliert bei einer Temperatur unmittelbar unterhalb seines Schmelzpunktes bei einem Druck von 1—2 mm. Das so erhaltene Metall ist silbergrau und sehr spröde. Beim Schmelzen im Vakuum bildet sich ein Block mit reichlichen Sprüngen. Das Springen ist mit den Umwandlungerscheinungen verbunden. Das Metall schneidet Glas. An der Luft ändert es sich nicht. Der Schmelzpunkt des Mangans ist in einer Stickstoffatmosphäre bestimmt worden. Es wurden unterhalb des Schmelzpunktes vier kritische Punkte festgestellt. Schmelzpunkt  $1244^\circ \pm 3^\circ$ , 1. Umwandlungspunkt  $1191^\circ \pm 3^\circ$ , 2. Umwandlungspunkt  $1024^\circ \pm 2^\circ$ , 3. Umwandlungspunkt  $742^\circ \pm 1^\circ$ , 4. Umwandlungspunkt  $682^\circ \pm 1^\circ$ . Die mikroskopische Untersuchung zeigt, daß die dritte Umwandlung mit einer Änderung der Kristallstruktur verbunden ist, während eine derartige Änderung beim vierten Umwandlungspunkt nicht beobachtet wurde. Diese Umwandlungen sind von einer merklichen Volumenänderung begleitet. Die Umwandlungspunkte 1 und 2 sind noch nicht näher untersucht worden. Es zeigte sich, daß Zusätze von kleinen Verunreinigungen das Mangan sehr beeinflussen. Das reinstes Thermit-Mangan mit 0,7% Verunreinigungen ist weniger spröde. Anwesenheit von Verunreinigungen scheint den Schmelzpunkt des Mangans und die Umwandlungspunkte zu erhöhen, was auch nach dem Eisen-Mangan-Diagramm von Rümelin und Fick zu erwarten ist.

N. P. Tucker, Teddington: „*Darstellung von sehr reinem Silicium*.“

Es zeigte sich, daß im Handelssilicium mit 93—98% Silicium die Verunreinigung entweder in deutlichen Nestern oder in den interkristallinen Schichten liegen. Wird derartiges Material von Säuren angegriffen, so werden die Verunreinigungen, die in der Hauptsache aus Eisen- und Aluminiumsilikaten und Siliciden des Eisens, Kalziums und Magnesiums bestehen, gelöst, und es entwickeln sich übelriechende, nicht entzündbare Siliciumhydride. Wird das reinstes Handelssilicium gepulvert und nacheinander mit Königswasser, Flüssäure und Schwefelsäure und endlich Salzsäure behandelt, so erhält man unter günstigen Bedingungen ein Metall mit 99,94% Silicium. Dieses Material zeigt nach dem Umschmelzen in einem Silikatiegel eine Mikrostruktur, die die hohe Reinheit des Produktes bestätigt.