

# „Gonio-Microscope“ and Some Applications

## Ein Gonio-Mikroskop und einige Anwendungen

TADAMI TAOKA\*, TAKASHI TAMETO\*\*, KAZUO OGASA\*\*, EI-ICHI FURUBAYASHI\*\*\*, SHIN TAKEUCHI\*\*\*, JUN IMAMURA\* and HIROSHI HAYAKAWA\*

(\* Tokyo Research Institute, Yawata Iron and Steel Co. Ltd., Ida, Kawasaki-shi, Japan;

\*\* Union Optical Co. Ltd., Shimura, Itabashi-ku, Tokyo;

\*\*\* National Research Institute for Metals, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo)

### Introduction

A new instrument, the Gonio-Microscope, was developed which permits accurate measurement of normals to plane surfaces with an area as small as  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  <sup>1) 2)</sup>. A special feature of this instrument is that the position and shape of the plane, the normal to which is being measured, can be observed continuously while the measurement is being made. In the original model, accurate measurement of normals to planes could not be carried out without a loss of the resolution in the image. The original model has been modified so as to improve the resolution and contrast of image without reducing the accuracy of measurement.

In the determination of orientation of crystal grains by using this instrument, normals to facets composing etch pits are measured as the direction at which the maximum reflection of light is given. The accuracy of determination of the grain orientation is limited by the flatness of the facets parallel to low index crystallographic planes. To develop sharp etch pits, a multiple etching process was applied to a variety of metals and alloys.

In this paper, the operative characteristics of the modified Gonio-Microscope and some metallurgical applications will be presented.

### Construction and operating characteristics

A general view of the modified Gonio-Microscope is shown in Fig. 1. The instrument is

<sup>1)</sup> T. TAOKA, E. FURUBAYASHI and S. TAKEUCHI, Japanese Jour. Appl. Phys. 4 (1965) 120/28

<sup>2)</sup> T. TAOKA, K. OGASA, E. FURUBAYASHI and S. TAKEUCHI, Jour. Japan Inst. Met. 30 (1966) 820/26 (in Japanese)

### Einführung

Ein neues Instrument, das Gonio-Mikroskop, ist entwickelt worden, welches genaue Messungen der Normalen zu ebenen Flächen erlaubt, deren kleinste Ausdehnung  $10 \times 10 \mu\text{m}^2$  <sup>1) 2)</sup> betragen kann. Ein besonderer Vorteil dieses Instrumentes ist, daß die Lage und Form der Ebene, deren Normale gemessen wird, während der Messung ununterbrochen beobachtet werden kann. Mit dem ursprünglichen Modell konnten keine genauen Messungen von Ebenennormalen ausgeführt werden, ohne daß die Auflösung der Abbildung abnahm. Das ursprüngliche Modell wurde so abgeändert, daß die Auflösung und der Kontrast der Abbildung ohne Beeinträchtigung der Meßgenauigkeit verbessert wurden.

Bei der Bestimmung der Orientierung von Kristalliten mit Hilfe dieses Instrumentes werden die Normalen der erzeugten Ätzgrübchenfacetten in der Richtung gemessen, in der die maximale Reflexion des Lichtes auftritt. Die Genauigkeit bei der Bestimmung der Kristallorientierung ist durch die Ebenheit der Facetten parallel zu den niedrig indizierten kristallographischen Ebenen begrenzt. Um scharfe Ätzgrübchen zu entwickeln, wurden mehrere Ätzverfahren bei verschiedenen Metallen und Legierungen angewendet.

In diesem Bericht werden der Aufbau und die Funktionsweise des abgeänderten Gonio-Mikroskops und einige metallkundliche Anwendungen dargestellt.

### Aufbau und Funktionsweise

Bild 1 ist eine Gesamtansicht des abgeänderten Gonio-Mikroskops. Das Instrument



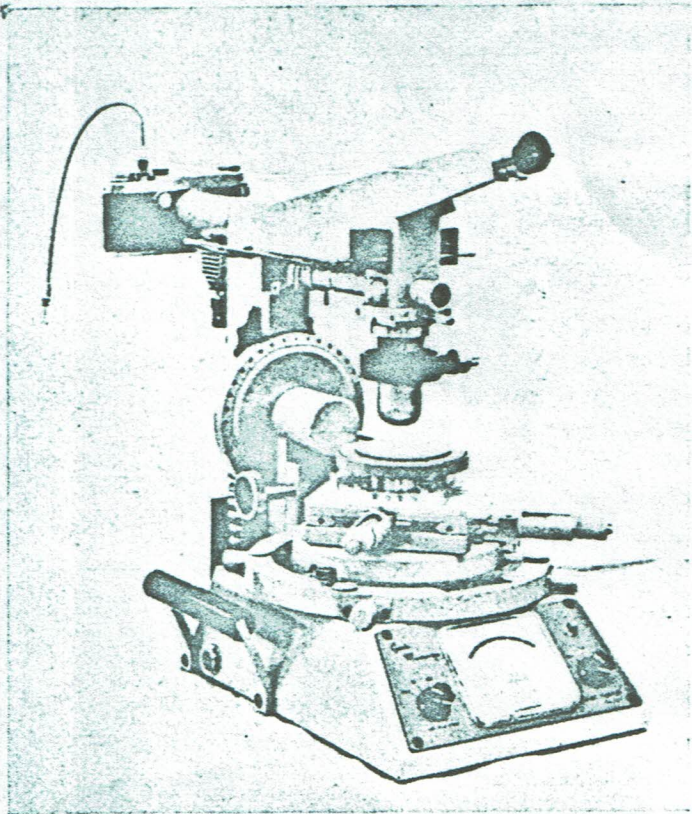


Fig. 1. General view of modified "Gonio-Microscope"  
Bild 1. Gesamtansicht des abgeänderten „Gonio-Mikroskops“

composed of two units; a rotatable specimen stage and a tilting microscope. The detailed construction is shown in the two cross-sectional views of Fig. 2; a front view in a) and a side view in b).

### Construction

The specimen stage (10) is movable in rectangular directions in the horizontal plane by means of two micrometer screws (9). The complete stage unit is also rotatable clockwise and counter-clockwise, more than 90 deg, around the vertical axis (19) fixed to the base (13). These motions are made through ball-bearing mechanism to provide smooth and drift-free operation.

The microscope arm, which includes the illuminating system and camera mechanism, can be tilted as a single unit both sides over a range of 90 deg around a tilting axis attached to a pillar (24). The latter can be moved vertically over a 30 mm range by the usual rack and pinion mechanism (25) to provide for coarse focusing of image. Fine focusing is made by vertical motion of the fine focusing stage (8) with a helicoid mechanism.

besteht aus zwei Einheiten, einem drehbaren Probenstisch und einem kippbaren Mikroskop. Bild 2 zeigt die Konstruktion im einzelnen in zwei Schnittansichten: a) Vorderansicht, b) Seitenansicht.

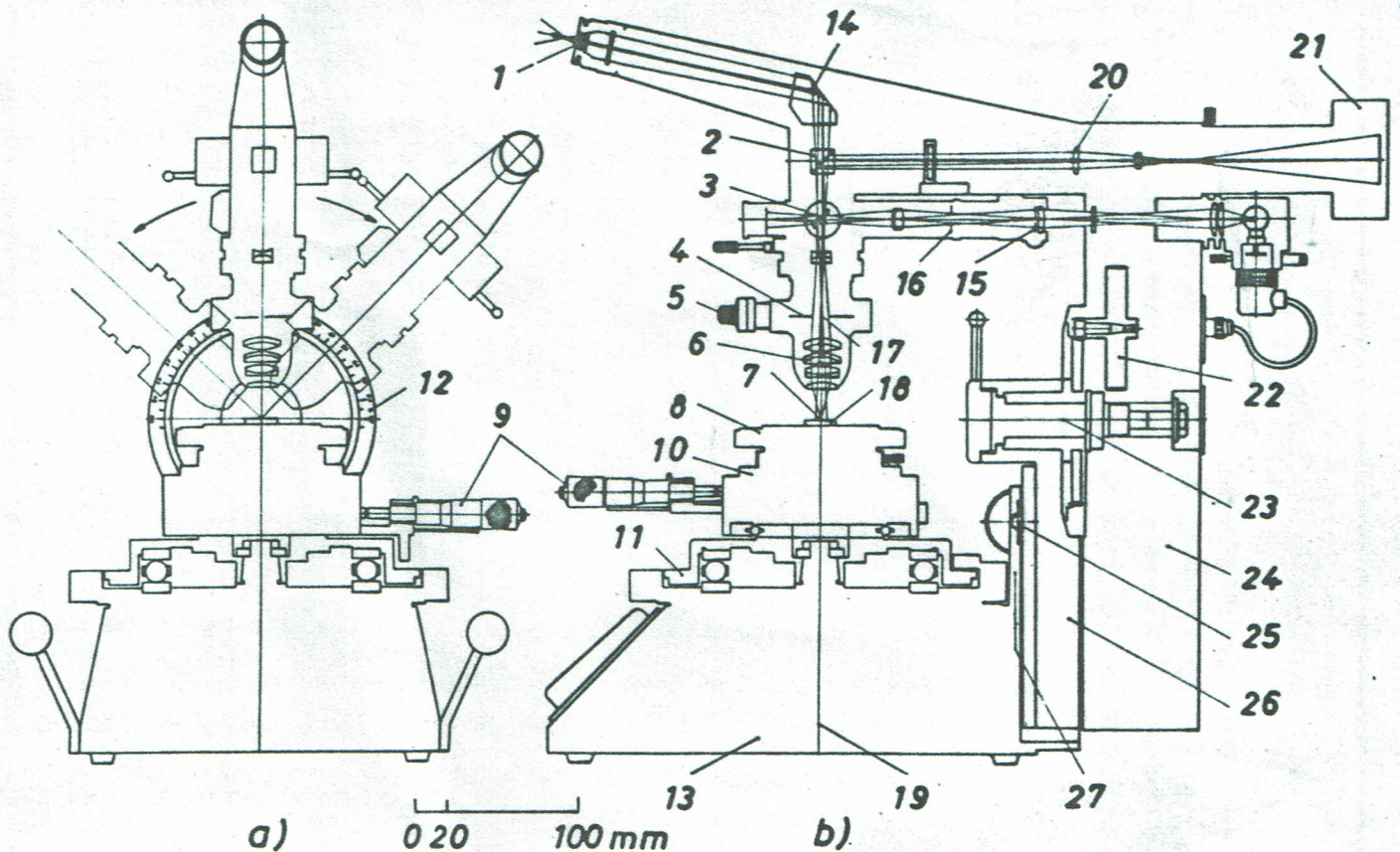
### Aufbau

Der Probenstisch (10) ist in zwei senkrecht zueinander stehenden Richtungen in der Horizontalen mit zwei Mikrometerschrauben (9) zu bewegen. Die gesamte Tischeinheit ist wiederum in Uhrzeigerrichtung und entgegen der Uhrzeigerrichtung drehbar und zwar um mehr als 90° um die vertikale Achse (19), die auf der Grundplatte (13) befestigt ist. Diese Bewegungsvorrichtungen sind mit Kugellagern ausgeführt, um einen gleichmäßigen Lauf ohne Nachgleiten zu gewährleisten.

Der Mikroskoparm, der das Beleuchtungssystem und den Kameramechanismus einschließt, kann nach beiden Seiten über einen Bereich von 90° als eine Einheit geschwenkt werden. Die Schwenkachse (23) ist an einer Säule (24) befestigt, die in einem Bereich von 30 mm senkrecht mit dem üblichen Mechanismus aus Zahnstange und Ritzel (25) bewegt wird. Dies dient zur groben Fokussierung der Abbildung. Die Feinfokussierung wird durch vertikale Bewegung des Fokussiertisches (8) mit einem Schraubmechanismus erreicht.

Der wichtigste Bestandteil ist ein Spezialobjektiv, LD 20 x, mit einer numerischen Apertur von 0.40, das einen langen Arbeitsabstand von 17,7 mm hat. Dieser Arbeitsabstand ist groß genug, um eine Drehung des Mikroskoparms über einen großen Bereich zu ermöglichen. Eine besondere Einrichtung des Objektivs ist ein Spalt (4) in der rückwärtigen Fokusebene. Der Spalt kann in jeder Richtung parallel oder senkrecht zur Kippachse (23) eingestellt werden, und seine Breite ist von 0 bis 10 mm verstellbar. Ein weiterer Spalt (15) ist im Beleuchtungssystem am konjugierten Punkt zum rückwärtigen Fokus des Objektivspaltes (4) eingebaut. Der Beleuchtungsspalt kann in Breite und Richtung dem Objektivspalt entsprechend angepaßt werden, um die Lichtstreuung an den Keilen des Objektivspaltes auszuschalten.





- |  |  |   |
|--|--|---|
| 1 eyepiece/Okular                                | 10 specimen stage/Probentisch                  | 20 photo-lens/Photolinse                  |
| 2 beam splitter/Strahlteiler                     | 11 scale of rotating angle/<br>Drehwinkelskala | 21 camera/Kamera                          |
| 3 semi-silvered mirror/halbdurchlässiger Spiegel | 12 scale of tilting angle/<br>Kippwinkelskala  | 22 tilting knob/Stellschraube für Kippung |
| 4 objective slit/Objektivspalt                   | 13 base/Grundplatte                            | 23 tilting axis/Kippachse                 |
| 5 slit micrometer/Spaltmikrometerschraube        | 14 erecting prism/Umlenkungsprisma             | 24 tilting pillar/Kippsäule               |
| 6 objective/Objektiv                             | 15 illuminator slit/Beleuchtungsspalt          | 25 rack and pinion/Zahnstange und Ritzel  |
| 7 object point "O"/Objektpunkt "O"               | 16 field diaphragm/Gesichtsfeldblende          | 26 movable pillar/bewegliche Säule        |
| 8 fine focusing stage/<br>Feinfokussiertisch     | 17 rear focus "F"/rückwärtiger Brennpunkt "F"  | 27 fixed pillar/feststehende Säule        |
| 9 stage micrometer/<br>Tischmikrometerschraube   | 18 specimen/Probe                              |   |
|  | 19 rotating axis/Drehachse                     |   |

Fig. 2. Cross sections, a) front view, b) side view  
Bild 2. Querschnitte, a) Vorderansicht, b) Seitenansicht

The key optical element consists in a special objective, LD 20 x, numerical aperture 0.40, which has a long working distance of 17.7 mm. This working distance is large enough to allow rotation of the microscope arm over the wide range. A special feature of the objective is a slit (4) located in the rear focal plane; the slit can be rotated to a direction either parallel or perpendicular to the tilting axis (23) and its width is adjustable from 0 to 10 mm. Another slit (15) is mounted in the illuminating system at the conjugate point to the rear focus of the objective slit. The illuminating slit can be adjusted in width and direction according to the objective slit (4) to eliminate the scattering light at the

Wenn die Probenoberfläche durch dieses Mikroskop mit einem schmalen Objektivspalt beobachtet wird, wird die Abbildung in der Richtung senkrecht zum Spalt unscharf. Um diesen Fehler zu verringern, sind die Keile des Objektivspaltes radial geschlitzt, wie in Bild 3 a) gezeigt wird; die Breite der festen radialen Schlitzes beträgt 0,2 mm.

Das Mikroskop und das dazugehörige Goniometer sind auf einer großen Grundplatte (13) befestigt und der Mechanismus ist so angeordnet, daß der vordere Brennpunkt (7) genau mit dem Abschnitt der Achse des Drehtisches (19) übereinstimmt und diese mit der Kippachse des Armes (23). Diese



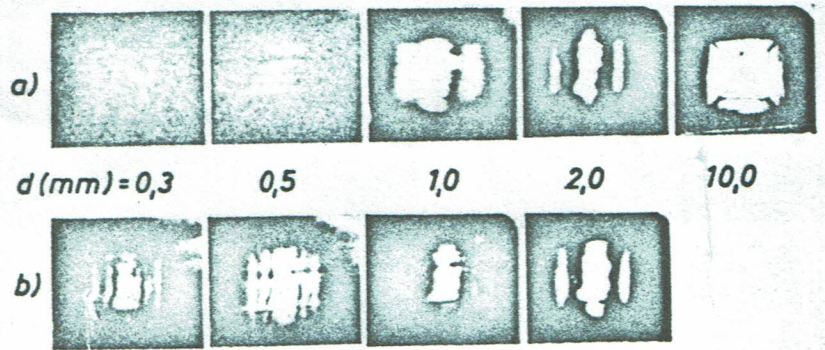
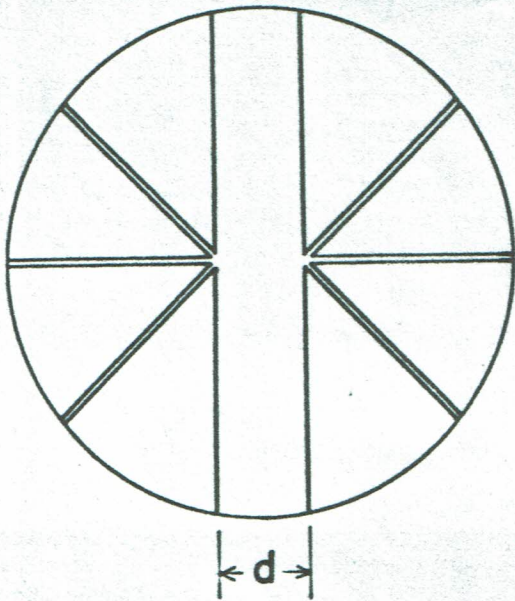


Fig. 3. Objective slit with radial slits and photographs of a facet of etch pit, a) without radial slit, b) with radial slits  
 Bild 3. Objektivspalt mit radialen Schlitten und Aufnahmen von Ätzgrübchenfacetten, a) ohne radiale Schlitten, b) mit radialen Schlitten

wedges of the objective slit. When the specimen surface is observed by this microscope with a narrow objective slit only, the image diffuses in the direction perpendicular to the slit. To reduce this failure, the wedges of the objective slit are slitted radially as shown in Fig. 3, the fixed radial slits are 0.2 mm in width.

The microscope and its associated goniometer are mounted on a large base (13) and the mechanism is arranged so that the front focusing point (7), coincides exactly with the intersection of the axis of the rotating stage (19) and that of the tilting arm (23). This relationship is maintained at all times during operation and no special adjustment is required on the part of the operator.

The method of operation is as follows:

1. First, the focusing is made after the microscope arm is set vertically and the objective slit is opened to maximum width of 10 mm, the natural aperture of this objective. A specific point to be observed is moved to the exact center of the field of view.
2. According to the usual goniometer operation, the microscope arm and the specimen stage (10) are tilted and rotated alternately to determine the orientation at which the designated plane is seen with the brightest

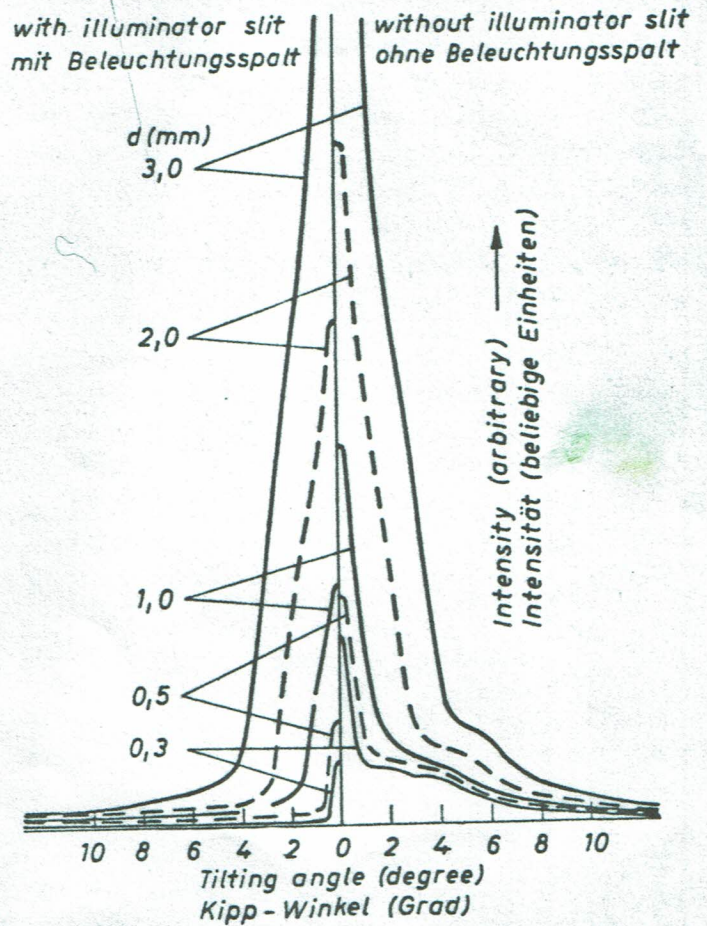


Fig. 4. Intensity distribution around normal to a plane mirror. Right hand curves are measured without illuminating slit and left hand with illuminating slit  
 Bild 4. Intensitätsverteilung um eine Normale zu einer Spiegelebene. Die Kurven der rechten Abbildungshälfte sind ohne, die der linken mit Beleuchtungsspalt gemessen



illumination. To obtain sensitive change of brightness with tilting or rotation, the width of the objective slit must be reduced after aligning the slit parallel or perpendicular to the tilting axis, respectively. In these operations, the illuminating slit (15) must be also adjusted in width and direction according to the objective slit (4).

The reading of the goniometer circles at the maximum intensity of the reflected light gives the direction of normal to the plane.

### Operating characteristics

As previously described<sup>1)</sup>, the distribution curves of light intensity reflected from a mirror plane around normal to the plane becomes sharper with decrease of the width of the objective slit. At the same time, the images become diffuse in the direction perpendicular to the objective slit with decrease of the slit width, as shown in the upper series (a) of photographs in Fig. 3. However, as shown in the lower series (b) of the photographs, this defect is reduced by using the new objective slit with the radial slits. Thus, the determination of normal to the small plane can be carried out by adjusting the slit width narrower.

The intensity curves around normal to a plane mirror were observed with the new objective slit using various widths as shown in Fig. 4, which were measured with a photomultiplier. The curves in the right hand side were observed without the illuminator slit. Each curve has a "hill" at the foot of the curves above the back ground. Since such hills did not appear on any curve observed with the original objective slit, these hill can be attributed to the light illuminating the mirror through the radial slits. When the narrower slit is used to determine the normal to a small plane, the maximum intensity will be reduced to the level of the hill, making measurement difficult.

In the curves of the left hand side observed with the illuminator slit, the level of the hill is reduced to a negligible value together with the background. Thus, by virtue of the illuminator slit and the newly-designed objective slit, this instrument has been impro-

Beziehung wird während des ganzen Arbeitsprozesses aufrechterhalten und erfordert kein Nachjustieren.

Die Arbeitsweise ist folgende:

- 1) Zuerst wird die Fokussierung eingestellt, nachdem der Mikroskoparm senkrecht und der Objektivspalt auf die größte Breite von 10 mm geöffnet ist, die natürliche Apertur dieses Objektivs. Ein Bezugspunkt wird genau in die Mitte des Blickfeldes bewegt.
- 2) In Übereinstimmung mit der üblichen Arbeitsweise eines Goniometers werden der Mikroskoparm und der Probenstisch (10) abwechselnd gekippt und rotiert, um die Orientierung zu bestimmen, in der die zu untersuchende Ebene am hellsten beleuchtet erscheint. Um die Empfindlichkeit gegenüber der Helligkeitsänderung zu steigern, muß die Breite des Objektivspaltes nach seiner Ausrichtung parallel, beziehungsweise senkrecht, zur Kippachse verringert werden. Dabei muß der Beleuchtungsspalt (15) ebenfalls in Breite und Richtung dem Objektivspalt (4) entsprechend eingestellt werden.

Das Ablesen der Goniometerkreise bei der maximalen Intensität des reflektierten Lichts gibt die Richtung der Ebenennormalen an.

### Funktionsweise

Wie schon früher beschrieben<sup>1)</sup>, werden die Verteilungskurven der reflektierten Lichtintensität, die von einer Spiegelebene um die Ebenennormale reflektiert wird, mit Verringerung der Breite des Objektivspaltes schärfer. Gleichzeitig werden die Abbildungen senkrecht zum Objektivspalt mit abnehmender Spaltbreite unscharf, wie es in der oberen Reihe (a) von Aufnahmen in Bild 3 gezeigt wird; wogegen, wie in der unteren Reihe (b) von Aufnahmen gezeigt wird, dieser Mangel bei Benutzung des neuen Objektivspaltes mit radialen Schlitzen verringert wird. Somit kann die Normale zu kleinen Flächen bestimmt werden, wenn die Spaltbreite verringert wird.

Die Intensitätskurven um die Normale zu einer Spiegelebene wurden mit dem neuen Objektivspalt bei verschiedenen Breiten beobachtet, wie in Bild 4 gezeigt wird, und mit einem Photomultiplier ausgemessen. Die



Table 1. Comparison of observed values and geometric values of angles between two facets composing each etch pit in some metals and alloys  
 Tabelle 1. Vergleich beobachteter und geometrischer Werte von Winkeln zwischen zwei Facetten, aus denen die Ätzgrübchen in einigen Metallen und Legierungen bestehen.

Metal Metall	Angle Winkel	Geo- metrical value Geo- metrischer Wert	Mea- sured value Gemes- sener Wert	Error Fehler
Fe	(100) (101)	45°	45°	0°
	(100) (110)	45°	45°	0°
	(100) (101)	45°	44°	-1°
	(101) (110)	60°	60°	0°
	(110) (101)	60°	60°	0°
3%Si-Fe	(100) (101)	45°	44°	-1°
	(100) (011)	45°	44°	-1°
	(100) (110)	45°	44°	-1°
	(101) (011)	60°	61°	+1°
	(101) (110)	60°	60°	0°
10%V-Fe	(110) (011)	60°	60°	0°
	(100) (110)	45°	46°	+1°
	(100) (101)	45°	45°	0°
	(100) (110)	45°	46°	+1°
	(100) (101)	45°	44°	-1°
	(110) (101)	60°	61°	+1°
	(101) (110)	60°	62°	+2°
Cu	(110) (101)	60°	61°	+1°
	(110) (101)	60°	61°	+1°
	(110) (101)	60°	61°	+1°
	(110) (101)	60°	61°	+1°
	(110) (101)	60°	60°	0°
Zn	(100) (110)	45°	44°	-1°
	(100) (111)	54° 44'	54°	-0° 44'
	(100) (111)	54° 44'	54°	-0° 44'
	(110) (111)	35° 16'	35°	-0° 16'
	(110) (111)	35° 16'	35°	-0° 16'
Zn	(0001) (1010)	90°	92°	+2°
	(1010) (1100)	60°	60°	0°

ved in its accuracy of determination of normal to a plane as small as a few  $\mu\text{m}$  in diameter, without missing the image during operation.

### Applications

This instrument has been applied in wide field of metallurgical and engineering studies. Some metallurgical applications will be presented, as follows.

### Grain orientation

As an example, photomicrographs of the etch pits in pure iron polycrystalline sheet are shown in Fig. 5. These pits are separately distributed within each grain and have a characteristic appearance which depends on the crystallographic orientation of each grain. The lower photographs showing three symmetrical pits were enlarged from pits in three grains the surfaces of which were

Kurven auf der rechten Hälfte der Abbildung wurden ohne Beleuchtungsspalt beobachtet. Jede Kurve zeigt ein geringes Nebenmaximum, bevor sie im Untergrund verläuft. Da dieses Nebenmaximum in keiner Kurve erschienen ist, die mit dem ursprünglichen Objektivspalt beobachtet wurde, kann dies dem Licht zugeschrieben werden, das den Spiegel durch die radialen Schlitze beleuchtet. Wenn der schmalere Spalt benutzt wird, um die Normale zu einer kleineren Fläche zu bestimmen, wird die maximale Intensität bis auf die Höhe des Nebenmaximums verringert und erschwert die Messung.

In den Kurven der linken Abbildungshälfte, die mit dem Beleuchtungsspalt beobachtet wurden, ist die Intensität des Nebenmaximums zusammen mit dem Untergrund auf einen vernachlässigbar kleinen Wert verringert worden. Das bedeutet, daß mit Hilfe des Beleuchtungsspaltes und des neuen Objektivspaltes dieses Instrument in seiner Genauigkeit bei der Bestimmung der Normalen zu einer Fläche bis hinunter zu einer Ausdehnung von wenigen  $\mu\text{m}$  im Durchmesser verbessert wurde, ohne während der Messung das Bild zu verlieren.

### Anwendungen

Dieses Instrument hat in weiten Gebieten der metallurgischen Forschung und Ingenieurspraxis Anwendung gefunden. Einige metallkundliche Anwendungen werden im Folgenden beschrieben.

### Kornorientierung

Als Beispiel werden Mikroaufnahmen von Ätzgrübchen in reinem polykristallinem Eisenblech in Bild 5 gezeigt. Diese Grübchen liegen unterschiedlich verteilt in jedem Korn vor, und ihr charakteristisches Erscheinungsbild ist von der kristallographischen Orientierung jedes Kornes abhängig. Die unteren Aufnahmen zeigen drei symmetrische Grübchen, die von drei Körnern herausvergrößert wurden, deren jeweilige Oberflächen fast parallel zu  $\{100\}$ -,  $\{110\}$ - oder  $\{111\}$ -Ebenen verlaufen. Durch einen Vergleich mit dem Polyeder in der rechten unteren Ecke, der aus sechs regelmäßigen Quadraten  $\{100\}$  und 12 Sechsecken  $\{110\}$  des kubischen



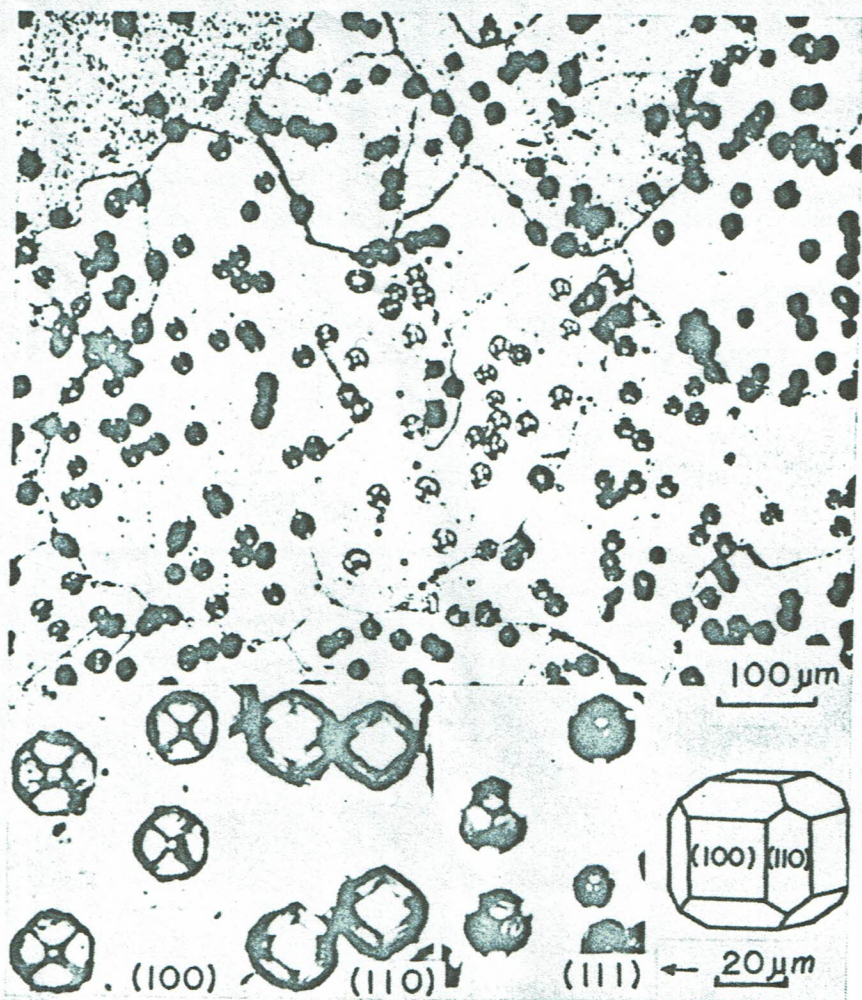


Fig. 5. Distribution of micro-etch pits in pure iron polycrystalline sheet and three symmetric pits on low index planes,  $\{100\}$ ,  $\{110\}$ , and  $\{111\}$ , together with polyhedron composed of  $\{100\}$  and  $\{110\}$  plane Bild 5. Verteilung von Mikroätzgrübchen in einem reinen, polykristallinen Eisenblech und drei symmetrische Grübchen auf niedrig indizierten Ebenen  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  und  $\{111\}$  zusammen mit einem Polyeder mit  $\{100\}$  und  $\{110\}$  Flächen

nearly parallel to  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  or  $\{111\}$  planes. In comparison with the polyhedron in the lower right corner, composed of six regular squares  $\{100\}$ , and 12 hexagons  $\{110\}$ , in the cubic system, it is found that all the pits are composed of  $\{100\}$  and  $\{110\}$  planes. The crystallographic orientation can be determined easily by measuring normals to the pit facets. The observed angles between two facets composing each pit are tabulated in Table 1 together with the measured values in other metals and alloys: 3% Si-Fe, 10% V-Fe, Cu and Zn, and are compared with the geometrically calculated values. The geometric and measured values are in good agreement, in fact within 1 deg.

The accuracy of determination of grain orientation is limited by flatness of facets or deviation from the ideal crystallographic planes. The sharp and symmetric pits shown in Fig. 5 were developed by three etching processes used successively, as follows. First, small pits separately distributed within each grain were nucleated and grown by

Systems besteht, wurde gefunden, daß alle Grübchen aus  $\{100\}$ - und  $\{110\}$ -Ebenen zusammengesetzt sind. Die kristallographische Orientierung kann leicht durch Messen der Normalen zu den Ätzgrübchenfacetten bestimmt werden. Die beobachteten Winkel zwischen den zwei Facetten, die ein Ätzgrübchen bilden, sind in Tabelle 1 zusammengefaßt, gemeinsam mit den Meßwerten von weiteren Metallen und Legierungen, wie 3 % Si-Fe, 10 % V-Fe, Cu und Zn, und sind ebenfalls geometrisch errechneten Werten gegenübergestellt. Die geometrischen und die gemessenen Werte stimmen gut überein, und zwar mit Abweichungen von weniger als einem Grad.

Die Genauigkeit bei der Bestimmung der Kornorientierung wird durch die Ebenheit der Facetten oder durch die Abweichung von idealen kristallographischen Ebenen begrenzt. Die scharfen und symmetrischen Grübchen, wie sie in Bild 5 gezeigt werden, wurden in drei Ätzvorgängen entwickelt, die nacheinander angewandt wurden:



etching for 10 to 50 sec in a solution of hydrogen peroxide of 5 to 10 cc and distilled water of 100 cc with a few drops of hydrochloric acid, etchant A. Secondly, the oxide on the surface formed during the first etching was dissolved in a solution of saturated aqueous solution of  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  of 20 cc and distilled water of 100 cc, etchant B. The pits developed by these processes were a few  $\mu\text{m}$  in size which was large enough to measure the grain orientation. However, for more accurate measurement, etch pits need to be grown to several  $\mu\text{m}$  by further etching in an aqueous solution of formic acid 25%, hydrogen peroxide 25%, and ethyl-alcohol 25% in volume, etchant C. To develop sharper etch pits, the further dissolution of the thin oxide film by etchant B has been found convenient.

The etchants, A, B and C, which were found to develop the sharp etch pits in pure iron are tabulated in Table 2, together with those for other alloys and metals, 3%Si-Fe, 10%V-Fe, Cu and Zn.

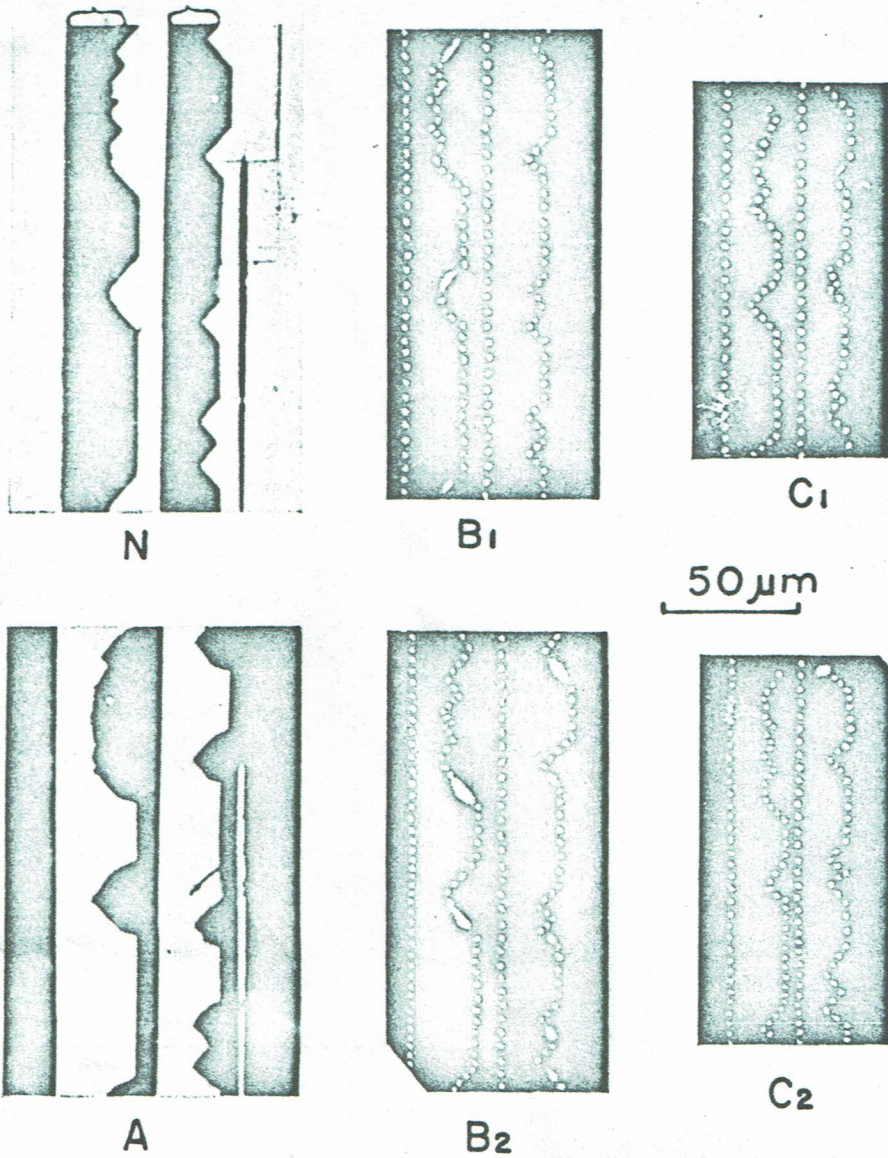
Zuerst wurden kleine Grübchen unabhängig voneinander in jedem Korn erzeugt, die während einer Ätzzeit von 10 bis 50 sec in einer Lösung von 5 bis 10 ccm Wasserstoffperoxid, 100 ccm destilliertem Wasser und wenigen Tropfen von Salzsäure weiterwuchsen: Ätzmittel A. Zweitens wurde das Oxid, das sich während des ersten Ätzvorganges auf der Oberfläche gebildet hat, in einer gesättigten Lösung von 20 ccm  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  und 100 ccm destilliertem Wasser wieder gelöst: Ätzmittel B. Die Grübchen, die durch diese Vorgänge erzeugt wurden, waren wenige  $\mu\text{m}$  groß und damit ausreichend, um die Kornorientierung zu messen. Jedoch müssen für genauere Messungen Ätzgrübchen von einigen  $\mu\text{m}$  erzeugt werden durch Ätzen in einer wäßrigen Lösung aus 25Vol.-% Ameisensäure, 25Vol.-% Wasserstoffperoxid und 25 Vol.-% Äthylalkohol: Ätzmittel C. Um schärfere Grübchen zu entwickeln, erwies sich eine weitere Auflösung des dünnen Oxidfilmes durch Ätzmittel B als nützlich.

Table 2. Etchant and etching time / Tabelle 2. Ätzmittel und Ätzzeit

Metal Metall	Etchant A / Ätzmittel A			Etchant B / Ätzmittel B			Etchant C / Ätzmittel C		
	Reagent/Reagens		Time / Zeit	Reagent / Reagens		Time / Zeit	Reagent / Reagens		Time / Zeit
Fe	HCl H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O	1 ccm 5~10 ccm 100 ccm	10~50 sec	Saturated aqueous solution of $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 20 ccm Gesättigte wäßrige Lösung von $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 20 ccm H <sub>2</sub> O 100 ccm	<50 sec	HCOOH H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH H <sub>2</sub> O	25 ccm 25 ccm 25 ccm 25 ccm	<10 sec	
3%Si-Fe	HCl H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O	0.2~2 ccm 2~4 ccm 100 ccm	10~50 sec	Saturated aqueous solution of $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 40 ccm Gesättigte wäßrige Lösung von $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 20 ccm C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH 40 ccm	<50 sec	HCOOH H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O	40 ccm 20 ccm 40 ccm	<10 sec	
10%V-Fe	HCl H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> H <sub>2</sub> O	6 ccm 60 ccm 100 ccm	5~10 sec	HCl H <sub>2</sub> O	50 ccm 50 ccm	<50 sec			
Cu	HNO <sub>3</sub> saturated with K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> 85% wäßrige Lösung von HNO <sub>3</sub> , gesättigt mit K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>		30 sec	5% aqueous solution of (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 5% wäßrige Lösung von (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>		4 min			
Zn	HCl saturated aqueous solution of CrO <sub>3</sub> 2~3 ccm gesättigte wäßrige Lösung von CrO <sub>3</sub> 2~3 ccm H <sub>2</sub> O 100 ccm	4~6 ccm 2~3 ccm 100 ccm	10 sec	HCl C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH H <sub>2</sub> O	10 ccm 10 ccm 100 ccm	10 sec			

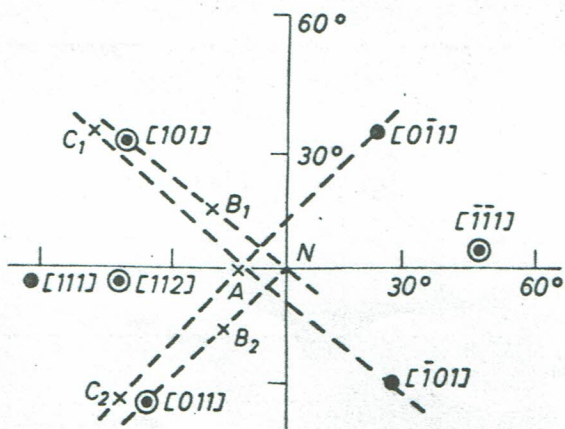


twin band Zwillingsband



a)

b)



c)

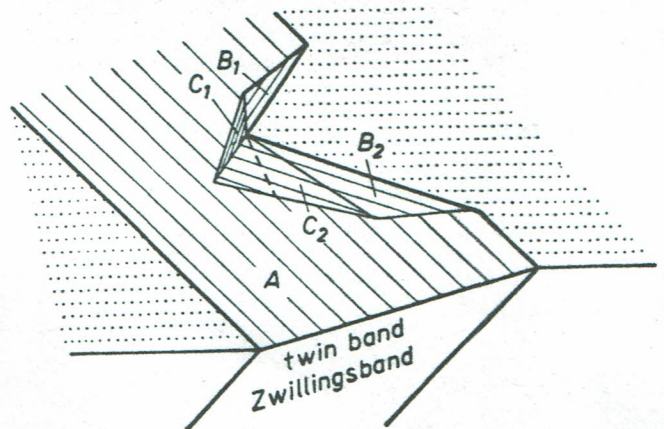


Fig. 6. Serrations along mechanical twin boundaries in 3%Si-Fe alloy, a) micrographs taken from normals to matrix surface N, twin step A, and four planes B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, b) stereographic projection of normals to planes, c) schematic representation of serration of twin

Bild 6. Abstufungen entlang mechanischer Zwillingsgrenzen in einer 3% Si-Fe Legierung, a) Mikroaufnahmen aus Normalen-Richtungen zur Matrixoberfläche, N, Zwillingsstufe, A, und vier Ebenen B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, b) stereographische Projektion von Normalen zu Ebenen, c) schematische Darstellung der Abstufung eines Zwillings



## Serration of mechanical twins

Mechanical twins in BCC metals have straight parallel boundaries, parallel to  $\{112\}$  plane, for most of their lengths. However, zig-zag serrations often appear along one or both boundaries as shown in a) of Fig. 6, and they produce steeper steps in comparison with the step of the twin band. Details of the topography of the steps have not yet been studied<sup>3)</sup>.

A single crystal sheet of 3%Si-Fe was extended in liquid nitrogen. The tensile axis of the sheet was most favourably oriented for twinning formation and the surface oriented in such a way that the twin step made the largest angle with the sheet surface observed.

Photographs N and A in Fig. 6 a) were taken with this instrument from the normal directions to the specimen surface and to the twin step respectively; the twin bands are observed as black bands in N and white bands in A. It is found that the matrix surface protrudes into the twin band in shape of a serration. The step along the serration is not so simple as has been supposed<sup>3)</sup> but is composed mainly of four sets of small planes, as seen in photographs B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, C<sub>1</sub> and C<sub>2</sub> in Figure 6a, though these planes are slightly curved.

Orientation of the crystal is presented on a stereographic projection viewed from the sheet normal in Fig. 6b in which the normal to the sheet is indicated by N, the normal of twinning plane by  $[112]$ , and the twinning direction by  $[\bar{1}\bar{1}1]$ . Normals to the four planes are also presented on the stereographic projection. Normals to the planes B<sub>1</sub> and B<sub>2</sub> are on the great circles passing through N and  $[101]$ , and N and  $[011]$ , respectively; the traces of the two planes on the matrix surface are found to be parallel to the (101) or (011) plane of the parent crystal. Consequently, the planes B<sub>1</sub> and B<sub>2</sub> are supposed to be produced by slip on (101) and (011) planes. Furthermore, normals to the planes C<sub>1</sub> and C<sub>2</sub> are on the great circles passing

Die Ätzmittel A, B und C, die zur Entwicklung scharfer Ätzgrübchen in reinem Eisen gefunden wurden, sind in Tabelle 2 aufgeführt zusammen mit solchen für andere Legierungen und Metalle wie 3% Si-Fe, 10% V-Fe, Cu und Zn.

## Abgestufter mechanischer Zwillling

Mechanische Zwillinge in kubisch raumzentrierten Metallen haben fast über ihre ganze Länge gerade, parallele Grenzen, parallel zu  $\{112\}$  Ebenen. Jedoch treten auch oft zackenförmige Abstufungen entlang einer oder beider Grenzen auf, wie in Bild 6a gezeigt wird. Sie bilden steilere Stufen als die Stufe eines Zwillingsbandes. Einzelheiten der Topographie der Stufen wurden bis jetzt noch nicht untersucht<sup>3)</sup>.

Ein einkristallines Blech aus einer 3% Si-Fe-Legierung wurde in flüssigem Stickstoff gezogen. Die Zugachse des Bleches wurde so gewählt, daß die Zwillingsbildung optimal begünstigt wurde, und die Oberfläche war so orientiert, daß die Zwillingsstufe den größten beobachteten Winkel zur Blechoberfläche aufwies.

Die Aufnahmen N und A in Bild 6 a wurden mit diesem Instrument aus den Normalen-Richtungen zur Probenoberfläche bzw. zur Zwillingsstufe aufgenommen. Die Zwillingsbänder wurden als schwarze Bänder in N bzw. als weiße Bänder in A beobachtet. Es wurde gefunden, daß die Matrixoberfläche in das Zwillingsband in Form von Abstufungen eindringt. Die Stufe entlang der Abstufung ist nicht so einfach wie angenommen worden ist<sup>3)</sup>, jedoch hauptsächlich aus 4 Arten kleiner Ebenen zusammengesetzt, wie es in den Aufnahmen B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, C<sub>1</sub> und C<sub>2</sub> in Bild 6 a zu sehen ist; allerdings sind diese Ebenen leicht gebogen.

Die Orientierung des Kristalls ist in einer stereographischen Projektion parallel zur Blech-Normalen in Bild 6 b wiedergegeben, in der die Blech-Normale mit N, die Normale zur Zwillingsebene mit  $[112]$ , und die Zwillingsrichtung mit  $[\bar{1}\bar{1}1]$  gekennzeichnet sind. Die Normalen zu diesen 4 Ebenen sind ebenfalls in der stereographischen Projektion gezeigt. Die Normalen zu den Ebenen B<sub>2</sub> und B<sub>1</sub> liegen auf den Großkreisen, die

<sup>3)</sup> R. E. REED-HILL, J. P. HIRTH and H. C. ROGERS, Deformation Twinning, Gordon and Breach Sci. Pub., New York / London (1964) 121/55



through A and  $[101]$ , and A and  $[0\bar{1}1]$  of the twinned region and the traces of the two planes on the twin step are parallel to the  $(\bar{1}01)$  and  $(0\bar{1}1)$  plane of the twinned region, respectively. Consequently, the planes  $C_1$  and  $C_2$  are supposed to be produced by slip on the  $(\bar{1}01)$  and  $(0\bar{1}1)$  planes in the twin region. Schematic representation of the shape of a serration is shown in Fig. 6c.

### Zinc oxide whisker

In general, cross sections of whiskers of metals and alloys are regular polygons, and the side surfaces are parallel to crystallographic planes with low indexes.

Zink oxide whiskers<sup>4)</sup> are straight thin hexagonal prisms of a few hundreds of  $\mu\text{m}$  in thickness. Photographs of Fig. 7a and b are the cross section and side view of the whisker. The whisker was oriented so that the longitudinal axis was parallel to the tilting axis of the instrument. Normal to three side planes were determined and plotted on a stereographic projection by crosses, x. In the same setting, the orientation of the crystal, a hexagonal closed-packed structure,

durch N und  $[101]$  bzw. N und  $[011]$  verlaufen. Es wurde gefunden, daß die Ebenen auf der Matrixoberfläche parallel zur  $(101)$ - oder  $(011)$ -Ebene des ursprünglichen Kristalls liegen. So wird angenommen, daß die Ebenen  $B_1$  und  $B_2$  durch Gleitung in der  $(101)$ - und  $(011)$ -Ebene entstanden sind. Dagegen liegen die Normalen zu den Ebenen  $C_1$  und  $C_2$  auf den Großkreisen, die durch A und  $(\bar{1}01)$  bzw. A und  $(0\bar{1}1)$  des verzwilligten Bereichs verlaufen. Die Spuren der beiden Ebenen an der Zwillingsstufe liegen parallel zur  $(\bar{1}01)$ - und  $(0\bar{1}1)$ -Ebene im verzwilligten Bereich. So wird angenommen, daß die Ebenen  $C_1$  und  $C_2$  durch Gleitung auf den  $(\bar{1}01)$ - und  $(0\bar{1}1)$ -Ebenen im Zwillingsbereich entstanden sind. Eine schematische Darstellung der Form der Abstufung wird in Bild 6c gezeigt.

### Haarkristalle aus Zinkoxid

Im allgemeinen sind Querschnitte von Haarkristallen in Metallen und Legierungen regelmäßige Vielecke und die Seitenflächen liegen parallel zu kristallographischen Ebenen mit niedrigen Indizes.

Zinkoxidhaarkristalle<sup>4)</sup> sind gerade, dünne hexagonale Prismen von nur wenigen hundert  $\mu\text{m}$  Dicke. Die Aufnahmen der Bilder 7a und b zeigen den Querschnitt und die Seitenansicht eines Haarkristalls. Der Haarkristall war so gelegt worden, daß seine Längsachse parallel zur Kippachse des Instrumentes lag. Die Normalen von drei Seitenflächen wurden bestimmt und mit Kreuzen, x, auf eine stereographische Projektion übertragen. In der gleichen Anordnung wurde die Orientierung des Kristalls, einer hexagonal dichtest gepackten Struktur, mit der Laue-Methode bestimmt. Sie wird durch offene Kreise, o, in der gleichen stereographischen Projektion in Bild 7 angegeben. Wie aus der Abbildung zu ersehen

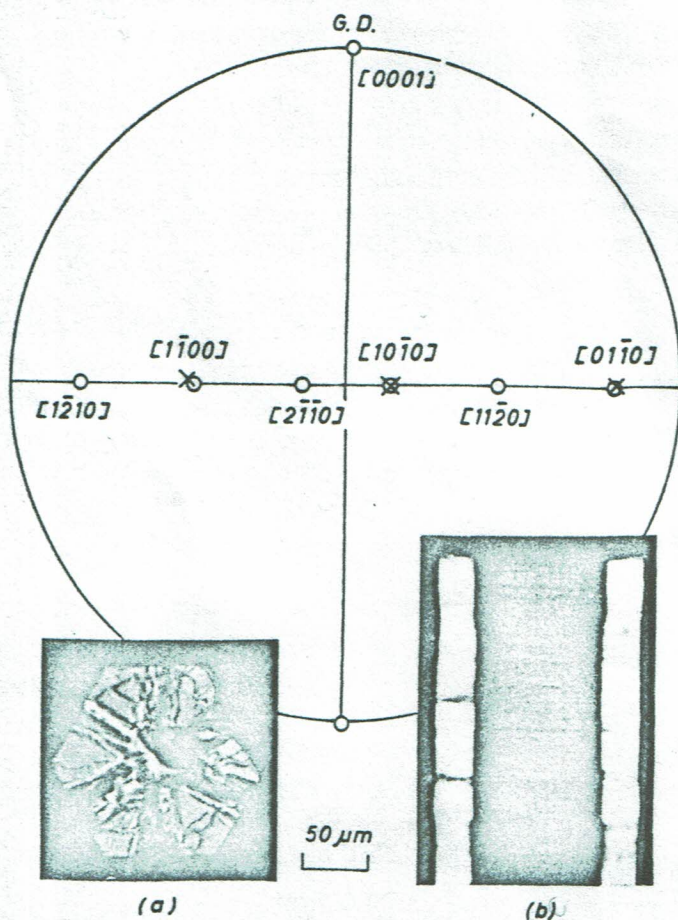


Fig. 7. Photographs of zinc oxide whisker, a) cross section, b) side view, and stereographic projection of normals to side planes, x and poles of prism planes of closed-packed hexagonal crystal, o  
Bild 7. Aufnahmen eines Zinkoxid-Haarkristalls, a) Querschnitt, b) Seitenansicht und stereographische Projektion von Normalen auf Seitenflächen, x, und Polen von Prismenebenen des hexagonal dichtest gepackten Kristalls, o

<sup>4)</sup> I. KUBO, Japanese Jour. Appl. Phys. 4 (1965) 225/26



was determined by the X-ray Laue method and is shown by open circles, o, on the same stereographic projection in Fig. 7. As seen in the figure, the axis of the whisker coincides with the pole of the basal plane and normals to the side planes with the poles of prism planes of the crystal.

### Summary

The "Gonio-Microscope" has been modified in construction and applied to the problem of determining normals to plane surfaces with an area as small as a few  $\mu\text{m}$  in diameter. A special feature of this instrument is that the position and the shape of the plane, the normal to which is being measured, can be observed continuously while the measurement is being made. By using the newly-designed objective slit whose wedges were radially slitted, the image of a small plane becomes sharp even in a direction perpendicular to the objective slit. Moreover, by introducing the illuminating slit, the background intensity of light reflected from a plane was reduced to a negligibly small value.

With this new instrument, the orientation of many grains in a variety of metals and alloys was determined easily and accurately by measuring the directions of normals to facets composing etch pits. The fine structure of serrations of mechanical twin bands and the shape of whiskers were also accurately examined.

ist, stimmen die Achsen des Haarkristalls mit dem Pol der Basisebene und die Normalen zu den Seitenflächen mit den Polen der Prismenebenen des Kristalls überein.

### Zusammenfassung

Das Gonio-Mikroskop ist in seiner Konstruktion abgeändert worden und wird bei Problemen der Bestimmung von Normalen zu ebenen Oberflächen in kleinen Bereichen von nur wenigen  $\mu\text{m}$  Durchmesser angewendet. Ein besonderer Vorzug dieses Gerätes ist, daß die Lage und Form der Ebene, deren Normale gemessen wird, während des Meßvorganges ununterbrochen beobachtet werden kann. Bei Benützung des neuen Objektivspaltes, dessen Keile radial geschlitzt wurden, werden Abbildungen kleinerer Ebenen selbst senkrecht zur Richtung des Objektivspaltes scharf. Überdies wird durch die Einführung eines Beleuchtungspaltes die Untergrundintensität des Lichtes, das von einer Ebene reflektiert wird, vernachlässigbar klein.

Mit diesem neuen Instrument wurden viele Kristallorientierungen in einer Anzahl von Metallen und Legierungen mühelos und genau bestimmt, indem man die Richtungen der Normalen zu den Facetten von Ätzgrübchen gemessen hat. Die Feinstruktur der Abstufungen von mechanischen Zwillingbändern und die Form von Haarkristallen wurden ebenfalls genau bestimmt.

---

### Metallographietagung 1968 in Gießen

Die Deutsche Gesellschaft für Metallkunde wird Anfang Oktober 1968 (vermutlich an zwei Tagen in der Woche vom 7. bis zum 12. 10.) in Gießen eine Metallographietagung veranstalten. Hierzu wird um Vorträge über metallographische Untersuchungen und mo-

derne Methoden der Licht- und Elektronenmikroskopie gebeten. In Verbindung mit der Tagung wird ein Mikrophotowettbewerb stattfinden. Einzelheiten werden im Februarheft dieser Zeitschrift bekannt gegeben.





### Eisblumen Ice flowers

Cr-Fe-Boride einer Plasma-  
Auschweißung  
Cr-Fe borides of a plasma welding  
(Kuno Kirner, Robert Bosch GmbH,  
Stuttgart)

## Mitteilungen

### Infrarot-Thermometer zur berührungslosen Temperaturmessung

### Infrared Thermometer for Contactless Temperature Measurement

(No English text available)

Häufig gibt es Temperatur-Meßprobleme, die durch herkömmliche Methoden nicht gelöst werden können. Zum Beispiel: Unzugängliche Lage, Wärmeentzug durch Berührung und dadurch ungenaues Meßergebnis, oder Temperaturverteilung auf einer großen Fläche und anderes mehr.

## Informations

In solchen Fällen ist das Infrarot-Thermometer „Heat-Spy“ ideal (Bild 1).

Dieses Gerät arbeitet nach dem Infrarot-Prinzip, das heißt, jeder Körper, der sich auf einer Temperatur über dem absoluten Nullpunkt befindet, sendet eine Infrarot-Strahlung aus. Je wärmer der Gegenstand, desto stärker die Strahlung. Dadurch kann die Infrarot-Strahlung zur Temperaturmessung verwendet werden. Das geschieht so:

Die Optik des Gerätes leitet die Strahlung auf einen Infrarot-Detektor, der sie in ein