

WERKSTOFFTECHNIK-GRUNDPRAKTIKUM

**Versuch G6:
REKRISTALLISATION**

Inhalt

1. Allgemeines zum Versuchsablauf
2. Grundlagen der Rekristallisation
3. Technische Bedeutung der Rekristallisation
4. Experimentelle Durchführung
5. Literatur
6. Kontrollfragen zur Praktikumsvorbereitung

Anhang:

(Meßprotokoll/Rekristallisationsdiagramm)

Name: _____ Vorname: _____

Matrikelnummer: _____ Testat: _____

1 Allgemeines zum Versuchsablauf

Die Vorbereitung zum Versuch sollte mit Hilfe dieser Anleitung, die nebst einem Taschenrechner zum Praktikumsversuch mitzubringen ist, und der in Kapitel 7 angegebenen Literatur erfolgen. Die Kontrollfragen in Kapitel 6 sollen Ihnen dazu dienen, zu überprüfen, ob Ihre Vorbereitung ausreichend ist. Wenn Sie dann noch Fragen haben, wenden Sie sich an die Betreuer.

Der zeitliche Ablauf des Praktikumsversuchs ist gemäß folgendem Schema vorgesehen:

	1. Stunde				2. Stunde				3. Stunde				4. Stunde			
Vorbesprechung																
Walzen der Proben																
Schneiden und Markieren der Teilstücke																
Glühen der Teilstücke																
Charakterisierung des Ausgangszustandes																
Härtemessungen																
Gefügeuntersuchung																
Auswertung und Nachbesprechung																

Von jedem Versuchsteilnehmer ist bis zum Ende des Versuchs ein Kurzprotokoll zu erstellen (Ausfüllen der beigefügten Messprotokollblätter sowie stichwortartige Beantwortung der Fragen in Kapitel 6).

2 Grundlagen der Rekristallisation

2.1 Plastische Verformung

Jede plastische Verformung (z.B. durch Walzen, Ziehen usw.) ist gekennzeichnet durch eine Zunahme des Energieinhaltes des betroffenen Werkstoffes. Im wesentlichen handelt es sich dabei neben der Temperaturerhöhung (ein Blech erwärmt sich beim Walzen) um eine Erhöhung der Gitterfehlerdichte (vorwiegend Versetzungen), d.h. je stärker ein metallischer Werkstoff plastisch verformt wird, umso mehr Versetzungen (=Gitterfehler) werden eingebracht.

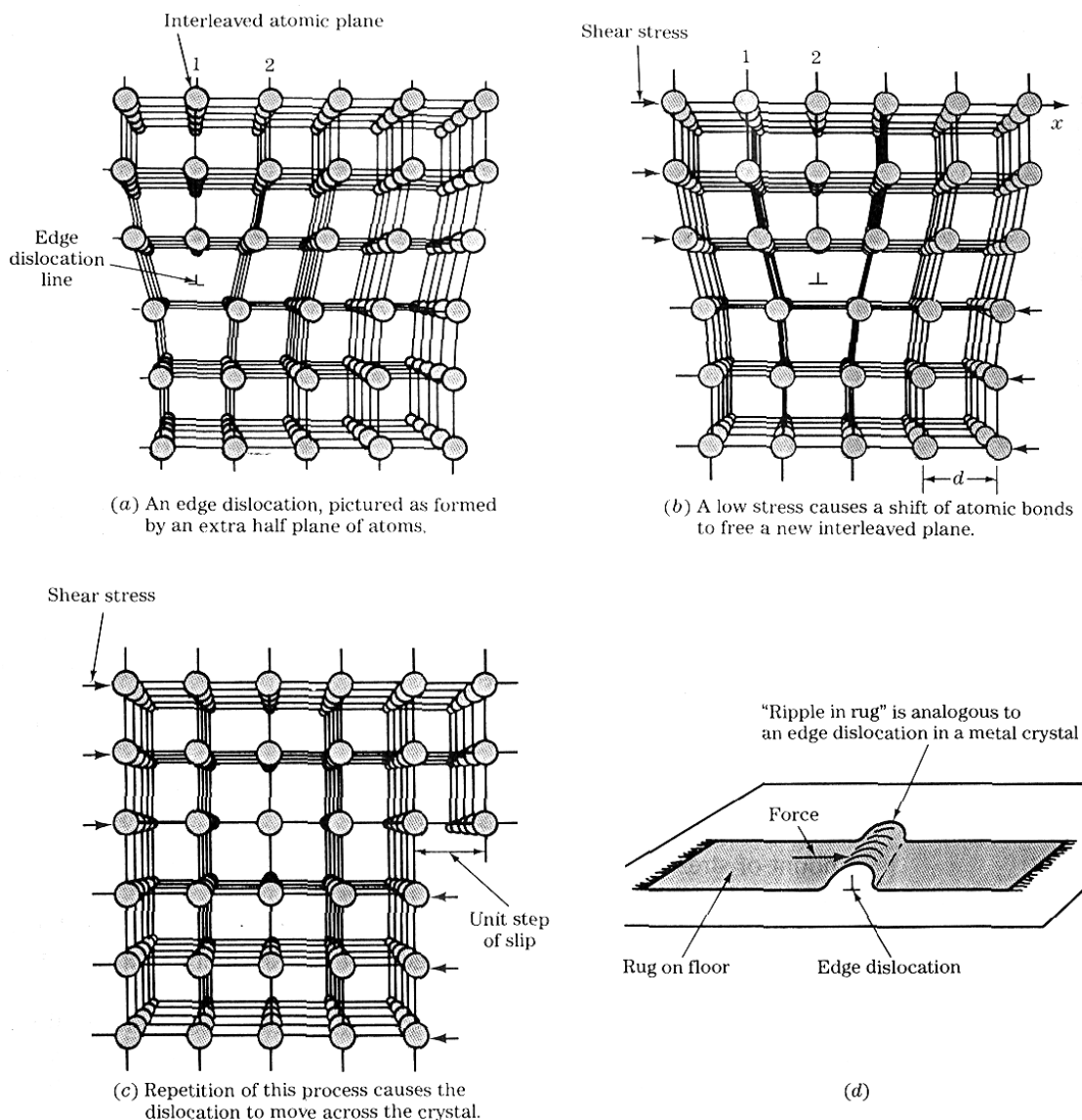


Bild 1: Abgleitung entlang einer Gleitebene durch Bewegung einer Stufenversetzung (\perp kennzeichnet Stufenversetzung)

Während der plastischen Verformung bewegen sich die Versetzungen auf sogenannten Gleitebenen (Bild 1), bis sie auf ein Hindernis stoßen. Solche Hindernisse stellen z.B. die Korngrenzen oder unbewegliche Versetzungen dar. Diese Hindernisse führen zu einer Erhöhung des Gleitwiderstandes, die man bei einer Kaltumformung als **Kaltverfestigung** bezeichnet.

Die Kaltverfestigung nimmt mit steigendem Umformungsgrad zu. Bei zu starker Kaltumformung eines Werkstückes kommt es zur Werkstoffschädigung durch Rissbildung. Um dies zu vermeiden und zur Realisierung hoher Verformungsgrade, muss die Versetzungsdichte abgebaut werden, um die Verformungseigenschaften des Ausgangswerkstückes wiederherzustellen. Dies ist möglich durch eine Wärmebehandlung, bei der die Verzerrung des Gefüges in drei Prozessen abgebaut wird: **Kristallerholung**, **Rekristallisation** und **Kornwachstum**.

2.2 Kristallerholung

Von Kristallerholung spricht man, wenn Gitterdefekte wie Versetzungen und Leerstellen und die damit verbundene Erhöhung des Energieinhaltes eines Werkstückes abgebaut werden, die Gefügestruktur (Form und Größe der Körner) jedoch unverändert bleibt. Dazu ist eine Temperaturerhöhung nicht zwingend erforderlich. Theoretisch laufen die zur Kristallerholung führenden Ausheilvorgänge bei allen Temperaturen $T > 0\text{K}$ ab; da es sich jedoch um thermisch aktivierte Vorgänge handelt, nimmt die Geschwindigkeit der Kristallerholung mit steigender Temperatur zu.

Die Kristallerholung lässt sich in verschiedene Einzelphänomene aufteilen, die nachfolgend kurz erläutert sind.

Reaktion von Zwischengitteratomen mit Leerstellen

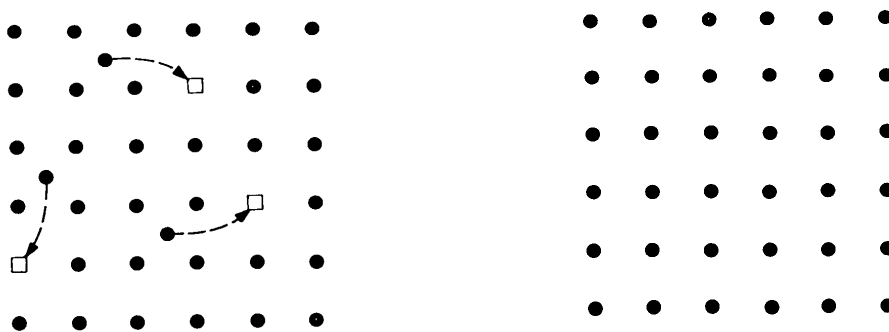


Bild 2: Diffusion von Zwischengitteratomen in Leerstellen

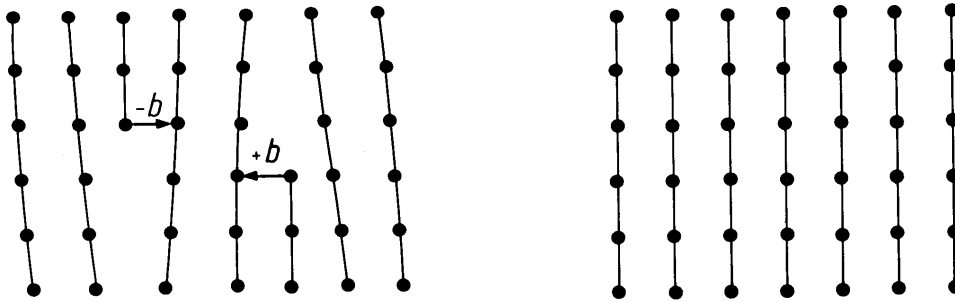
Annihilation von Versetzungen

Bild 3: Versetzungen mit umgekehrtem Vorzeichen des Burgersvektors reagieren miteinander und löschen sich aus

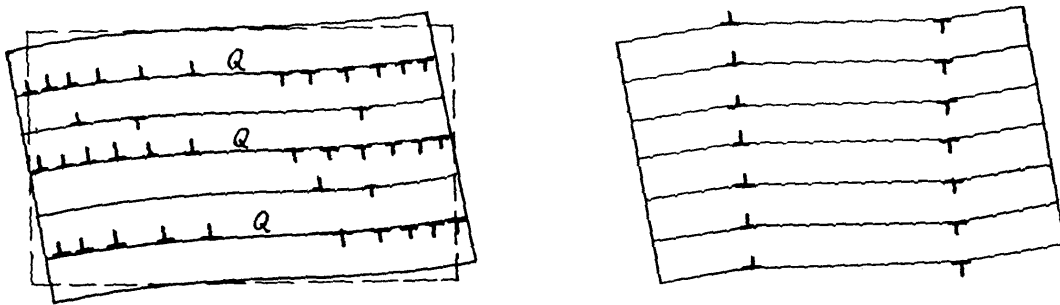
Versetzungsumlagerung (Polygonisation)

Bild 4: Bei erhöhter Temperatur ordnen sich die regellos verteilten Versetzungen zu Linien an und bilden Kleinwinkelkorngrenzen (Subkorngrenzen) (Q = Versetzungsquellen)

Die Vorgänge der Kristallerholung führen zwar zu einem Abbau der Eigenspannungen des Werkstücks, das Gefüge bleibt jedoch entsprechend der vorangegangenen Umformung verzerrt (z.B. Walztextur). Erst durch eine Glühbehandlung oberhalb der Rekristallisationstemperatur, die im Rahmen dieses Versuches exemplarisch für einen Werkstoff ermittelt werden soll, kann das Ausgangsgefüge wieder eingestellt werden.

2.3 Rekristallisation

Die Rekristallisation führt durch Reduzierung des Energieinhalts infolge eines nahezu vollständigen Versetzungsabbaus zur Wiedererlangung der mechanischen Eigenschaften des un-

verformten Werkstoffs. Dies geschieht durch Neubildung und Wachstum versetzungsarmer Kristallite.

Ähnlich der Primärkristallisation aus einer Schmelze heraus, muss der als Keim wirkende Kristallit eine ausreichende Größe (und zudem eine ausreichend große Orientierungsdifferenz) haben, um in das ihn umgebende versetzungsreiche Gefüge hineinzuwachsen zu können. Die für das Keimwachstum notwendige Oberflächenenergie zur Korngrößenvergrößerung (=Vergrößerung des Keimes) muss durch die infolge des Versetzungsabbaus frei werdende innere Energie sowie durch die von außen zugeführte Wärme aufgebracht werden. Demzufolge kann Rekristallisation nur stattfinden, wenn der Energieinhalt des Werkstoffs durch hohe Versetzungsdichte (=hoher Verformungsgrad) groß ist und eine entsprechend hohe Wärmemenge zugeführt wird (=Glühen).

Die für die Rekristallisation notwendigen Keime bilden sich bereits während der Kristall-erholung in Form der durch die Polygonisation entstandenen Subkörner. Die zugehörigen Subkorngrößen können durch thermisch aktiviertes Klettern der Versetzungen zusammenwachsen. Dadurch vergrößert sich die Orientierungsdifferenz der größer gewordenen Keime. Durch mehrmaliges Wiederholen dieses Vorgangs wird die Größe des Keims und die Orientierungsdifferenz zum benachbarten Gefüge hoch genug, so dass der Keim wachstumsfähig wird (Bild 5).

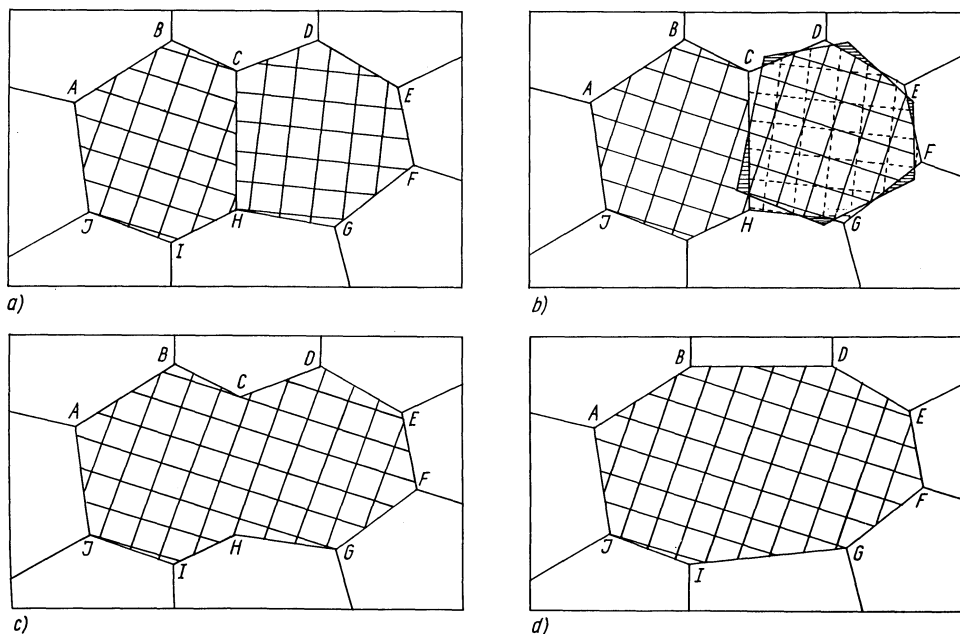


Bild 5: Rekristallisationskeimbildung durch die Vereinigung von Subkörnern (Teilbild b zeigt die Eindrehung des Subkorns durch Klettern der Versetzungen zu den angrenzenden Subkörnern)

Das bei der Rekristallisation entstehende Gefüge hängt im wesentlichen von folgenden Einflussgrößen ab:

- **Verformungsgrad:** Mit höherer Versetzungsdichte nimmt die Anzahl der bei der Polygonisation entstehenden Subkörner zu und ihre Größe ab. Damit erhöht sich die Keimbildungswahrscheinlichkeit. Die Folge ist ein feinkörnigeres Gefüge.
- **Glühzeit und -temperatur:** Mit steigender Glühzeit bzw. längerer Glühzeit nimmt das Wachstum der Keime zu. Es entstehen größere Körner.
- **Schmelztemperatur des Werkstoffs:** Die für das Wandern der Versetzungen erforderlichen Platzwechsellvorgänge verlaufen umso langsamer, je fester die atomare Bindung des Werkstoffs und folglich je höher die Schmelztemperatur ist. Daraus kann die Näherung abgeleitet werden, dass die minimale Temperatur, bei der Rekristallisation einsetzt, ungefähr das 0,4-fache der Schmelztemperatur beträgt.

Die Zusammenhänge zwischen Rekristallisationskorngröße, Glühzeit und Verformungsgrad können in einem Rekristallisationsschaubild dargestellt werden (Bild 6).

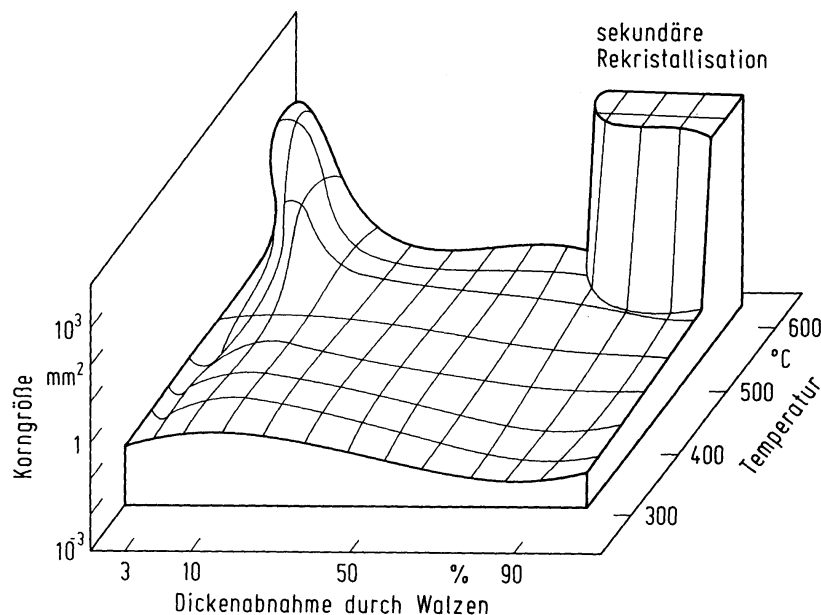


Bild 6: Rekristallisationsschaubild von Hüttenaluminium (Al 99,6)

Bei hohen Temperaturen und großen Verformungsgraden kann neben der primären Rekristallisation auch sekundäre Rekristallisation auftreten. Diese ist darauf zurückzuführen, dass das rekristallisierte Gefüge nur ein metastabiles Gleichgewicht darstellt, d.h. die Korngrenzen verfügen noch über eine restliche während der Rekristallisation nicht freigesetzte innere Energie.

Eine detaillierte Beschreibung dieses Phänomens findet sich in der in Kapitel 5 angegebenen Fachliteratur.

Die Erstellung eines Rekristallisationsdiagrammes durch Korngrößenermittlung ist sehr aufwendig und würde den zeitlichen Rahmen des Praktikumsversuches sprengen. Aus diesem Grund sollen die Korngrößen nur qualitativ betrachtet werden. Im Mittelpunkt des Versuches steht die Bestimmung der Rekristallisationstemperatur über die Messung der Härte als Maß für die Entfestigung. Bild 7 zeigt den Zusammenhang zwischen der Härte des Werkstoffs und der Glüh Temperatur für zwei verschiedene Verformungsgrade. Auch hier ist zu erkennen, dass die Rekristallisation und damit die Entfestigung (Härteabnahme) des Werkstoffs mit höherem Verformungsgrad bei niedrigeren Temperaturen einsetzt, da bei höheren Verformungsgraden der Beitrag der inneren Energie auf Grund der größeren Versetzungsdichte ansteigt.

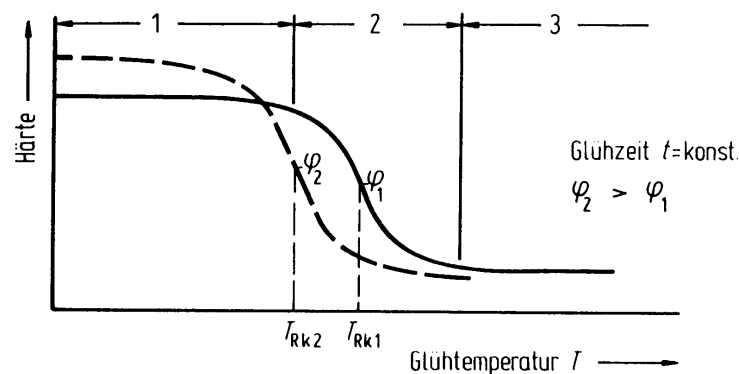


Bild 7: Härteverlauf beim Glühen unterschiedlich verformter Werkstoffe (mit eingezeichnet: Rekristallisationstemperatur T_{RK} als die Temperatur, bei der nach 60min Glühdauer die Verfestigung um 50% abgebaut ist)

3 Technische Bedeutung der Rekristallisation

Erholungsvorgänge und Rekristallisation haben große Bedeutung bei der Rückbildung unerwünschter Eigenschaftsänderungen wie mechanischer Verfestigung nach plastischer Umformung oder Strahlenschädigungen (meist Leerstellen-Zwischengitteratom-Paare) in Reaktorwerkstoffen. Ferner kommt der Rekristallisation eine weitere Bedeutung bei Umformvorgängen oberhalb der Rekristallisationstemperatur zu. Dabei unterbleibt die Verfestigung völlig, der Werkstoff wird gleichzeitig mit dem Umformprozess rekristallisiert. Man bezeichnet

daher Umformvorgänge oberhalb der Rekristallisationstemperatur als **Warmumformen**, unterhalb der Rekristallisationstemperatur als **Kaltumformen**.

Eine weitere Anwendung der Rekristallisation liegt in der Einstellung nahezu beliebiger Korngrößen (vgl. Rekristallisationsdiagramm, Bild 6), im Extremfall die Herstellung von Einkristallen. Auch die Einstellung bestimmter Vorzugsorientierungen der Werkstofftextur sind mittels Rekristallisationsbehandlung möglich.

4 Experimentelle Durchführung

4.1 Ziel des Praktikumsversuchs

Im Versuch G6 (Rekristallisation) soll an dem Werkstoff Kupfer (zähgepoltes E-Cu 57 (Elektrolytkupfer)) experimentell die Rekristallisationstemperatur ermittelt werden. Wie in Kapitel 3 beschrieben ist diese allerdings keine feste Größe, sondern hängt von dem Grad der Verformung, von der Glühzeit und -temperatur und von der Korngröße des verformten Gefüges ab. Für die praktische Anwendung ist es sinnvoll, eine feste Rekristallisationstemperatur zu definieren. Man wählt zu diesem Zweck folgende Definition:

Die Rekristallisationstemperatur ist die Temperatur, bei der ein Werkstoff nach einer Stunde Glühdauer die aus der Verformung resultierende Verfestigung um die Hälfte abgebaut hat (gemessen an der Härte).

4.2 Kaltverformung durch Walzen

Das Ausgangsmaterial steht in Form von ca. 3 bis 5mm starken Streifen zur Verfügung. Zu Beginn wird ein kleines Stück (ca. 10 mm) zur Charakterisierung des Ausgangszustandes mit Hilfe einer Hebelschere abgetrennt. Der verbleibende Streifen wird mit der Hebelschere in drei Teilstücke geschnitten, die unterschiedlich durch Walzen verformt werden sollen. Als Verformungsgrade φ sind 0,05, 0,25 und 0,6 vorgesehen. Damit die Teilstücke nach der Verformung zur weiteren Untersuchung etwa gleich lang sind, wird die Zerteilung des Streifens in drei Teilstücke im Längenverhältnis von 0,2 ($\varphi=0,6$) : 0,36 ($\varphi=0,25$) : 0,44 ($\varphi=0,05$) vorgenommen. Für den Versuch werden drei Teilgruppen gebildet, wobei jede Teilgruppe die nachfolgend beschriebenen Tätigkeiten für einen Verformungsgrad vornimmt.

Um den Verformungsgrad auf die Dickenabnahme durch Walzen umzurechnen, wird vor dem Walzen die Dicke des Ausgangsmaterials D_A mit einer Mikrometerschraube bestimmt. Mit Hilfe der Definition des Verformungsgrades φ kann dann die resultierende Enddicke D_E und daraus die Dickenabnahme ermittelt werden:

$$\varphi = 1 - \frac{D_E}{D_A}$$

Die drei Teilabschnitte werden dann mit Hilfe der in Bild 8 abgebildeten Walze auf die berechneten Enddicken korrespondierend mit den Verformungsgraden $\varphi=0,05$, $\varphi=0,25$ und $\varphi=0,6$ heruntergewalzt.

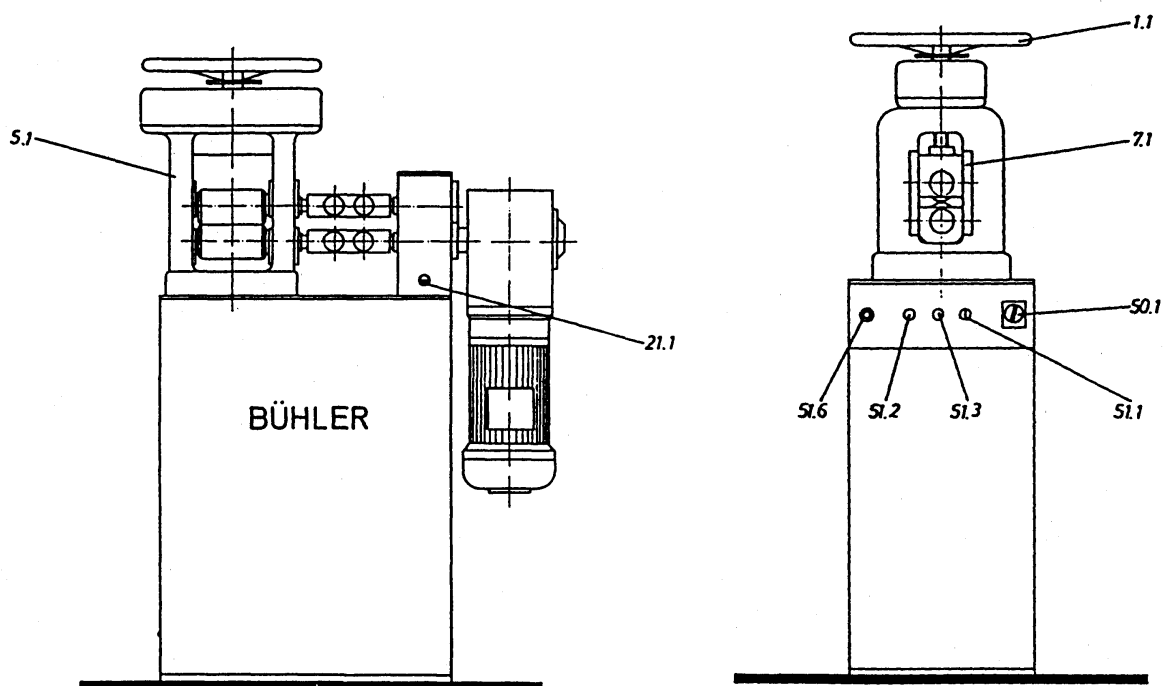


Bild 8: Bühler DUO-Walzwerk Typ EW 105 x 160 (Skizze)

Die Walze darf nur unter der Aufsicht eines Betreuers bedient werden!

Vor dem Walzvorgang wird der Abstand der beiden Walzenrollen mit dem Handrad 1.1 auf die Dicke des zu walzenden Streifens eingestellt (Eine Umdrehung des Handrades entspricht einem Millimeter, ein Teilstrich auf der Skala entspricht 0,01 Millimeter). Dann wird der Streifen in mehreren Walzstichen bis auf die erforderliche Dicke D_E heruntergewalzt (bei jedem Walzstich darf maximal 0,5mm zugestellt werden, bei steigender Verformung (=steigende Kaltverfestigung) entsprechend weniger). Die Dicke des Streifens muss nach jedem Stich neu gemessen werden.

Wenn die gewünschten Verformungsgrade ($\varphi=0,05$, $\varphi=0,25$, $\varphi=0,6$) erreicht sind, werden die Streifen mit der Hebelschere in jeweils sechs gleich große Stücke unterteilt. Diese werden vor der nachfolgenden Glühbehandlung entsprechend folgender Tabelle mit Schlagzahlen markiert.

φ	Raumtemp.	200°C	300°C	350°C	450°C	540°C
0,05	1	1 2	1 3	1 35	1 45	1 54
0,25	2	2 2	2 3	2 35	2 45	2 54
0,6	3	3 2	3 3	3 35	3 45	3 54

4.3 Glühbehandlung und Härtemessung

Die markierten Proben werden gemäß der vorangehend aufgeführten Tabelle bei 200°C, 300°C, 350°C, 450°C und 540°C in den dafür vorgesehenen Öfen eine halbe Stunde lang geglüht. Während der Glühdauer wird an den drei verbleibenden kaltverformten (1, 2 und 3) und der unverformten Probe im Ausgangszustand die Härte gemessen. Zu diesem Zweck wird das Härteprüfverfahren nach *Brinell* (DIN EN ISO 6506-1) angewendet.

Dabei wird eine Hartmetallkugel mit dem Durchmesser D (hier: 2,5mm) und der Prüfkraft F (hier 62,5 kp = 612,75 N) für 30s in das zu prüfende Werkstück eingedrückt. Mit Hilfe einer am Gerät angebrachten Optik kann der Durchmesser d des resultierenden Eindruckes in der Probenoberfläche ausgemessen werden. (Es werden zwei Messungen an orthogonal aufeinanderstehenden Durchmessern durchgeführt.) Die zugehörige *Brinell*härte kann entweder aus einer Umrechnungstabelle direkt abgelesen oder nach folgender Formel berechnet werden:

$$HBW = \frac{F(\text{in kp})}{A} = \frac{0,102 \cdot 2 \cdot F(\text{in N})}{\pi \cdot D \cdot \left(D - \sqrt{D^2 - d^2} \right)}$$

Jede Härtemessung wird zweimal durchgeführt und im vorbereiteten Meßprotokoll dokumentiert.

Nach Ablauf der halbstündigen Wärmebehandlungen werden alle Proben aus den Öfen genommen und in Wasser abgeschreckt, um den durch die Glühbehandlung erlangten Gefügestand einzufrieren. Danach wird an allen Proben die oben beschriebene Härtemessung durchgeführt und ebenfalls im vorbereiteten Meßprotokoll dokumentiert. Die resultierenden Werte für die Brinellhärte sind in das vorbereitete Diagramm aufgeschlüsselt nach den drei

Verformungsgrad einzutragen. Bei korrekter Versuchsdurchführung sollte sich ein (in eine Ebene projiziertes) Rekristallisationsdiagramm vergleichbar mit der Darstellung in Bild 9 ergeben. Anhand der erstellten Diagramme können für die verschiedenen Diagramme die Rekristallisationstemperaturen gemäß der Definition in Kapitel 4.1 bestimmt werden.

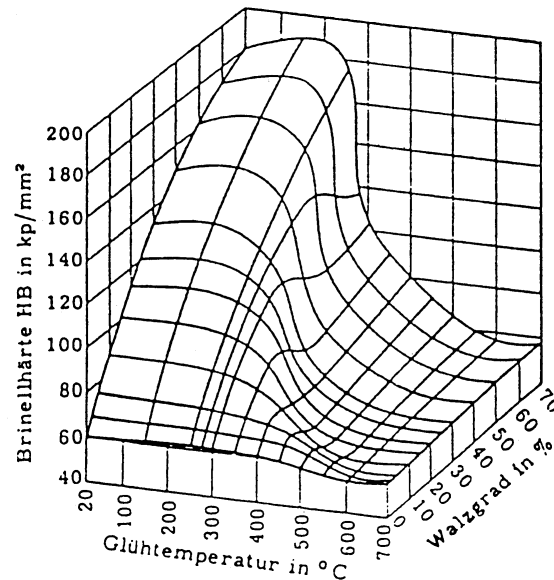


Bild 9. Abhängigkeit der *Brinell*härte von Verformungsgrad und Glühtemperatur bei Messing (Glühdauer: 3h)

5 Literatur

1. Haasen, P.: Physikalische Metallkunde, Springer-Verlag Berlin · Heidelberg · New York, 1974.
2. Ilchner, B.: Werkstoffwissenschaften, 2. Auflage, Springer-Verlag Berlin · Heidelberg · New York, 1990.
3. Schmitt-Thomas, K.G.: Metallkunde für das Maschinenwesen. Band I, Aufbau und Eigenschaften metallischer Werkstoffe, 2. Auflage, Springer-Verlag Berlin · Heidelberg · New York, 1990.
4. Bargel, H.-J.; Schulze, G.: Werkstoffkunde, 5. neubearb. Auflage, VDI-Verlag, 1988
5. Hornbogen, E.: Werkstoffe, 5. neubearb. und erw. Auflage, Springer-Verlag Berlin · Heidelberg · New York, 1991.
6. Schatt, W.: Einführung in die Werkstoffwissenschaften, Dr.Alfred Hüthig Verlag-Heidelberg, 6. Auflage, 1987.

6 Kontrollfragen zur Praktikumsvorbereitung

(Beantworten Sie die Fragen im Rahmen Ihrer Versuchsvorbereitung stichwortartig in den dafür vorgesehenen Zwischenräumen hinter den Fragen!)

1. Was ist der Unterschied zwischen elastischer und plastischer Verformung und welche Werkstoffkenngröße trennt die beiden Bereiche? Zeichnen Sie ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm!
2. Was passiert im Werkstoffinnern bei der plastischen Verformung?
3. Was ist eine Versetzung? Beschreiben Sie den Unterschied zwischen Schrauben- und Stufenversetzung. Warum sind Versetzungen Liniendefekte – was ist hierbei die "Linie"? Was versteht man unter Gleitebenen und welche Bedeutung haben Sie bei der Verformung? Was ist der Burgersvektor? Wie bestimmt man ihn?
4. Wie unterscheiden sich die drei Vorgänge Kristallerholung, Rekristallisation und Kornwachstum voneinander?

Versuch G6: Rekristallisation

Meßprotokoll

Gruppe: _____ Datum: _____
 Name: _____ Werkstoff: _____

Ausgangszustand

Durchmesser des Kugeleindrucks (mm)			HBW 2,5/62,5	
d1	d2	\bar{d}	HBW	\overline{HBW}

5% Verformung

D_A: _____ $\Phi_{\text{tatsächlich}}$: _____
 D_E: _____

Glühtemp./ Glühzeit	Durchmesser des Kugeleindrucks (mm)			HBW 2,5/62,5	
	d1	d2	\bar{d}	HBW	\overline{HBW}
RT					
200°C 30min					
300°C 30min					
350°C 30min					
450°C 30min					
540°C 30min					

25% Verformung

D_A: _____ $\Phi_{\text{tatsächlich}}$: _____

D_E: _____

Glühtemp./ Glühzeit	Durchmesser des Kugeleindrucks (mm)			HBW 2,5/62,5	
	d1	d2	\bar{d}	HBW	$\overline{\text{HBW}}$
RT					
200°C 30min					
300°C 30min					
350°C 30min					
450°C 30min					
540°C 30min					

60% Verformung

D_A: _____ $\Phi_{\text{tatsächlich}}$: _____

D_E: _____

Glühtemp./ Glühzeit	Durchmesser des Kugeleindrucks (mm)			HBW 2,5/62,5	
	d1	d2	\bar{d}	HBW	$\overline{\text{HBW}}$
RT					
200°C 30min					
300°C 30min					
350°C 30min					
450°C 30min					
540°C 30min					

Rekristallisationsdiagramm

