

Rekristallisation (Rekrist)

1 Versuchsziel

Durch Messung mechanischer Größen (z. B. der Härte) wird die Verfestigung und die Rekristallisation an einer Al - Keilzugprobe verfolgt, um die Vorgänge während des Entfestigungsprozesses kennenzulernen.

2 Versuchsgrundlagen

2.1 Phänomenologische Beschreibung

Die Kaltverformung von Metallen und Legierungen (z. B. Ziehen eines Drahtes) ist verbunden mit einer **Kaltverfestigung des Werkstoffes**, d. h. einer Steigerung der Festigkeit und Härte und einer Verringerung der Verformbarkeit mit größer werdendem Verformungsgrad (Bild 1). Während dieser plastischen Verformung gleiten einzelne Kristallbereiche gegeneinander ab, das durch Versetzungen bei relativ niedrigen Kräften ermöglicht wird. (Um einen Kristall elastisch, d. h. ohne Beteiligung von Versetzungen auf die doppelte Länge zu verformen, müßten im Kristall Spannungen in Höhe des E-Moduls aufgebracht werden, z. B. $E_{Al} \rightarrow 70GPa, E_{Fe} \rightarrow 210GPa$). In normalen technischen Metallen und Legierungen beträgt die Versetzungsdichte ca. $10^6 cm^{-2}$. Bei der Wanderung der Versetzungen infolge plastischer Verformung kann es einerseits zu Blockierungen der Versetzungslinien kommen (Schneiden von Versetzungen), andererseits können blockierte Versetzungen Versetzungsquellen bilden (Versetzungsvervielfachung durch Frank - Read - Mechanismus). Dabei kann die Versetzungsdichte auf ca. $10^{11} \dots 10^{12} cm^{-2}$ (stark verformte Metalle) ansteigen. Die hohe Versetzungsdichte ist die Ursache, daß bei weiterer plastischer Verformung des Werkstoffes eine viel stärkere Blockierung der Versetzungen eintritt, die mit einer weiteren Verfestigung des Werkstoffes verbunden ist (das Losreißen blockierter Versetzungen bedeutet das Aufbringen einer größeren äußeren Kraft). Der Widerstand gegen die plastische Verformung steigt, das Metall verfestigt sich. Sind keine Gleitprozesse auf Grund der blockierten Versetzungen mehr möglich, kommt es zum Bruch.

Dieser Effekt der Festigkeitssteigerung ist einerseits technisch oft erwünscht, andererseits bei Verformungsprozessen unerwünscht. Zur weiteren Verformung - z. B. eines Drahtes zur Erreichung des Sollquerschnittes - muß die ursprünglich gute Verformbarkeit wieder hergestellt werden. Um dies zu erreichen, muß der Werkstoff auf höhere Temperaturen erhitzt werden (Glühen). Durch die Temperaturerhöhung kommt es zu merklicher Diffusion und Versetzungsbewegung, so daß der durch Kaltverformung entstandene Zustand beseitigt werden kann. Der Vorgang läuft in 3 deutlich voneinander getrennten Stufen der „Eigenschaftsrückbildung“ ab (Bild 1): **Kristallerholung, Rekristallisation, Kornwachstum**. Die für die Praxis wichtigste Stufe ist die Rekristallisation, bei der ab einer Grenztemperatur (Rekristallisationstemperatur T_{Rk}) eine Kornneubildung eintritt.

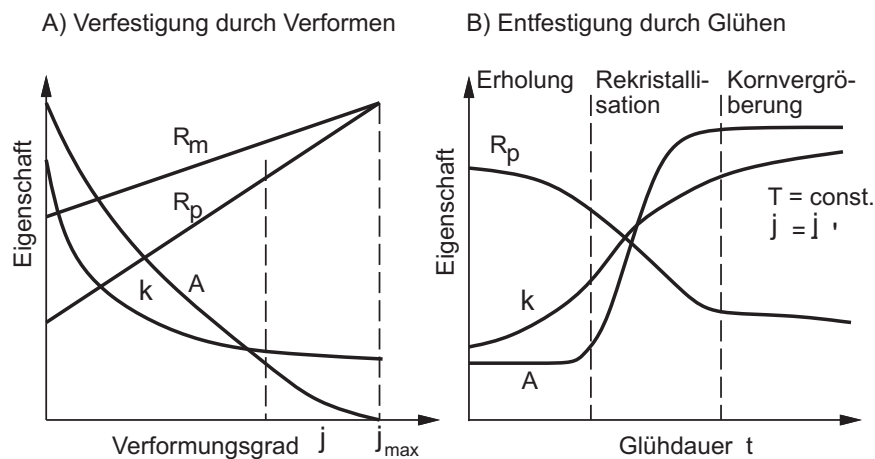


Bild 1: Änderung mechanischer und elektrischer Eigenschaften durch eine plastische Verformung und anschließendes Rekristallisationsglühen; R_m = Zugfestigkeit; R_p = Dehngrenze; A = Bruchdehnung; κ = elektrische Leitfähigkeit

2.2 Kristallerholung

Unter Kristallerholung versteht man die Beseitigung von Folgen der vorangegangenen Kaltverformung ohne eine Gefügebildung infolge zugeführter Wärmeenergie. Diese Phase umfaßt insbesondere die Ausheilung und das Umordnen 0- und 1- dimensionaler Gitterbaufehler (d. h. die Wiederbesetzung der durch die Kaltverformung gebildeten Leerstellen mit Atomen durch „Leerstellen-Klettern“ mit Korngrenzenerholung (Bild 2) und das Auflösen von Versetzungen unterschiedlichen Vorzeichens (Annihilation). Der Prozeß der Annihilation spielt für die Verringerung der Versetzungen im Verlauf der Erholung nur eine geringe Rolle (deshalb nur geringe Änderung der mechanischen Eigenschaften). Jedoch können sich die Versetzungen gleichen Vorzeichens durch Klettern und Quergleiten (Erholungsgleiten) in energetisch günstigere Lagen anordnen (umordnen).

Die Versetzungen stellen sich in Kleinwinkelkorngrenzen senkrecht übereinander, weil dadurch die innere Energie im Kristallbereich um diese Wand herum wesentlich verringert wird. Dadurch werden die verformten Kristalle in verzerrungsärmere Subkörner unterteilt (Bild 3). Dieser Vorgang wird als Polygonisation bezeichnet, weil die Form der unverspannten Blöckchen Polygonen entspricht.

Die Polygonisation schafft mit der Bildung verzerrungsfreier Kristallbereiche den Ausgangspunkt für die Rekristallisation. Einzelne Polygonblöckchen (Subkörner), die genügend große Desorientierung zu ihrer Umgebung haben, können als Keime für die Rekristallisation wirken.

2.3 Rekristallisation

Damit ein stabiler Keim entsteht, muß er zusätzlich über eine ausreichende Größe verfügen. Derartige Keime bilden sich durch Vergrößerung der bei der Polygonisation entstandenen Subkörner dadurch, daß sich durch thermisch aktiviertes Klettern von Versetzungen zu nahe gelegenen Subkorngrenzen einzelne Kleinwinkelkorngrenzen auflösen und sich die benachbarten Subkörner vereinigen (Theorie der Subkornkoaleszenz). Dadurch wird gleichfalls die Orientierungsdifferenz zu den umgebenden Subkörnern größer (Bild 4). Durch mehrfache Wiederholung dieses Vorganges erlangt der Keim die zum Wachstum notwendige Größe und Orientierungsdifferenz gegenüber benachbarten Subkörnern. Schließlich ist der Orientierungsunterschied zu den Nachbarsubkörnern

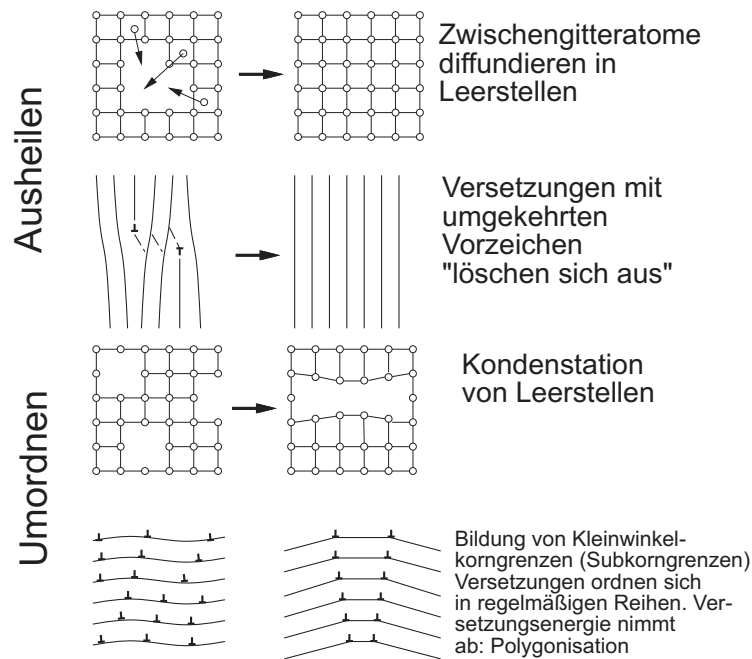


Bild 2: Ausheil- und Umordnungsmöglichkeiten von 0- und 1-dimensionalen Fehlerrordnungen

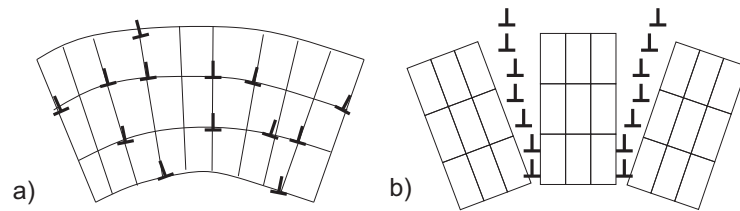


Bild 3: a) verspannter Gitterbereich; b) nach der Polygonisation unverspannter Gitterbereich mit Subkorngrenzen

so groß, daß die Subkorngrenze in eine Großwinkelkorngrenze übergeht, die Keimbildung ist abgeschlossen.

Mit zunehmender Verformung nimmt die Größe der bei der Polygonisation entstehenden Subkörner ab und deren Orientierungsdifferenz zu, deshalb setzt die Keimbildung bevorzugt an Stellen größter und stark inhomogener Verformung ein (z. B. Korngrenztripelpunkte, Einschlüsse, Ausscheidungen).

Nach abgeschlossener Keimbildung setzt das Wachstum der Keime ein. Dabei wachsen die Keime in das verformte, noch auf hoher Versetzungsdichte befindliche Gefüge hinein und bilden neue, relativ ungestörte Gitterbereiche. Das Keimwachstum (die Wanderung der Großwinkelkorngrenzen) erfolgt durch thermisch aktivierten Platzwechsel von Atomen, die an Stufen der alten (stark verformten) Körner abgelöst und an Stufen der neuen Körner angelagert werden (Bild 5).

Die **primäre Rekristallisation** ist beendet, wenn die wachsenden Körner durch stetige Kornvergrößerung einander berühren.

Gitterstörungszustand, Größe, Form und Orientierung der neu entstandenen Körner (rekristallisiertes Gefüge) weichen relativ stark von denen des verformten Gefüges ab.

Die für den Rekristallisationsprozeß notwendige hohe Rekristallisationstemperatur ist bedingt

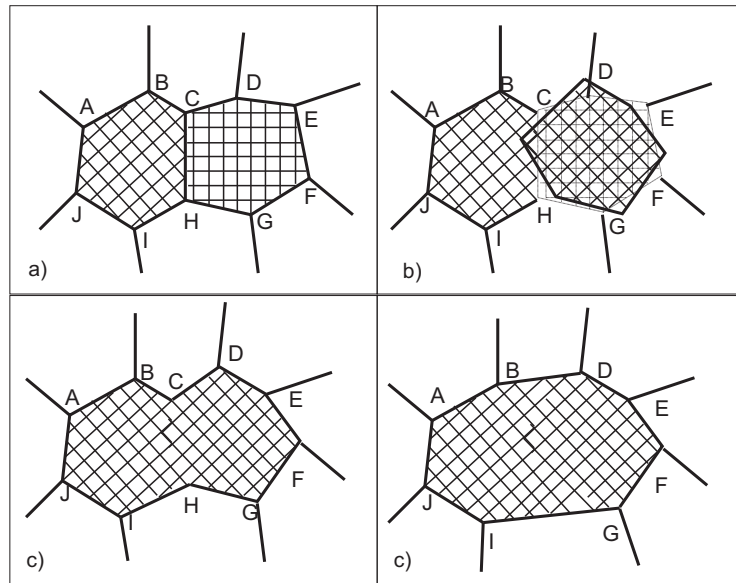


Bild 4: Schematische Darstellung der Rekristallisationskeimbildung durch Vereinigung von Subkörnern. Die im Teilbild b) angedeutete Eindrehung des Subkorns erfolgt durch Auflösung der mittleren Subkorngränze und Klettern der Versetzungen in die angrenzenden Subkorngränzen



Bild 5: Umbau eines fehlgeordneten Gitters in ein fehlerarmes durch eine wandernde Korngränze

durch die erforderliche Aktivierungsenergie für die Entstehung und Wanderung der Großwinkelkorngränzen und berechnet sich für technisch reine Metalle mit sehr starkem Verformungsgrad nach Tammann zu

$$T_{RK} = (0,32 \dots 0,43)T_S \quad [K] \quad (1)$$

wobei T_S die Schmelztemperatur bedeutet.

Bei großen Verformungsgraden und langen Glühungen bei sehr hohen Temperaturen kommt es noch zu einer un stetigen Kornvergrößerung, bei der einige wenige Körner auf Kosten aller anderen wachsen (Sekundärrekristallisation).

Einen Überblick über das Rekristallisationsverhalten eines Werkstoffes liefert das Rekristallisationsdiagramm in dem die Abhängigkeiten der Korngröße, der Temperatur und des Verformungsgrades dargestellt sind (Bild 6).

Insgesamt stellt die Rekristallisation metallischer Werkstoffe einen für die Werkstofftechnik außer-

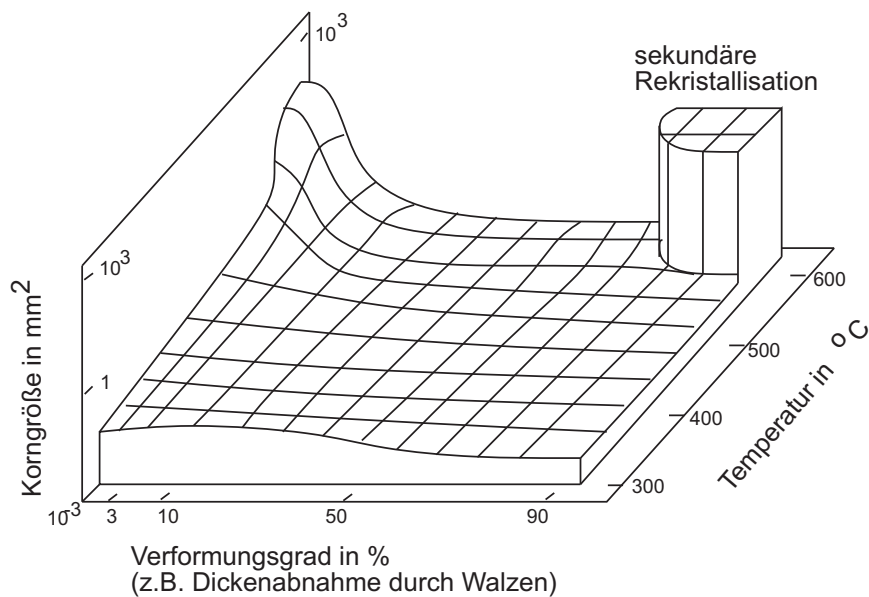


Bild 6: Rekristallisationsschaubild von Reinaluminium (99,6% Masse-% Al)

ordentlich wichtigen Prozeß dar, der zur Auflösung einer aufgesprägten Verformungsstruktur führt. Damit verbunden ist die Wiederherstellung (Rückgewinnung) von Härte- und Festigkeitswerten, die weitere Kaltverformungen ermöglichen (siehe Bild 1).

Außerdem ist bei einphasigen Metallen oftmals nur durch definierte Verformung mit anschließender Rekristallisation ein erwünschtes, gleichmäßiges, feinkörniges Gefüge herzustellen.

3 Vorbereitungsaufgaben

1. Welches sind die Voraussetzungen für das Auftreten der Rekristallisation, was sind die Ziele?
2. Nennen Sie drei mögliche Orte in der Mikrostruktur, an denen die Rekristallisation beginnen kann!
3. Was verstehen Sie unter dem kritischen Verformungsgrad? Wie wird dieser durch die Glüh-temperatur beeinflusst?
4. Warum wird mit zunehmender Reinheit der Metalle die Rekristallisationstemperatur ernied-rigt?
5. Berechnen Sie nach der Regel von Tamann die Rekristallisationstemperatur folgender stark verformter Metalle (Faktor 0,35):

Metall	Fe	Cu	Au	Al	Pb	Sn
Schmelzpunkt [°C]	1539	1080	1063	660	327	232

Diskutieren Sie die erhaltenen Werte hinsichtlich einer Verformung bei Raumtemperatur!

6. Wo könnte bei technologischen Prozessen (z. B. Schweißen, Löten, Bonden in der Bauele-mentherstellung usw.) die Rekristallisation eine Gefahr darstellen?
7. Was verstehen Sie unter Brinellhärte?

4 Praktikumsaufgaben

Von den am Versuchsplatz befindlichen Keilzugproben aus Al (99,5%) wurden einige in einer Zugprüfmaschine bis zum Bruch (am dünnen Ende) plastisch verformt. Da der Querschnitt über die Länge der Keilzugprobe nicht konstant ist, ist auch der Verformungsgrad eine Funktion des Ortes. Von den verformten Proben wurden einige rekristallisierend gegläht und mit einem Gemisch bestehend aus 2 Teile HF, 3 Teile HCl, 5 Teile HNO₃ und 10 Teile H₂O geätzt. Dabei wird das Gefüge sichtbar (kleine Kristallite lassen sich nur unter dem Mikroskop erkennen!).

1. Prüfen Sie die Härte (Brinell) über die Länge des unverformten (Ausgangszustand), des verformten und des rekristallisierten Keilzugstabes und tragen Sie die Härte als Funktion des Ortes in einem Diagramm auf (10 Härtewerte müssen mindestens pro Keilzugstab ermittelt werden!).
2. Diskutieren Sie die erhaltenen Ergebnisse **ausführlich!**
3. Welcher Zusammenhang besteht zwischen der Korngröße des rekristallisierten Stabes und seiner Festigkeit? Ziehen Sie die Frage 7 der Vorbereitungsaufgabe in die Diskussion mit ein!

**Eine detaillierte Aufgabenstellung liegt am Versuchsplatz im
Meitnerbau, G.-Kirchhoff-Str. 5, Raum 3.2.311 aus!**

Literaturliste

- [1] SCHATT, W. ; POMPE, W. ; WORCH, H.: *Werkstoffwissenschaft*. 10. Auflage. Weinheim : Wiley-VCH Verlag, 2011. – 578 S. – ISBN 978-3527323234
- [2] OETTEL, H. ; SCHUMANN, H.: *Metallographie*. 15. Auflage. Weinheim : Wiley-VCH, 2011
- [3] HORNBOGEN, E. ; EGGELER, G. ; WERNER, E.: *Werkstoffe*. Springer-Verlag, 2012
- [4] BERGMANN, W.: *Werkstofftechnik - Teil1: Grundlagen*. 6. Auflage. München, Wien : Hanser-Verlag, 2008. – ISBN 978-3446225763
- [5] SEIDEL, W.: *Werkstoffkunde*. 9. Auflage. München : Carl Hanser Fachbuchverlag, 2012. – ISBN 978-3446407893
- [6] MACHERAUCH, E. ; ZOCH, H.-W.: *Praktikum in Werkstoffkunde*. 11. Auflage. Wiesbaden : Vieweg+Teubner Verlag, 2011. – 602 S. – ISBN 978-3-8348-0343-6
- [7] HAHN, F.: *Werkstofftechnik - Praktikum: Werkstoffe prüfen und verstehen*. Hanser Fachbuchverlag, 2015
- [8] Aluminium und Aluminiumlegierungen – Begriffe – Teil 1: Allgemeine Begriffe. In: *Deutsche Norm DIN EN 12258-1* (2012)
- [9] Luftund Raumfahrt – Aluminiumlegierung ALP2024 – T3511 – Stranggepreßte Stangen und Profile – 1,2 mm <= De <= 160 mm mit Kontrolle der Grobkornrandzone. In: *Deutsche Norm DIN EN 2633* (2013)