Sitzungsberichte

der

mathematisch-naturwissenschaftlichen Abteilung

der

Bayerischen Akademie der Wissenschaften zu München

1939. Heft I und II

Sitzungen Januar–Juli

München 1939
Verlag der Bayerischen Akademie der Wissenschaften
In Kommission bei der C. H. Beck'schen Verlagsbuchhandlung

Bibliothek d. Wissenschaften

Über Kaltbearbeitung und Erholung.

Erste Mitteilung.

Die thermische Entfestigung von Nickel.

Von Walther Gerlach und Willy Hartnagel.

Vorgelegt in der Sitzung vom 4. Februar 1939.

1. Problemstellung. Unter Kaltbearbeitung versteht man die mechanische Verformung von Metallen ohne Wärmezufuhr. Sie ändert die elastischen Eigenschaften der Metalle; durch geeignete Wärmebehandlung kann die Kaltbearbeitungshärte wieder zum Verschwinden gebracht werden. Diesen Vorgang bezeichnet man als Erholung oder Entfestigung. Die bei der Kaltbearbeitung und ihrer Erholung ablaufenden molekularen Vorgänge sind bisher sehr wenig bekannt.

Nachdem sich bei der Analyse anderer Vorgänge in Metalllegierungen die ferromagnetische Analyse bewährt hat,[1] wurde das gleiche Verfahren auch zur näheren Untersuchung der Kaltbearbeitung und ihrer Entfestigung angewandt.

Ein erster Versuch, eine Übersicht über die während der Entfestigung vor sich gehenden magnetischen Veränderungen zu erhalten, wurde von Herrn Dr. H. Bittel[2] mit Erfolg ausgeführt. Er verwendete Nickel. Dieses Metall zeigt nämlich in seinem magnetischen Verhalten einige Besonderheiten, welche es zur Aufdeckung innerer Spannungszustände besonders geeignet machen.

Wir beschreiben in der vorliegenden ersten Mitteilung die gefundenen Veränderungen der Hystereseschleife bei der Kaltbearbeitung und der Entfestigung an den verschiedenen Nickelsorten, bei den verschiedenen Arten der Kaltbearbeitung und bei verschiedenen Erholungstemperaturen.

---

[1]) W. Gerlach, z. B. Zs. f. Metallkde **28** (1936) S. 183–188. **29** (1937) S. 124–131.

[2]) H. Bittel, Ann d. Phys. **31** (1938) S. 219–244. **32** (1938) S. 608–624.

Erster Teil
Experimentelle Unterlagen

2. Das Material. Die im folgenden zu beschreibenden Versuche wurden mit Nickel ausgeführt. Es wurden reinstes Nickel von Schering-Kahlbaum, zwei Sorten von vakuumgeschmolzenem Karbonylnickel (bezeichnet I und II), vakuumgeschmolzenes Nickel mit einem Zusatz von 0,5 bis 1% Mn und Mondnickel mit einem Zusatz von 0,25% Mg und 0,3% Si verwendet; die letzten vier Nickelsorten waren von der Heraeus-Vakuumschmelze in Hanau zur Verfügung gestellt worden. Spektralanalytisch untersucht wurde Karbonylnickel I (sehr kleine Mengen Cu und Spuren von Co und Si), das manganhaltige Nickel (starke Verunreinigungen von Cu, Fe und besonders einige zehntel Prozent Co und Si) und Nickel mit Mg- und Si-Zusatz (recht rein, kleine Mengen von Cu, Mn, Co und Fe).

Die Schliffuntersuchung der beiden Karbonylnickel zeigte, daß die Sorte II ein großes Korn (Durchmesser bis 400 μ) und sehr viel nichtmetallische Einschlüsse hatte, während die Sorte I keine Einschlüsse und ein feines Korn hatte (mittlerer Durchmesser 20–30 μ) (vgl. Abschnitt 12). Die meisten Versuche wurden mit dem feinkörnigen Karbonylnickel I ausgeführt. Es war vom Werk unter Zwischenglühen auf 1,1 mm heruntergezogen und dann nochmals bei 430° C weichgeglüht.

3. Das Meßverfahren. Gemessen wurde die Hysteresekurve unter besonderer Beachtung des Teiles zwischen Remanenz und Koerzitivkraft. In einer langen eisenfreien und wassergekühlten Magnetisierungsspule (Konstante 72,3 Oe/Amp) befanden sich im Bereich des homogenen Feldes zwei Spulen von 4 cm Länge mit je 1219 Windungen aus isoliertem Kupferdraht von 0,3 mm Durchmesser, die auf ein durchgehendes Glasrohr gewickelt waren. Die Proben hatten 10 cm Länge. Sie steckten in einem Halter, welcher so verschoben werden konnte, daß die Proben einmal in der einen, dann in der anderen Spule lagen. Die beiden Spulen waren elektrisch hintereinander, magnetisch gegeneinander geschaltet und mit einem Kriechgalvanometer (Fluxmeter mit Spiegelablesung von Hartmann und Braun) verbunden, der Skalenabstand betrug 3,88 m.

Die Messungen wurden sämtlich bei der Temperatur 8^0 C gemacht, die durch eine Wasserkühlung auf $\pm 1^0$ konstant gehalten wurde. In Hinsicht auf andere Koerzitivkraft-Messungen, über welche in kurzem berichtet werden wird, sei betont, daß die Meßtemperatur an sich gleichgültig ist, weil alle Drähte in allen Zuständen mit großer Annäherung zwischen Raumtemperatur und -190^0 C die gleiche Abhängigkeit der Koerzitivkraft von der Temperatur haben, welche im Bereich der Meßtemperatur sich innerhalb einiger Grade nur ganz unwesentlich ändert. Diese Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft von allen verwendeten Nickelsorten ist also in erster Annäherung auch unabhängig von dem Kaltbearbeitungs- und Erholungszustand.

In den Abbildungen sind, wenn nichts anderes angegeben, die gemessenen Galvanometerausschläge eingezeichnet. Nennt man J die Magnetisierung je Volumeneinheit, so sind die Ausschläge proportional $J \times$ Vol. Dies ist für die Abätzversuche (Abschn. 8 und 9) zu beachten. Die sehr kleinen Dichteänderungen bei der Kaltbearbeitung und bei der Entfestigung sind nicht berücksichtigt worden. In allen Abbildungen sind nur die jeweils interessierenden Teile der Hystereseschleife und meistens nur ein Ast derselben gezeichnet.

In dem stärksten benutzten Feld von 700 Oe waren die Proben ganz oder beinahe ganz gesättigt; der Mangel an Sättigung ist auf die Messungen ohne Einfluß und bei der Berechnung der prozentualen Remanenz zu vernachlässigen. Bei jedem Feld wurde die Probe von der einen in die andere Spule verschoben und hierbei der Ausschlag gemessen. Die Meßpunkte wurden sehr dicht gelegt, so daß jede Unstetigkeit in den Kurven sicher erfaßt wurde. Stellen solcher Unstetigkeit wurden wiederholt gemessen, z. B. zur genauen Festlegung der Sprungstellen oder „Ecken".

4. Die Herstellung der Proben. Lange Stücke des angelieferten Drahtes wurden in 2 verschiedenen Zieheisen mit der Hand oder mit Hilfe einer Drehbankspindel so gleichmäßig als möglich heruntergezogen. Die Ziehrichtung wurde entweder konstant gehalten oder von Zug zu Zug regelmäßig gewechselt. Die beiden Zieheisen hatten verschiedene Stufengröße und ver-

schiedene Düsenwinkel. Es sei gleich hier bemerkt, daß die verschiedenen Arten des Herunterziehens wohl Proben mit quantitativ verschiedenem Verhalten[1] ergaben, aber in allen wesentlichen Punkten qualitativ dieselben Ergebnisse lieferten. Diese Proben werden als „düsengezogen" bezeichnet.

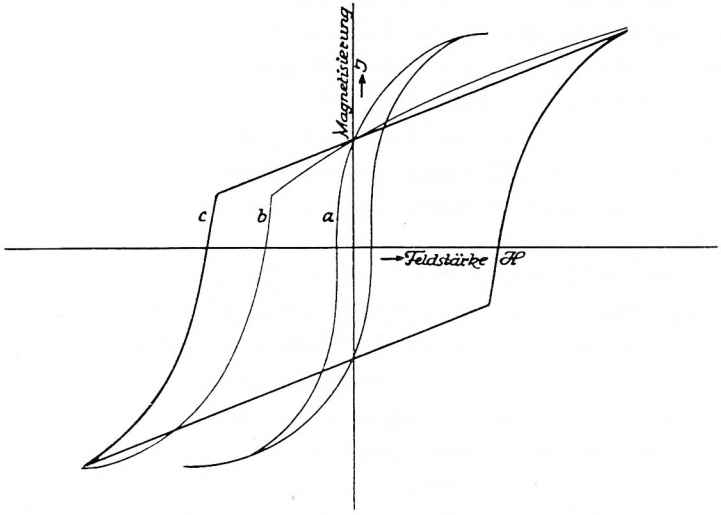


Abb. 1. Schematische Darstellung der Veränderung der Hystereseschleife bei der Kaltbearbeitung durch Düsenzug.

Eine andere Gruppe von Proben wurde in einer Zerreißmaschine unter langsam gesteigerter Last gereckt bis zum Riß: „gereckte Proben".

Schließlich wurde eine Probe auf dem Amboß mit einem kleinen Hämmerchen möglichst gleichmäßig gehämmert: „gehämmerte Probe".

Bezeichnet q_0 den Ausgangsquerschnitt des Drahtes, q den Querschnitt nach beendetem Ziehen, so wird das Verhältnis $100 \cdot \frac{q_0 - q}{q_0}$ als Kaltbearbeitungsgrad oder Ziehgrad definiert.

5. Schematische Darstellung der Versuchsergebnisse. Der weichgeglühte Draht zeigt die in Abb. 1 Kurve a gegebene

[1]) Systematische Versuche hierüber liegen noch nicht vor.

Hystereseschleife. Durch fortgesetztes Ziehen durch Düsen ändert sich die Schleifenform mit wachsendem Ziehgrad gemäß Kurve b und c. Die Koerzitivkraft des Ausgangszustandes beträgt etwa 8,5 Oe, steigt bei 90% Kaltbearbeitungsgrad auf etwa 36–39 Oe.

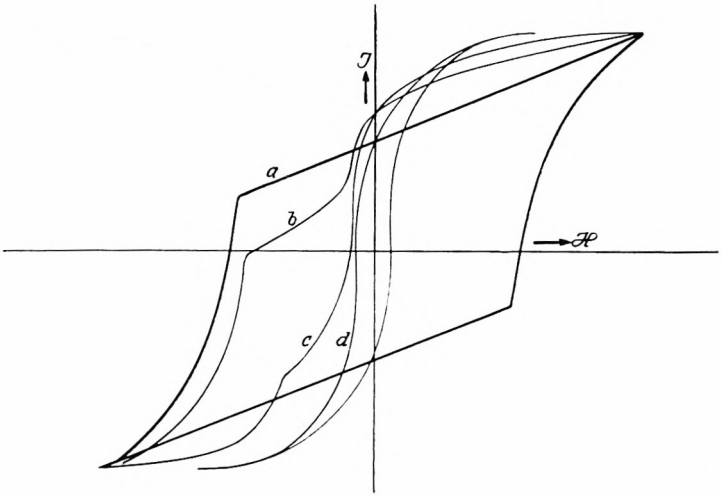


Abb. 2. Schematische Darstellung der Veränderung der Hystereseschleife bei der Erholung einer düsengezogenen Probe.

Jetzt wird die Probe während gesteigerter Zeiten auf eine höhere Temperatur gebracht und zwischendurch bei 8° C gemessen. Es findet eine allmähliche Erholung oder Entfestigung statt. Die Hysteresekurven während der fortschreitenden Entfestigung verlaufen aber gänzlich anders als die während der fortschreitenden Kaltbearbeitung. Abb. 2 Kurve a stellt den verfestigten Ausgangszustand dar. Nach einer gewissen Anlaßzeit wird Kurve b beobachtet, nach weiterem Anlassen die Kurve c und schließlich nach beendeter Entfestigung die Kurve d.

Bei der Entfestigung wird die Hysteresekurve uneinheitlich. Sie zeigt die Form, welche charakteristisch ist für das Vorhandensein von hauptsächlich zwei magnetisch-einheitlichen Bestandteilen, einem magnetisch-weichen und einem magnetisch-harten Bestandteil. Kurven derart wie Abb. 2, b, c erhält man

nämlich, wenn man (vgl. Abb. 3) die Hysteresekurven eines weichen (a) und eines harten (b) Materials addiert (Kurve a + b).

6. Die Veränderung der Hystereseschleife mit zunehmendem Kaltbearbeitungsgrad zeigt Abb. 4. Der Nickeldraht von Schering-Kahlbaum wurde von 1,0 mm (Ausgangszustand,

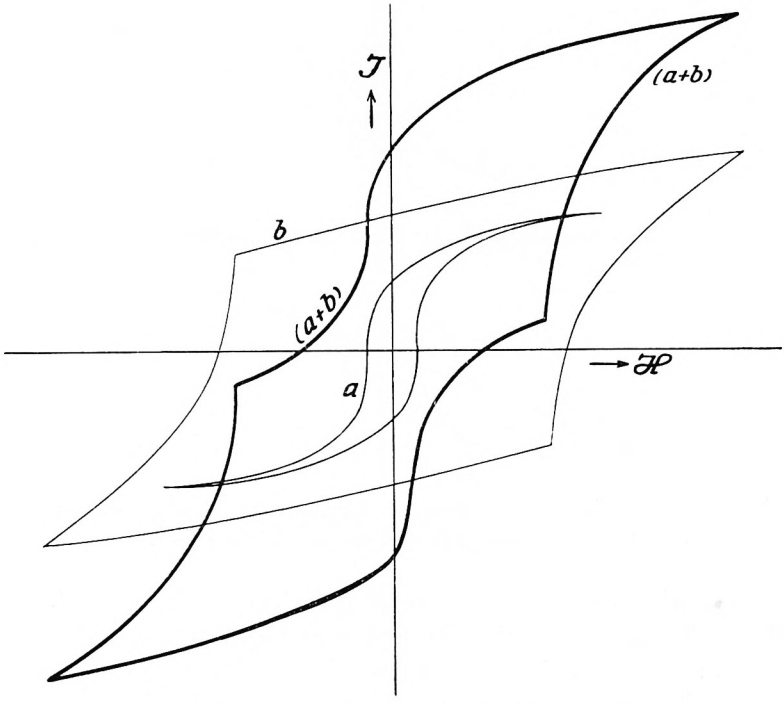


Abb. 3. Schematische Darstellung der Zusammensetzung der Schleife einer teilweise erholten Probe aus einem harten und einem weichen Teil.

Kurve a) stufenweise heruntergezogen bis auf 0,29 mm Durchmesser. Die Kurve[1] bekommt mit steigender Kaltbearbeitung im allgemeinen eine schärfere „Ecke". Die Ziehgrade sind für Kurve b 22,3%, für c 40,5, für d 62,7, für e 78,5 und für f 91,6%. Die Koerzitivkraft steigt im allgemeinen an, aber nicht regelmäßig mit dem Ziehgrad. Die prozentuale Remanenz ist nach

[1]) Die Kurven sind auf gleichen Querschnitt gerechnet, aber nicht geschert. Eine Scherung würde die Kurve a bei der Remanenz nur um 1.6 Oe, die Kurve f nur um 0.2 Oe verschieben.

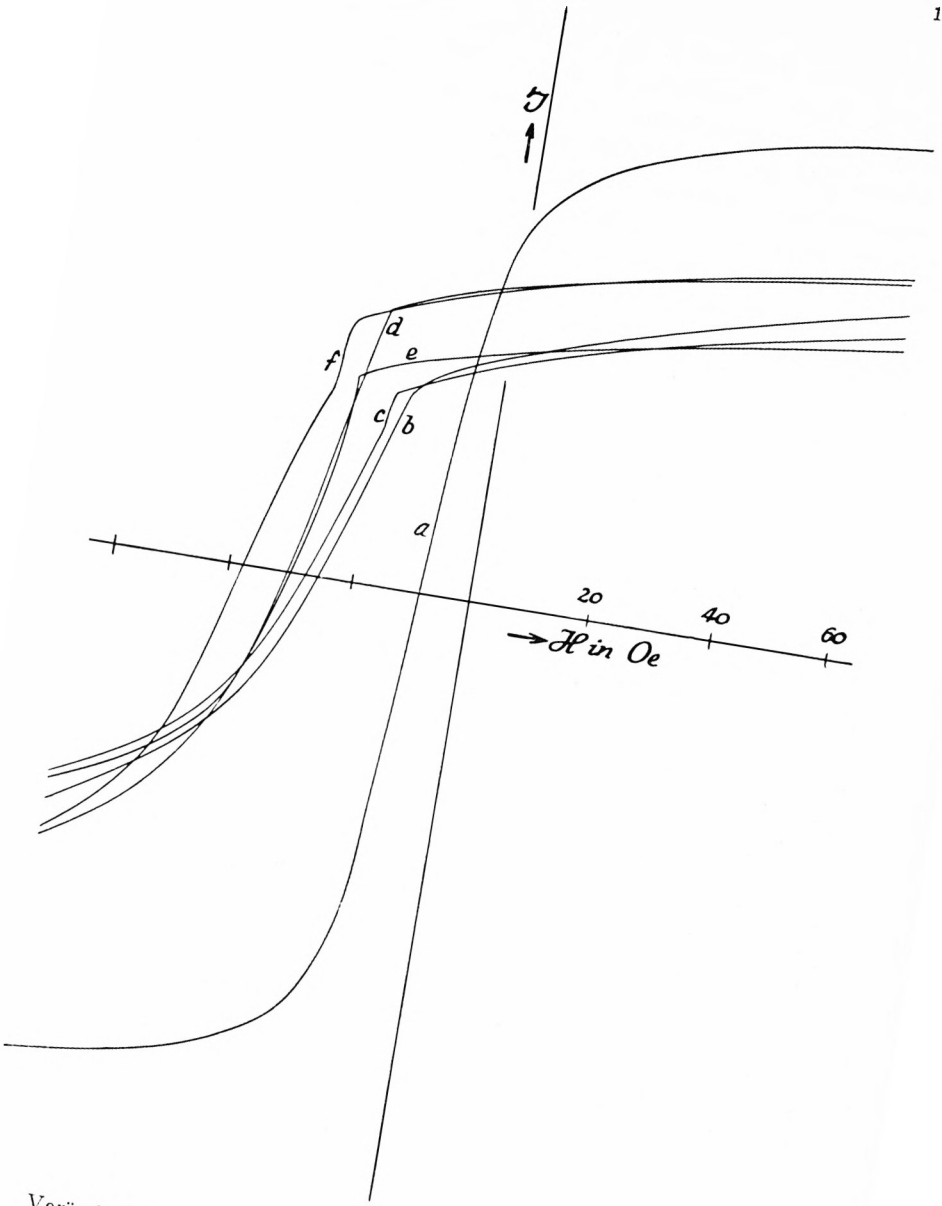


Abb. 4.
Veränderung der Hystereseschleife nach verschiedenen Ziehgraden.

den einzelnen Ziehstufen sehr verschieden; sie liegt zwischen 64,7 (in dem bei 620° C weichgeglühten Ausgangszustand) und 43,8%. Diese Unterschiede zeigen, daß nach den einzelnen Zügen die magnetischen Vektoren im Mittel verschiedene Winkel mit der Drahtachse bilden. Da jedoch die Lage der magnetischen Vektoren im wesentlichen durch die im Drahtinnern herrschenden Spannungen (I. Art) bedingt ist, folgt daraus für die einzelnen Ziehstufen eine jeweils geänderte Spannungsverteilung (vgl. auch Abschn. 16 und 17). Bei hohen Ziehgraden wird manchmal ein mehr oder weniger großer Sprung beobachtet.

Abb. 5 Kurve a zeigt ein Drahtstück von Ni I, welches diesen Sprung besonders deutlich zeigt.[1] Es wurde zunächst festgestellt, daß dieser Sprung mit der Kaltverformung nicht unmittelbar zusammenhängt. Die Drahtstücke waren nach dem Ziehen stets schwach gekrümmt. Zur Messung mußten sie gerade gerichtet werden; dann wurden sie in den Halter der Meßapparatur (ein enges Röhrchen) eingesteckt. Hierbei erfahren einzelne Teile des Drahtes eine elastische Verbiegung. Diese ist für den Sprung verantwortlich. Wurde nämlich der Draht der Abb. 5a nochmals besser plastisch gerade gerichtet, so verschwand zunehmend der Sprung (Abb. 5, b und c), wobei gleichzeitig die Koerzitivkraft anstieg.

Die Art des Ziehens ändert den Gang der Hysteresekurve mit der Kaltbearbeitung nur quantitativ, nicht qualitativ. Wird die Probe in großen Stufen heruntergezogen, so liegt die Ecke und die Koerzitivkraft bei etwas größeren Feldern, als wenn in vielen kleinen Stufen gezogen wird; hierin steckt auch ein Einfluß des Düsenwinkels.

7. Ein Gesamtbild der thermischen Entfestigung einer düsengezogenen Probe zeigt Abb. 6. Die Probe hat bei 0,5 mm Durchmesser einen Ziehgrad von 81% (Kurve *a*); sie wurde in einem Heraeus-Ofen mit Temperaturregulierung auf 366° ± 2° C erhitzt; nach 0,08, 1,17, 3,0, 6,0, 11,4, 21,6, 45,2, 185,6 Stunden wurden Messungen der Hystereseschleife vorgenommen, welche die schon in Abb. 2 schematisch gezeichneten Formen liefern.

[1]) Vgl. auch das Beispiel bei H. Bittel, l. c.

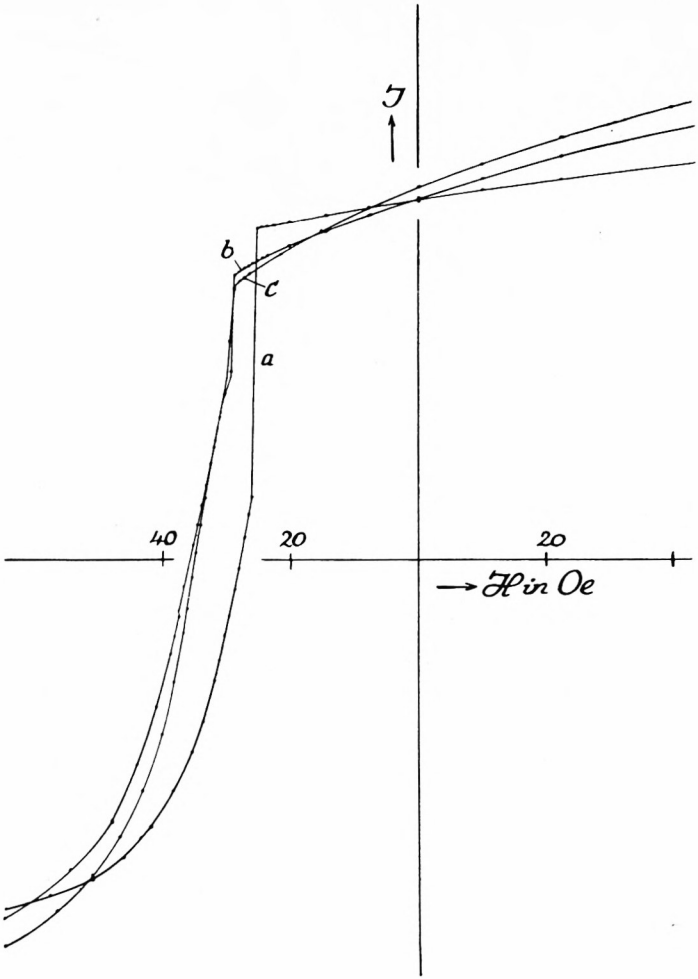


Abb. 5.
Einfluß von elastischen Spannungen auf die Hystereseschleife.

Die letzte Kurve – nach 185,6 h – ist noch nicht ganz der Endzustand; aber die völlige Entfestigung geht jetzt außerordentlich langsam vor sich. Abb. 6 lehrt folgendes:

a) Die Erholung beginnt mit einer Zunahme der Remanenz und einer kleinen Abnahme der Koerzitivkraft. Wir bezeichnen dieses als Vorerholung (Näheres s. Abschn. 17).

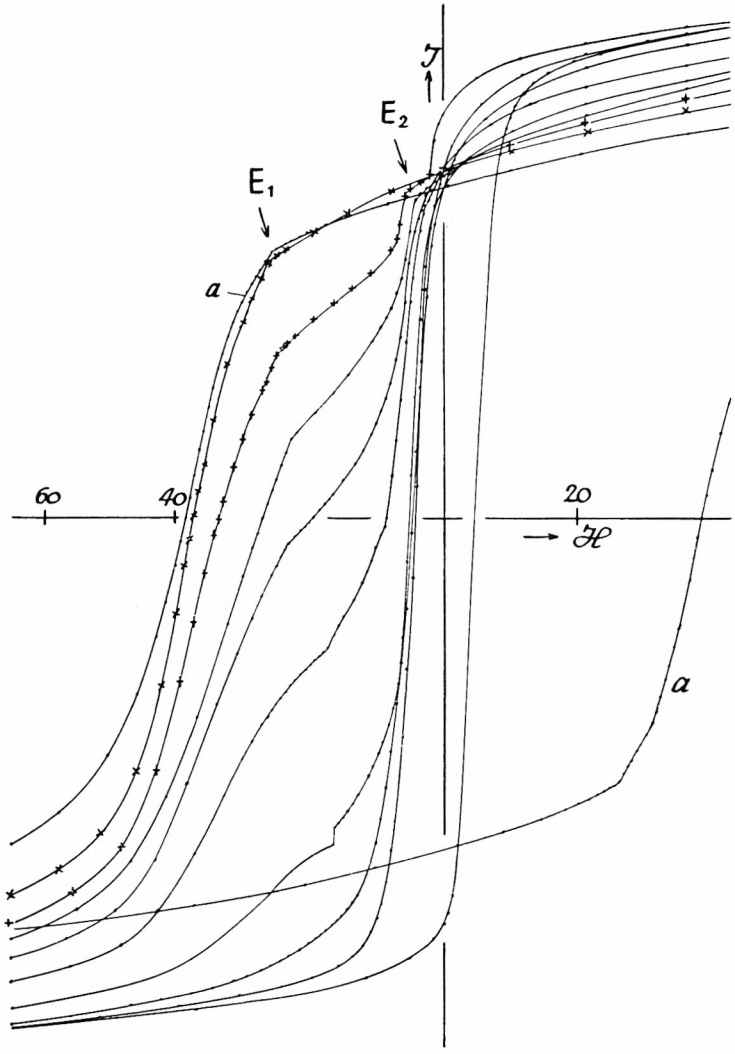


Abb. 6.
Entfestigung einer 81% düsengezogenen Probe bei 366° C.

b) Bei dem Fortschreiten der Erholung wird die Kurve uneinheitlich; sie setzt sich wesentlich aus 2 Teilen zusammen: einer „weichen" und einer „harten" Schleife (vgl. die schematische Darstellung in Abb. 3). Der scharfe Einsatz des Abfalls

E_2 der Magnetisierung bei den teilweise erholten Proben nach dem Remanenzpunkt – herrührend von den weichen Teilen der Probe – und die Art des Kurvenverlaufs bis zum Punkte der Koerzitivkraft zeigen, daß nicht Bestandteile aller möglichen Härten vorhanden sind, sondern wesentlich ein weicher und ein harter Bestandteil.

c) Die Koerzitivkraft der weichen Komponente ist von vornherein gleich der der vollkommen erholten Probe. Wenn also die Erholung in einem Teil beginnt, geht sie in diesem sprunghaft bis zu Ende.

d) Die Menge der weichen Komponente nimmt mit wachsender Erholungszeit zuerst schnell, dann immer langsamer zu.

e) Der Endzustand gibt die gleiche Hystereseform wie der Ausgangszustand, ist aber stets magnetisch weicher als der weichgeglühte Ausgangszustand (Koerzitivkraft $\sim$ 3 Oe gegen $\sim$ 8 Oe). Hierin dürfte die unterschiedliche Art der Entfestigung zum Ausdruck kommen: der Ausgangszustand ist ein stufenweise mit Zwischenglühung und einer Endglühung bei 430° C heruntergezogener Draht; der Endzustand ist ein stark kaltbearbeiteter Draht, der dann bei konstanter Temperatur entfestigt wurde.

f) Die für den gezogenen Zustand charakteristische Ecke E_1 rückt systematisch zu kleineren Feldern (Näheres s. Abschn. 17).

g) Die stetige Abnahme der Koerzitivkraft mit der Erholung hat keine physikalische Bedeutung; sie beruht vielmehr auf der Überlagerung einer weichen, an Menge stetig zunehmenden Phase über die an Menge stetig abnehmende harte Phase.

h) Nach Punkt c befindet sich der weiche Anteil im Endzustand. Es ist jedoch aus Abb. 6 nicht zu schließen, ob der harte Bestandteil seine ursprüngliche Härte behält. Um dies zu entscheiden und um die Verteilung der weichen Teile innerhalb der Probe festzustellen, wurden die Versuche des folgenden Abschnitts 8 gemacht.

8. Die experimentelle Analyse der uneinheitlichen Hystereseschleife erfolgte durch stufenweises Abätzen der Drähte. Ein Stück des gleichen Drahtes wie für Abb. 6 verwendet, lieferte

nach dem Ziehen die Kurve a in Abb. 7. Er wurde dann 1,5 Stunden auf 366° C gebracht und lieferte nun die uneinheitliche Kurve b. Nun wurde er in Salpetersäure abgeätzt. Er wird hierbei rauh. Aus den Werten der Sättigungsmagnetisierung vor und nach dem Abätzen ergibt sich, daß im Mittel eine Schicht von $0{,}03_2$ mm Dicke von der Gesamtdicke von $0{,}47_6$ mm weggenommen wurde (Querschnittsabnahme 25%). Jetzt ergab sich Kurve c, welche schon beinahe die gleiche Form wie die Ausgangskurve hatte. Eine weitere Verminderung des Durchmessers um $0{,}02_4$ mm (Querschnittsabnahme insgesamt 42%) durch nochmaliges Abätzen liefert die Kurve d, ein nochmaliges Abätzen um $0{,}02_0$ mm die Kurve e. Nun wurde die Probe wieder während 1,5 Stunden auf 366° C gebracht. Die erneute Messung liefert die Kurve f: sie ist wieder uneinheitlich, die Probe besteht wieder aus einem weichen und einem harten Teile.

Die Kurven aus Abb. 7 lehren folgendes:

a) Der bei der Erholung auftretende weiche, entfestigte Bestandteil ist lediglich der Mantel des Drahtes.

b) Das Innere des Drahtes hat nach der völligen Entfernung der erholten Schicht ungefähr die gleiche Koerzitivkraft wie der gesamte verfestigte Draht vor dem Anlassen (vgl. auch Abschn. 16).

c) Je mehr von dem Draht abgeätzt wird, desto mehr rückt die „Ecke" E_1 zu höheren Feldern. Diese Feststellung ist von Bedeutung in Verbindung mit der entgegengesetzten Verlagerung der Ecke bei der Erholung (vgl. Abschn. 16 und 17).

d) Während bei der ersten Erholung die Remanenz von R_1 zu R_2 stark zunimmt, bleibt sie bei der zweiten Erholung des inneren Drahtbereiches (R_3) praktisch unverändert (Näheres Abschn. 9d).

e) Die Erholung des abgeätzten Drahtes geht mengenmäßig wesentlich langsamer als die des Ausgangszustandes vor sich (vgl. Abschn. 9).

9. Abätzen des kaltbearbeiteten Drahtes. Die Ergebnisse von Abschnitt 8 führen zu der Frage, warum die äußeren Zonen des Drahtes sich zuerst erholen. Die Tatsache, daß auch nach starkem Abätzen die Erholung wieder uneinheitlich wird, führt

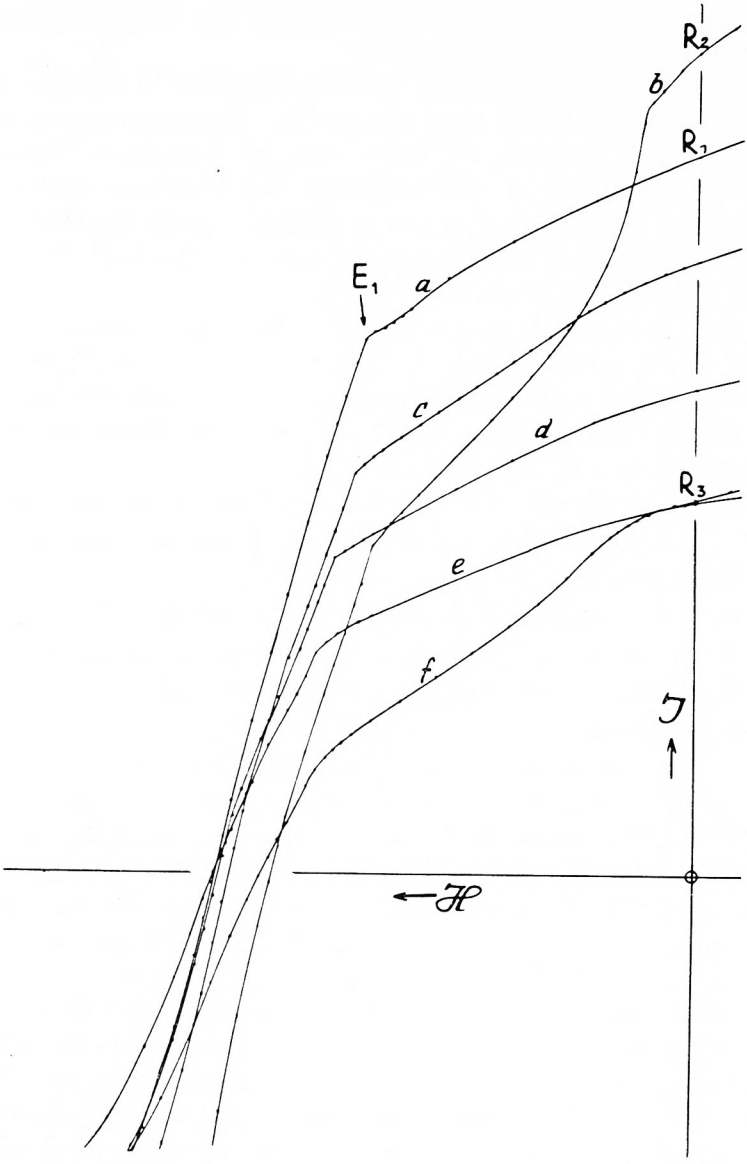


Abb. 7.

Analyse einer uneinheitlichen Probe durch Abätzen und erneute Entfestigung bei 366° C.

zu dem Schluß, daß es sich nicht um eine Eigenschaft des Gefüges, des Spannungszustandes oder des Bearbeitungszustandes der Oberfläche handelt.

Es wurden aber dennoch Versuche gemacht, in welchen der kaltbearbeitete Draht ohne thermische Vorbehandlung stufenweise abgeätzt wurde, um einen etwaigen besonderen Zustand der äußeren Zone an Veränderungen der Hystereseschleife zu erkennen. Abb. 9 zeigt den 81% düsengezogenen Zustand (a), den Zustand nach Verringerung des Querschnitts durch Abätzen um ~ 15% (b) und um ~ 33% (c).

Nun wurde nach diesem Abätzen der Draht während $1{,}5^{h}$ auf 366^{0} C gebracht: bei der Erholung tritt sofort wieder die uneinheitliche Kurve auf (d); das Auftreten der weichen Komponente benötigt viel längere Zeit, als wenn der Draht vor dem Ätzen erholt wird (vgl. Abschn. 8e).

Folgende Einzelheiten sind aus den Kurven zu ersehen:

a) Die „Ecke" liegt bei den tieferen Zonen des Drahtes bei höheren Feldern.

b) Die scheinbare Koerzitivkraft steigt mit der Tiefe an.

c) Die Remanenz (in Prozent der Sättigung) nimmt in den tieferen Zonen zu: von 51,3% auf 55,1% bei 33% Querschnittsverminderung.

d) Bei der ersten Erholung des stark abgeätzten Drahtes steigt die Remanenz von R_1 auf R_2 um 14% ihres Wertes, es tritt die „Vorerholung" ein, im Gegensatz zu Abschnitt 8d, wo von einem halb erholten Draht der erholte Bereich abgeätzt wurde und bei erneutem Anlassen die Remanenz nur um 1,3% stieg. Die Vorerholung erstreckt sich also auf den ganzen Drahtquerschnitt (s. Abschn. 17).

Die Versuche dieses Abschnittes zeigen also, daß das Fortschreiten der Erholung von außen nach innen und die völlige Erholung des äußeren Mantels nicht mit einem besonderen Zustand der Oberfläche des düsengezogenen Drahtes erklärt werden kann, sondern daß es eine Eigenschaft der Oberfläche an sich ist.

10. Die Abhängigkeit der Erholung von der Art der Kaltbearbeitung. Trotz der Ergebnisse der Abschnitte 8 und 9 bestand die Möglichkeit, daß irgendwelche anderen Einflüsse

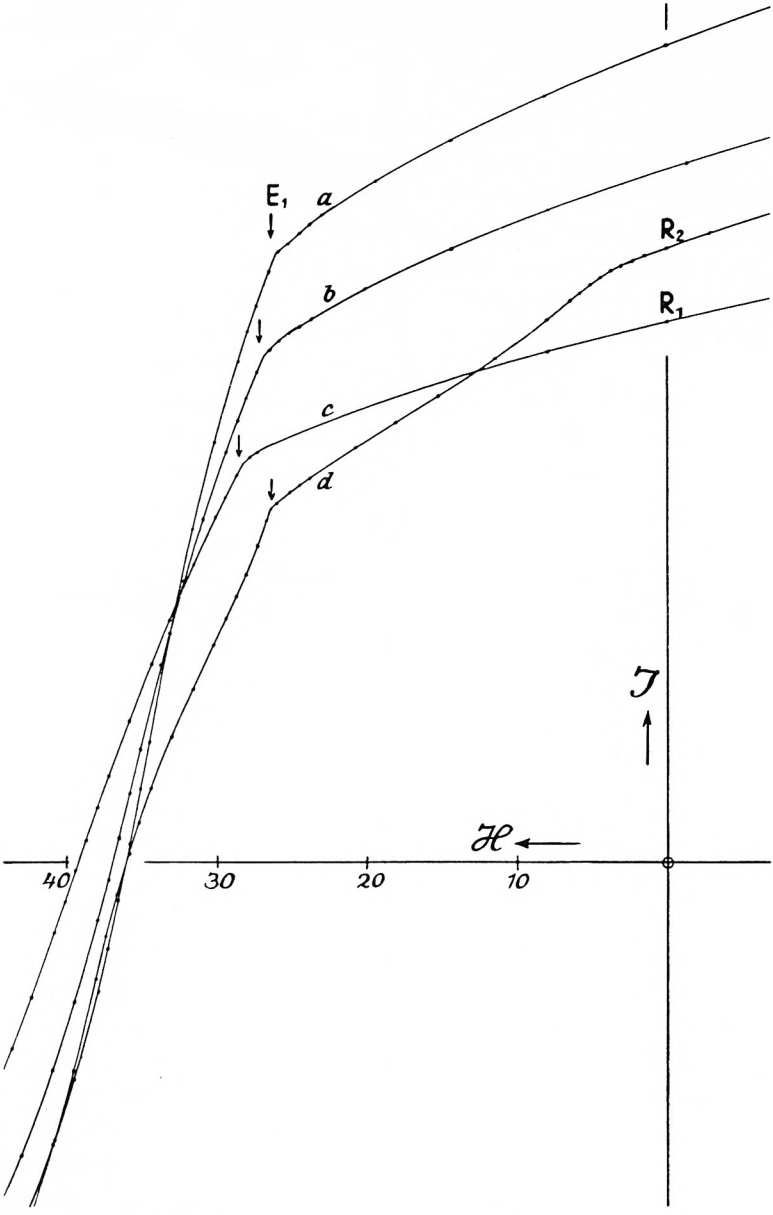


Abb. 8. Abätzen einer 81 % düsengezogenen Probe und Entfestigung bei 366° C.

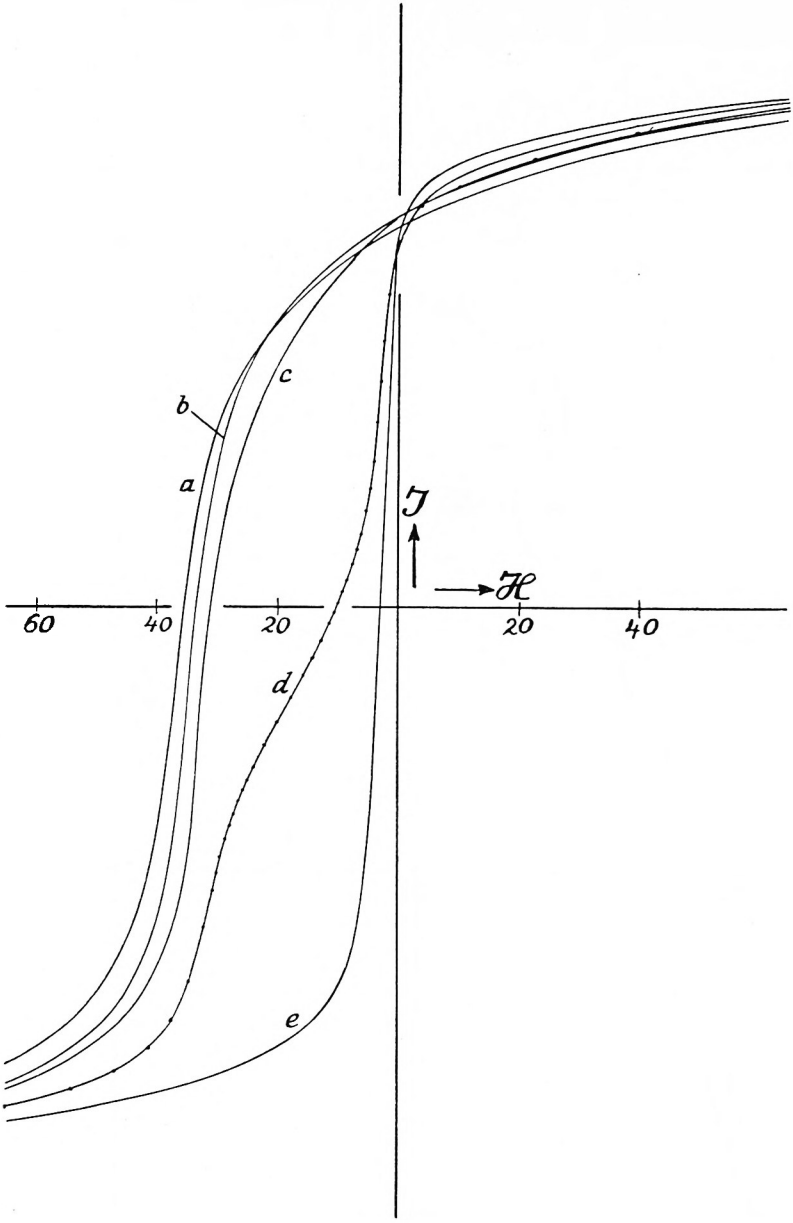


Abb. 9.
Entfestigung einer 20 % gereckten Probe bei 366° C.

durch das Ziehen in der Düse für die uneinheitliche Erholung maßgebend sind, etwa eine ganz besondere Art der Spannungsverteilung oder Ziehtextur in dem durch die Düse gezogenen Draht.

Es wurden deshalb in der Zerreißmaschine Drähte bis zum Reißen gereckt. Man erhielt dabei nur einen Kaltbearbeitungsgrad von 20–21 %. Die Hystereseschleife hat jetzt eine wesentlich andere Form als bei dem gleichen Kaltbearbeitungsgrad durch Düsenzug (vgl. Abb. 4): sie ist viel gleichmäßiger gekrümmt, von einer „Ecke" ist keine Andeutung mehr vorhanden. Hieraus ist zu schließen, daß der Zustand des gereckten Drahtes ein anderer ist als der des düsengezogenen.

Nichtsdestoweniger nimmt die thermische Erholung den gleichen Verlauf. In Abb. 9 ist a die Hystereseschleife der gereckten Probe, b nach einem Anlassen während 1,5 ^{h} auf 366^0 C. Nach 11,7 ^{h} (366^0 C) ist noch keine weitere Veränderung eingetreten. Erst nach 129,7 ^{h} erhält man die Kurve c und nach 318,1 ^{h} die Kurve d: *Auch die gerissene Probe erholt sich uneinheitlich.* Wahrscheinlich wegen des geringen Kaltbearbeitungsgrades geht die Erholung sehr langsam vor sich. Nach 827,9 ^{h} (Kurve e) ist die Erholung schon sehr weitgehend, aber noch nicht völlig abgelaufen.

Wird eine gereckte Probe ohne thermische Erholung abgeätzt, so nimmt ebenso wie bei den gezogenen Proben die Koerzitivkraft zu (Abb. 10). Die Hystereseschleife der inneren Teile (b) ist im ganzen breiter als die der ursprünglichen Probe (a).

Es wurde sodann ein Draht Ni I von 1,1 mm Durchmesser mit einem kleinen Hammer auf dem Amboß gehämmert. Er wurde hierbei so spröde, daß manchmal ein Stück an einer vorher gehämmerten Stelle fortflog. Er war nach dem Hämmern nicht mehr rund, so daß der Kaltbearbeitungsgrad nur ungefähr zu 35 % angegeben werden kann. Abb. 11 zeigt in a die Hystereseschleife des gehämmerten Drahtes. Nach Anlassen auf 366^0 C während 20,0 ^{h} wurde auch dieser Draht uneinheitlich (Kurve b); nach Abätzen (c) verschwand der weiche Anteil fast vollständig.

Obwohl also hier sicher eine sehr ungleichmäßige Kaltbearbeitung vorhanden ist, beginnt auch hier die Erholung außen, während die innere Zone hart bleibt.

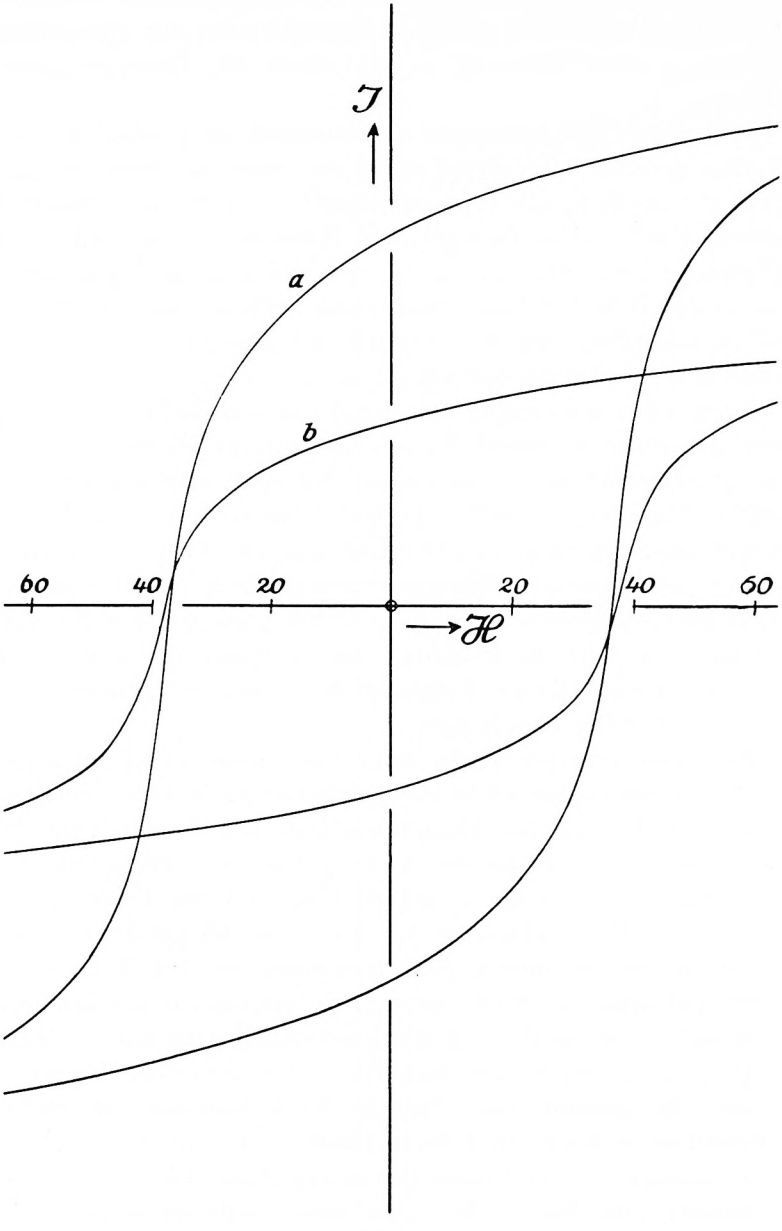


Abb. 10.
Analyse einer 21% gereckten Probe durch Abätzen.

11. Die Erholung dicker Proben. Die bisher beschriebenen Versuche waren meist mit Drähten von 0,6 bis 0,3 mm Durchmesser gemacht. Mit der anderen Karbonylnickelsorte II, welche von 2,5 auf 1,9 mm herabgezogen wurde (41 % Ziehgrad), erhielten wir durchwegs die gleichen Ergebnisse, vor allem die uneinheitliche Erholung von außen nach innen.

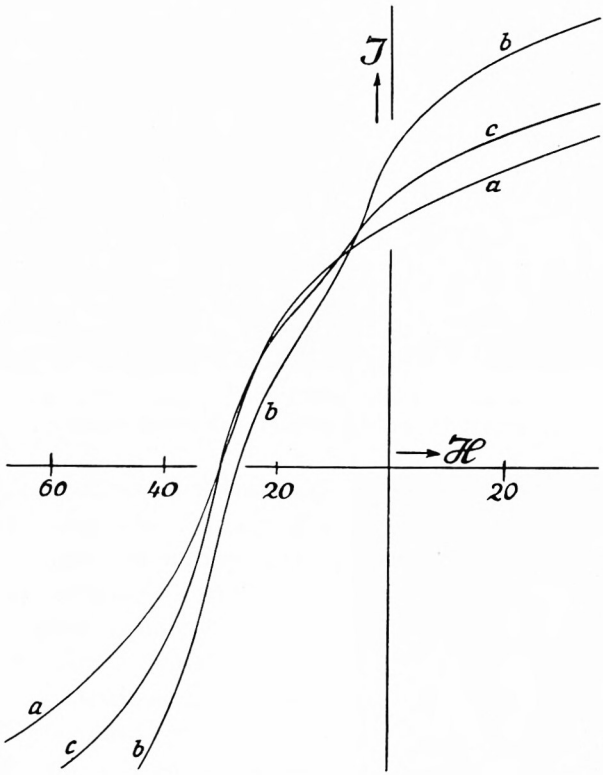


Abb. 11. Entfestigung einer gehämmerten Probe bei 366° C und Analyse durch Abätzen.

12. Der Einfluß der Korngröße auf die Erholung. Von einigen Proben wurden Schliffbilder angefertigt. Abb. 12 a und b zeigen 2 solche Bilder des Ausgangszustandes und des 91 % kaltbearbeiteten Drahtes von Ni I. Das feine Korn des Ausgangsmaterials ist durch die Kaltbearbeitung stark zerstört worden, es ist aber über den ganzen Drahtquerschnitt einheitlich. Auch

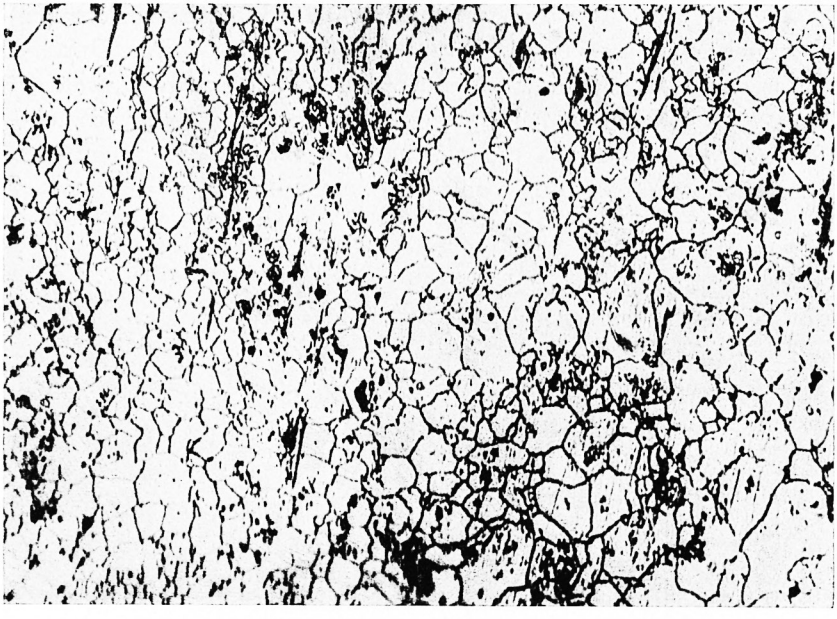
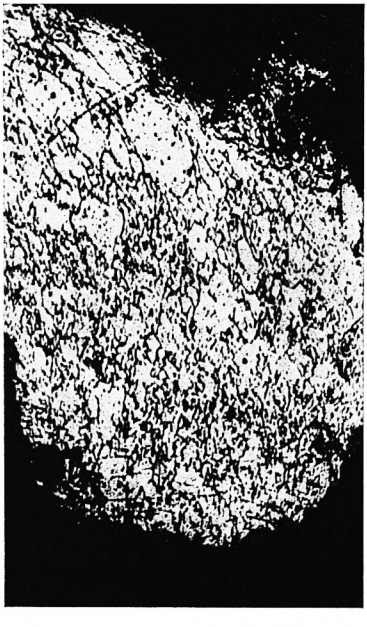


Abb. 12. Schliffe von Carbonylnickel I. Vergrößerung 150fach.
a) bei 430° C weichgeglühter Anlieferungszustand.



bei starker Vergrößerung ist kein Unterschied zwischen Mitte und Randzone zu ersehen.

Die Kristallitstruktur der Außenzone liefert also keine Anhaltspunkte dafür, warum die Erholung außen beginnt.

Die zweite Drahtsorte Ni II war wesentlich anders als die erste. Das Schliffbild zeigt im weichgeglühten Anlieferungszustand sehr große Kristallite; außerdem hatte sie ziemlich viele interkristalline Einschlüsse (Karbide oder Oxyde?) (Abb. 13 a An-

Abb. 12. b) 91% düsengezogenen. (Drahtdurchm. 0,3 mm, in Al-Backen gehalten).

lieferungszustand). Nach 41 % Kaltbearbeitung wurde das Schliffbild Abb. 13 b erhalten, welches keinen wesentlichen Unterschied gegen den Anlieferungszustand zeigt. Ein weiteres Schliffbild, Abb. 13 c, zeigt den Draht nach Anlassen während 4,75 ^{h} auf 450° C, ein Zustand, welcher magnetisch bereits stark uneinheitlich war (20–30% des Querschnitts weich). Auch hier zeigt sich in der Mittelzone kein sicherer Befund im Schliffbild.

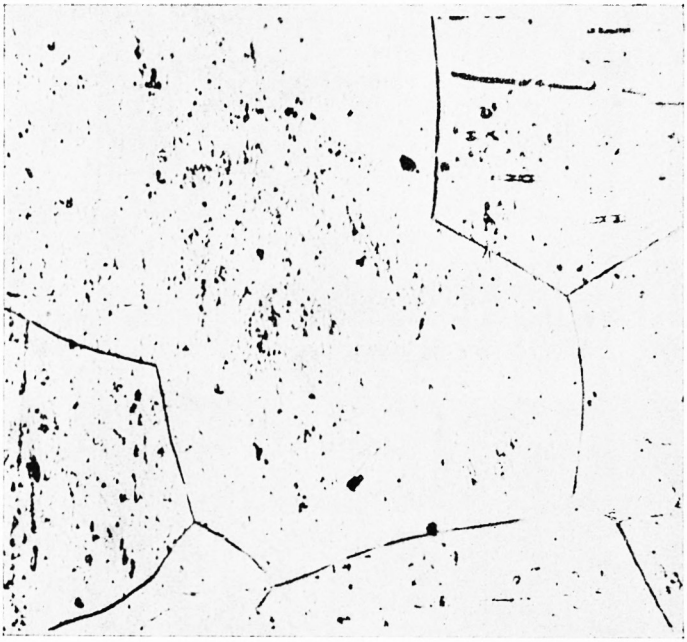


Abb. 13. Schliffe von Carbonylnickel II. Vergrößerung 150fach.
a) weichgeglühter Anlieferungszustand.

13. Der Einfluß der Temperatur auf die Entfestigung. Es ist eine bis heute ungeklärte und schon oft verschieden beantwortete Frage, ob bei jeder Temperatur eine völlige Erholung von der Kaltbearbeitung eintritt, oder ob die Erholung erst bei einer bestimmten Temperatur beginnt, oder ob bei jeder Temperatur ein für diese charakteristischer Wert der Erholung erreicht wird. Die diese Fragen betreffenden Versuche sind noch nicht alle abgeschlossen. Wir können aber schon einiges hierzu sagen.

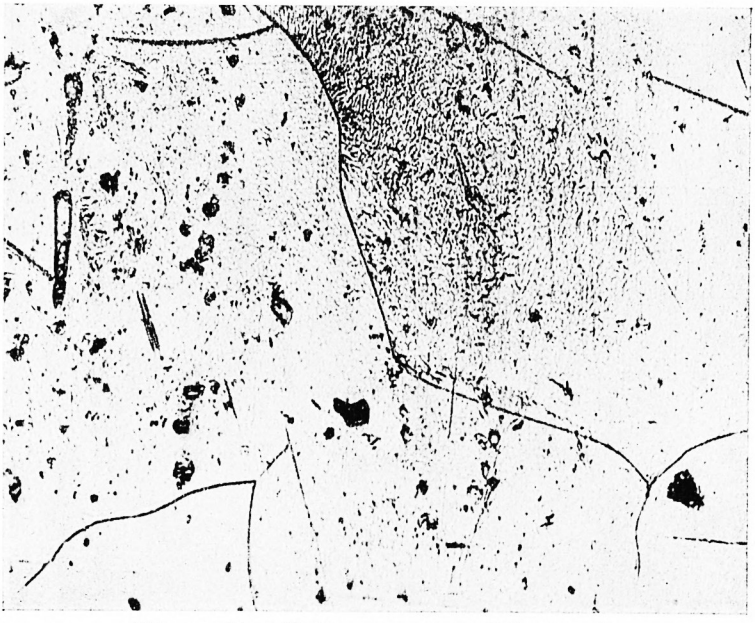


Abb. 13. b) 41% düsengezogenen (Mittelzone).

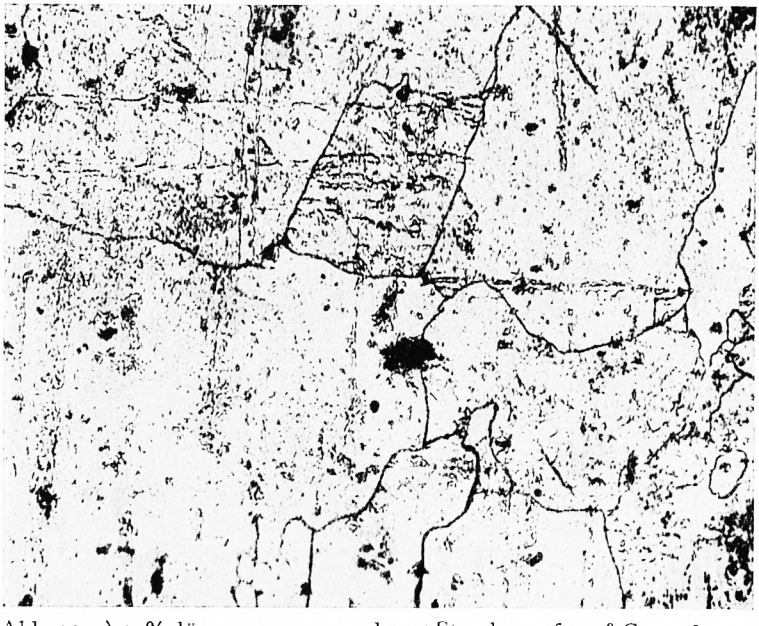


Abb. 13. c) 41% düsengezogenen und 4,75 Stunden auf 450° C angelassen.

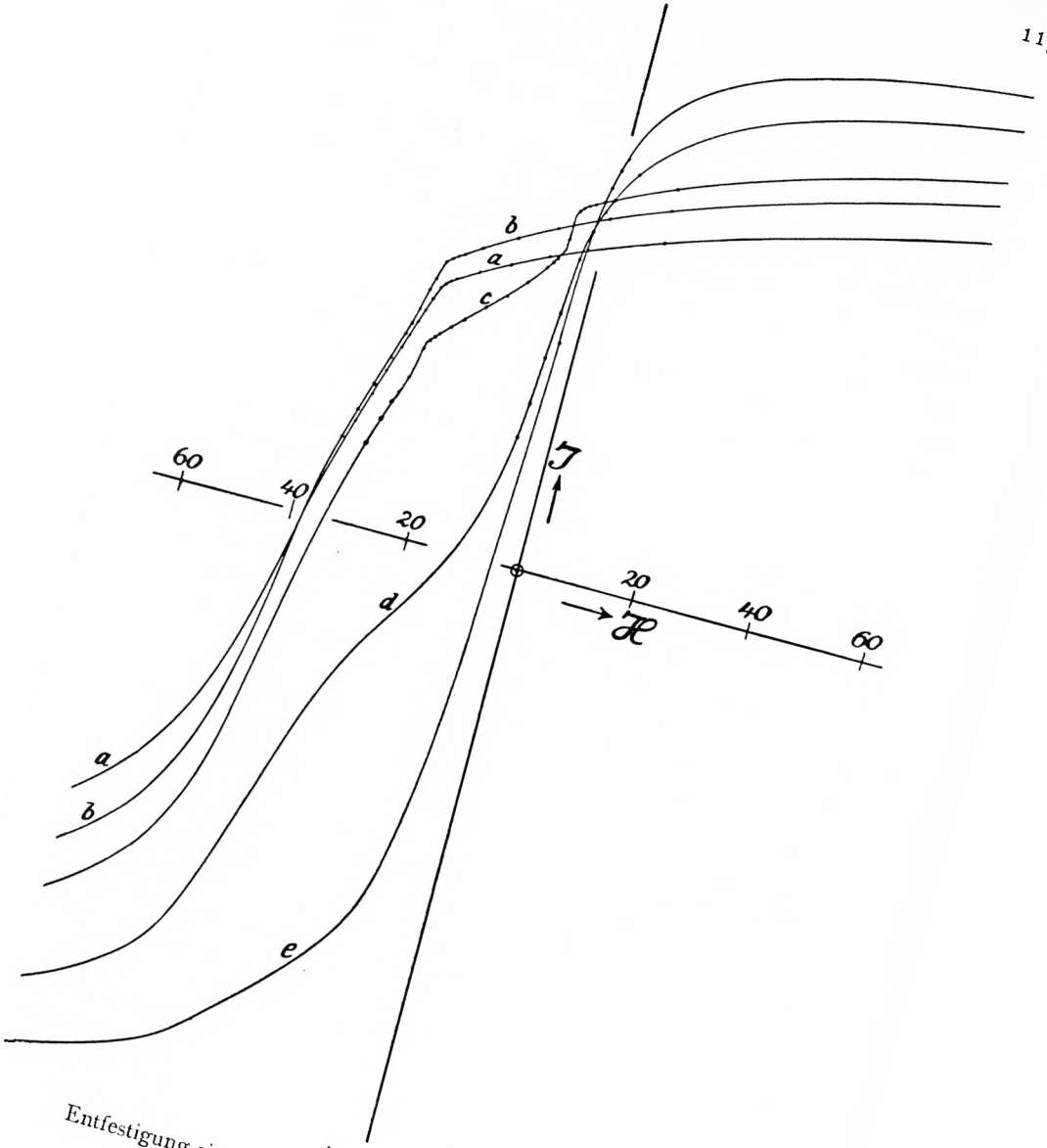


Abb. 14.
Entfestigung einer 81% düsengezogenen Probe bei 297° C.

Schon bei Zimmertemperatur tritt eine, wenn auch sehr kleine Erholung ein. Sie besteht in einer kleinen Abnahme (2%) der Koerzitivkraft, die aber nach kurzer Zeit zum Stillstand kommt, oder – vielleicht richtiger – dann außerordentlich langsam fortschreitet. Es kann sich hierbei auch um die Folge einer elastischen Nachwirkung handeln.

Abb. 14 zeigt die Erholung eines Stückes des gleichen Drahtes, wie er für Abb. 6 verwendet wurde (Ni I, 81% Kaltbearbeitungsgrad) bei 297° C (Kurve a: Ausgangszustand; b: Vorerholungszustand nach 0,5 h; c, d, e nach 73,6, 567,7, 1733,5 h Erhitzung auf 297° C). Was bei 366° in 11 h bzw. in 45,2 h erreicht wurde, benötigte bei 297° schon 567,7 h bzw. 1733,5 h (die entsprechenden Hysteresekurven haben ungefähr die gleiche Form). Der Vergleich der Entfestigung bei 366° und 297° C (Abb. 6 und 14) zeigt in völliger Übereinstimmung für beide Temperaturen zunächst die Vorerholung, dann die uneinheitliche Erholung. Diese geht auch bei dieser tiefen Temperatur zu Ende.

Es wurde bisher noch niemals beobachtet, daß die Erholung in einem uneinheitlichen Zustand der Probe stecken bleibt. Sobald der erste weiche Teil auftritt, geht seine Zunahme auch bis zur Erholung der ganzen Probe weiter. Dies wurde bei allen Kaltbearbeitungsarten gefunden.

Obwohl die völlige Erholung in Abb. 14 noch nicht erreicht ist, kann schon festgestellt werden, daß die Koerzitivkraft des Endzustandes bei beiden Temperaturen angenähert die gleiche von 4,2 Oe ist.

Schließlich wurden noch Versuche bei höheren Anlaßtemperaturen gemacht. Ni I, düsengezogen mit 81% Kaltbearbeitungsgrad und gerecktes (20%) Ni I waren bei 550° C schon nach 6 Minuten ganz weitgehend erholt. Die Koerzitivkraft des erholten Zustandes betrug für beide Drähte nur 2,8 Oe. Es ist abzuwarten, ob nach sehr viel längeren Zeiten auch bei den tiefen Anlaßtemperaturen sich die gleiche niedrige Koerzitivkraft ergibt, oder ob diese durch die bei diesen Drähten schon eingetretene Kornneubildung bedingt ist, wie von Bittel angenommen wird.

14. **Der Einfluß von kleineren Zusätzen zu dem Nickel** auf die

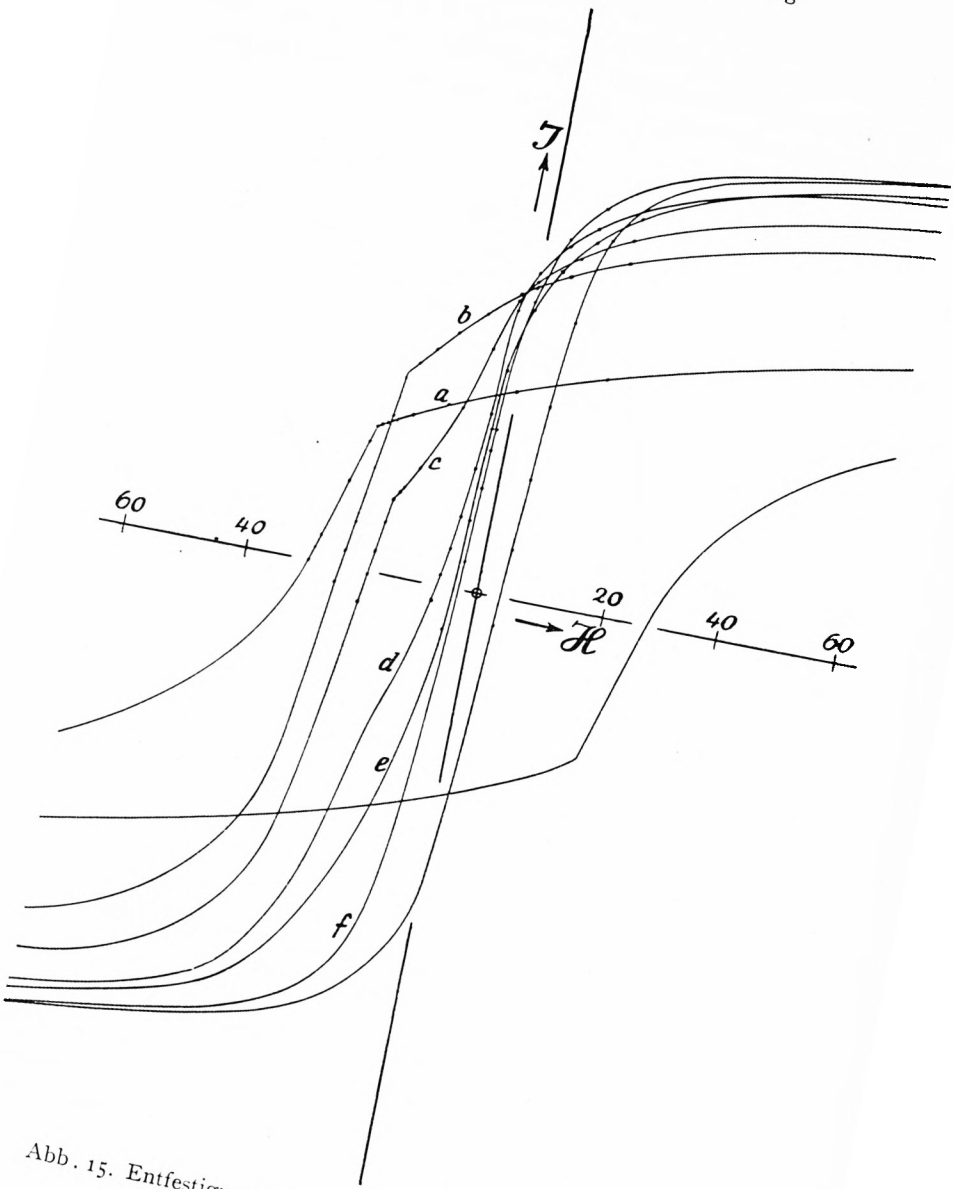


Abb. 15. Entfestigung einer 64% düsengezogenen Nickelprobe mit 0,5% Manganzusatz bei 603° C.

Geschwindigkeit des Ablaufs der Entfestigung ist sehr groß, aber die Art des Ablaufs ist völlig die gleiche.

Ein vakuumgeschmolzener Nickeldraht mit einem Bearbeitungszusatz von ~ 0,5 % Mangan zeigt bei einem Ziehgrade

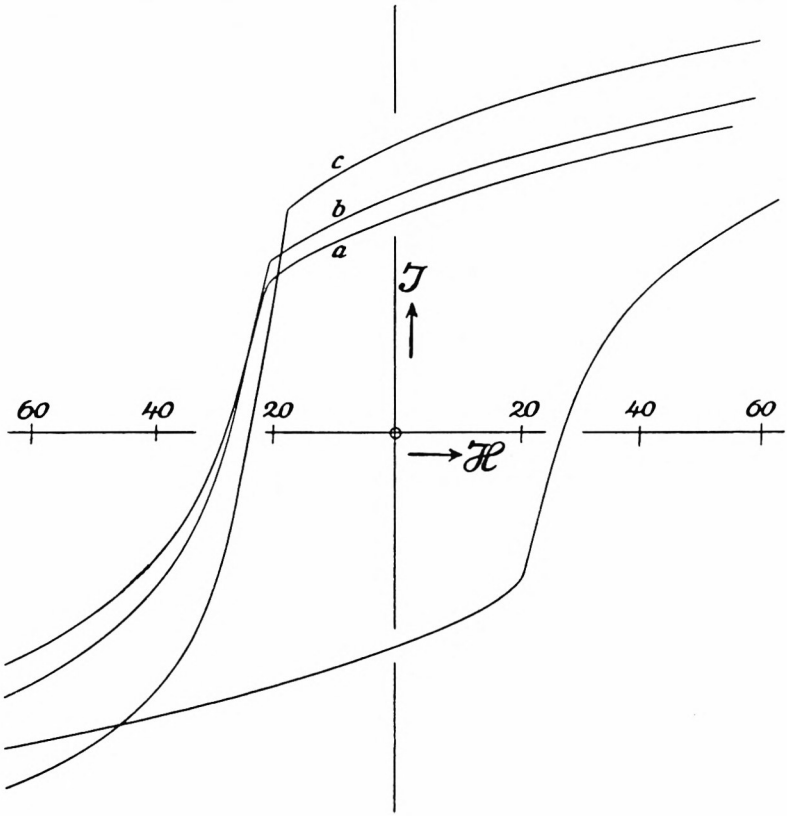


Abb. 16. Vorerholung einer 64% düsengezogenen Nickelprobe mit 0,5% Manganzusatz bei 366° C.

von 64 % bei 603° C den in Abb. 15 gegebenen Verlauf der Entfestigung. Kurven wurden nach Anlaßzeiten von 0 (a), 0,08 (b), 0,25 (c), 0,42 (d), 0,58 (e), 0,83, 1,25, 2,0, 7,75, 22,7 (f) Stunden aufgenommen, von denen nur die mit Buchstaben bezeichneten in Abb. 15 aufgenommen sind.

Bei 366° C wurde ein gleichartiger Draht bisher 2160^{h} angelassen. Er zeigt bis jetzt nur die Vorerholung, Abb. 16.

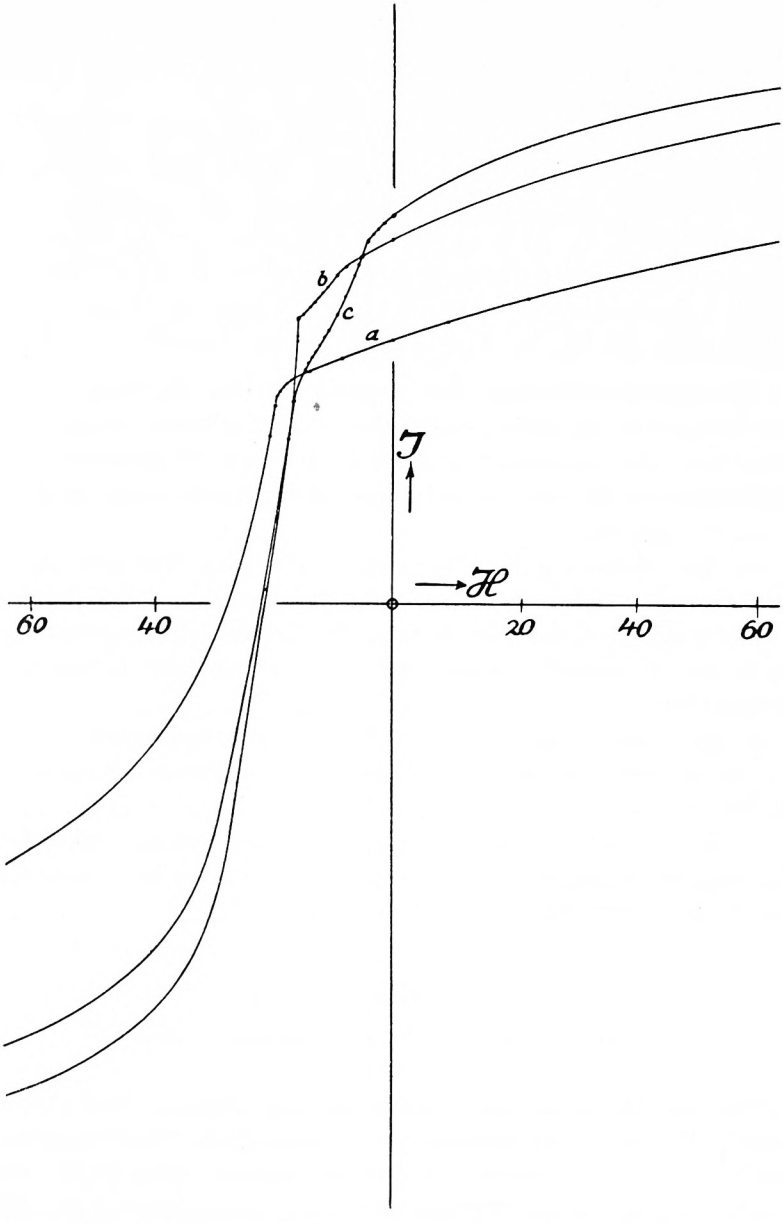


Abb. 17. Entfestigung einer 64% düsengezogenen Legierung Ni + 0,25% Mg + 0,3% Si bei 600° C.

Bemerkenswert ist hierbei, daß bereits nach 5 Minuten (Kurve b) eine beträchtliche Vorerholung eingetreten ist, daß diese dann aber sehr langsam fortschreitet; so ist Kurve c nach 2160 Stunden erhalten (vgl. Abb. 18).

Schließlich wurden einige Versuche mit einer Legierung Ni + 0,28% Mg + 0,3% Si gemacht. Auch diese erholt sich erst bei sehr viel höheren Temperaturen mit merklicher Geschwindigkeit. In Abb. 17 ist die wiederum uneinheitliche Erholung eines solchen düsengezogenen Drahtes mit 64% Ziehgrad nach Anlassen bei 600° während 1 bzw. 2 h gegeben. Die Zunahme der Remanenz bei der Vorerholung ist hier besonders groß.

15. Zusammenfassung der experimentellen Befunde. Ohne nochmals auf die schon besprochenen Einzelheiten einzugehen, wird eine kurze Zusammenfassung der für die gesamten Erholungsversuche charakteristischen und gemeinsamen Erscheinungen gegeben.

a) Die Erholung beginnt immer mit dem Auftreten eines magnetisch weichen Anteiles in den äußeren Zonen der Proben, unabhängig von dem Grade und der Art der Kaltbearbeitung, von der Korngröße, von Zusätzen und von der Erholungstemperatur.

b) Es ist dabei gleichgültig, ob dies die ursprüngliche Oberfläche ist oder ob sie nach Abätzen des äußeren Mantels erhalten wurde.

c) Die weiche Komponente nimmt mit zunehmender Erholungszeit mengenmäßig zu, bis die ganze Probe magnetisch weich geworden ist.

Zweiter Teil

Zur Deutung der Magnetisierungskurven

16. Die Hysterese der düsengezogenen Proben. Charakteristisch für diese Kaltbearbeitungsart ist der flache Durchgang der Kurve durch die Remanenz und die scharfe Ecke (vgl. z. B. Abb. 4). Ein solcher Verlauf der Hystereseschleife zeigt, daß von der Sättigung bis zur „Ecke" fast nur Drehprozesse vor sich gehen, und daß jenseits der „Ecke" im Bereich der größten

Steilheit zahlreiche Klappprozesse folgen. Hieraus folgt, daß ein großer Teil der magnetischen Vektoren in dem düsengezogenen Draht eine Vorzugsrichtung[1] hat.

Die Hysteresekurve dieser Drähte ist, wie aus den Abb. 6, 14, 15, 16, 17 und aus anderen hier nicht wiedergegebenen Kurven folgt, an der Stelle der Magnetisierung Null (Abszissenachse) etwas schmäler als bei größeren Magnetisierungen, z. B. der der Ecke oder der Remanenz. Solche Kurven können – vgl. Abb. 3 – dadurch zustande kommen, daß die Proben neben großen Mengen von magnetisch einheitlichem Material recht kleine Anteile mit davon abweichender Form der Hystereseschleife, z. B. mit größerer Koerzitivkraft enthalten. Es kann aber auch sein, daß die gleiche anormale Kurvenform dadurch zustande kommt, daß die Magnetisierungsvektoren der völligen Eindrehung in die Feldrichtung einen großen Widerstand entgegensetzen, sich aber nachher sehr fest in ihr halten.

Mit dem Abätzen des Drahtmantels ohne vorhergehende Temperaturbehandlung (vgl. Abb. 8) wurde diese Anormalität der Hysterese kleiner; die Koerzitivkraft steigt, die Ecke rückt zu größeren Feldern, und die prozentuale Remanenz nimmt zu (vgl. Abschn. 9c). Die Zunahme der Remanenz bei abgeätztem Draht zeigt, daß die Magnetisierungsvektoren eine größere Komponente in der Feldrichtung haben, d. h. daß sie im Mittel etwas mehr in Richtung der Drahtachse liegen als beim nichtabgeätzten Draht. Da aber beim Abätzen die „Ecke" gleichzeitig zu größeren Feldern rückt (vgl. Abschn. 9a und Abb. 8), folgt daraus, daß das zu einem Klappprozeß nötige Feld im Inneren der Probe größer ist als in der Mantelzone: Die magnetische Härte der düsengezogenen Proben nimmt nach innen zu.

17. Die Vorerholung. Charakteristisch für die Vorerholung ist die Zunahme der Remanenz und in den meisten Fällen eine Verlagerung der Ecke zu kleineren Feldern (vgl. Abschn. 7a, f und Abb. 14, 15 und insbesondere 16). Die in Abschnitt 16 besprochene anormale Form der Hystereseschleife geht zurück;

---

[1]) Diese Aussage bedeutet nicht auch schon eine Angabe über die „Textur" des Drahtes.

die Breite der Schleife bei der Magnetisierung der Ecke nähert sich derjenigen an der Stelle der Magnetisierung Null (Abszissenachse). Außerdem erstreckt sich die Vorerholung auf den ganzen Drahtquerschnitt (s. Abschn. 9d).

Aus der Zunahme der Remanenz folgt wieder (wie in Abschn. 16) eine Drehung der Magnetisierungsvektoren in Richtung der Drahtachse, die auch bei der später einsetzenden Haupterholung noch fortschreitet, wie die weitere Verlagerung der Ecke zeigt (vgl. Abschn. 7f und Abb. 6). Denn eine Verlagerung der Ecke zu kleineren Feldern wird gerade durch eine solche Drehung bedingt. Die Frage, ob allein durch diese Drehung die Verlagerung der Ecke bedingt ist, oder ob dabei noch eine Verringerung der magnetischen Härte mitwirkt, kann bis jetzt noch nicht entschieden werden. Die zu ihrer Lösung nötigen Versuche sind noch nicht abgeschlossen.

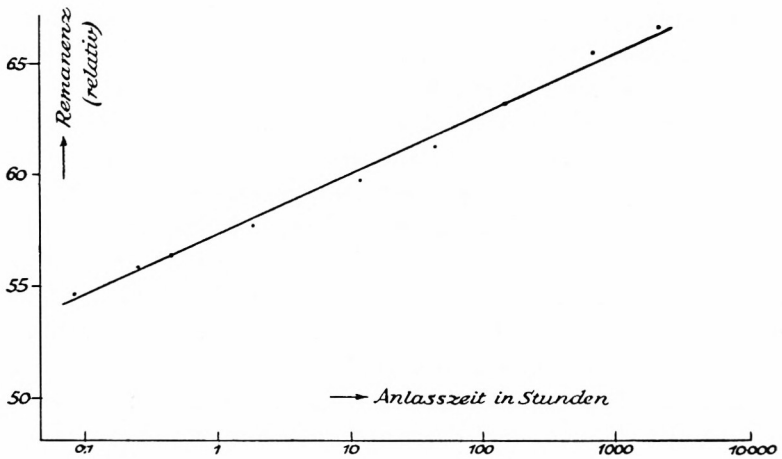


Abb. 18. Zunahme der Remanenz einer 64% düsengezogenen Nickelprobe mit 0,5% Manganzusatz während der Vorerholung bei 366° C.

Die Geschwindigkeit der Vorerholung zeigt Abb. 18. Ein 64% düsengezogener Nickeldraht mit ~ 0,5% Manganzusatz wurde bei 366° C angelassen. Bei der dabei stattfindenden Vorerholung (einige der Hystereseschleifen zeigt Abb. 16) nimmt die Remanenz proportional dem Logarithmus der Anlaßzeit zu. Es sei erwähnt, daß genau die gleiche Gesetzmäßigkeit auch bei Ausscheidungs-

vorgängen in Aluminium-Kupfer-Legierungen[1,2] und Nickel-Beryllium-Legierungen[3] gefunden wurde.

Die Versuche zeigten noch folgenden interessanten Befund: Bei den zahlreichen untersuchten düsengezogenen Drähten lag die prozentuale Remanenz im gezogenen Zustand zwischen 41,8 und 61,6%. Im ersten Fall bilden also die magnetischen Vektoren im Mittel einen größeren Winkel zur Drahtachse als im zweiten. Dies äußert sich in der Vorerholung. Im ersten Fall betrug die Zunahme der Remanenz während der Vorerholung 50%, während sie im zweiten Fall nur 4,5% betrug. Tabelle 1 zeigt für 6 Proben die Zunahme der Remanenz in Abhängigkeit von der prozentualen Remanenz, die im nicht erholten gezogenen Zustand gemessen wurde. Dieser Zusammenhang zeigt wieder, daß die Vorerholung in einer Drehung der Magnetisierungsvektoren in Richtung der Drahtachse besteht.

Tabelle 1

Prozentuale Remanenz ...	41,8	43,3	45,2	52,8	55,5	61,6
Zunahme der Remanenz bei der Vorerholung in Prozent	50	33[4]	38	15	15	4,5

18. **Die uneinheitliche Erholung.** Die Versuche haben gezeigt, daß das Einsetzen der Erholung an der Oberfläche und das Fortschreiten derselben nach innen nicht durch einen besonderen Zustand der Außenzone erklärt werden kann (vgl. Abschn. 10, 11 und 12). Nach den bisherigen Ergebnissen nehmen wir daher an, daß dieses Verhalten eine Eigenschaft der Oberfläche an sich ist. Ein Atom im Innern der kaltbearbeiteten Probe braucht offenbar mehr Energie zu einem Platzwechsel als eines an der Oberfläche, das nur von drei Seiten gebunden ist und nach der vierten leichter ausweichen kann. Hat sich nun ein weicher (erholter) Mantel gebildet, dann finden die weiteren Platzwechsel bevorzugt

[1]) H. Auer, Zs. f. Metallkde. **28** (1936) S. 164-175.
[2]) W. Hartnagel, Zs. f. Metallkde. **30** (1938) S. 81-86.
[3]) W. Gerlach loc. cit.
[4]) Die Vorerholung ist hier noch nicht abgeschlossen.

an dieser Grenzfläche hart–weich statt. Es ist dabei bis jetzt noch nicht geklärt, ob mit der Erholung gleichzeitig eine Rekristallisation (Kornwachstum oder Kornneubildung) verbunden sein muß.

Die vorliegende Arbeit behandelt den ersten Teil von Untersuchungen, die sowohl in metallkundlicher als auch in magnetischer Richtung fortgesetzt werden.

Physikalisches Institut der Universität München,
Februar 1939