# Sitzungsberichte

der

# mathematisch-naturwissenschaftlichen Abteilung

der

Bayerischen Akademie der Wissenschaften zu München

1939. Heft III

Sitzungen Oktober-Dezember

München 1939

Verlag der Bayerischen Akademie der Wissenschaften

1. En Kommission bei der C. H. Beck'schen Verlagsbuchhandlung

### Über Kaltbearbeitung und Erholung.

Zweite Mitteilung.

Die röntgenographische Untersuchung der verschiedenen Erholungszustände.

Von Walther Gerlach und Willy Hartnagel.

Mit 9 Figuren.

Vorgelegt in der Sitzung vom 7. Oktober 1939.

Auf Grund der Messung der Hystereseschleife, besonders der Remanenz und der Koerzitivkraft, wurde in der ersten Mitteilung folgendes festgestellt:

- a) Bei dem Anlassen von kaltbearbeitetem Nickel in Drahtform unabhängig von der Art der Kaltbearbeitung und qualitativ auch unabhängig von dem Grad der Kaltbearbeitung nimmt zunächst die Remanenz zu, ohne daß die Koerzitivkraft sich wesentlich ändert.
- b) Nach längerer Erhitzungszeit tritt in zunehmendem Maße eine magnetisch weiche Komponente auf.
- c) Die magnetisch weiche Komponente wächst von der Oberfläche des Drahtes nach dem Innern, so daß in den Zwischenstufen zwischen dem kalt bearbeiteten und dem völlig entfestigten Zustand der Draht aus zwei Bereichen besteht, der entfestigten Mantelzone und der Innenzone von der ursprünglichen Härte.

Wir bezeichneten die Erscheinung a als "Vorerholung", die Erscheinungen b und c als die "Entfestigung". Wir werden jetzt statt "Vorerholung" einfach "Erholung" sagen, da die röntgenographische Analyse einen wesentlichen Unterschied zwischen der Art des ersten und des zweiten Vorgangs ergeben hat.

#### Neue Versuche.

Es wurde ein Draht von Karbonylnickel I auf 82,3 % düsengezogen. In Abb. 1 gibt die Hystereseschleife 1 die magnetische Eigenschaft dieses Drahtes wieder. Wie in der letzten Mitteilung München Ak. Sb. 1939. III 20

ist nur der eine Ast der Hystereseschleife gezeichnet. Die Debye-Scherrer-Aufnahme (Cu-α-Strahlung) (Abb. 2) zeigt bei stehender und bei gedrehter Probe das gleiche Bild: scharfe, gleichmäßig diffuse Interferenzen mit einer sicheren Andeutung von

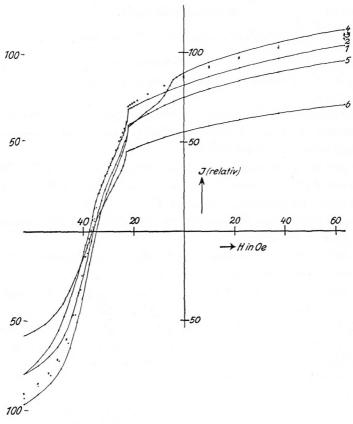


Abb. 1. Hysteresekurven der verschiedenen röntgenographisch untersuchten Zustände.

Textur. In der Drahtachse liegt bevorzugt die | 1 1 | Richtung, zum Teil auch die | 1 0 0 | Richtung. Über diese Textur wird der eine von uns (H.) in kurzer Zeit weitere Untersuchungen mitteilen.

Der Draht wird 3 Minuten auf 340<sup>o</sup> C angelassen. Er liefert die Punkte der Hystereseschleife 2 in Abb. 1: Zunahme der Remanenz ohne wesentliche Änderung der Koerzitivkraft. Die Debye-Scherrer-Aufnahme zeigt keinen Unterschied gegen vorher.

Eine weitere Erwärmung (6 Minuten auf 340°) ändert den Zustand magnetisch im gleichen Sinne etwas weiter (Kurve 3, Abb. 1). Das Röntgenbild (Abb. 3) zeigt vereinzelte scharfe Interferenzpunkte, sonst aber keinen Unterschied.

Nach der Erwärmung während 36 Minuten auf 340° (Abb. 1, Kurve 4) tritt die weiche Komponente auf. Das Röntgenbild (Abb. 4) zeigt in den diffusen Interferenzlinien eine große Zahl von scharfen Punkten, ein sicheres Anzeichen dafür, daß größere einheitliche Kristallbereiche aufgetreten sind.

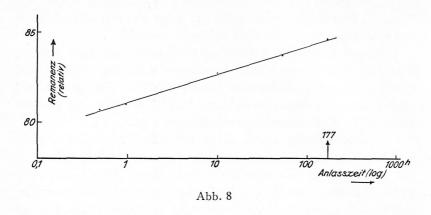
Von dieser Probe wurde in Salpetersäure 14,7% des Querschnittes abgeätzt. Die uneinheitliche Hystereseschleife geht nach der Abätzung in die einheitliche Schleife 5, Abb. 1 über, ein Zeichen dafür, daß die weiche Komponente an der Oberfläche saß und abgeätzt wurde. Die Röntgenaufnahme (Abb. 5) zeigt nur noch vereinzelte scharfe Punkte.

Die Probe wird jetzt bis zu einer Querschnittsverminderung von 37,1% abgeätzt. Die Hystereseschleife 6 in Abb. 1 hat sich nicht geändert, sie liegt nur tiefer, weil der Querschnitt des Drahtes kleiner ist. Auf dem Röntgenbild (Abb. 6) sind die scharfen Interferenzpunkte vollständig verschwunden, dagegen tritt die Textur viel stärker in Erscheinung.

Jetzt wird die Probe vollständig entfestigt, so daß sie magnetisch einheitlich weich ist. Abb. 7 zeigt die Röntgenaufnahme: die diffusen Interferenzen sind vollständig aufgelöst in einzelne Punkte; es ist eine vollständige Rekristallisation der Probe eingetreten.

Das Auftreten der scharfen Interferenzpunkte ist also mit dem Auftreten der magnetisch weichen Komponente verbunden. Daß in Abb. 3 schon einige wenige Pünktchen vorhanden sind, rührt zweifellos davon her, daß nach dem Anlassen von 6 Minuten bei 340° schon an der äußersten Oberfläche eine vollständige Entfestigung beginnt, die aber volumenmäßig so wenig ausmacht, daß sie in der Magnetisierungskurve noch nicht in Erscheinung tritt.

Daß bei reiner Erholung ohne Entfestigung die Interferenzen sich nicht ändern und noch nicht auflösen, wird durch folgenden Versuch bewiesen: Eine gleichartige Probe wurde bei 200° C angelassen und während 177 Stunden verfolgt. Die Remanenz nimmt mit dem Logarithmus der Anlaßzeit zu (Abb. 8). Das,



was in der ersten Mitteilung, Abb. 18, für eine Nickelmanganprobe gezeigt war, gilt also auch für Karbonylnickel. Nach 177stündigem Anlassen wurde die Aufnahme Abb. 9 gemacht, welche keine Spur von einer Auflösung der Interferenzen in Einzelpunkte zeigt.

#### Zusammenfassung.

Bei dem Anlassen von düsengezogenem Nickel tritt während der "Erholung" keine Änderung der Kristallitstruktur ein.

Während der "Entfestigung" erfolgt eine Rekristallisation. In den Zwischenstufen zwischen dem harten und dem vollständig entfestigten Zustand erfolgt die Rekristallisation nur in den äußeren Bereichen, in welchen auf Grund der magnetischen Messungen die magnetisch-weiche Komponente liegt.

Physikalisches Institut der Universität München. Oktober 1939. Indizierung der Interferenzen (111), (200), (220), (311), (222), (400).

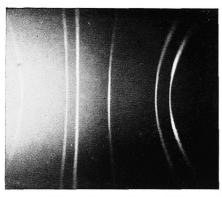


Abb. 2. Ausgangszustand

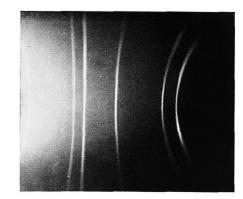


Abb. 3. Teilweise erholt

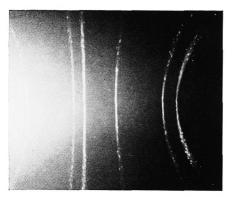


Abb. 4. Beginnende Entfestigung

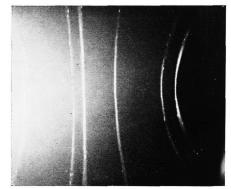


Abb. 5. Probe von Abb. 4, oberflächlich abgeätzt

## Die Punktinterferenzen sind doppelt (Cu α<sub>1</sub> α<sub>2</sub>)



Abb. 6. Gleiche Probe stärker abgeätzt, bis entfestigter Bereich ganz verschwunden



Abb. 7. Völlig entfestigt



Abb. 9. Erholte Probe ohne Entfestigung