

Montanuniversität Leoben

**Untersuchungen zum
Rekristallisationsverhalten von Molybdän**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der PLANSEE Metall GmbH durchgeführt.

Leoben, 14.06.07

Danksagung

Herrn Prof. Dr. Helmut Clemens danke ich für die Möglichkeit diese Arbeit am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung zu verfassen und für die wertvolle fachliche Unterstützung bei so mancher Diskussion.

Zu besonderem Dank bin ich den Projektpartnern der PLANSEE Metall GmbH Reutte für die spontane Ermöglichung dieses Projektes verpflichtet. Insbesondere möchte ich mich bei Herrn Dipl.- Ing. Dr. mont. Wolfram Knabl und Herrn Dipl.- Ing. Dr. mont. Alexander Lorich bedanken, die für meine Fragen jederzeit ein offenes Ohr hatten und daher meinen Aufenthalt in Reutte bei der PLANSEE Metall GmbH als sehr lehrreich gestalteten. Zu Dank bin ich auch Frau Dipl. Ing. (FH) Melanie Ludwig verpflichtet, die während meiner Abwesenheit ein wachendes Auge über die Probenfertigung in Reutte hatte. Des Weiteren will ich auch allen anderen PLANSEE Mitarbeitern für die entgegengebrachte Hilfsbereitschaft danken.

Ganz besonders möchte ich mich bei Herrn Univ. Prof. Dipl.- Ing. Dr. Roland Stickler bedanken, der im gesamten Verlauf der Diplomarbeit mit seinem umfassenden Wissen und Ratschlägen viel zum Erfolg dieser Diplomarbeit beigetragen hat.

Besondere Dank gilt Herrn Dipl.- Ing. Dr. mont. Harald Leitner für seine Betreuung und Hilfestellung bei all den kleinen Problemen während der Arbeit.

Mein Dank gilt allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeiter des Departments Metallkunde und Werkstoffprüfung, die mich in meiner Tätigkeit unterstützt haben.

Meinen Studienkollegen und Freunden möchte ich für die motivierenden Gespräche am Institut aber besonders auch für die inspirierenden Abendaktivitäten bedanken, die die Mühen der Diplomarbeit schnell wieder vergessen machten.

Zu Dank bin ich meinen Eltern verpflichtet, die mir ein geruhames Leben in Leoben ermöglichten und mir nie irgendwelche Einschränkungen in meinem Handeln auferlegten.

Inhaltsverzeichnis

Erklärung.....	IV
Abbildungsverzeichnis.....	VI
Tabellenverzeichnis.....	XI
Abkürzungsverzeichnis	XII
Verwendete Geräte / Kalibrierung	13
1 Einleitung	14
1.1 Aufgabenstellung und Motivation	14
1.2 Molybdän – Herstellung, Verarbeitung und Verwendung	15
1.2.1 Herstellung von Molybdän.....	16
2 Theoretische Grundlagen.....	18
2.1 Erholung und Rekristallisation.....	18
2.2 Kinetik der primären Rekristallisation	21
2.3 Erholungs- und Rekristallisationsverhalten von kubisch raumzentrierten Metallen	24
2.4 Verformung kubisch raumzentrierter Metalle.....	26
2.5 Umformverhalten von Zylinderstauchproben	31
2.5.1 Globaler Umformgrad vs. lokaler Umformgrad.....	32
2.6 Umformbedingte Texturentwicklung bei krz Metallen.....	33
2.6.1 Walztexturen und Stauchtexturen von krz Metallen	34
2.7 Stand der Forschung bezüglich des Rekristallisations-verhaltens und der Rekristallisationskinetik von Molybdän.....	35
3 Experimentelle Versuchsdurchführung	37
3.1 Probenherstellung und Vorgeschichte des Materials	37
3.1.1 Fertigung der Proben aus dem Blechmaterial.....	38
3.2 Umformung der Zylinderproben	39
3.2.1 Umformdilatometer	39
3.2.2 Stauchen der Molybdänzylinder zur Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes.....	41
3.3 Glühungen der Molybdänzylinder.....	41
3.4 Schliffpräparation	42
3.5 Charakterisierungsmethoden	43
3.5.1 ECCI – Electron Channelling Contrast Imaging	46
3.5.2 EBSD – Electron Backscattered Diffraction	47
3.5.3 Ermittlung der rekristallisierten Korngröße	48
3.5.4 Ermittlung des rekristallisierten Anteils	49
3.5.5 Härteprüfung nach Vickers.....	50
4 Ergebnisse und Diskussion	51
4.1 Basischarakterisierung.....	51
4.2 Evaluierung der Glühparameter zur Einstellung eines definierten Ausgangszustandes.....	53
4.3 Charakterisierung des Umformverhaltens.....	57

4.4	Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes	61
4.4.1	Rekristallisationsverhalten über den Probenquerschnitt	61
4.4.2	Ermittlung der Rekristallisationsschwelle	63
4.4.3	Wahl der Parameterkonfiguration	63
4.4.4	Rekristallisationsdiagramm von Molybdän	64
4.4.5	Härtemessung nach Vickers	66
4.5	Untersuchung der Rekristallisationskinetik.....	75
4.5.1	Härtemessungen.....	77
5	Zusammenfassung.....	79
	Literaturverzeichnis	81
6	Anhang.....	84
6.1	Umformgrad 0%	84
6.2	Umformgrad 15%	86
6.3	Umformgrad 30%	89
6.4	Umformgrad 50%	92
6.5	Umformgrad 70%	95

Erklärung

Ich erkläre hiermit, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Matthias Loidl

Betreuer seitens PLANSEE Metall GmbH

Dipl. Ing. Dr. Wolfram Knabl

Dipl. Ing. Dr. Alexander Lorich

Dipl. Ing. (FH) Melanie Ludwig

Betreuer seitens Montanuniversität Leoben – Department Metallkunde und
Werkstoffprüfung:

Prof. Dr. Helmut Clemens

Dipl. Ing. Dr. Harald Leitner

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1.1: Schematischer Herstellungsprozess von pulvermetallurgisch hergestelltem Molybdän [2]	16
Abbildung 2.1: Effekte der Kaltverformung bzw. des Glühens [5].....	18
Abbildung 2.2: Zeitlicher Verlauf der Erholung und der Rekristallisation [5].....	19
Abbildung 2.3: Schematischer zeitlicher Ablauf der Rekristallisation [6].....	22
Abbildung 2.4: Aufspaltung einer Schraubenversetzung in drei Partialversetzungen [13].....	28
Abbildung 2.5: (a) Aufgespaltete, nicht bewegliche Schraubenversetzung. (b) Einschnürung auf zwei Ebenen und beginnende Ausbauchung auf der dritten Ebene. (c) Bewegung der Ausbauchung und Ausbildung eines Kinkenpaars. (d) Erneute Aufspaltung nachdem die neue Lage erreicht ist und seitliche Bewegung der Kinke [13].....	28
Abbildung 2.6: Abhängigkeit der Fließspannung von der Umformtemperatur bei kubischraumzentrierten Metallen [14].....	29
Abbildung 2.7: Probe unter Druckbeanspruchung mit den Bereichen unterschiedlicher Beanspruchungsbedingungen [3].....	32
Abbildung 2.8: FEM Simulation auf Basis der Software FORGE3. Simuliert wurde die Größe des lokalen Umformgrades über den Probenquerschnitt einer Zylinderprobe mit 50% Stauchung. Der Balken im linken Teil der Abbildung gibt die Größe des lokalen Umformgrades an.....	33
Abbildung 2.9: Rekristallisationsdiagramm von Molybdän nach Pink [1].....	35
Abbildung 2.10: Einfluss der Umformart auf das Rekristallisationsverhalten [18].....	36
Abbildung 3.1: Ort der Probenentnahme im Mo-Blech. RD ist die Walzrichtung.....	38
Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau des verwendeten Umformdilatometers Typ 805 A/D der Fa. Bähr Thermoanalyse [19].....	39
Abbildung 3.3: Unverformte Probe mit angebundenem Thermoelement. Fertig zum Einbau in das Umformdilatometer	40
Abbildung 3.4: Detailaufnahme der Probenkammer des Dilatometers [20].....	40
Abbildung 3.5: Ofenprotokolle von Glühungen bei 1300°C und 1400°C für jeweils eine Stunde	42
Abbildung 3.6: Skizze des Versuchsaufbaus zum Elektropolieren	43
Abbildung 3.7: Mechanisch polierte Probe (Polieranweisung nach Katrakova et. al [22]), die zuvor bei 1400°C/1h gegläht wurde. Dieses Bild wurde im Orientierungskontrastmodus aufgenommen, die Informationen über die Substrukturen stammen nur aus der verformten Oberflächenschicht und sind	

somit für eine Charakterisierung der Rekristallisation nutzlos.	44
Abbildung 3.8: Elektrolytisch polierte Probe, die 70% gestaucht und anschließend bei 900°C/1h gegläht wurde, im Orientierungskontrastmodus aufgenommen. Deutlich sind die bereits rekristallisierten Körner durch die homogene Färbung von der noch verformten Matrix zu unterscheiden.....	45
Abbildung 3.9: Mechanisch polierte Probe, die 70% gestaucht und anschließend bei 1400°C/1h gegläht wurde, ohne nachfolgendes Elektropolieren. Körner, die eigentlich schon rekristallisiert sind, weisen trotzdem noch starke Orientierungsunterschiede innerhalb des Kornes auf. Grund dafür ist wieder die verformte Oberflächenschicht. a) BSE Aufnahme; b) EBSD Aufnahme – beide Abbildungen zeigen denselben Probenausschnitt.....	45
Abbildung 3.10: Rückstreuung von Elektronen im Kristallgitter [23-26].	46
Abbildung 3.11: Kontrastentstehung durch Versetzungen im ECCI – Modus [23-26]	46
Abbildung 3.12: Schematische Darstellung zur Entstehung der Kikuchilinen [27]	47
Abbildung 3.13: Untersuchter Bereich der gestauchten Proben.....	48
Abbildung 3.14: Orientierungskontrastaufnahme einer Probe die 50% gestaucht und bei 1000°C/1h gegläht wurde. Deutlich sind die rekristallisierten Körner von der verformten Matrix zu unterscheiden.	49
Abbildung 4.1: Dreidimensionale Gefügedarstellung vom Probenmaterial im Anlieferungszustand (walzhart)	52
Abbildung 4.2: Härteverlauf nach verschiedenen Glühtemperaturen (Glühzeit: 1 Stunde).....	53
Abbildung 4.3: Aufnahme einer teilrekristallisierten Mo – Probe (direkt aus dem Blech gearbeitet) im Orientierungskontrast Modus, Glühparameter 1400°C/1h.....	54
Abbildung 4.4: EBSD Aufnahmen einer Zylinderprobe nach der Glühung (1300°C/1h) zur Einstellung eines definierten Ausgangszustandes. Aufgrund der Tatsache, dass nur wenige Körner analysiert wurden, ist die Polfigur bezüglich der Textur nur bedingt aussagekräftig.	55
Abbildung 4.5: Schematische Darstellung und Aufnahme der umgeformten Proben (von links 15%, 30%, 50%) mit einer Ausgangsgeometrie von $\varnothing 5$ mm x 10 mm. Hierbei soll auf die Verjüngung in der Mitte der Probe hingewiesen werden.....	58
Abbildung 4.6: Proben mit einer Ausgangsgeometrie von $\varnothing 5$ mm x 7,5 mm mit unterschiedlicher Stauchverformung (von links: 0%, 15%, 30%, 50%, 70%). Bei diesen Proben ist eine gleichmäßige Ausbauchung der Mantelfläche zu erkennen.	59
Abbildung 4.7: Probe mit 70% Stauchung und Glühung 850°C/1h; Die Probe weist Risse auf (Pfeile).....	59
Abbildung 4.8: Probe mit 70% Stauchung und Glühung 850°C/1h; REM Aufnahme	

der Risspitze im Orientierungskontrast. Der Riss läuft entlang der Grenze zweier lang gestreckter Körner durch das Gefüge.	60
Abbildung 4.9: Probe mit 30% Stauchung und 1050°C/1h. Vergleiche mit den dazu korrespondierenden Abbildungen aus dem Anhang zeigen eine auffallend große rekristallisierte Korngröße.	60
Abbildung 4.10: LIM Aufnahme von verschiedenen Positionen am Querschliff einer Probe mit 50% technischer Stauchung und anschließender einstündiger Glühung bei 1400°C. In den Eckbereichen der Probe ist ein ausgeprägtes rekristallisiertes Gefüge zu erkennen.	61
Abbildung 4.11: Darstellung des lokalen Umformgrades in einer Probe mit 50% Stauchung. Der Balken gibt, über Farbcodierung, den jeweiligen lokalen Umformgrad in der Probe an.	62
Abbildung 4.12 Rekristallisationsdiagramm von Molybdän nach lichtmikroskopischer Untersuchung und Beurteilung von Orientierungskontrastaufnahmen am REM.	64
Abbildung 4.13: Härteverlauf der Glühserie mit 0% Stauchung.	66
Abbildung 4.14: Härteverlauf der Glühserie mit 15% Stauchung.	67
Abbildung 4.15: Härteverlauf der Glühserie mit 30% Stauchung.	67
Abbildung 4.16: Härteverlauf der Glühserie mit 50% Stauchung.	68
Abbildung 4.17: Härteverlauf der Glühserie mit 70% Stauchung.	68
Abbildung 4.18: Lichtmikroskopische Gefügaufnahme einer 50% gestauchten Probe, die bei 1200°C für eine Stunde geglüht wurde. Der Unterschied zwischen rekristallisierten und verformten Körnern ist nur schwer zu beurteilen.	70
Abbildung 4.19: REM - Aufnahme einer Probe mit denselben Stauch- und Glühparameter wie Abbildung 4.18. Die rekristallisierten Körner sind gut von der erhaltenen Grundmatrix zu unterscheiden.	70
Abbildung 4.20 Probe mit 70% Stauchung und Glühung bei 1400°C/1h. Deutlich heben sich die lang gestreckten Körner von den rekristallisierten Körnern ab.	71
Abbildung 4.21: Probe mit 70% Stauchung und Glühung bei 1400°C/1h. Aufnahme vom Eckbereich der Probe, das Gefüge weist eine vollständig rekristallisierte Struktur auf.	72
Abbildung 4.22: Probe mit 70% Stauchung und Glühung bei 1400°C/1h: EBSD Untersuchung einer Probe mit lang gestreckten Körnern. Untersucht wurde ein Ausschnitt mit rekristallisierten Körnern als auch mit lang gestreckten, erhaltenen Körnern.	73
Abbildung 4.23: Lage der Härteeindrücke in Probe mit einer Stauchung von 70% und Glühung bei 1400°C/1h.	74
Abbildung 4.24: Rekristallisierter Anteil als Funktion der Zeit für 4 verschiedene	

Parameterkombinationen aus Stauchung und Glühtemperatur.....	75
Abbildung 4.25 Auswertung der „JMA-Daten“	76
Abbildung 4.26: Härtemessung an den Proben zur Bestimmung der Rekristallisationskinetik	77
Abbildung 5.1 Rekristallisationsdiagramme von Molybdän a) diese Diplomarbeit; b) Diagramm erstellt von Pink [1]	80
Abbildung 6.1: 0%; 1400°C/1h	84
Abbildung 6.2: 0%; 1500°C/1h	84
Abbildung 6.3: 0%; 1600°C/1h	84
Abbildung 6.4: 0%; 1800°C/1h	84
Abbildung 6.5: 0%; 2000°C/1h	85
Abbildung 6.6: 0%; 2200°C/1h	85
Abbildung 6.7: 0%; 2500°C/1h	85
Abbildung 6.8: 15%; ungeglüht.....	86
Abbildung 6.9: 15%; 900°C/1h	86
Abbildung 6.10: 15%; 1000°C/1h	86
Abbildung 6.11: 15%; 1100°C/1h	86
Abbildung 6.12: 15%; 1150°/1h.....	87
Abbildung 6.13: 15%; 1200°C/1h	87
Abbildung 6.14: 15%; 1300°C/1h	87
Abbildung 6.15: 15%; 1400°C/1h	87
Abbildung 6.16: 15%; 1600°C/1h	88
Abbildung 6.17: 15%; 1800°C/1h	88
Abbildung 6.18: 15%; 2000°C/1h	88
Abbildung 6.19: 15%; 2200°C/1h	88
Abbildung 6.20: 15%; 2500°C/1h	88
Abbildung 6.21: 30%; ungeglüht.....	89
Abbildung 6.22: 30%; 900°C/1h	89
Abbildung 6.23: 30%; 1000°C/1h	89
Abbildung 6.24: 30%; 1050°C/1h	89
Abbildung 6.25: 30%; 1100°C/1h	90
Abbildung 6.26: 30%; 1200°C/1h	90
Abbildung 6.27: 30%; 1300°C/1h	90
Abbildung 6.28: 30%; 1400°C/1h	90
Abbildung 6.29: 30%; 1600°C/1h	90
Abbildung 6.30: 30%; 1800°C/1h	91
Abbildung 6.31: 30%; 2000°C/1h	91
Abbildung 6.32: 30%; 2200°C/1h	91

Abbildung 6.33: 30%; 2500°C/1h	91
Abbildung 6.34: 50%; ungeglüht.....	92
Abbildung 6.35: 50%; 900°C/1h	92
Abbildung 6.36: 50%; 950°C/1h	92
Abbildung 6.37: 50%; 1000°C/1h	92
Abbildung 6.38: 50%; 1100°C/1h	93
Abbildung 6.39: 50%; 1200°C/1h	93
Abbildung 6.40: 50%; 1300°C/1h	93
Abbildung 6.41: 50%; 1400°C/1h	93
Abbildung 6.42: 50%; 1600°C/1h	93
Abbildung 6.43: 50%; 1800°C/1h	94
Abbildung 6.44: 50%; 2000°C/1h	94
Abbildung 6.45: 50%; 2200°C/1h	94
Abbildung 6.46: 50%; 2500°C/1h	94
Abbildung 6.47: 70%; ungeglüht.....	95
Abbildung 6.48: 70%; 800°C/1h	95
Abbildung 6.49: 70%; 850°C/1h	95
Abbildung 6.50: 70%; 900°C/1h	95
Abbildung 6.51: 70%; 1000°C/1h	96
Abbildung 6.52: 70%; 1100°C/1h	96
Abbildung 6.53: 70%; 1200°C/1h	96
Abbildung 6.54: 70%; 1300°C/1h	96
Abbildung 6.55: 70%; 1400°C/1h	96
Abbildung 6.56: 70%; 1600°C/1h	97
Abbildung 6.57: 70%; 1800°C/1h	97
Abbildung 6.58: 70%; 2000°C/1h	97
Abbildung 6.59: 70%; 2200°C/1h	97
Abbildung 6.60: 70%; 2500°C/1h	97

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1.1: Physikalische Eigenschaften von Molybdän [2]	15
Tabelle 3.1: Umformgrade der letzten drei Walzschriffe	37
Tabelle 3.2: Polieranweisung für die Untersuchung von Molybdän Proben am LIM1 und am REM	42
Tabelle 4.1: Dichtebestimmung	51
Tabelle 4.2: Härteprüfung HV10 von Randproben R und Mittenproben M	51
Tabelle 4.3: Chemische Zusammensetzung	51
Tabelle 4.4: Zusammenfassung der dem Rekristallisationsdiagramm zugrunde liegenden Werte. Die Einheit der Korngrößen ist μm . Proben die nicht analysiert wurden, scheinen in der Tabelle mit einem (-) auf	65
Tabelle 4.5: Wertetabelle der ermittelten Härtewerte nach HV5. Proben die nicht analysiert wurden, scheinen in der Tabelle mit einem (-) auf	69
Tabelle 4.6: Avrami Koeffizienten abgeleitet aus dem JMAK - Diagramm	77

Abkürzungsverzeichnis

LIMI	Lichtmikroskop
REM	Rasterelektronenmikroskop
EBSD	Electron Backscattered Diffraction
ECCI	Electron Channelling Contrast Imaging
BSE	Backscattered Electrons
krz	kubischraumzentriert
kfz	kubischflächenzentriert
T_s	Schmelztemperatur
JMA	Johnson-Mehl-Avrami

Verwendete Geräte / Kalibrierung

- 1) Abschreck und Umformdilatometer
Typ 805 A/D
Kalibrierung
Kraftaufnehmer 6050 Prüf und Kalibrierprotokoll 8438_P01 Prüf-
Kalibrierprotokoll > 100N von 03.11.1994 JF (Bruster
Präzisionsmesstechnik GmbH & Co KG)
Wegaufnehmer Typ HR200 Serial No. J8468 Test and
Inspection Data
Temperatur / Temperaturregelung mittels PID- Regler / PID
Regler (Regelparameter X_p , T_n , T_v) werkseitig voreingestellt
- 2) Präzisionstrennmaschine
Struers Accutom-5 / Trennscheibe 356-CA
- 3) Härteprüfgerät
ZWICK 3212 Härteprüfung nach Vickers DIN 50133 / Kalibrierung
mittels Vickers Prüfplatte 527 HV3
- 4) Lichtmikroskop
Reichert- Jung / Polyvar met
Kalibrierung mittels Eichmillimeter (1mm)
Lichtmikroskop Kamera:
ColorView Soft Imaging System

Lichtmikroskop Auswertesoftware:
ANALYSIS (Soft Imaging System GmbH) Vers. 3.2
- 5) Rasterelektronenmikroskop REM/ BSE (Department Metallkunde und
Werkstoffprüfung Leoben)
Cambrige Instruments Stereo Scan 360
- 6) Electron Backscatter Diffraction (EBSD) – System (Department
Metallkunde und Werkstoffprüfung Leoben)
Oxford Instruments INCA Crystal / Auswertesoftware INCA- Version
4.5 / Kamerakalibrierung mittels Germaniumeinkristall

1 Einleitung

1.1 Aufgabenstellung und Motivation

Das Rekristallisationsverhalten von Molybdän soll untersucht und daraus ein Rekristallisationsdiagramm erstellt werden. Anhand dieses dreidimensionalen Schaubildes ist es möglich, Aussagen über die Größe des rekristallisierten Kornes bei definierter Glüh Temperatur und Glühdauer bei vorangegangener definierter Verformung zu treffen. Solch eine mechanisch-thermische Behandlung von Werkstoffen hat einen wesentlichen Einfluss auf die erreichbaren mechanischen Eigenschaften, wie z.B.: Härte, Festigkeit, Duktilität, Zähigkeit, Kriechbeständigkeit usw. Da sich nun im Laufe der Zeit die Produktionsprozesse (Pulverreduktion, Pressen, Sintern, etc.) stetig verbessert haben, ist auch das Ausgangsmaterial der Untersuchung ein reineres geworden und daher hat auch das bislang verwendete Rekristallisationsschaubild an Genauigkeit verloren. In der Literatur sind zwar verschiedene Rekristallisationsdiagramme vorhanden, jedoch liegt die Erstellung des aktuellsten Schaubildes schon wieder rund 40 Jahre zurück [1]. Dazu kommt auch noch, dass über die bereits erstellten Diagramme wenig bis keine Angaben über die mechanisch-thermische Vorgeschichte des Ausgangsmaterials vorhanden sind. Diese Tatsache macht ein sinnvolles Verwenden der vorhandenen Diagramme und eine Umlegung auf die im Betrieb herrschende Praxis nur bedingt möglich.

Ein weiterer Einflussfaktor der der Exaktheit des Rekristallisationsdiagrammes zuträglich ist, ist die stetige Weiterentwicklung der Charakterisierungstechniken. Früher wurde die Ermittlung des rekristallisierten Anteiles im Gefüge bzw. das Eintreten der Rekristallisation mittels Lichtmikroskopie ermittelt. Der heutige Stand der Technik erlaubt aber den Einsatz verbesserter und genauerer Verfahren, anhand derer schon viel früher bzw. der genaue Zeitpunkt der Rekristallisationskeimbildung ermittelt werden kann. Unter anderem wurden daher bei dieser Diplomarbeit, moderne Charakterisierungsmethoden wie z.B. ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging) oder EBSD (Electron Backscattered Diffraction) in die Untersuchungen implementiert. Zusätzlich wurde zur optischen Bestimmung bzw. zur Bestimmung im Rasterelektronenmikroskop auch noch eine Härteprüfung der einzelnen Proben vorgenommen.

Zusätzlich soll, mit den vorhin erwähnten Methoden, auch die Rekristallisationskinetik von Molybdän untersucht werden, um genaue Aussagen über den Ablauf der Rekristallisation treffen zu können.

1.2 Molybdän – Herstellung, Verarbeitung und Verwendung

Molybdän gehört zu der Gruppe der hochschmelzenden Refraktärmetalle zu der auch Metalle wie etwa Wolfram, Niob oder Tantal gehören. Diese Metalle zeichnen sich durch eine hohe Bindungsenergie aus, welche gewisse physikalische Eigenschaften, die für die Benützung unter hohen Temperaturen dienlich sind, positiv beeinflussen: Ein hoher Schmelzpunkt und folglich auch eine hohe Rekristallisationstemperatur, hoher Elastizitätsmodul, niedriger thermischer Ausdehnungskoeffizient oder niedriger Dampfdruck sind einige dieser Eigenschaften, welche in Tabelle 1.1 zusammenfassend aufgeführt sind.

Tabelle 1.1: Physikalische Eigenschaften von Molybdän [2]

Atomare Eigenschaften	
Ordnungszahl	42
Atommasse [u]	95,64
Atomradius [nm]	0,1363
Atomvolumen [m ³]	1,53*10 ⁻²⁹
Gittertyp	A2, krz
Gitterparameter [nm]	0,3146
Burgers-Vektor [nm]	0,273
Thermische Eigenschaften	
Schmelztemperatur [°C]	2610
Linearer Wärmeausdehnungskoeffizient von 0-100°C [K ⁻¹]	5,1*10 ⁻⁶
Spezifische Wärme bei 25°C [JK ⁻¹ kg ⁻¹]	251
Wärmeleitfähigkeit von 0-100°C [Wm ⁻¹ K ⁻¹]	138

Des Weiteren zeichnet sich Molybdän durch eine gute Korrosionsbeständigkeit aus. Es ist resistent im sauren Milieu, wird jedoch von Basen angegriffen. Wichtig ist zu erwähnen, dass Molybdän bei hohen Temperaturen nicht oxidationsbeständig ist.

Durch seine ausgezeichneten Eigenschaften findet reines Molybdän Anwendung in vielen Bereichen der Industrie. Die Einsatzgebiete erstrecken sich von der Lichttechnik (z.B.: Abblendkappen in Scheinwerfern), über die Leistungselektronik (Halbleiterbasisplatten) bis hin zum Hochtemperaturofenbau. Ein weiterer wichtiger Einsatzbereich ist die Beschichtungstechnik (Sputtertargets bzw. Verdampferquellen). Interessant ist zu erwähnen, dass der mengenmäßig größte Teil des produzierten Molybdäns in der Stahlindustrie als Legierungselement eingesetzt wird.

Molybdän wird auch mit anderen Elementen legiert und als Legierung eingesetzt. Hier allen voran TZM (Titan-Zirkon-Molybdän), welches sich durch erhöhte Rekristallisationstemperatur und Kriechfestigkeit auszeichnet. Verwendung findet TZM unter anderem als Werkzeug bei diversen Schmiedeprozessen.

1.2.1 Herstellung von Molybdän

Generell können Metalle schmelzmetallurgisch oder pulvermetallurgisch hergestellt werden. Beide Wege erlauben die Einstellung spezieller Eigenschaften die vom Herstellungsprozess abhängen. Schmelzmetallurgisch hergestellte Metalle zeichnen sich beispielsweise durch ein grobes Korn und durch ein dendritisches Gefüge aus, wo hingegen pulvermetallurgisch hergestellte Metalle homogene und vorzüglich kleine Korngrößen ausbilden. Des Weiteren erlaubt die Pulvermetallurgie die Herstellung von Legierungen die auf dem schmelzmetallurgischen Wege, aufgrund von thermophysikalischen Ursachen nicht herstellbar wären. Ein weiterer Nachteil bei der schmelzmetallurgischen Herstellung, ist der hohe Schmelzpunkt von Molybdän, da dadurch extreme Anforderungen an die Ofenmaterialien gestellt werden.

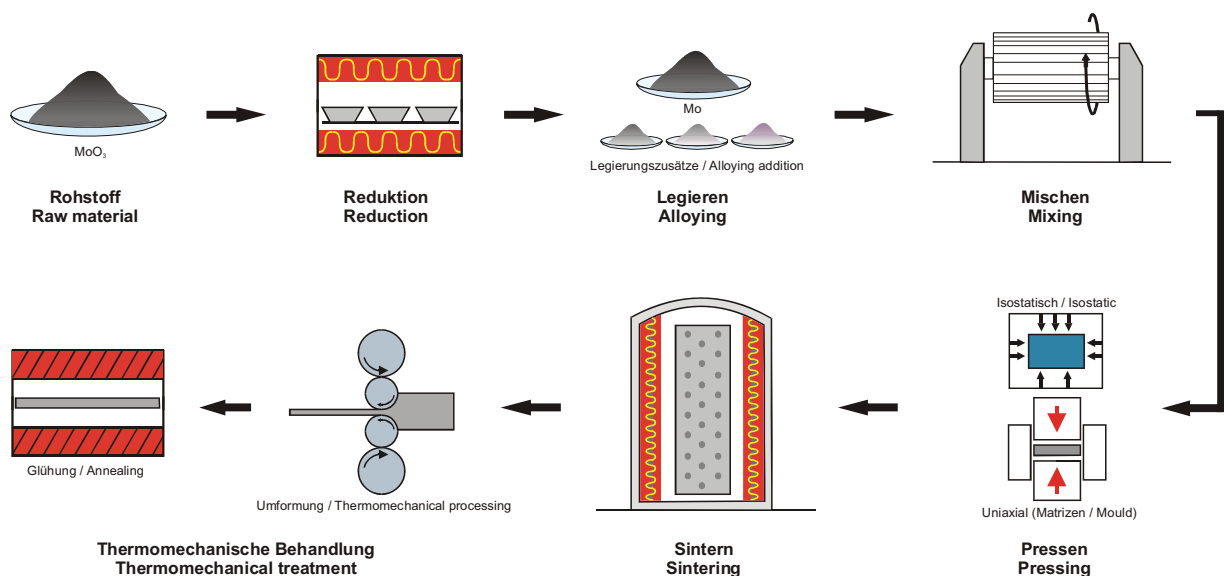


Abbildung 1.1: Schematischer Herstellungsprozess von pulvermetallurgisch hergestelltem Molybdän [2]

Molybdän kann zwar auf dem schmelzmetallurgischen Wege hergestellt werden, wird jedoch im großen Maßstab pulvermetallurgisch durch Sintern hergestellt. Die einzelnen Stufen des Herstellungsprozesses kann Abbildung 1.1 entnommen werden. Der Produktionskreislauf beginnt beim Molybdänoxid MoO_3 , welches durch

Reduktionsprozesse zu elementarem Molybdän überführt wird. Liegt reines Molybdän in Pulverform vor, so kann durch Zugabe verschiedener Legierungselemente eine Legierung erstellt werden. Dabei muss für eine gute Durchmischung des Pulvers gesorgt werden. Über die Korngröße, deren Verteilung und die Morphologie des Pulvers kann schon in gewissem Maße auf die späteren Eigenschaften des Festkörpers Einfluss genommen werden. Die sorgfältige Durchmischung der verschiedenen Pulver realisiert man in rotierenden trommelartigen Mischvorrichtungen.

Da die Pulverform naturgemäß eine geringe Schüttdichte aufweist, muss das Pulver verdichtet werden (siehe Abbildung 1.1). So entsteht ein Pressling der schon ca. 60% - 70% der theoretischen Dichte erreichen kann. Um eine höhere Dichte des Presslings zu erreichen, kann auch noch ein heißisostatisches Pressen (HIP) folgen. HIPen wird bei Molybdän in der Regel aber nicht angewendet.

Nach dem jeweiligen Verdichtungsprozess folgt das Sintern. Hierbei wird eine Temperatur unter dem Schmelzpunkt des Metalls bzw. der Metalllegierung eingestellt und über mehrere Stunden lang gehalten. Typischerweise erfolgt dieser Prozess in der Form einer Festphasensinterung. Es gibt aber auch, speziell bei Legierungen, die Möglichkeit des Flüssigphasensinterns. Hierbei schmilzt diejenige Phase mit dem niedrigeren Schmelzpunkt und kann somit in die Zwischenräume der Phase mit dem höheren Schmelzpunkt einfließen und diese ausfüllen. Als Folge beider Sintervarianten stellt sich, im Vergleich zum Pressen, eine noch höhere Dichte ein (ca. 95% der theoretischen Dichte) die auch mit einem Sinterschwund einhergeht.

Ein gesintertes Werkstoff weist eine gewisse Restporosität auf. Um nun diese Restporosität zu verringern wird das Material nach dem Sintern mehrere Male umgeformt um ein möglichst dichtest, porenfreies Material zu erhalten. Dies kann beispielsweise durch Warmwalzen in mehreren Stichen realisiert werden. Dieser Vorgang stellt eine thermomechanische Behandlung dar, die es möglich macht, die mechanischen Eigenschaften auf die jeweilige Anwendung abzustimmen. Beispielsweise wird durch den Walzprozess die Festigkeit erhöht. Bei anschließender oder gleichzeitig mit dem Walzen stattfindender Glühung wird durch Erholungs- und Rekristallisationsvorgänge die Festigkeit wieder verringert. Somit sind über geschickte Prozessführungen hohe Umformgrade möglich.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Erholung und Rekristallisation

Metalle zeichnen sich unter anderem dadurch aus, dass sich ihre mechanischen Eigenschaften durch Umformung und Wärmebehandlungen in einem gewissen Spektrum verändern können [3-5]. Durch Verformung nimmt in einem metallischen Festkörper die Festigkeit zu und die Duktilität ab. Will man nun den Umformgrad noch weiter erhöhen so ist es zweckmäßig eine Glühung zwischen den Umformstufen durchzuführen, da dadurch der Werkstoff entfestigt und folglich auch die Umformbarkeit wieder zunimmt. Somit können durch aufeinander folgende Umformungen und Glühungen hohe Umformgrade erreicht werden. Die Effekte der Kaltverfestigung bzw. des Glühens können Abbildung 2.1 entnommen werden.

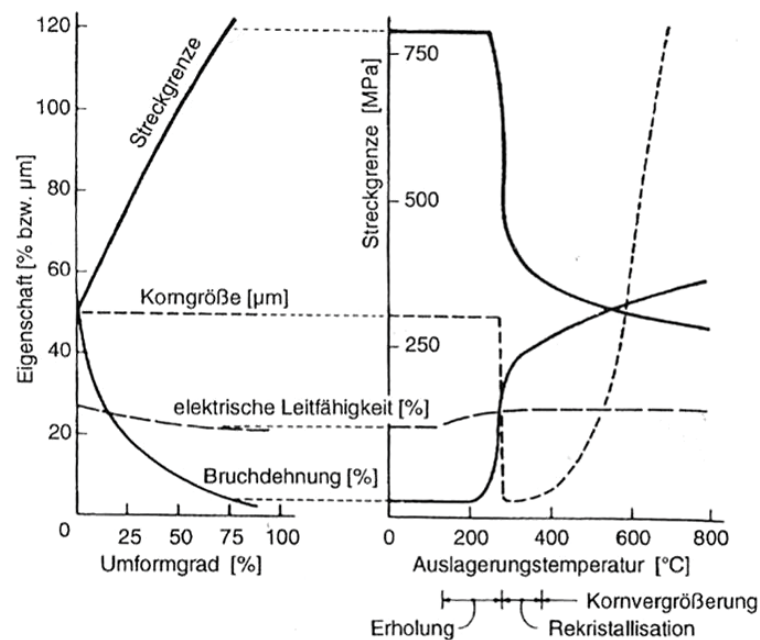


Abbildung 2.1: Effekte der Kaltverformung bzw. des Glühens [5]

Grund für die beschriebenen Phänomene ist die durch die Verformung gespeicherte Energie [4,5]. Wird das Metall verformt, so steigt die Versetzungsdichte und die Mobilität der Versetzungen wird durch Prozesse wie Schneiden von Versetzungen oder durch Aufstau der Versetzungen an Korngrenzen verringert. Dies bedeutet ein Ansteigen der Festigkeit, da die Mobilität der Versetzungen dadurch eingeschränkt wird. Wird der verformte Werkstoff einer Glühung ausgesetzt, so ist eine Abnahme

der Versetzungsdichte zu beobachten und folglich auch eine Abnahme der Festigkeit. Dies kann entweder durch Erholung oder Rekristallisation erfolgen.

Unter Erholung versteht man all jene Vorgänge, bei denen es bei höheren Temperaturen zu einer Wanderung der Versetzungen, nicht aber zur Bewegung von Großwinkelkorngrenzen kommt. Diese Umlagerung der Versetzungen kann zum einen zur Auslöschung von Versetzungen mit entgegengesetzten Vorzeichen führen, oder zur Bildung von Subkörnern, die wiederum aus Kleinwinkelkorngrenzen aufgebaut sind. Letzterer Vorgang wird auch mit dem Begriff Polygonisation bezeichnet.

Eigentliche Ursache für die Umlagerung der Versetzung ist die Minimierung der freien Energie des Systems [4-5]. Dies lässt sich dadurch erklären, dass in einem verformten Metall sich die langreichweitigen Spannungsfelder der einzelnen Versetzungen überlagern, die Struktur zwar mechanisch stabil ist, sich aber nicht in einem thermodynamisch stabilen Zustand befindet. Ist nun die Temperatur hoch genug, dass die mechanische Stabilität überwunden werden kann, so kommt es zu einer Wanderung der Versetzungen. Je nach Versetzungsart kommt es zu einem Klettern bzw. Quergleiten der Versetzungen und es stellt sich ein thermodynamisch stabilerer Zustand ein der im Allgemeinen mit einer Abnahme der Versetzungsdichte einhergeht. Des Weiteren ist für die Erholung charakteristisch, dass keine Inkubationszeit erforderlich ist und sie sofort bei genügend hoher Temperatur einsetzen kann. Folglich spricht man auch von einem kontinuierlichen Prozess (siehe Abbildung 2.2).

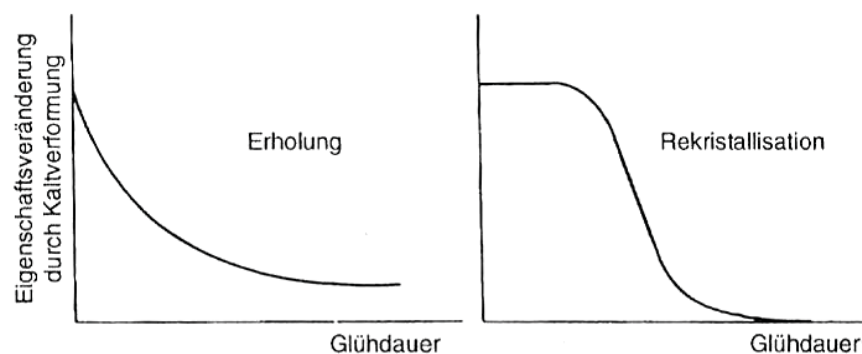


Abbildung 2.2: Zeitlicher Verlauf der Erholung und der Rekristallisation [5]

Wird ein verformtes Metall nun einer Temperatur, die im Allgemeinen über $0,4T_S$ (Schmelztemperatur in Kelvin) entspricht, ausgesetzt, so tritt bei ausreichend verformten Metallen Rekristallisation ein. Dabei versteht man nun die komplette Gefügeneubildung, die durch Entstehung und Bewegung von Großwinkelkorngrenzen erfolgt. Wichtig dabei ist zu erwähnen, dass dieses Phänomen über die

Prozesse Keimbildung und Wachstum erfolgt und daher diskontinuierlich abläuft. Es ist daher eine gewisse Inkubationszeit erforderlich bis eine Eigenschaftsänderung durch Rekristallisation eintritt (siehe Abbildung 2.2)

Wird ein Metall über einen werkstoffspezifisch kritischen Verformungsgrad verformt und anschließend wärmebehandelt so entstehen zunächst neue Körner die auf Kosten des verformten Gefüges wachsen. Die so entstandenen Körner weisen eine, gegenüber der verformten Matrix, geringere Versetzungsdichte auf und wachsen so lange weiter bis sie mit anderen rekristallisierten Körnern zusammenstoßen und die ganze verformte Grundmatrix aufgezehrt haben. Der geschilderte Vorgang wird als primäre Rekristallisation bezeichnet. Wird das rekristallisierte Gefüge weiter geglüht, kann entweder ein gleichmäßiger Anstieg der Korngröße beobachtet werden (stetige Kornvergrößerung) oder es wachsen einige große Körner auf Kosten von kleinen Körnern (unstetige Kornvergrößerung, auch sekundäre Rekristallisation genannt). Letzterer Mechanismus führt jedoch zu sehr großen Körnern und ist für technische Anwendungen meist unerwünscht.

Triebkraft für die primäre Rekristallisation ist die in den Versetzungen gespeicherte Energie E_V . Hierbei bezeichnet G den Schubmodul und b den Burgersvektor [4]

$$E_V = \frac{1}{2}Gb^2 \quad (2.1)$$

Um die auf die Korngrenzen wirkende Spannung p ermitteln zu können, ist die in den Versetzungen gespeicherte Energie E_V mit der Versetzungsdichte in Zusammenhang zu bringen. Wobei ρ_1 die Versetzungsdichte in einem kaltverformten Gefüge und ρ_2 jene im rekristallisierten Gefüge ist.

$$p = (\rho_1 - \rho_2)E_V = \frac{1}{2}(\rho_1 - \rho_2)Gb^2 \quad (2.2)$$

Ein Korn das über eine hohe Versetzungsdichte verfügt, hat eine hohe Triebkraft zur Rekristallisation aber auch zur Erholung. Ein typischer Wert für eine hohe Versetzungsdichte liegt bei etwa 10^{16} m/m^3 . Ein rekristallisiertes Korn zeichnet sich durch eine geringere Versetzungsdichten in der Größenordnung von 10^{12} m/m^3 aus [4].

Erholung und Rekristallisation sind einander konkurrierende Prozesse. Daher ist es wichtig, dass schnell auf Rekristallisationstemperatur aufgeheizt wird, wenn der Anteil der Rekristallisation am größten sein soll, da sonst die Gefahr besteht, dass

durch Erholungsvorgänge die Triebkraft für die Rekristallisation heruntergesetzt wird. Das Rekristallisationsverhalten eines Metalls wird in einem Rekristallisationsdiagramm beschrieben. Dabei handelt es sich um ein dreidimensionales Diagramm in dem die Basisebene vom Umformgrad und der Glüh Temperatur aufgespannt wird und die Korngröße der rekristallisierten Körner die z-Achse ausmacht. Dabei ist zu beachten, dass die jeweiligen Glühungen immer bei gleicher Zeit durchgeführt werden. Außerdem sind auch die Kenntnis der Vorgeschichte und die Art des Umformprozesses wichtig.

2.2 Kinetik der primären Rekristallisation

In der Praxis ist es üblich von einer Rekristallisationstemperatur zu sprechen. Dabei handelt es sich um die Temperatur, bei der nach technisch realisierbarer Zeit, der rekristallisierte Anteil hundert Prozent ausmacht. Dies würde aber einen Vorgang suggerieren, der bei einer Gleichgewichtstemperatur abläuft. Rekristallisation kann aber auch schon bei einer niedrigeren Temperatur einsetzen und erst nach einer längeren Zeit voll abgelaufen sein.

Da die Rekristallisation ein thermisch aktivierter Vorgang ist, kann die Temperaturabhängigkeit durch einen Boltzmann-Faktor beschrieben werden. [4,5]

$$\text{Boltzmann – Faktor} = e^{-\frac{Q}{kT}} \quad (2.3)$$

Q ist hierbei die Aktivierungsenergie, k die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur in Kelvin. Geringe Änderungen der Temperatur können somit einen großen Einfluss auf die Rekristallisationszeit ausüben. Eine Verlängerung der Glühzeit wird aber einen wesentlich geringeren Einfluss auf den Ablauf der Rekristallisation ausüben [4].

Wie schon vorhin erwähnt, ist die Rekristallisation ein Prozess der über Keimbildung und Wachstum abläuft. Für eine Keimbildung ist jedoch ein Mindestmaß an Verformung notwendig. Ist die Verformung jedoch groß genug, so werden Rekristallisationskeime entstehen, die auf Kosten der verformten Matrix wachsen. Ein schematischer Ablauf der Rekristallisation als Funktion der Zeit ist in Abbildung 2.3 ersichtlich.

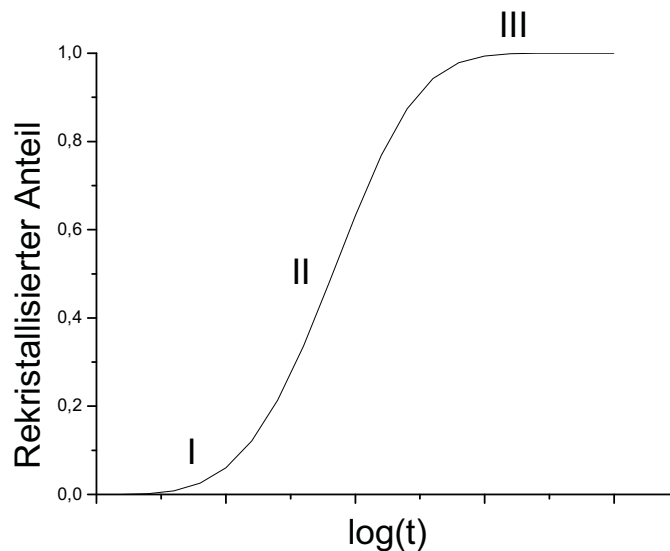


Abbildung 2.3: Schematischer zeitlicher Ablauf der Rekristallisation [6]

Im Bereich I erfolgt die Keimbildung wachstumsfähiger Keime. Unter wachstumsfähigen Keimen versteht man solche, deren Größe einen gewissen kritischen Keimradius überschreiten. Das heißt, erst wenn der rekrystallisierte Keim einen gewissen Radius aufweist, so kann das Korn unter Energiegewinn wachsen. Grund dafür ist die thermodynamische Tatsache, dass ab diesem Radius die gewonnene Volumenenergie die aufzubringende Oberflächenenergie kompensiert. Im Bereich II erfolgt nun das ungestörte Wachstum der rekrystallisierten Körner. Die verformte Grundmatrix wird aufgezehrt und die Kurve der Rekrystallisationskinetik mündet in den Bereich III. Hier stoßen erstmals die rekrystallisierten Körner aufeinander und die Geschwindigkeit mit der die verformte Matrix aufgezehrt wird, wird eine geringere. Dies ist durch das flacher werden der Kurve ersichtlich. Die graphische Darstellung des rekrystallisierten Bruchteiles über die Glühzeit (gemäß Abbildung 2.3) kann durch die Johnson-Mehl-Avrami (JMA) Gleichung beschrieben werden [4].

$$X = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{t}{t_R}\right)^q\right\} \quad (2.4)$$

Hierbei ist t_R die Rekrystallisationszeit bei der 63% des Volumens rekrystallisiert ist. Bei Annahme eines isotropen Wachstums der Rekrystallisationskeime und konstanter Keimbildungsgeschwindigkeit \dot{N} sowie konstanter Wachstumsgeschwindigkeit v errechnet sich der rekrystallisierte Volumenbruchteil zur Zeit t wie folgt:

$$X = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} \dot{N} v^3 t^4\right) \quad (2.5)$$

Zwei wichtige Einflussfaktoren auf die Kinetik der Rekristallisation sind die Keimbildungsgeschwindigkeit \dot{N} und die Wachstumsgeschwindigkeit v . Beide sind thermisch aktivierte Vorgänge und können dadurch über den Boltzmann-Ansatz beschrieben werden.

$$\dot{N} = \dot{N}_0 e^{\left(-\frac{Q_{\dot{N}}}{RT}\right)} \quad (2.6)$$

$$v = v_0 e^{\left(-\frac{Q_v}{RT}\right)} \quad (2.7)$$

$Q_{\dot{N}}$ und Q_v sind die Aktivierungsenergie der Keimbildung bzw. des Keimwachstums [4].

Die Größe der Aktivierungsenergien gibt Auskunft über die Kinetik der Rekristallisation, aber auch über das Erscheinungsbild des rekristallisierten Gefüges. Ist beispielsweise die Aktivierungsenergie der Keimbildung sehr groß, so werden nur wenige Keime für die Rekristallisation entstehen und somit auch ein grobkörniges Endgefüge nach Abschluss der Rekristallisation. Die Aktivierungsenergie des Keimwachstums steht im direkten Zusammenhang mit der Geschwindigkeit der Rekristallisation.

2.3 Erholungs- und Rekristallisationsverhalten von kubisch raumzentrierten Metallen

Schon bereits bei der Verformung von krz Metallen entsteht eine zellstrukturartige Versetzungsanordnung, die sich bei weiterer Umformung stetig ändert. Diese Subkornstrukturen stellen eine mechanisch induzierte Vorform der späteren thermisch beschleunigten Polygonisation während der Glühbehandlung dar. Aufgrund der hohen Stapelfehlerenergie von krz Metallen, Molybdän weist eine Stapelfehlerenergie $0,3 \text{ Jm}^{-2}$ auf, herrscht eine starke Erholungstendenz vor [7,8]. Ein wichtiger Unterschied zur primären Rekristallisation liegt in der fehlenden Inkubationszeit der Erholung. In Kombination mit der hohen Stapelfehlerenergie kann sich der Abbau der Versetzungsdichte durch Erholung bei langsamer Aufheizrate bzw. niedrigen Verformungen auf das Rekristallisationsverhalten auswirken. Folglich fehlen bei ausgeprägter Erholung die treibende Kraft und die kritische Konfiguration der Versetzungen für die Bildung von wachstumsfähigen Keimen.

Untersuchungen an krz Einkristallen haben zu der Erkenntnis geführt, dass der Wettbewerb zwischen Erholung und Rekristallisation eine große Abhängigkeit von der Orientierung der Kristalle aufweist [8]. Beispielsweise führt etwa eine $\{001\}\langle 110 \rangle$ Orientierung zum Erfolg der Erholung selbst bei Verformungen von $\epsilon=90\%$. Bei einer Orientierung von $\{111\}\langle 112 \rangle$ erfolgt jedoch überwiegend Rekristallisation. Zusammenfassend konnte gezeigt werden, dass krz Metalle mit kleinen Taylorfaktoren, wie etwa $\{001\}\langle 110 \rangle$ oder $\{112\}\langle 110 \rangle$, eher zu starker Erholung neigen und Orientierungen mit hohen Taylorfaktoren wie etwa $\{111\}\langle 112 \rangle$ oder $\{111\}\langle 110 \rangle$ die Rekristallisation erleichtern [8]. Wird ein polykristallines Metall verformt, so ist es möglich, dass einige Körner aufgrund ihrer Orientierung wenig zur Umformung beitragen, da beispielsweise wenig Gleitsysteme im Korn aktiviert werden. Andere Körner jedoch, mit unterschiedlicher Orientierung, verformen sich stark und haben bei anschließender Glühung daher eine stärkere Neigung zur Rekristallisation.

Weiters kann geschlossen werden, dass die Aktivierung weniger verschiedener Gleitsysteme kritische Konfigurationen und den Aufbau starker Missorientierungen zwischen den Subkörnern vermeidet und daher die Rekristallisation verhindert. Beispielsweise verformt sich die rekristallisationsträge $\{001\}\langle 110 \rangle$ Lage mit der Aktivierung von nur zwei Gleitsystemen kompatibel und weist daher eine starke Tendenz zur Erholung auf [8].

Eine weitere Möglichkeit der Gefügebildung in krz ist die so genannte in-situ

Rekristallisation [8]. Da dieser Prozess ohne Keimbildung abläuft, spricht man oft auch von kontinuierlicher Rekristallisation. Hierbei wachsen und koagulieren verschiedene Subkörner unter Einhaltung einer geringen Missorientierung zum Nachbarsubkorn und stellen somit keine Keime für die primäre Rekristallisation dar [8].

Im Verlauf der Verformung kann es auch zu einer Annäherung der Orientierung zweier benachbarter Körner kommen, wodurch die ehemalige Großwinkelkorngrenze zu einer Kleinwinkelkorngrenze wird. Diese neu entstandene Kleinwinkelkorngrenze kann nun von einem wachsenden Subkorn überschritten werden. Dieser Vorgang ist vor allem in polykristallinen Werkstoffen mit scharfer Textur beobachtet worden, wobei durch den Erholungsvorgang die ursprüngliche Textur erhalten bleibt und die Morphologie des neu entstandenen Kornes von den ehemaligen Korngrenzen bestimmt wird [8].

Entstehung von Rekristallisationstexturen

Zur Erklärung der Entstehung von Rekristallisationstexturen wird auf zwei verschiedene Modelle zurückgegriffen. Zum einen wird das Modell der orientierten Keimbildung von Burgers [9] verwendet und zum anderen versucht man die Entstehung mit dem Modell der Wachstumsauslese nach Barrett [10] und Beck [11] zu erklären.

Orientierte Keimbildung:

Dieses Modell basiert auf der Annahme, dass Rekristallisationskeime an Orten hoher lokaler Spannungen und daher auch nicht regellos entstehen. In krz Metallen stellen Orte hoher lokaler Spannungen beispielsweise Mikrobänder, Übergangsbänder oder Scherbänder dar. Die Orientierungen der verformten Matrix, aus welchen sich auch im späteren die Rekristallisationstextur zusammensetzt, werden dabei übernommen [9].

Wachstumsauslese:

Eine weitere Möglichkeit zur Erklärung der Entstehung von Rekristallisationstexturen ist das Modell der Wachstumsauslese [10, 11]. Hierbei geht man von der Annahme aus, dass zwar Rekristallisationskeime mit regelloser Orientierungsverteilung gebildet werden, jedoch erreichen nur diejenigen Keime die kritische Größe die günstige Orientierungsbeziehungen zur angrenzenden Matrix besitzen und folglich auch die höhere Wachstumsgeschwindigkeit erzielen. Daher ist der wesentliche Einflussfaktor die Korngrenzenbeweglichkeit bezüglich der verformten Matrix.

2.4 Verformung kubisch raumzentrierter Metalle

Die Verformung von Metallen erfolgt über die Bewegung von Versetzungen. Damit Versetzungen sich in einem Metall bewegen können, muss die auf eine Versetzung wirkende Spannung größer als die Peierls-Spannung τ_p sein:

$$\tau_p = \frac{2G}{1-\nu} e^{\left(-\frac{2\pi d}{(1-\nu)b}\right)} \quad (2.8)$$

Es ist nun ersichtlich, dass die Peierls-Spannung proportional zum Schubmodul G und exponentiell von Gleitebenenabstand d und Burgers-Vektor b (Gleitrichtung) abhängt. Folglich wird mit zunehmendem d und abnehmendem b die Peierls-Spannung kleiner. Somit ergeben sich verschiedene Gleitsysteme, bestehend aus Gleitebene und -richtung, bei denen die erforderliche Spannung für die Versetzungsbewegung besonders niedrig ist.

1) Verformungsmechanismen in krz- Metallen

Wie schon weiter oben erwähnt erfolgt die Verformung über Gleiten von Versetzungen oder über die Bildung von Verformungszwillingen. Letztere geschieht bevorzugt bei niedrigen Temperaturen bzw. hohen Umformgeschwindigkeiten und wird in der Praxis daher seltener beobachtet.

Versetzungsgleitung:

Aus der Formel zur Berechnung der Peierls-Spannung (Glg. 2.8) kann geschlossen werden, dass Gleitung in Ebenen höchster Packungsdichte oder Richtungen kürzester Atomabstände erfolgt. Im Gegensatz zu Metallen mit kfz Gitter, besitzen krz Metalle keine Ebene maximaler Packungsdichte jedoch Richtungen kürzest möglicher Atomabstände welche die $\langle 111 \rangle$ Richtungen sind. Der Burgers Vektor ist daher vom Typ $\frac{1}{2} \langle 111 \rangle$. Als Gleitebenen fungieren die $\{110\}$ Ebenen, ebenso können auch $\{211\}$ und $\{123\}$ Ebenen aktiviert werden.

Nun ist jedoch auch zu erwähnen, dass es zwei verschiedene Arten von Versetzungen gibt, Stufen – und Schraubenversetzungen. Abhängig von der Art der Versetzung ist auch die geometrische Struktur des Versetzungskerns eine andere und beeinflusst somit die Verformungseigenschaften maßgeblich. Beispielsweise stellt man bei Deformation von krz Metallen wellige Strukturen an den Oberflächen fest und weniger ausgeprägte Gleitbänder welche in kfz Metallen beobachtet werden. Grund dafür ist der unterschiedliche Charakter der Versetzungskerne der unterschiedlichen Versetzungstypen. Stufenversetzungen verfügen über einen

ebenen Kern; Schraubenversetzungen weisen im Gegensatz dazu eine räumliche, dreizählige symmetrische Struktur auf. In einer $\langle 111 \rangle$ - Richtung schneiden sich drei der $\{110\}$ -, drei der $\{211\}$ und sechs der $\{123\}$ - Ebenen, so dass es für Schraubenversetzungen vielfältige Möglichkeiten zur Quergleitung gibt, deshalb auch das wellige Erscheinungsbild der Gleitstufen an den Oberflächen.

Andere Autoren [5,12] gehen in krz Metallen auch von einer Versetzungsbewegung via „pencil glide“ aus. Das heißt es findet Gleitung auf allen Ebenen statt, die eine $\langle 111 \rangle$ Gleitrichtung als Zonenachse haben.

Zwillingsbildung:

Nur kurz soll hier auf die Zwillingsbildung eingegangen werden, da sie aufgrund der bei dieser Arbeit gewählten Umformparameter nicht der maßgebliche Umformprozess ist.

Bei der Zwillingsbildung bewegen sich die Atome in $\langle 111 \rangle$ Richtungen und ordnen sich symmetrisch zu einer $\{211\}$ Ebene an. Idealisiert erweckt diese Ebene den Eindruck einer Ebene, an der die Gitterstruktur gespiegelt wird und wird deshalb auch Zwillingssebene genannt. Die Umordnung der Atome kann aber auch durch Bewegung von Partialversetzungen in den Zwillingsrichtungen erfolgen. Dabei bewegen sich auf sechs aufeinander folgenden $\{211\}$ - Zwillingssebenen jeweils eine Stufenversetzung mit einem partiellen Burgersvektor $1/6\langle 111 \rangle$ [5,15].

2) Aufspaltung von Schraubenversetzungen

Wie schon weiter oben erwähnt schneiden die $\langle 111 \rangle$ - Richtungen in krz Metallen die $\{110\}$ - und $\{211\}$ - Ebenen. Daher gibt es für Schraubenversetzungen die Möglichkeit, auf nicht koplanaren $\{110\}$ - und/oder $\{211\}$ - Ebenen aufzuspalten.

Eine stabilere Konfiguration, aufgrund geringerer potentieller Energie, stellt sich ein wenn die Versetzung auf drei $\{110\}$ – Ebenen aufspaltet. Die Versetzungsreaktion ist hierbei [13]

$$\frac{a}{2} \langle 111 \rangle = \frac{a}{12} \langle 110 \rangle + \frac{a}{12} \langle 101 \rangle + \frac{a}{12} \langle 011 \rangle + \frac{a}{4} \langle 111 \rangle \quad (2.9)$$

In anderen Worten heißt das, dass von der ursprünglichen Versetzung nur ein um die Hälfte verkürzter Burgersvektor übrig bleibt ($\frac{a}{4}\langle 111 \rangle$). Zusätzlich erhält man aber drei Partialversetzungen, nämlich $\frac{a}{12}\langle 111 \rangle$. Die graphische Darstellung des soeben erklärten ist in Abbildung 2.4 zu sehen.

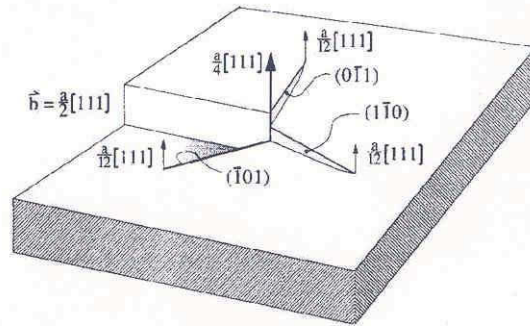


Abbildung 2.4: Aufspaltung einer Schraubenversetzung in drei Partialversetzungen [13, 15]

Eine derart aufgespaltete Versetzung ist jedoch nicht beweglich. Damit eine solche Versetzungsstruktur für einen Verformungsmechanismus eine tragende Rolle spielt, muss sie zuerst mobilisiert werden. Dies wird realisiert wenn zwei der drei Partialversetzungen rekombinieren. Die Rekombination erfolgt über die Bildung von Kinken mit Stufencharakter in einzelnen Bereichen der Versetzungslinie. Diese Kinken sind mobil und tragen dadurch zur Bewegung der Versetzung bei. Dieser Prozess ist schematisch in Abbildung 2.5 dargestellt.

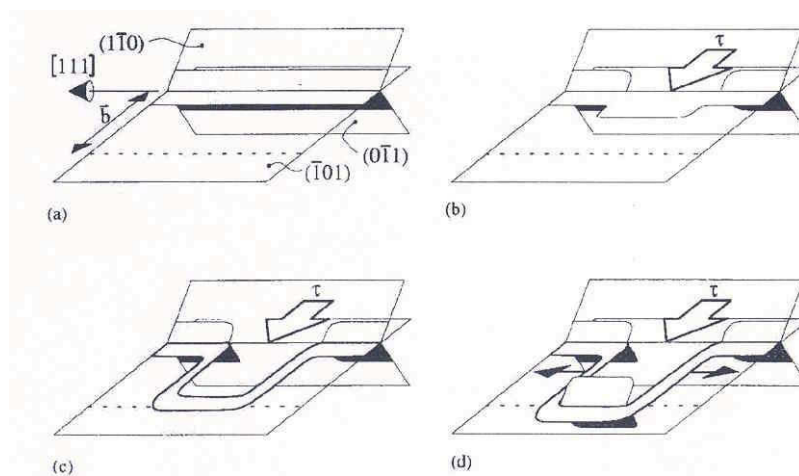


Abbildung 2.5: (a) Aufgespaltete, nicht bewegliche Schraubenversetzung. (b) Einschnürung auf zwei Ebenen und beginnende Ausbauchung auf der dritten Ebene. (c) Bewegung der Ausbauchung und Ausbildung eines Kinkenpaars. (d) Erneute Aufspaltung nachdem die neue Lage erreicht ist und seitliche Bewegung der Kinke [13, 15]

Kinkenbildung ist ein thermisch aktivierter Prozess, d.h. die Schraubenversetzungen sind erst bei höheren Temperaturen beweglich. Bei niedrigen Temperaturen tragen im Anfangsstadium der Verformung die Stufenversetzungen den Hauptanteil der plastischen Verformung. Jedoch nur bis zu dem Punkt an dem die vorhandenen

mobilen Stufenversetzungen erschöpft sind (Mikrodehnungsbereich). Danach kontrollieren die schwer beweglichen Schraubenversetzungen das plastische Verhalten. [13].

3) Temperaturabhängigkeit der Fließspannung

Der in Kapitel 2.4 beschriebene Sachverhalt ist auch Grund für die typische Temperaturabhängigkeit der Fließspannung von krz Metallen. Abbildung 2.6 zeigt die schematische Abhängigkeit der Fließspannung von der Temperatur. Kubisch raumzentrierte Metalle weisen einen starken Anstieg der Fließspannung unterhalb von 0,2 der homologen Schmelztemperatur T_S auf. Kubisch flächenzentrierte Metalle weisen keine solche Abhängigkeit auf. Es sei auch erwähnt, dass die Fließspannung von krz Metallen maßgeblich von der Verformungsgeschwindigkeit und dem Anteil von interstitiell gelösten Atomen abhängt. Beispielsweise nimmt die Fließspannung mit der Verformungsgeschwindigkeit zu, da die Versetzungen zu wenig Zeit zur Verfügung haben um zu rekombinieren bzw. ein Kinkenpaar zu bilden, d.h. um an der Verformung teilzunehmen.

Der Zusammenhang von abnehmender Temperatur und/oder zunehmender Verformungsgeschwindigkeit ist auch der Grund für den spröde-duktil Übergang von krz Metallen. Übersteigt bei abnehmender Temperatur die Fließspannung die Spannung für Spaltbruch im Material, so tritt der Übergang von duktilem zu sprödem Verhalten ein. Dieser Wendepunkt ist außer von der Verformungsgeschwindigkeit auch vom Grad der Verunreinigung, der Dotierung und den Legierungselementen abhängig [13].

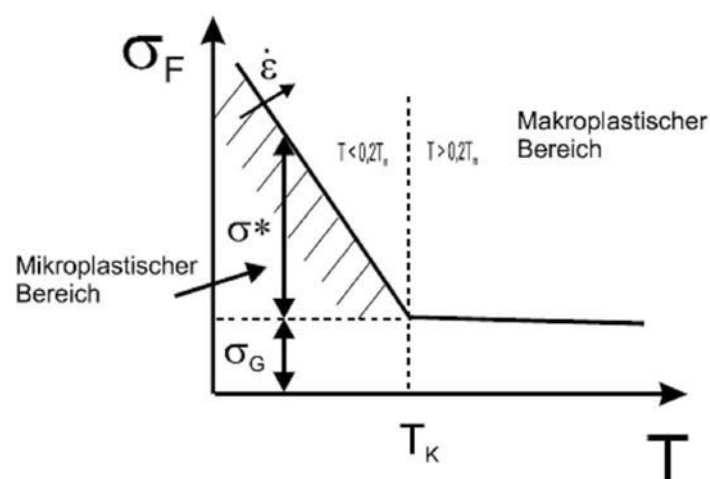


Abbildung 2.6: Abhängigkeit der Fließspannung von der Umformtemperatur bei kubischraumzentrierten Metallen [14]

Wie aus Abbildung 2.6 ersichtlich, setzt sich die Fließspannung aus einem thermischen Anteil $\sigma_{th} = f(T)$ und einen athermischen Anteil $\sigma_G = f(G)$ zusammen ($\sigma_F = \sigma_G + \sigma_{th}$). Der thermische Anteil der Fließspannung trägt unterhalb von $0,2T_S$ den wesentlichen Anteil zur Fließspannung bei.

Grund für die Unterschiede im Umformverhalten von krz und kfz Metallen können in den unterschiedlichen Verformungsmechanismen gefunden werden. [13] Bei krz Gittern wird beispielsweise das Umformverhalten unterhalb einer kritischen Temperatur von Schraubenversetzungen bestimmt. Wie jedoch schon weiter oben beschrieben, wird diese bei tieferen Temperaturen durch die komplizierte Aufspaltung der Versetzungen zunehmend erschwert. Diese Immobilität der Schraubenversetzungen kann bei höheren Temperaturen durch thermische Aktivierung überwunden werden.

Damit Versetzungen sich durch ein Kristallgitter bewegen können, muss das periodische Peierlspotential überwunden werden. Der Unterschied zwischen den Energiemaxima und den Energieminima ist in krz Metallen entlang der $\langle 111 \rangle$ Gleitrichtung besonders hoch. Daher sind Schraubenversetzungen in solchen Metallen entlang dieser Richtung angeordnet. Um eine solche Versetzung zu mobilisieren, wären aufgrund der hohen Energiemaxima sehr hohe Schubspannungen nötig. Bei niedrigen Temperaturen sind solche Versetzungen daher immobil. Bei höheren Temperaturen, und folglich auch erhöhter Gitterschwingung, ist es nun einzelnen Atomen möglich, das nächste Peierlstal zu erreichen. Diese lokalen Ausbauchungen der Versetzungslinien nennt man Kinkenpaare. Da der Burgersvektor einer Kinke um 90° relativ zum Burgersvektor der Schraubenversetzung gedreht ist, handelt es sich bei der Kinke um eine Stufenversetzung. Daher kann die gesamte Schraubenversetzung durch Bewegung der Stufenversetzungen entlang der Potentialbarriere leichter ins nächste Peierlstal befördert werden (siehe Abbildung 2.5).

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Kinkenpaarbildung ein thermisch aktivierter Prozess ist und somit auch der geschwindigkeitsbestimmende Prozess bei der Wanderung von Schraubenversetzungen ist. Die thermisch aktivierte Kinkenpaarbildung liegt im übrigen der starken Temperaturabhängigkeit der Fließspannung in krz Metallen zugrunde. Die Temperaturabhängigkeit der Dehnrates kann durch einen Boltzmann-Arrhenius-Ansatz beschrieben werden.

$$\dot{\varepsilon} = b \cdot A \cdot N \cdot f \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H - V \cdot (\tau - \tau_G)}{k \cdot T}\right) \quad (2.10)$$

- $\dot{\varepsilon}$ Dehnrates
- b Länge des Burgersvektors
- A Fläche, die bei Versetzungsbewegung überstrichen wird
- N Anzahl der Versetzungen pro Einheitsvolumen
- f Anlauffrequenz: Anzahl der Überwindungsversuche pro Sekunde
- T absolute Temperatur
- k Boltzmann- Konstante
- ΔH Höhe der Energiebarriere
- V^* Aktivierungsvolumen
- τ Fließspannung
- τ_G temperaturunabhängige Gitterreibung

Aus Glg. 2.10 kann man nun zum einen die notwendige Schubspannung τ ermitteln die nötig ist, um bei einer bestimmten Temperatur T mit einer Dehnrates von $\dot{\varepsilon}$ zu verformen. Zum anderen lässt sich durch Glg. 2.10 zeigen, dass die Energiebarriere ΔH nur durch die thermische Komponente der Fließspannung überwunden werden kann [15].

2.5 Umformverhalten von Zylinderstauchproben

Wird eine zylinderförmige Probe unter Druck beansprucht, so bildet sich aufgrund von Reibungseffekten kein homogener Verformungszustand innerhalb der Probe aus. In Abbildung 2.7 ist schematisch die Ausbildung der Verformungszonen dargestellt. In der Nähe der Grenzfläche Stauchprobe/Stempel (I) ist durch Reibungsbehinderungen nur mit einer geringen Verformung zu rechnen. An den freien Randflächen der Probe (II) erfolgt eine mäßige Zugverformung. Der Bereich mit der höchsten Druckverformung befindet sich in der Mitte der Probe (III). Aufgrund seiner Form wird dieser Bereich auch Schmiedekreuz genannt.

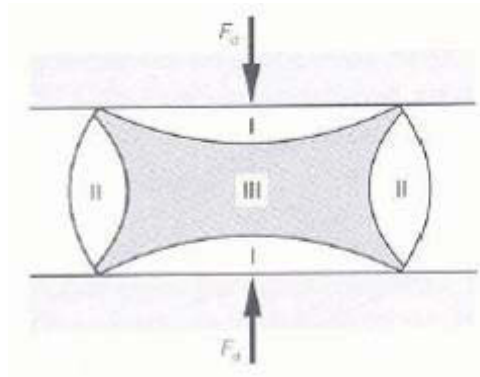


Abbildung 2.7: Probe unter Druckbeanspruchung mit den Bereichen unterschiedlicher Beanspruchungsbedingungen [3]

Es liegt nicht nur ein inhomogener Verformungszustand innerhalb der Probe vor sondern auch ein ihm zugrunde liegender unterschiedlicher Spannungszustand. Im Zentrum der Probe herrscht ein einachsiger Spannungszustand vor. Daher erfolgt auch die Umformung über Druckbeanspruchung. Im Eckbereich jedoch herrscht ein mehrachsiger Spannungszustand. Dieser Sachverhalt wird auch durch diverse Simulationsrechnungen gestützt. [16]

2.5.1 Globaler Umformgrad vs. lokaler Umformgrad

Der globale Umformgrad φ ergibt sich nach:

$$\varphi = \ln\left(\frac{l_1}{l_0}\right) \quad (2.11)$$

wobei l_0 die Anfangslänge und l_1 die Länge der gestauchten Probe ist.

Im Inneren der Probe ist jedoch der lokale Umformgrad nicht homogen über das Probenvolumen verteilt. Aus Abbildung 2.8 ist der lokale Umformgrad der Probe bei 50% Stauchung ersichtlich. Der globale Umformgrad einer solchen Probe beträgt etwa $\varphi = 0,7$. Im Zentrum der Probe ist jedoch mit einem lokalen Umformgrad von etwa $\varphi = 1,3$ zu rechnen. Sehr gut ist auch der hohe Umformgrad an den Randbereichen der Stirnfläche der Zylinderprobe ersichtlich, der einen Wert von $\varphi = 1,5$ übersteigt.

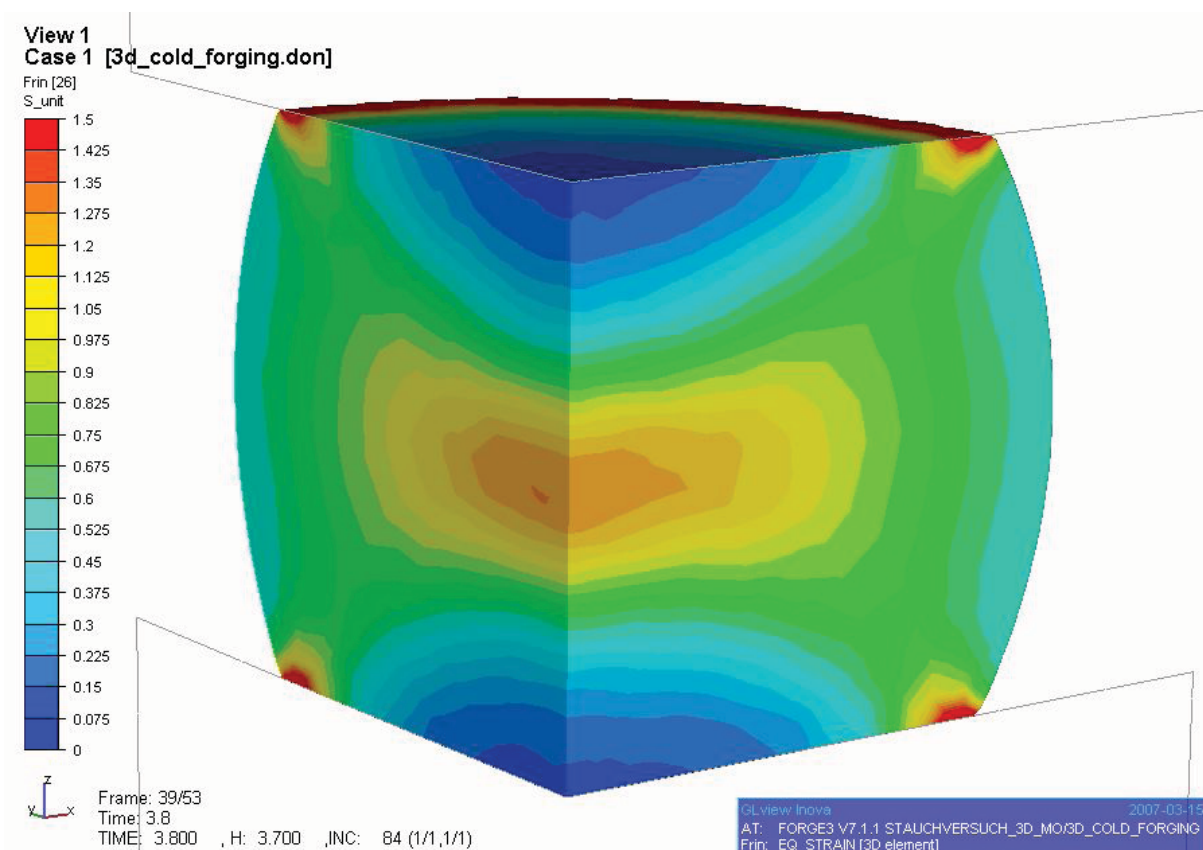


Abbildung 2.8: FEM Simulation auf Basis der Software FORGE3. Simuliert wurde die Größe des lokalen Umformgrades über den Probenquerschnitt einer Zylinderprobe mit 50% Stauchung. Der Balken im linken Teil der Abbildung gibt die Größe des lokalen Umformgrades an.

2.6 Umformbedingte Texturentwicklung bei krz Metallen

Unter Textur versteht man die Gesamtheit der Orientierungen der Kristalle eines polykristallinen Festkörpers. Die Orientierungsverteilung kann entweder regellos oder geordnet vorliegen. In letzterem Fall spricht man im allgemeinen Sprachgebrauch von einem texturbehafteten Körper. Texturen gewinnen immer mehr an Bedeutung, da durch sie eine Anisotropie bestimmter Eigenschaften verbunden ist. Beispielsweise ist durch Texturen die Zipfelbildung beim Tiefziehen von Blechen zu erklären. Außerdem, und für diese Arbeit besonders interessant, besteht ein Zusammenhang zwischen der Textur und dem Rekristallisationsverhalten von metallischen Werkstoffen. Ergänzend soll noch erwähnt werden, dass während der Rekristallisation aus Verformungstexturen so genannte Rekristallisationstexturen entstehen können.

Abhängig von der Art der Umformung, entstehen verschiedene Arten von Verformungstexturen. Da in dieser Arbeit nur wenige Umformprozesse von potentiell Interesse sind, werden im Folgenden nur die Walztexturen bzw.

Stauchtexturen von Metallen etwas näher behandelt.

2.6.1 Walztexturen und Stauchtexturen von Metallen

Verschiedene Untersuchungen von Wassermann et al. [17] beschreiben die Walztextur von Metallen entweder mit einer Hauptlage nach (001)[-110] und mehreren Nebenlagen, die stark gerichtete Streubereiche, wie etwa die (0-11)[-211] Lage erfassen, oder aber mit derselben Hauptlage und Fasertexturen. Da durch die Fasertextur die kontinuierliche Streuung um die Walzrichtung als Drehachse deutlicher gemacht wird als durch die Angabe mehrerer idealer Orientierungen, dürfte für Metalle die Beschreibung mit Hilfe von Fasertexturen der Vorzug zu geben sein [17].

Bezüglich der Texturentwicklung während dem Stauchprozess von Metallen wie Molybdän kann festgehalten werden, dass sich nach [17] eine doppelte Fasertextur nach $\langle 111 \rangle$ und $\langle 100 \rangle$ einstellt.

2.7 Stand der Forschung bezüglich des Rekristallisationsverhaltens und der Rekristallisationskinetik von Molybdän

Das letzte Rekristallisationsdiagramm von Molybdän wurde 1965 von Pink erstellt (siehe Abbildung 2.9). Über die Vorgeschichte des verwendeten Materials ist heute leider nur noch wenig bekannt. Aus der Veröffentlichung von Pink geht hervor, dass die Proben zur Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes aus einem gewalzten Molybdänblech entstammen. Im Gegensatz zu den Untersuchungen in dieser Diplomarbeit, wurden die Proben damals jedoch unter Zugbeanspruchung umgeformt und die ursprüngliche Korngröße des Ausgangszustandes betrug ungefähr 20 μm .

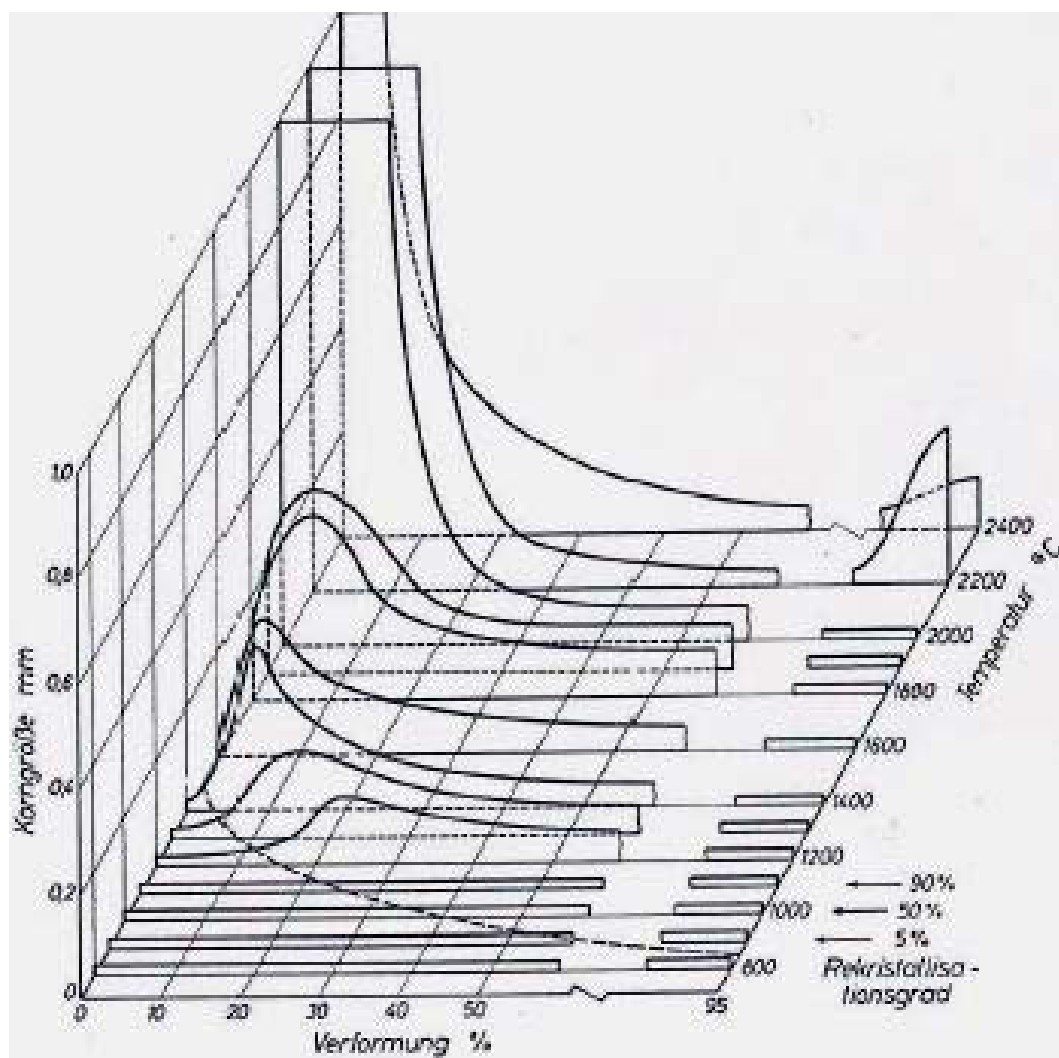


Abbildung 2.9: Rekristallisationsdiagramm von Molybdän nach Pink [1]

Um die Vergleichbarkeit zwischen der vorliegenden Arbeit und den vorangegangenen Arbeiten zu ermöglichen, soll auf die Arbeit von Barto et al. [18] verwiesen werden. Laut seinen Untersuchungen ist das Rekristallisationsverhalten von der Art des im Werkstoff vorhandenen Spannungszustandes abhängig. Der Einfluss der verschiedenen Umformvarianten ist aus Abbildung 2.10 ersichtlich. Hierbei sei zu bemerken, dass eine Umformung unter Druck, im Gegensatz zur Umformung unter Zug, den Rekristallisationszeitpunkt zu späteren Zeiten verschiebt.

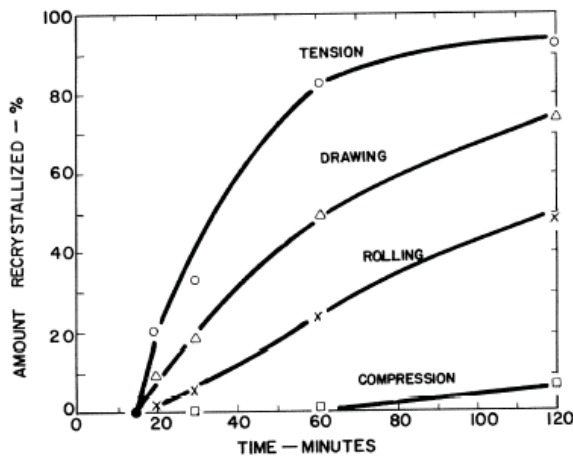


Fig. 6—Degree of recrystallization as a function of annealing time at 1050°C for several modes of prior deformation.

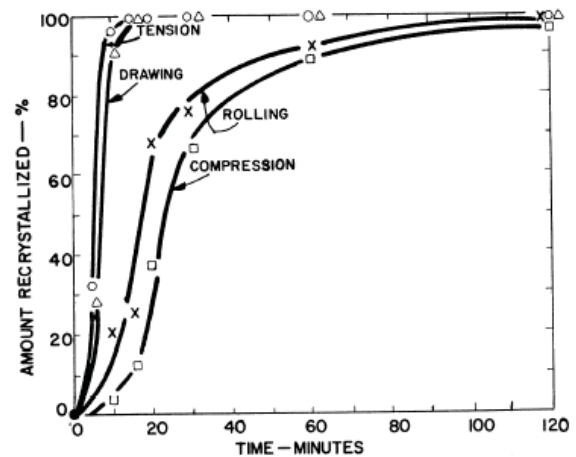


Fig. 8—Degree of recrystallization as a function of annealing time at 1150°C for several modes of prior deformation.

Abbildung 2.10: Einfluss der Umformart auf das Rekristallisationsverhalten [18]

Der oben beschriebene Sachverhalt wird bei dem Vergleich des Rekristallisationsdiagramms von Pink [1] und dem Ergebnis dieser Arbeit eine wichtige Rolle spielen (siehe Kapitel 4).

3 Experimentelle Versuchsdurchführung

3.1 Probenherstellung und Vorgeschichte des Materials

Ausgangsmaterial der Untersuchungen war ein warmgewalztes Molybdänblech, das von einer Dicke von 120 mm (Sinterplatte) in mehreren Stichen auf 12,7 mm heruntergewalzt wurde, was nach Gleichung (2.11) einem Gesamtumformgrad von $\varphi = 2,22$ entspricht. Da nach dem Sintern des Molybdäns die Dichte nur ca. 95% der theoretischen Dichte ausmacht, ist mit einem porenbehafteten Gefüge zu rechnen. Poren wirken jedoch rekristallisationshemmend und können Korngrenzen bei ihrer Bewegung behindern. Der hohe Umformgrad sollte ein porenfreies Gefüge sicherstellen. Ein so hoher Umformgrad ist aber nur durch mehrmaliges Walzen mit zwischengelagerten Glühprozessen möglich. Grund dafür ist die Verfestigung während des Walzens, die die Walzkräfte zu sehr in die Höhe treiben würden. Glühungen zwischen den Walzstichen führen zur Erwärmung und zur Entfestigung des Metalls über die Mechanismen der Erholung bzw. Rekristallisation. Die letzten drei Walzstiche sind in Tabelle 3.1 zusammengefasst.

Tabelle 3.1: Umformgrade der letzten drei Walzschritte

Dickenänderung, von – bis	Umformgrad φ
Zwischenglühung bei 1300°C für 9 min unter H ₂	-
22,1 mm – 16,5 mm	0,29
Zwischenglühung bei 1300°C für 5 min unter H ₂	-
16,5 mm – 13,7 mm	0,19
13,7 mm – 13 mm	0,05

3.1.1 Fertigung der Proben aus dem Blechmaterial

Aus dem Blech wurden aus Mittenbereich und Randbereich jeweils 12 Proben herausgearbeitet und charakterisiert (Abbildung 3.1). Diese Proben dienen der Basischarakterisierung des Mo-Bleches. Die Untersuchung der Proben aus den verschiedenen Bereichen sollte sicherstellen, dass das Gefüge homogen ausgebildet ist. Für die eigentlichen Rekristallisationsuntersuchungen wurden aus dem Mittenbereich des Blechs 120 Zylinderproben ($\varnothing 5 \text{ mm} \times 7,5 \text{ mm}$) gefertigt.

Diese Proben wurden derart aus dem Blech heraserodiert, dass die Längsachsen der so entstandenen Zylinder normal zur Blechoberfläche waren. Um auf das Endmaß zu gelangen, wurden die Proben heruntergedreht und die Stirnflächen, um eine fehlerfreie Umformung sicherzustellen, planparallel auf Endmaß abgeschliffen. Das ursprüngliche Endmaß betrug $\varnothing 5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$, welches jedoch im Verlauf der Untersuchungen auf $\varnothing 5 \text{ mm} \times 7,5 \text{ mm}$ reduziert wurde (siehe Kapitel 4.3). Danach wurden die Proben einer Rekristallisationsglühung unterzogen, um einen homogenen, definierten Ausgangszustand zu erhalten. Ein Teil der Proben diente zur Vorevaluierung der diversen Glüh- und Umformparameter.

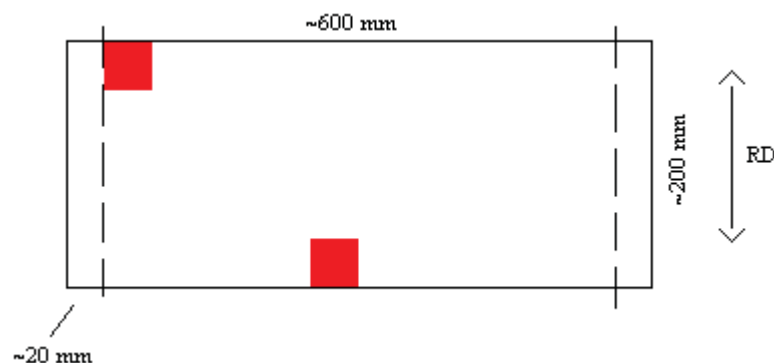


Abbildung 3.1: Probenentnahmestellen im Mo-Blech. RD ist die Walzrichtung

3.2 Umformung der Zylinderproben

3.2.1 Umformdilatometer

Zur Festlegung der Umformparameter und zur Gewährleistung einer fehlerfreien Umformung wurden die Proben auf einem Umformdilatometer gestaucht. Aus Abbildung 3.2 ist der schematische Aufbau des verwendeten Dilatometers ersichtlich.

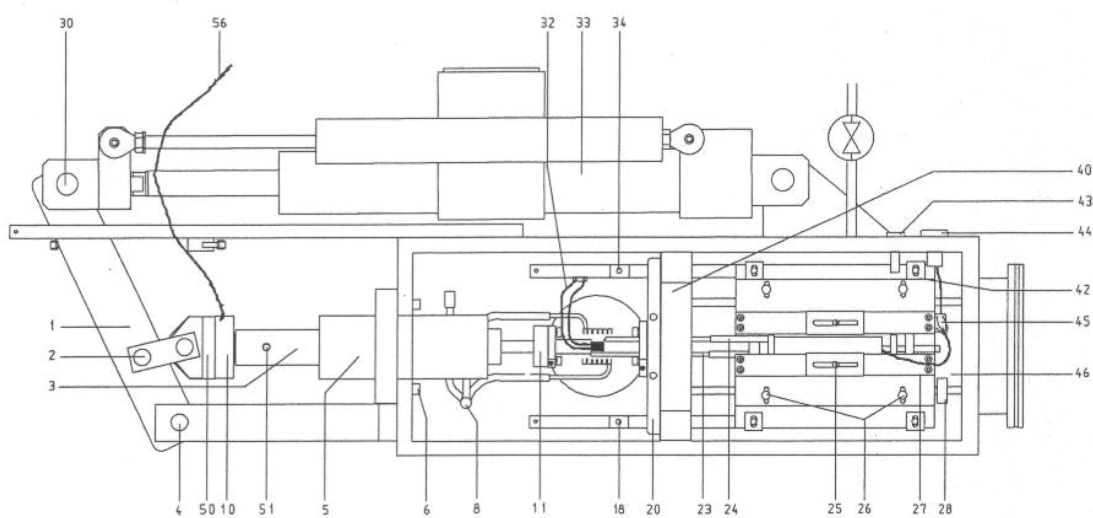


Abbildung 3.2: Schematischer Aufbau des verwendeten Umformdilatometers Typ 805 A/D der Fa. Bähr Thermoanalyse [19]

Beim Umformdilatometer wird die Probe zwischen zwei Stempel festgeklemmt und induktiv über eine Hochfrequenzwechselstromspule erwärmt. Um die Temperatur an der Probe messen zu können, ist die Anbringung eines Thermoelementes notwendig. Dies kann prinzipiell über Aufpunkten oder über Anbinden an der Probenoberfläche realisiert werden. Bei Molybdän ist es jedoch nicht möglich, Thermoelemente anzupunkten, sodass die Thermoelemente an der Mantelfläche nahe der Stirnfläche mit Hilfe eines Tantal-Drahtes festgebunden wurden (Abbildung 3.3). Zur Kontrolle eines homogenen Temperaturfeldes wurde bei einigen Versuchen auch in der Mitte der Probe ein zweites Thermoelement angebracht. Verwendet wurden TYP S (Pt-PtRh) Thermoelemente. Um eine fehlerfreie Umformung zu gewährleisten, wurden die Proben anfänglich bei 300°C gestaucht. Im Verlauf der Untersuchungen wurde die Umformtemperatur auf Raumtemperatur geändert (siehe Kapitel 4.3). Für die weiteren Umformungen wurden ausschließlich die bei Raumtemperatur gestauchten Proben verwendet. Die Verformung im Dilatometer erfolgte unter Vakuum.



Abbildung 3.3: Unverformte Probe mit angebenem Thermoelement. Fertig zum Einbau in das Umformdilatometer

Vor dem Stauchen war es wichtig, die Proben an den Kanten der Stirnfläche anzufasen, um Orte überhöhter Reibung zu vermeiden und dadurch eine homogene Verformung zu gewährleisten. Als Stempelmaterial diente Siliziumnitrid. Die Messung der Längenänderung der Probe erfolgt über einen Quarzstempel und Wegaufnehmer. Details können Abbildung 3.4 entnommen werden.

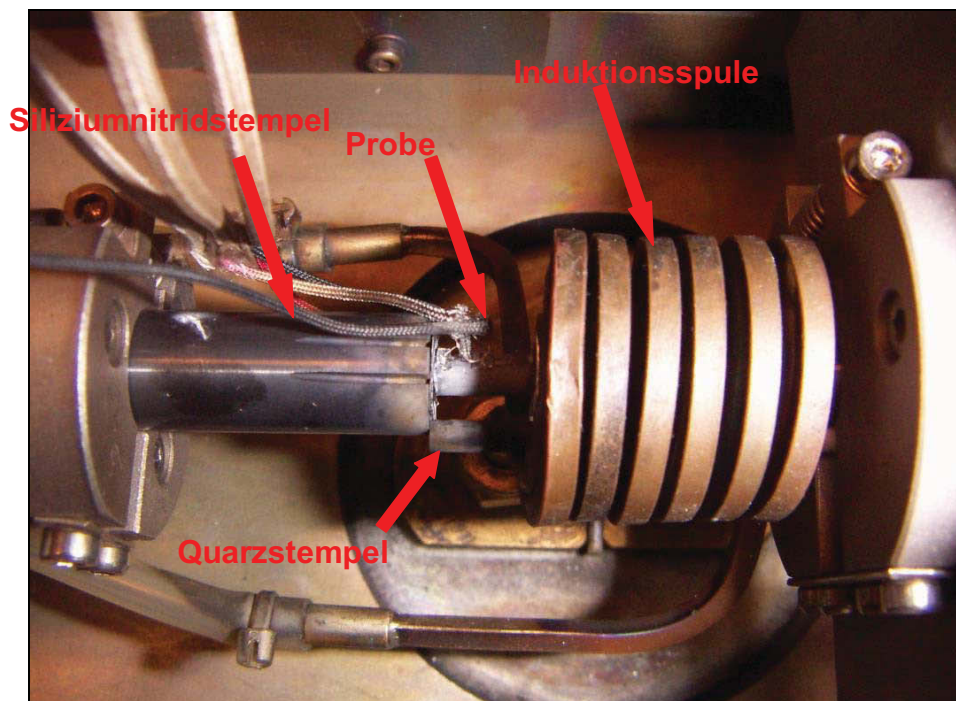


Abbildung 3.4: Detailaufnahme der Probenkammer des Dilatometers [20]

3.2.2 Stauchen der Molybdänzylinder zur Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes

Die Stauchung der Zylinderproben für die Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes und zur Ermittlung der Rekristallisationskinetik erfolgte auf der 100-Tonnen-Schenk-Trebel Universalprüfmaschine Materialprüfmaschine RM 1000 TM der Firma PLANSEE in Reutte. An der Maschine kam ein 1000 kN Kraftaufnehmer zum Einsatz. Die Proben wurden an den Stirnflächen nicht geschmiert und es wurde mit einer konstanten Querhauptgeschwindigkeit von 60mm/min gestaucht. Des Weiteren wurde bei einer Temperatur von 22°C und einer Vorkraft von 500 N an Luftatmosphäre gestaucht.

3.3 Glühungen der Molybdänzylinder

Die Glühung aller Proben im Temperaturbereich von 900°C bis 2500°C erfolgte in einem Ofen der Firma PLANSEE unter H₂ Atmosphäre. Die Glühzeit betrug jeweils eine Stunde. Da während des Aufheizens die Möglichkeit von Erholungsvorgängen besteht und somit die treibende Kraft für die Rekristallisation erniedrigt werden kann, ist ein schnelles Aufheizen auf Glühtemperatur von Bedeutung. Aus Gründen besserer Vergleichbarkeit wurde versucht die Aufheizzeit für alle Glühtemperaturen konstant zu halten. Ein typisches Ofenprotokoll ist in Abbildung 3.5 dargestellt. Man kann erkennen, dass die Zeit um von Raumtemperatur auf die gewünschte Glühtemperatur zu kommen rund 15 min beträgt.

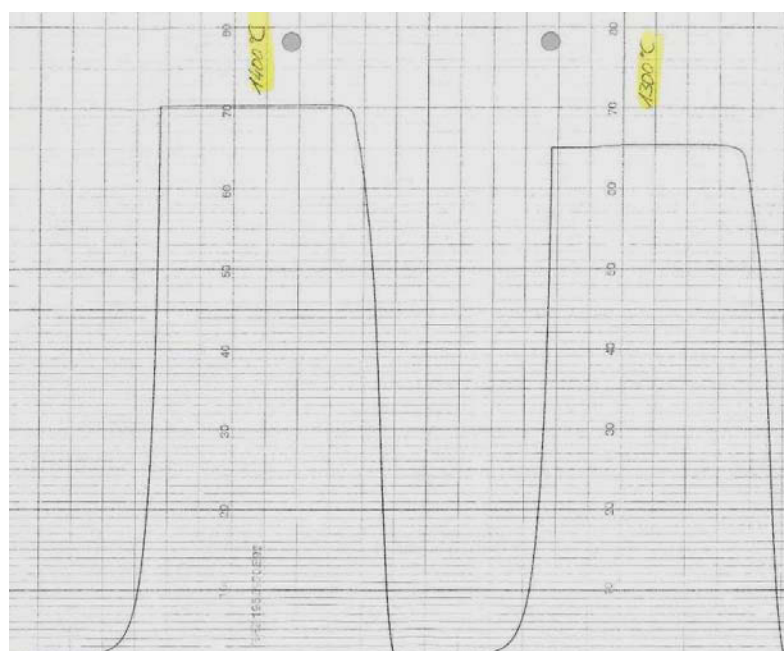


Abbildung 3.5: Ofenprotokolle von Glühungen bei 1300°C und 1400°C für jeweils eine Stunde

3.4 Schliffpräparation

Um eine gute Beurteilung der Schriffe im Lichtmikroskop gewährleisten zu können, mussten die Proben sorgfältig poliert werden. Für eine Betrachtung im REM mittels EBSD bzw. ECCI wurden die Proben auch elektrochemisch poliert, damit eine verformungsfreie Oberfläche sichergestellt wurde. Das elektrochemische Polieren konnte unmittelbar an die Schliffpräparation für die lichtmikroskopische Beurteilung angeschlossen werden.

Bevor die Zylinderproben poliert werden konnten, wurden sie mittels einer Präzisionsschneideeinrichtung (ACCUTOM) in Axialrichtung getrennt. Hierbei war es wichtig, genau die Mitte der Probe freizulegen, da nur hier, aufgrund der Ausbildung des Schmiedekreuzes, der gewünschte maximale Umformgrad erreicht wird. Anschließend wurden die Proben in leitfähige Einbettmasse (Polyfast) eingebettet, um die Proben für das Elektropolieren bzw. für eine Untersuchung im REM tauglich zu machen. Zur Annäherung an die Probenmitte, wurde die Proben mittels der Schleifplatte MD PIANO 220 geschliffen. Bei 300 Umdrehungen pro Minute, einer Anpresskraft von 25 N wurde ein Abtrag von durchschnittlich 0,6 mm/min verzeichnet. Hierbei wurde darauf geachtet, dass man sich der Mittelebene der Zylinderprobe bis auf maximal 100 µm annähert. Der restliche Teil wurde mittels Polieren bzw. Elektropolieren abgetragen. Anschließend wurden die Proben poliert. Die Vorgangsweise kann Tabelle 3.2 entnommen werden

Tabelle 3.2: Polieranweisung für die Untersuchung von Molybdän Proben am LIM1 und am REM

Poliertuch	Suspension	Anpresskraft pro Probe [N]	Zeit [min]
MD Plan	15 µm, Polierflüssigkeit	25	3
MD Pan	6 µm, Polierflüssigkeit	25	4
MD Mol	3 µm, Polierflüssigkeit	25	4
MD Dac	Mastermet, Polierflüssigkeit + H ₂ O ₂ (1:1)	20	4
MD Nap	1 µm, Polierflüssigkeit	20	4

Für eine Betrachtung im REM war es notwendig, durch Elektropolieren eine eventuelle verformte Oberflächenschicht zu entfernen [21]. Die Arbeiten wurden an einem Gerät der Bezeichnung Elektropol der Firma Struers durchgeführt. Als Elektrolyt wurde der vorgefertigte Elektrolyt A3 der Firma Struers verwendet. Als optimale Parameter für das Elektropolieren stellten sich eine Spannung von 40V,

eine Flussmenge von 10 und eine Polierdauer von 5 Sekunden heraus. Es musste auch darauf geachtet werden, dass nicht zu lange elektropoliert wurde, da mit zunehmender Zeit die Topographie der Probenoberfläche eine immer größere wurde. Als besonders kritischen Einflussfaktor bezüglich des Erfolges beim Elektropolieren, erwies sich der Kontakt zwischen Elektrodenarm und Probe. Da die Proben aufgrund ihrer Größe und zur Verbesserung der Handhabung in elektrisch leitende Einbettmasse eingebettet wurden, war der Stromübergang zwischen Elektrodenarm und Einbettmasse nicht im optimalen Sinne gewährleistet. Daher wurde zwischen Elektrode und der eingebetteten Probe eine Stahlrunde gelegt. Dieses Stück Metall, welches als Verbindungsstück zwischen Probe und Elektrode fungierte, gewährleistete nun einen sehr guten Stromübergang. Aufgrund der Tatsache, dass sowohl die Elektrode als auch die Runde aus Stahl bestehen, ist der Stromübergang zwischen diesen beiden Teilen von vornherein sehr gut gegeben. Da nun die Kontaktfläche zwischen Stahlrunde und eingebettete Probe eine viel größere war, als nur zwischen Elektrode und Einbettmasse, war auch hier der Stromübergang optimal. In Abbildung 3.6 ist der beschriebene Aufbau ersichtlich.

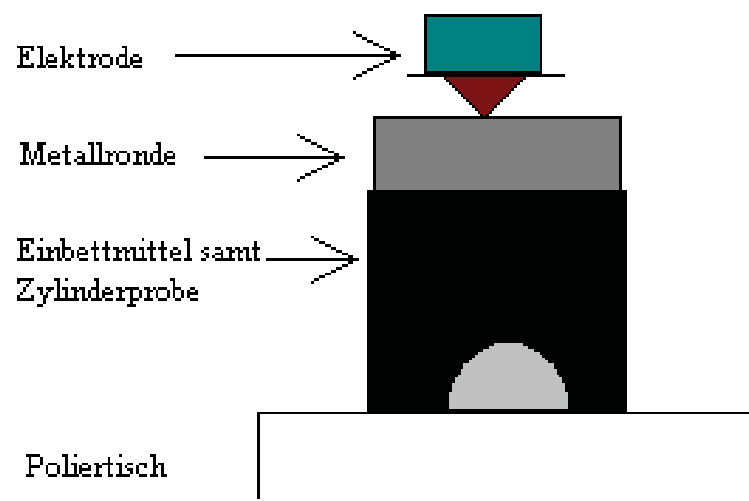


Abbildung 3.6: Skizze des Versuchsaufbaus zum Elektropolieren

3.5 Charakterisierungsmethoden

Zur Bestimmung des Rekristallisationsgrades wurden klassische Methoden wie Lichtmikroskopie und Härtemessungen nach Vickers verwendet. Um genauere Ergebnisse zu erhalten, vor allem wenn nicht genau bestimmt werden konnte ob das Gefüge bereits rekristallisiert war, wurden am REM Verfahren wie ECCI und EBSD verwendet. Durch die geringere Wellenlänge von Elektronen gegenüber der von Licht erreicht man mit der Rasterelektronenmikroskopie höhere Auflösungen und

Vergrößerungen. Zusätzlich erlaubt die Verwendung des REM, die rückgestreuten Elektronen derart auszunutzen, um Informationen über die kristallographische Orientierung (EBSD) oder Versetzungsdichte und –anordnung in Metallen zu erlangen (ECCI). Kritisch bei der Betrachtung der Proben im REM ist eine sorgfältige Probenpräparation. Für die Untersuchungen bezüglich der Rekristallisation ist es wichtig, Informationen aus einem durch die mechanische Präparation unbeeinflussten Bereich zu erhalten. Da durch ein mechanisches Polieren die oberflächennahen Bereiche der Probe deformiert werden, und diese die Untersuchungen im REM verfälschen würden, war es wichtig, diese Schicht zu entfernen. Dazu bedient man sich des Elektropolierens, das eine Entfernung der obersten Schichte der Probe gewährleistet, ohne das Material mechanisch zu beanspruchen.

Der Unterschied einer mechanisch präparierten Probe und einer elektropolierten Probe ist aus Abbildung 3.7 und Abbildung 3.8 ersichtlich. Beide Aufnahmen wurden im REM jeweils im BSE Modus aufgenommen. In Abbildung 3.9 ist der verfälschende Effekt des nicht durchgeführten Elektropolierens an einer EBSD Aufnahme zu sehen.

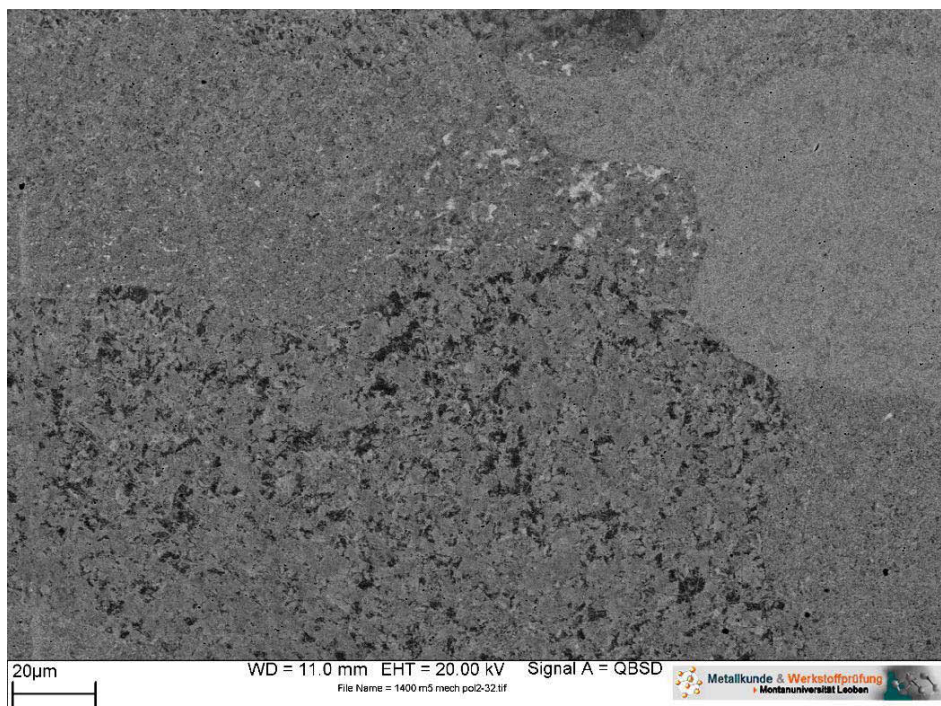


Abbildung 3.7: Mechanisch polierte Probe (Polieranweisung nach Katrakova et. al [22]), die zuvor bei 1400°C/1h gegläht wurde. Dieses Bild wurde im Orientierungskontrastmodus aufgenommen, die Informationen über die Substrukturen stammen nur aus der verformten Oberflächenschicht und sind somit für eine Charakterisierung der Rekristallisation nutzlos.

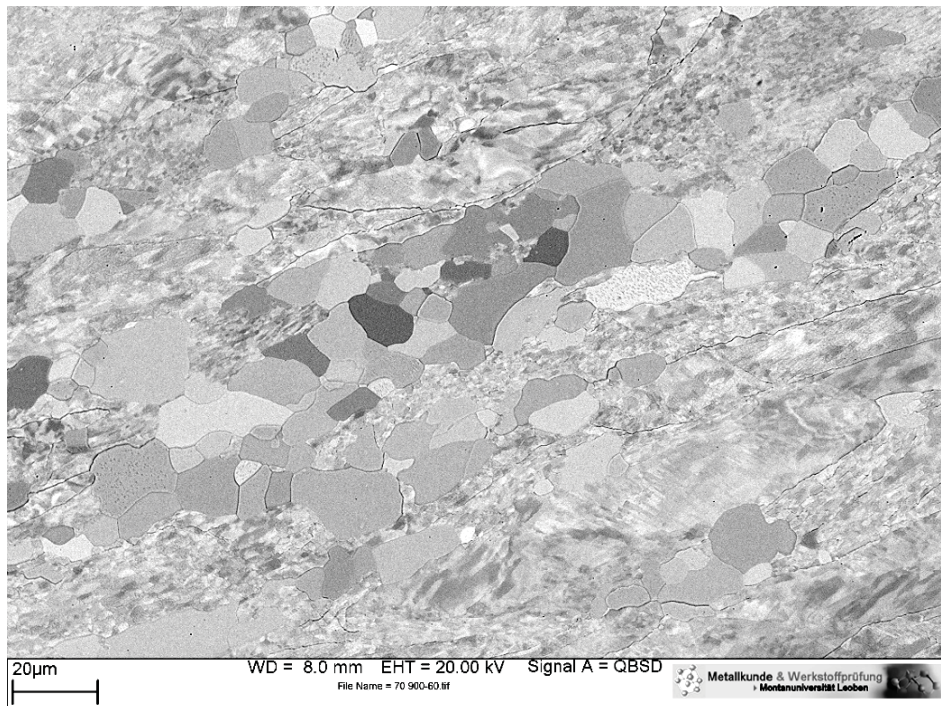


Abbildung 3.8: Elektrolytisch polierte Probe, die 70% gestaucht und anschließend bei 900°C/1h geglüht wurde, im Orientierungskontrastmodus aufgenommen. Deutlich sind die bereits rekristallisierten Körner durch die homogene Färbung von der noch verformten Matrix zu unterscheiden.

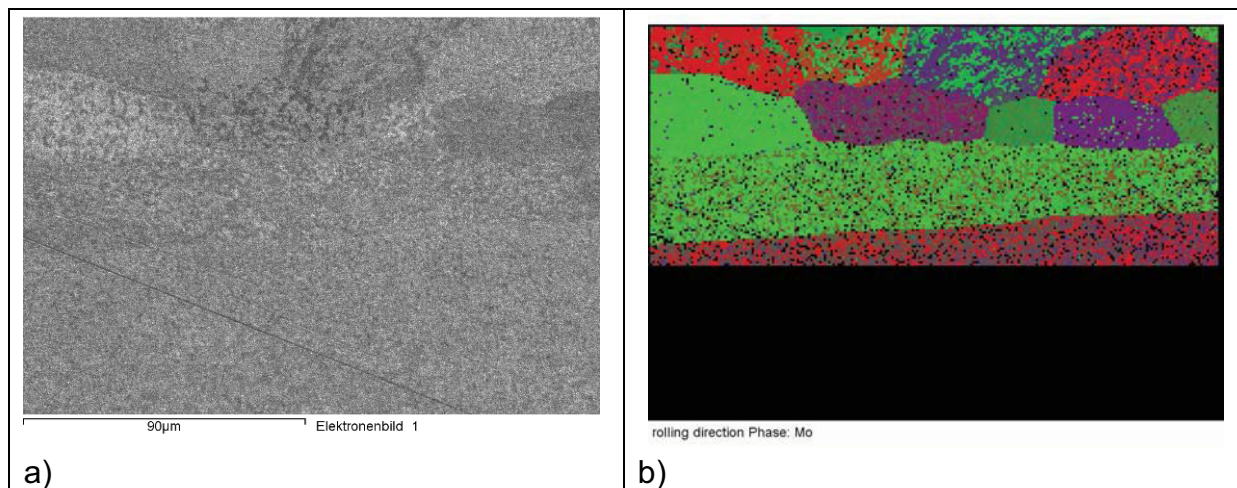


Abbildung 3.9: Mechanisch polierte Probe, die 70% gestaucht und anschließend bei 1400°C/1h geglüht wurde, ohne nachfolgendes Elektropolieren. Körner, die eigentlich schon rekristallisiert sind, weisen trotzdem noch starke Orientierungsunterschiede innerhalb des Korns auf. Grund dafür ist wieder die verformte Oberflächenschicht. a) BSE Aufnahme; b) EBSD Aufnahme – beide Abbildungen zeigen denselben Probenausschnitt.

3.5.1 ECCI – Electron Channelling Contrast Imaging

Hierbei wird der Effekt ausgenutzt, dass Elektronen in Abhängigkeit der Kristallgitterneigung zum einfallenden Elektronenstrahl unterschiedlich rückgestreut werden. Beispielsweise werden nur wenige rückgestreute Elektronen detektiert, wenn der einfallende Strahl parallel zu den Kristallgitterebenen liegt. Abbildung 3.10 veranschaulicht diesen Sachverhalt.

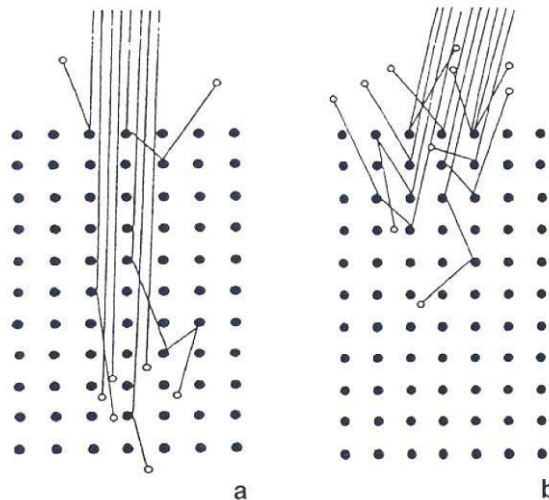


Abbildung 3.10: Rückstreuung von Elektronen im Kristallgitter [23-26].

Dieser Effekt kann nun ausgenutzt werden, um ein rekristallisiertes Korn vom verformten Grundgefüge zu unterscheiden. Ein rekristallisiertes Korn unterscheidet sich im ECCI-Kontrast dadurch, dass es keine Kontrastunterschiede im Korn selbst gibt, da keine oder nur wenige Versetzungen vorliegen, die einen Kontrastunterschied ausmachen könnten (Abbildung 3.11). Andere Bereiche jedoch, die noch keine Rekristallisation aufweisen, zeigen eine Subkornstruktur, die sich durch Erholungsvorgänge einstellt.

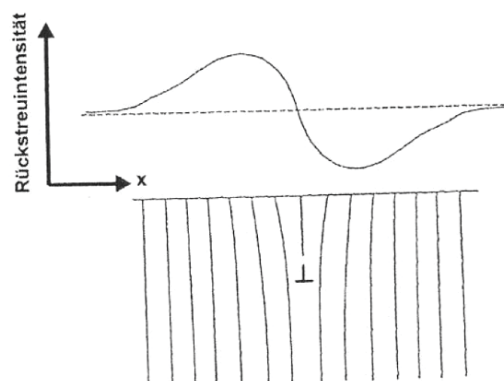


Abbildung 3.11: Kontrastentstehung durch Versetzungen im ECCI – Modus [23-26]

Da für die Untersuchungen kein „echter“ Channeling Detector zur Verfügung stand, wurden die rückgestreuten Elektronen mittels eines BSE – Detektors aufgenommen. Normalerweise geben rückgestreute Elektronen nur Auskunft über die chemischen Unterschiede in einer Probe, jedoch kann bei veränderten Parametern der Orientierungsunterschied einzelner Körner, bzw. Bereiche in den Körnern, aufgelöst werden. Hierbei muss jedoch der Primärstrahl parallel sein und über eine hohe Intensität verfügen. Dadurch nimmt aber der Durchmesser des Strahles zu, was wiederum die Schärfe der Aufnahmen in Grenzen hält. Hier kann aber über eine „harte“ Kontrasteinstellung entgegengesteuert werden. [14]

3.5.2 EBSD – Electron Backscattered Diffraction

Mittels EBSD ist es möglich, Informationen bezüglich der Kristallographie eines Festkörpers zu erhalten. Ist ein REM im EBSD Modus geschaltet, so treffen die Elektronen auf die geneigte Probe auf und werden in der Probe inelastisch gestreut. Diese gestreuten Elektronen, welche die Braggsche Bedingung erfüllen, erzeugen ein Beugungsmuster, so genannte Kikuchipatterns (Abbildung 3.12).

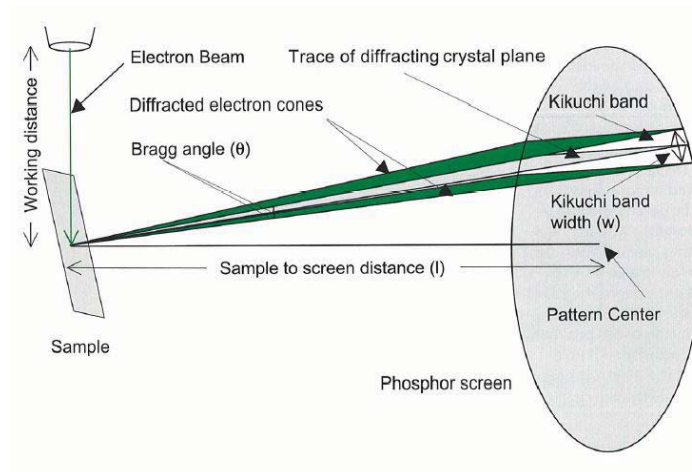


Abbildung 3.12: Schematische Darstellung zur Entstehung der Kikuchilinien [27]

Mit Hilfe einer Software, derer die Hough-Transformation zugrunde liegt, kann man nun aus den Kikuchipatterns kristallographische Informationen des bestrahlten Probenbereiches errechnen, wie zum Beispiel Orientierung, Korngrenzenmissorientierung oder Defektstruktur.

Da beim REM der Elektronenstrahl die Probe abrastert, können nun EBSD-maps erstellt werden. Dabei handelt es sich um eine digitalisiert nachbearbeitete Gefügeaufnahme, die es dem Benutzer erlaubt, Bereiche mit bestimmtem Orientierungsunterschied zwischen den Körnern unterschiedlich einzufärben.

Dadurch kann man gut zwischen Klein- und Großwinkelkorngrenzen unterscheiden. Im Falle von Rekristallisationseffekten kann daher rechnergestützt der rekristallisierte Anteil im Gefüge ermittelt werden.

3.5.3 Ermittlung der rekristallisierten Korngröße

Im Anhang sind die lichtmikroskopischen Aufnahmen der Gefüge ersichtlich, anhand derer die Beurteilung der rekristallisierten Korngröße vorgenommen wurde. Die Aufnahme wurden mit einer 50-fachen Vergrößerung mittels einem Lichtmikroskop der Firma Reichert Jung/Polyvar met aufgenommen. Mithilfe der Bildbearbeitungssoftware Analysis wurden jeweils drei Einzelbilder aufgenommen und mittels Adobe Photoshop zu einem Bild zusammengefügt (siehe Anhang). Des Weiteren wurden auch noch der Kontrast sowie die Farbdarstellung nachgebessert, um eine optimale Betrachtung zu gewährleisten. Zur Beurteilung der Rekristallisation wurde immer der Mittenbereich der Proben herangezogen (Abbildung 3.13). Grund dafür ist die Ausbildung des Schmiedekreuzes, aufgrund dessen die maximale Umformung nur exakt in der Mitte der Probe erfolgt (vgl. Abbildung 2.8).

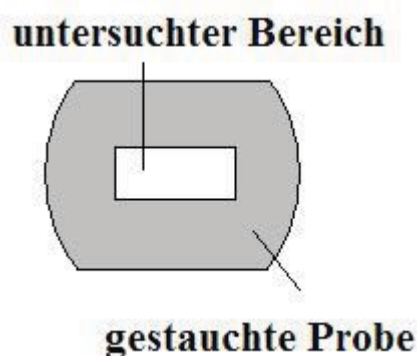


Abbildung 3.13 Untersucher Bereich der gestauchten Proben

Die eigentliche Ermittlung der rekristallisierten Korngröße erfolgte nach dem Linienschnittverfahren, welches für diese Zwecke abgewandelt wurde. Im Detail wurde über das Bild ein Messraster aus horizontalen Linien gelegt. Der Abstand der Linien wurde so gewählt, dass er dem kleinsten noch erkennbaren rekristallisierten Korn entspricht. Danach wurden jeweils die einzelnen Längen der Schnittlinien durch die einzelnen rekristallisierten Körner ermittelt und aus diesen der Mittelwert berechnet. Für ein vollständig rekristallisiertes Gefüge geht die verwendete Messmethode in das klassische Linienschnittverfahren über. Somit ist die gemittelte Abschnittslänge die Größe des rekristallisierten Kornes.

Proben, bei denen keine genaue Aussagen über den Grad der Rekristallisation getroffen werden konnten, d.h. insbesondere bei Proben mit niedrigen Umformgraden oder Proben mit hohen Umformgraden und niedriger Glüh­temperatur, wurden zusätzlich noch im REM mittels Orientierungskontrast begutachtet. Hierbei wurden die Vergrößerungen der jeweiligen Gegebenheit angepasst. Beispielhaft ist ein Gefüge in Abbildung 3.14 zu sehen.

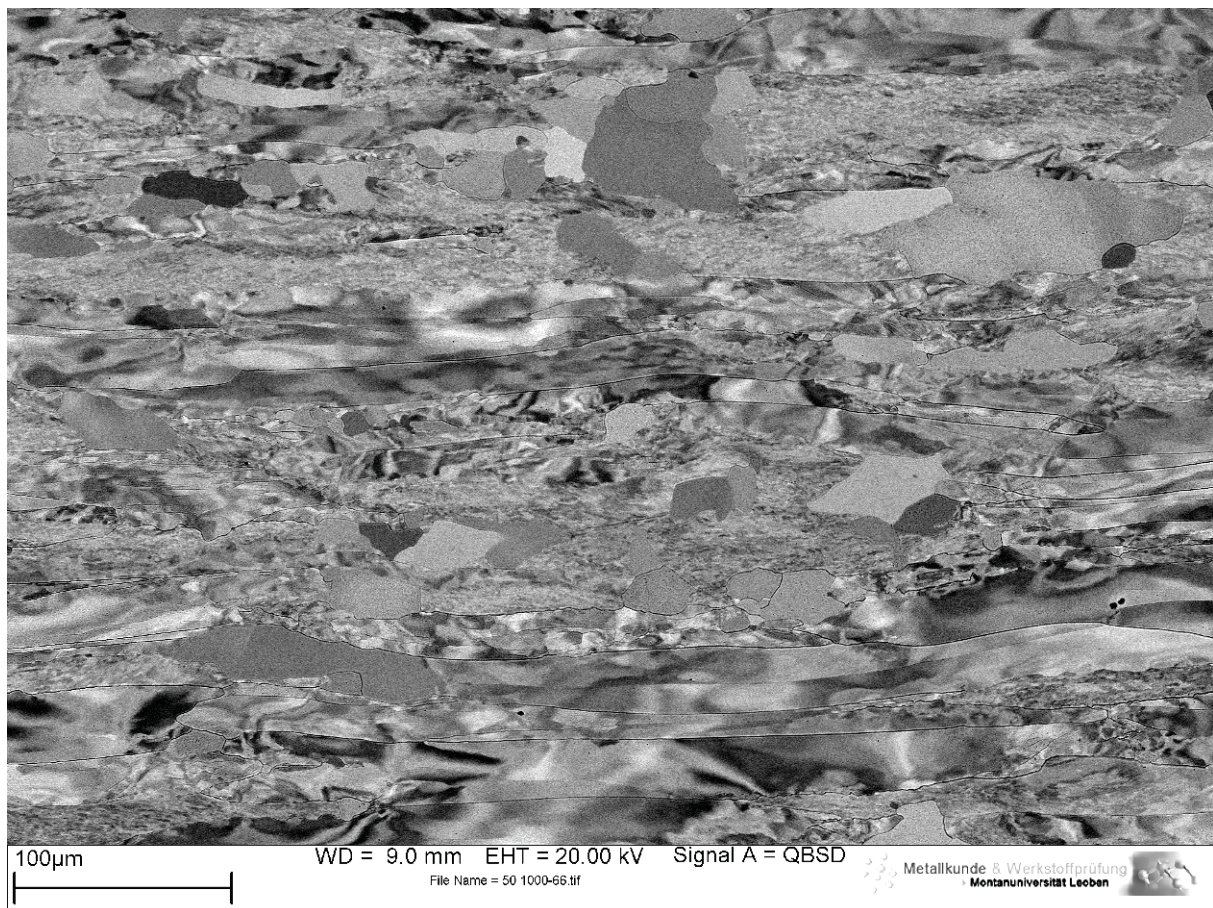


Abbildung 3.14: Orientierungskontrastaufnahme einer Probe die 50% gestauch und bei 1000°C/1h gegläht wurde. Deutlich sind die rekristallisierten Körner von der verformten Matrix zu unterscheiden.

3.5.4 Ermittlung des rekristallisierten Anteils

Zur Ermittlung des rekristallisierten Anteils wurden wieder Bilder von der Probenmitte, analog wie bei der Ermittlung der rekristallisierten Korngröße, aufgenommen. Jedoch wurde hierbei eine Vergrößerung von 200-fach gewählt, da dabei genauere Aussagen getroffen werden konnten, ob das Gefüge verformt, erst erholt oder schon rekristallisiert ist. Durch die höhere Vergrößerung war es möglich, 3 Bilder pro Probe zu analysieren, ohne den Bereich höchster Umformgrade zu

verlassen. Zusätzlich ermöglichte die Analyse von 3 Bildern eine bessere Statistik. Für die eigentliche Analyse wurde über das Bild ein Messraster, welcher 300 Punkte umfasst, gelegt. Danach wurden die Punkte gezählt, die auf rekristallisierten Körnern bzw. auf der Grundmatrix lagen und daraus der jeweilige rekristallisierte Anteil pro Bild berechnet.

3.5.5 Härteprüfung nach Vickers

Bei der Härteprüfung wird der Widerstand, den ein Material einer auf einen Eindringkörper aufgebrachten Kraft entgegensetzt, gemessen. Hierzu gibt es verschiedene Varianten, die sich entweder in der Form des Eindringkörpers oder in der zu messenden Größe (Diagonalen der projizierten Eindruckfläche bzw. Eindringtiefe) unterscheiden. Bei der Härteprüfung nach Vickers verwendet man eine gleichseitige Pyramide, die man mit einer bestimmten Kraft in den zu prüfenden Werkstoff eindringen lässt. Die Größe des Eindruckes, den der Eindruckkörper hinterlässt, ist indirekt proportional zu der Härte des Körpers. Die jeweilige Härte wird nach Formel (3.2) berechnet.

$$HV = \frac{0,102F}{A} = \frac{0,189F}{d^2} \quad (3.1)$$

F ist hierbei die auf den Eindringkörper wirkende Kraft, A die auf die Werkstoffoberfläche projizierte Fläche des Eindringkörpers und d die Diagonale dieser Fläche. Die Zahlenfaktoren 0,102 und 0,189 berücksichtigen die Umrechnung der alten Einheit Kilopond in Newton bzw. im letzteren Fall auch das Verhältnis zwischen Eindruckoberfläche und Diagonalen [3].

In der vorliegenden Diplomarbeit wurden pro Probe jeweils 3 Eindrücke erstellt. Hierbei musste darauf geachtet werden, einen guten Kompromiss zwischen hoher Prüfkraft und trotzdem geringen Eindruckabständen zu erhalten, um in einem Bereich zu prüfen, in dem der Umformgrad möglichst gleich groß ist. Als guter Kompromiss ergab sich eine Prüfkraft von 50 Newton. Es wurde darauf geachtet, dass der Mindestabstand zwischen zwei Eindrücken mindestens den 3-fachen Durchmesser eines Eindruckes betrug.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Basischarakterisierung

Sowohl die Randproben als auch die Mitteproben wurden im Lichtmikroskop begutachtet. Es war kein ausgeprägtes zeilenförmiges Walzgefüge zu beobachten. Grund dafür ist, dass beim letzten Warmwalzstich nur eine geringe Verformung erfolgte (~5%), was auch im Weiteren die Wahl einer angemessenen Rekristallisationstemperatur erschwerte (siehe Kapitel 4.3). Zusätzlich wurden auch die Dichte, die Härte und die chemische Zusammensetzung bestimmt. Die Ergebnisse der Messungen sind den Tabellen 4.1 – 4.3 zu entnehmen.

Tabelle 4.1: Dichtebestimmung

Probe	Masse an Luft [g]	Masse in Wasser [g]	Volumen [cm ³]	Dichte [g/cm ³]
Rand	21,85	19,71	2,13	10,24
Mitte	27,79	25,08	2,71	10,23

Tabelle 4.2: Härteprüfung HV10 von Randproben R und Mittenproben M

Probe	HV10
M1	202
M2	203
M3	196
M4	199
R1	196
R2	205
R3	195
R4	191

Tabelle 4.3: Chemische Zusammensetzung

Element	Anteil [µg/g]
Al	<5
C	9
Ca	<1
Fe	<2
H	1
K	6
N	5
Na	<5
Ni	<5
O	14
P	<10
S	<5
Si	9
W	115

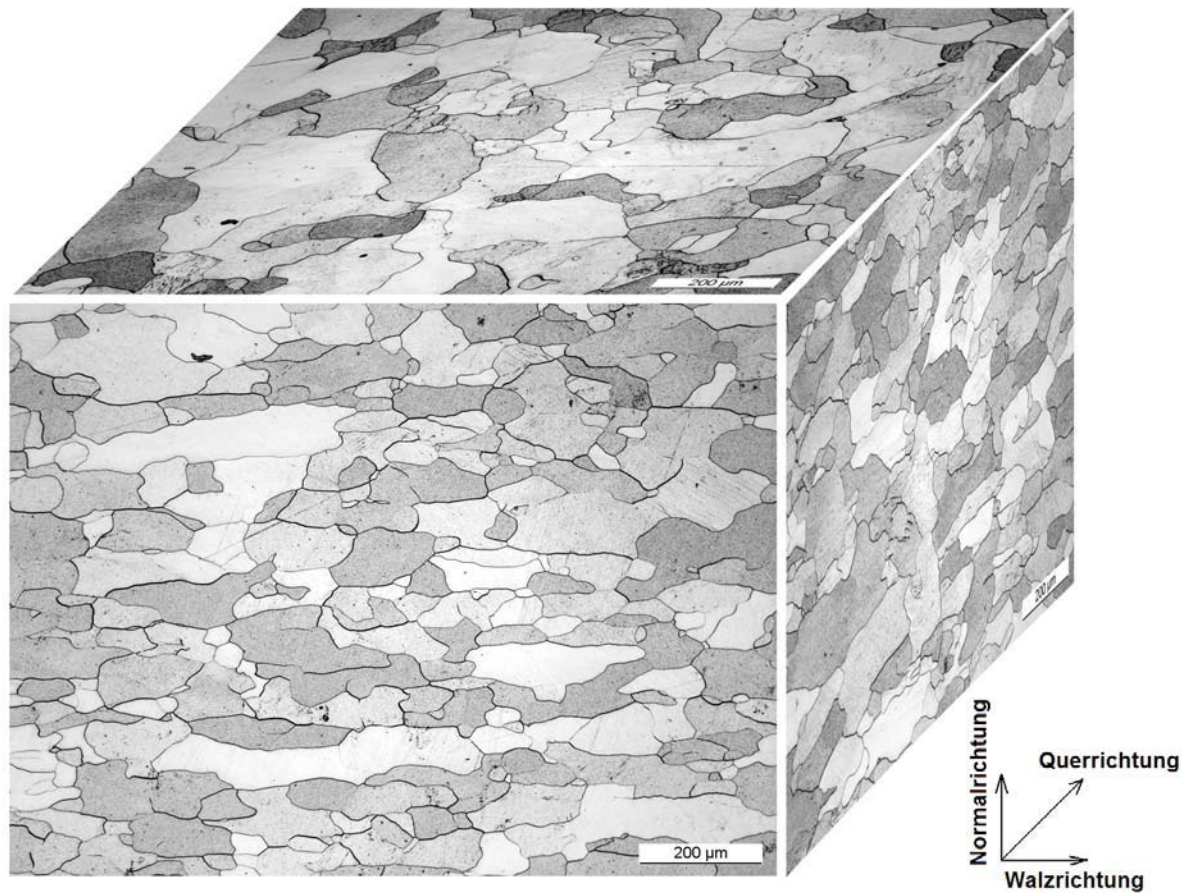


Abbildung 4.1: Dreidimensionale Gefügedarstellung vom Probenmaterial im Anlieferungszustand (walzhart)

In Abbildung 4.1 ist die Gefügestruktur des Ausgangszustandes ersichtlich. Die durchschnittliche Korngröße in Walzrichtung des Anlieferungszustandes betrug $\sim 80 \mu\text{m}$ und veränderte sich nach den einstündigen Glühbehandlungen zur Einstellung des definierten Ausgangszustandes nicht wesentlich.

4.2 Evaluierung der Glühparameter zur Einstellung eines definierten Ausgangszustandes

Um die Temperatur für die Glühparameter zur Einstellung eines definierten Ausgangszustandes zu ermitteln, wurden walzharte Proben bei verschiedenen Temperaturen für eine Stunde gegläht (1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, 1400°C, 1600°C). Mittels EBSD und ECC Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass bis zu einer Temperatur von 1300°C kein signifikanter Unterschied bezüglich der Korngröße besteht (KG ~ 80 µm). Härtemessungen ergaben, dass tendenziell ein Härteabfall vorlag, was ein Indiz für Erholungsvorgänge im Werkstoff ist. Proben, die bei 1400°C/1h gegläht wurden, zeigten ein teilrekristallisiertes und Proben, die bei 1600°C/1h gegläht wurden, ein vollrekristallisiertes Gefüge. ECCI- bzw. EBSD Aufnahmen konnten sehr gut die versetzungsarme Struktur der rekristallisierten Körner abbilden (Abbildung 4.3). Diese Beobachtungen decken sich sehr gut mit den ermittelten Härtewerten (Abbildung 4.2).

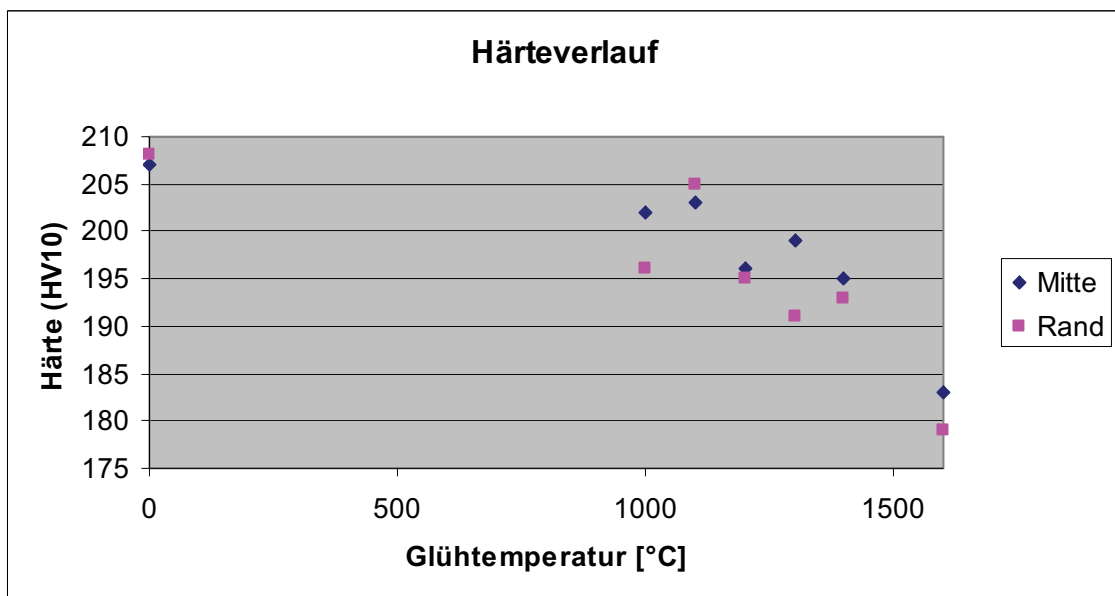


Abbildung 4.2: Härteverlauf nach verschiedenen Glühtemperaturen (Glühzeit: 1 Stunde)

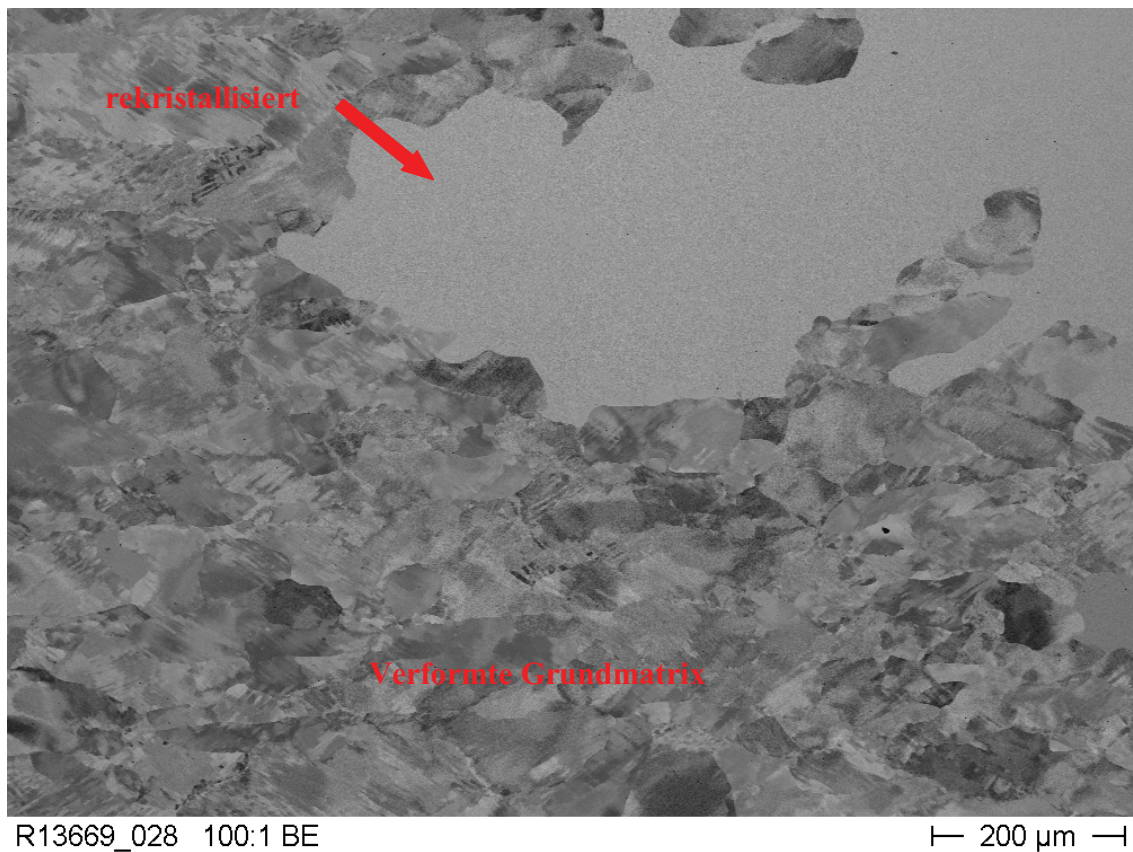


Abbildung 4.3: Aufnahme einer teilrekristallisierten Mo – Probe (direkt aus dem Blech gearbeitet) im Orientierungskontrast Modus, Glühparameter 1400°C/1h.

Da der letzte Umformschritt des Anlieferungszustandes mit ~5% sehr gering gewählt wurde, konnte durch die anschließende Glühbehandlung keine Rekristallisation erreicht werden. Eine Variation der Glüh Temperatur ergab, dass erst bei einer Glühbehandlung von 1400°C/1h vereinzelt rekristallisierte Körner vorlagen (Abbildung 4.3). Jedoch war, aufgrund der geringen Keimzahl, die rekristallisierte Korngröße im Millimeterbereich, was für die meisten technischen Anwendungen nicht von Bedeutung ist. Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass sich durch die Glühung bei 1300°C/1h kein rekristallisiertes Gefüge einstellt. Jedoch stellt sich durch Erholungsprozesse ein im Vergleich zum Ausgangszustand versetzungsärmeres Gefüge ein. In Abbildung 4.4 zeigt die EBSD Aufnahme einer Probe, die bei 1300°C für eine Stunde lang geglüht wurde.

In der EBSD Aufnahme sind deutlich rekristallisierte Körner, welche sich durch ein homogen eingefärbtes Korn auszeichnen, von erholtem Gefüge zu unterscheiden. Erholte Körner weisen innerhalb des Kornes Farbschattierungen auf, welche auf Orientierungsunterschiede zurückgeführt werden können. Die Auswertesoftware der EBSD – Analyse weist jeder möglichen Orientierung eine bestimmte Farbe zu. Daher ist es möglich, aufgrund von Farbverläufen innerhalb eines Kornes auf die Versetzungsstruktur zu schließen. Im Gegensatz zu den rekristallisierten Körnern

weisen erholte Körner noch leichte Orientierungsunterschiede innerhalb des Kornes auf.

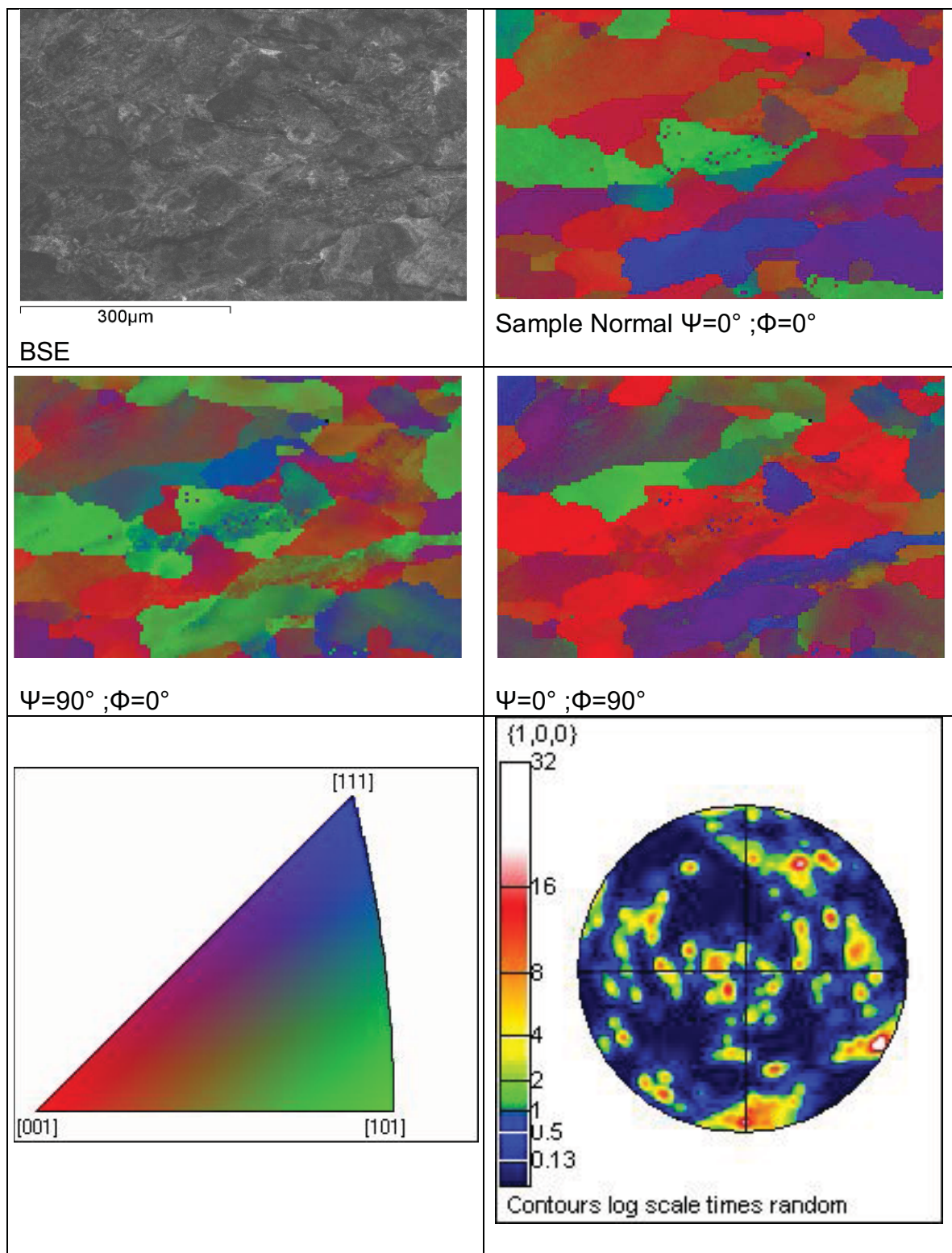


Abbildung 4.4: EBSD Aufnahmen einer Zylinderprobe nach der Glühung (1300°C/1h) zur Einstellung eines definierten Ausgangszustandes. Aufgrund der Tatsache, dass nur wenige Körner analysiert wurden, ist die Polfigur bezüglich der Textur nur bedingt aussagekräftig.

Da es nun aufgrund oben genannter Gründe nicht sinnvoll war, im rekristallisierenden Bereich zu glühen, wurde als Kompromisslösung eine Glühung bei 1300°C für eine Stunde vorgenommen. Bei dieser Temperatur konnte man sich sicher sein, dass noch keine übermäßig großen rekristallisierten Körner vorlagen, jedoch der Werkstoff durch Erholungsvorgänge eine reduzierte Versetzungsdichte aufweist.

Wichtig sowohl für die Glühung zur Erstellung eines definierten Ausgangszustandes als auch für die Proben, die zur Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes verwendet wurden, war ein schnelles Aufheizen auf die eigentliche Glühtemperatur. Besonders nach vorangegangener Umformung kann eine zu träge Aufheizrate die Rekristallisation aufgrund von vorangegangener Erholung stark beeinträchtigen. Die Zeit, die benötigt wurde, um von Raumtemperatur auf die gewünschte Glühtemperatur von 1300°C zu kommen, betrug rund 15 min.

4.3 Charakterisierung des Umformverhaltens

Untersuchungen zum Umformverhalten des Ausgangsmaterials wurden bei verschiedenen Temperaturen am Umformdilatometer durchgeführt. Da das verwendete Umformdilatometer nur über eine maximale Stauchkraft von 20 kN verfügt, wurden Stauchversuche mit höheren Umformgraden, die sachgemäß auch höhere Stauchkräfte erforderlich machten, auf einer 100-Tonnen-Schenk-Trebel Universalprüfmaschine vollzogen. Als anfängliche Probengeometrie wurden Zylinderproben mit den Maßen $\varnothing 5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ gewählt.

Erste Umformversuche im Dilatometer wurden bei einer Umformtemperatur von 300°C durchgeführt. Diese Temperatur sollte einen Kompromiss bestmöglicher Umformung bei verhältnismäßig kleiner Kraft und einer möglichst hohen Energieeinbringung in das Metall während der Verformung darstellen.

Vergleichsweise wurden auch Umformungen bei Raumtemperatur am Umformdilatometer durchgeführt. Alle umgeformten Proben wurden auf Risse überprüft. Dies geschah zum einen über eine optische Überprüfung der Mantelfläche mittels Stereomikroskop und zum anderen wurde auch das Gefüge hinsichtlich etwaiger Risse hin untersucht. Bei Proben, die bei Raumtemperatur umgeformt wurden, konnte die Rissfreiheit der Proben bis zu einem Umformgrad von 50% sichergestellt werden. Bei Proben mit einem Umformgrad von 70% wurden vereinzelt auf der Mantelfläche Risse beobachtet. Da die auftretenden Risse jedoch sehr weit von dem zu untersuchenden Probenbereich auftraten, konnte eine rekristallisationshemmende Wirkung von Rissen ausgeschlossen werden und somit die Proben zur Beurteilung der Rekristallisation verwendet werden.

Die anfängliche Probengeometrie von $\varnothing 5 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ wurde zugunsten einer Höhe von 7,5mm und damit auf ein Höhen-zu-Durchmesser-Verhältnis von 1,5 reduziert. Grund dafür war eine schlechte Umformung bei der erstgenannten Geometrie, da sich nach der Umformung keine gleichmäßige Tonnenform ausgebildet hat. Vielmehr konnte in der Probenmitte eine verringerte Ausbauchung beobachtet werden, was im krassen Widerspruch zum erwarteten gleichmäßigen Ausbauchen der Proben nach Stauchbeanspruchung steht. Ein Vergleich zwischen der schematischen Darstellung der vorgefundenen mikroskopischen Verformungsmorphologie und der tatsächlichen Probenform nach der Umformung kann Abbildung 4.5 entnommen werden. Hierbei wird eine Skizzendarstellung den realen Stauchproben gegenübergestellt.

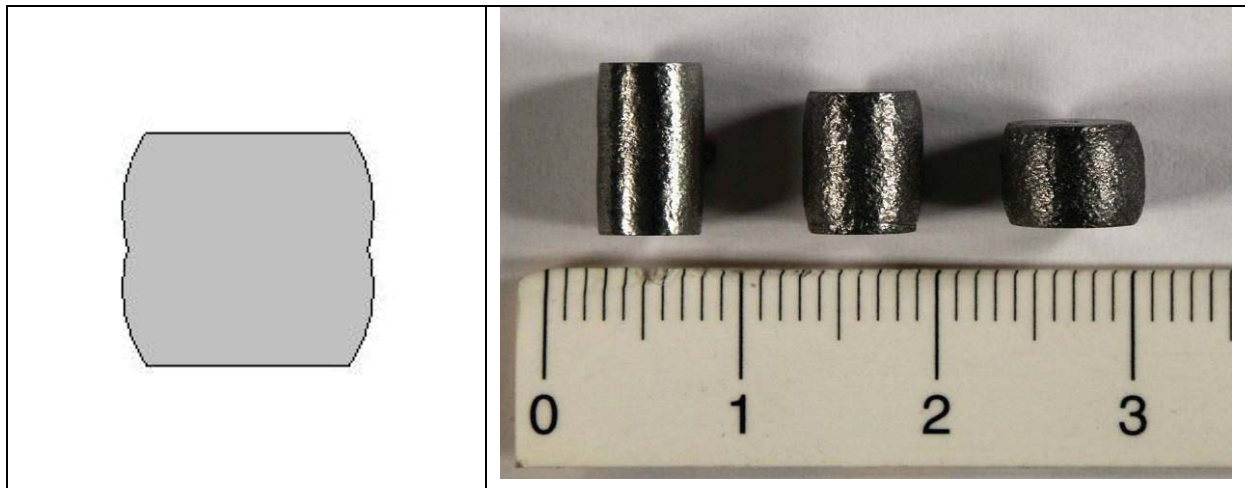


Abbildung 4.5: Schematische Darstellung und Aufnahme der umgeformten Proben (von links 15%, 30%, 50%) mit einer Ausgangsgeometrie von $\varnothing 5$ mm x 10 mm. Hierbei soll auf die Verjüngung in der Mitte der Probe hingewiesen werden.

Das beobachtete makroskopische Erscheinungsbild trat sowohl bei Proben, die bei Raumtemperatur als auch bei 300°C gestaucht wurden, auf. Vermutungen, dass durch eine fehlerhafte induktive Erwärmung in der Mitte der Probe eine niedrigere Temperatur herrschte und dadurch auch ein höherer Widerstand gegen Umformung vorlag, konnten durch Messungen am Umformdilatometer, bei denen Proben gestaucht wurden, die in der Mitte ein zweites Thermoelement vorwiesen, nicht bestätigt werden. Ganz im Gegenteil betrug die Temperatur in der Probenmitte sogar um 20°C mehr als auf den Stirnflächen. Dies wiederum kann durch den Wärmeabfluß über die Stirnflächen der Proben erklärt werden.

Versuche mit geänderten Umformparametern, wie beispielsweise modifizierter Umformtemperatur oder Umformgeschwindigkeit, kamen immer wieder zu demselben fehlerhaften Erscheinungsbild.

Durch Markieren einer unverformten Zylinderprobe mit einer axialen Linie auf der Mantelfläche konnte nach der Verformung auf ein plastisches Knicken der Proben geschlossen werden, da sich die Markierung nicht nur entsprechend verkürzt hatte, sondern auch ausgebaucht hatte. Daher wurde als Grund für die unerwartete Erscheinungsform, welches bedingt durch das ungünstige Höhen-zu-Durchmesser-Verhältnis war, plastisches Knicken gefunden. Da dadurch kein homogener Verformungszustand gewährleistet werden konnte, wurde die Probengeometrie zugunsten einer Höhe von 7,5 mm verändert. Die mit einer Geometrie von $\varnothing 5$ mm x 7,5 mm gestauchten Proben, zeigten alle eine gleichmäßige Verformung. Sie ließen sich problemlos stauchen und wiesen eine gut ausgeformte Ausbauchung auf, was auf eine homogene Umformung während des Stauchens schließen lässt. Die unterschiedlich gestauchten Proben sind beispielhaft in Abbildung 4.6 dargestellt.



Abbildung 4.6: Proben mit einer Ausgangsgeometrie von $\varnothing 5$ mm x 7,5 mm mit unterschiedlicher Stauchverformung (von links: 0%, 15%, 30%, 50%, 70%). Bei diesen Proben ist eine gleichmäßige Ausbauchung der Mantelfläche zu erkennen.

Bei vereinzelt Proben mit 70% technischer Stauchung und anschließender einstündiger Glühung wurden Risse in der Mitte der Probe festgestellt (Abbildung 4.7).

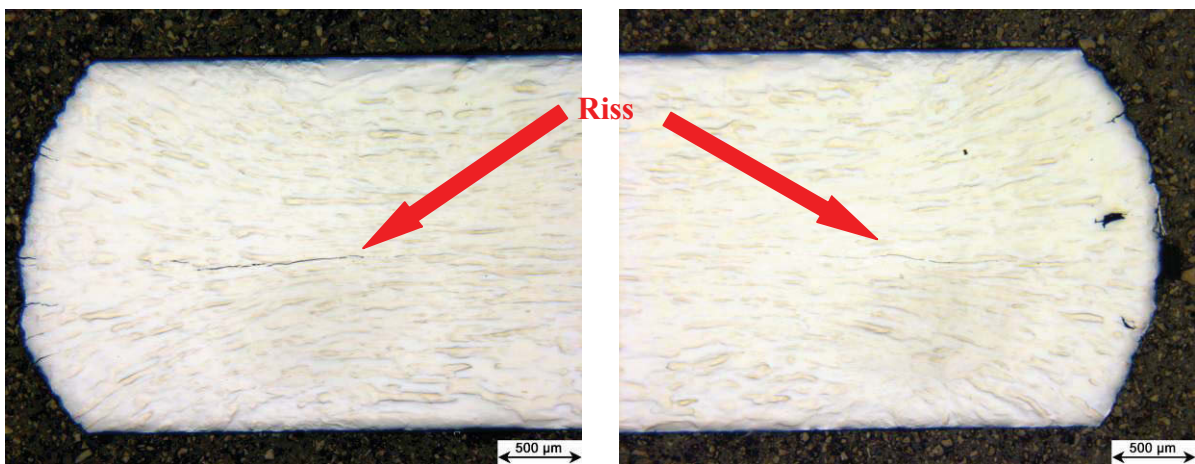


Abbildung 4.7: Probe mit 70% Stauchung und Glühung 850°C/1h; Die Probe weist Risse auf (Pfeile).

Nach einer Ätzung der Proben mit Murakami-Lösung konnte festgestellt werden, dass die Risse interkristallin durch das Gefüge laufen. In Abbildung 4.8 ist ersichtlich, dass der Riss entlang der Grenze zweier lang gestreckter Körner läuft.

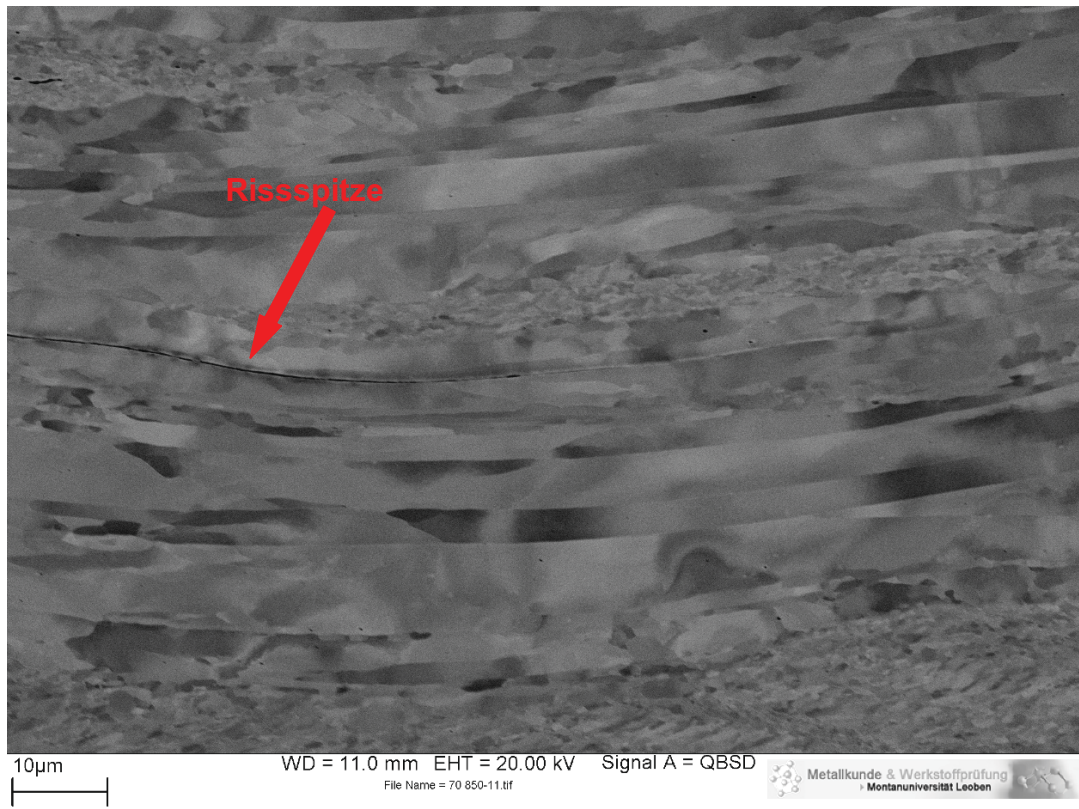


Abbildung 4.8: Probe mit 70% Stauchung und Glühung 850°C/1h; REM Aufnahme der Risspitze im Orientierungskontrast. Der Riss läuft entlang der Grenze zweier lang gestreckter Körner durch das Gefüge.

Trotz der ansonsten guten Umformbarkeit der Proben, konnten Ausreißer verzeichnet werden. Beispielsweise war die Umformung einer Probe mit 30% Stauchung und anschließender 1050°C/1h Glühung schlecht ausgeformt und daher war keine regelmäßige Ausbauchung der Probe beobachtbar, sodass auch die darauf folgende Rekristallisation nicht wie erwartet ablief (Abbildung 4.9).



Abbildung 4.9: Probe mit 30% Stauchung und 1050°C/1h. Vergleiche mit den dazu korrespondierenden Abbildungen aus dem Anhang zeigen eine auffallend große rekristallisierte Korngröße.

Grund für einen solchen Ausreißer kann eine schlecht angefasste Stirnflächenkante sein, da durch örtlich hohe Reibung die Umformung behindert werden kann.

4.4 Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes

4.4.1 Rekristallisationsverhalten über den Probenquerschnitt

Nicht überall in der gestauchten Zylinderprobe liegt der gleiche Umformgrad vor. In der Mitte der Probe sollte der höchste Umformgrad, somit auch die höchste Versetzungsdichte vorliegen. Folglich würde man auch annehmen, dass in der Mitte die Rekristallisation am schnellsten vonstatten gehen würde. Jedoch wurde beobachtet, dass in den Randbereichen der Proben die Rekristallisation schon früher einsetzt und die rekristallisierte Korngröße im Vergleich zur Probenmitte eine geringere ist (vgl. Abbildung 4.10). Beides ist ein Indiz dafür, dass in den Randbereichen eine höherer Umformgrad bzw. ein anderer Verformungszustand vorliegt [16].

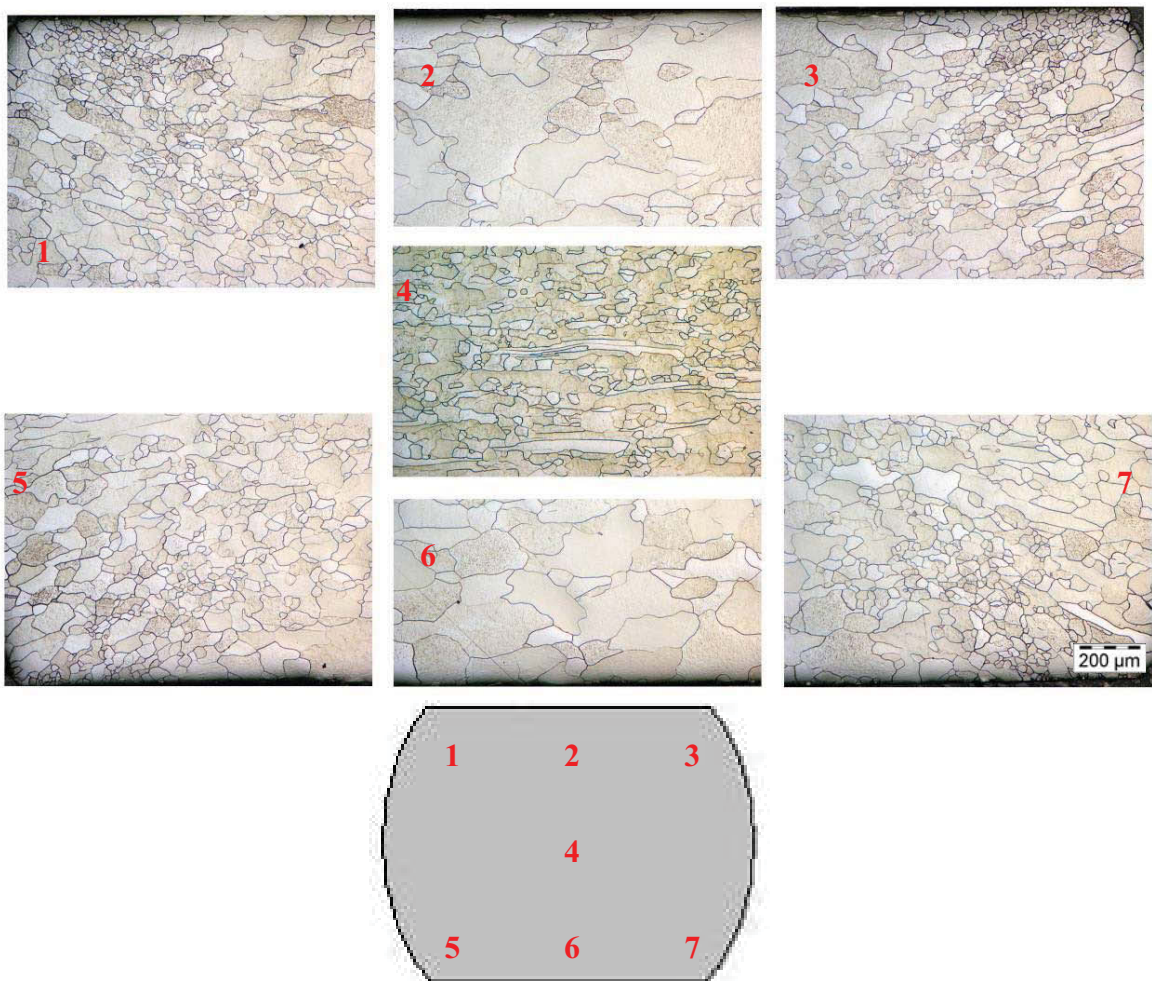


Abbildung 4.10: LIMIAufnahmen von verschiedenen Positionen am Querschliff einer Probe mit 50% technischer Stauchung und anschließender einstündiger Glühung bei 1400°C. In den Eckbereichen der Probe ist ein ausgeprägtes rekristallisiertes Gefüge zu erkennen.

Zur Überprüfung der Vermutung wurden FEM Simulationen (FORGE3) bezüglich des in der verformten Probe vorhandenen Umformzustandes durchgeführt. Aus Abbildung 4.11 ist ersichtlich, dass in den Eckbereichen der Probe ein verhältnismäßig hoher Umformgrad vorherrscht. Dieser, im Vergleich zum Mittenbereich der Proben hohe Umformgrad wird sicher das Rekristallisationsverhalten im Eckbereich merklich beeinflussen.

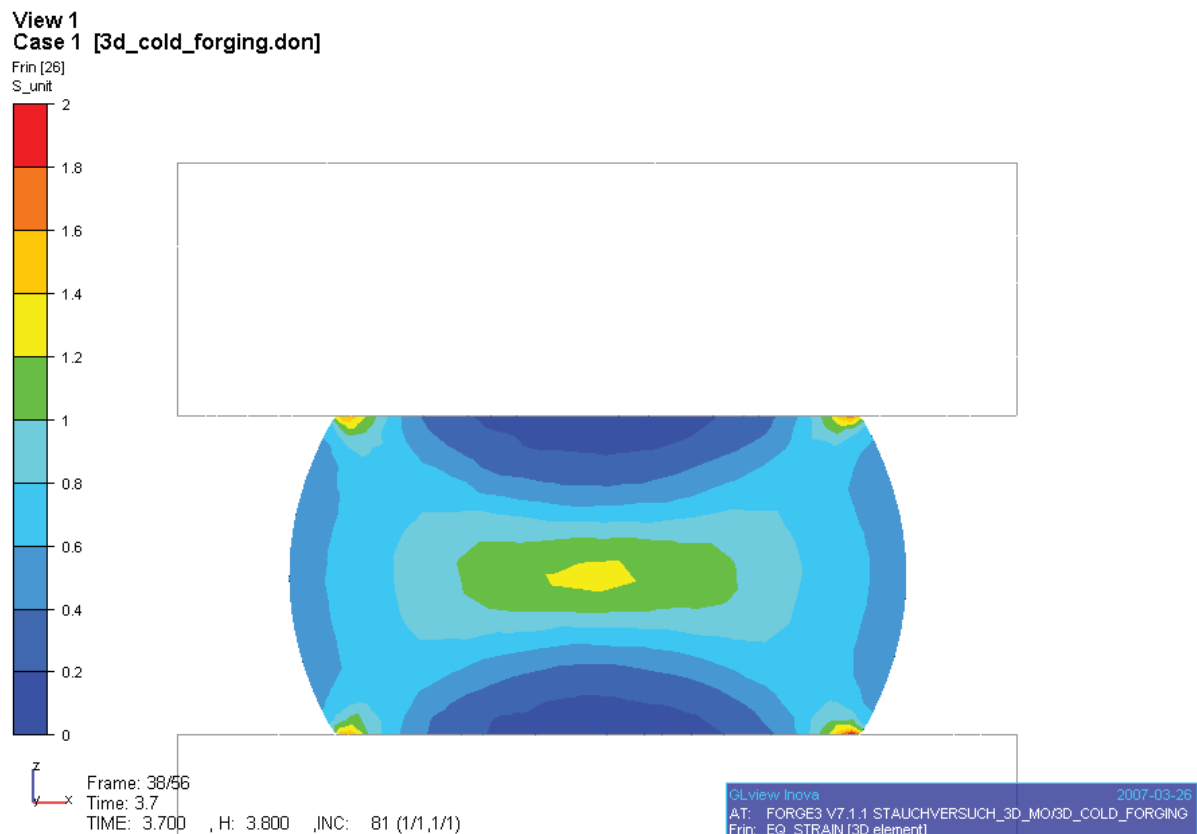


Abbildung 4.11: Darstellung des lokalen Umformgrades in einer Probe mit 50% Stauchung. Der Balken gibt, über Farbcodierung, den jeweiligen lokalen Umformgrad in der Probe an.

Da die Stirnflächen der Proben während der Stauchung nicht geschmiert wurden, muss man in diesen Bereichen mit einer Dehnungsbehinderung aufgrund von Reibung und folglich auch mit einer Scherbeanspruchung rechnen. Daher ist die Ausbildung einer Kornorientierung mit signifikantem Unterschied zur herkömmlichen Stauchtextur in der Probenmitte eine mögliche Erklärung des beobachteten Verhaltens. Wie schon in Kapitel 2.6 erwähnt, hängt die Kinetik der Rekristallisation stark von der Orientierung der einzelnen Körner ab. So gibt es Orientierungen, die sich als ausgesprochen rekristallisationsträge erweisen, aber auch solche, bei denen die Rekristallisation sehr rasch abläuft. Jedoch wurde keine separate Messung der Orientierungen in den jeweiligen Probenbereichen vorgenommen, da es den Umfang

dieser Arbeit überschritten hätte.

4.4.2 Ermittlung der Rekristallisationsschwelle

Um die Parameter für die Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes auszuwählen, war es notwendig, die Rekristallisationsschwelle, also die Temperatur bei einstündiger Glühung zu ermitteln, bei der das Gefüge schon Anzeichen erster Rekristallisation zeigt. Diese Arbeiten wurden von Mitarbeitern der Firma PLANSEE durchgeführt. Die Ergebnisse können wie folgt zusammengefasst werden.

50% Umformung + 1100°C/1h ->	teilrekristallisiert, ca. 195 HV10
30 und 15% Umformung + 1100°C/1h -->	im LIM1 schwierig zu untersuchen, 200 - 210 HV10
30 und 15% Umformung + 1200°C/1h -->	teilweise oder vollständig rekristallisiert, jedoch im LIM1 nicht so eindeutig; 180 - 190 HV10
30 und 15% Umformung + 1300°C/1h -->	vollständig rekristallisiert - passt auch mit Zentrumshärte zusammen, 175 - 180 HV10

Fazit:

Teilrekristallisation bei 50% Umformung bei 1100°C/1h.

Teilrekristallisation bei 15 und 30% Umformung zwischen 1100°C/1h und 1300°C/1h.

4.4.3 Wahl der Parameterkonfiguration

Für die ersten Untersuchungen wurden vier verschiedene Umformgrade ausgewählt (15%, 30%, 50%, 70%). Proben der jeweiligen Umformgrade wurden anschließend bei 9 verschiedenen Temperaturen (900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C, 1300°C, 1400°C, 1600°C, 1800°C, 2000°C) jeweils 1 Stunde lang gegläht. Insgesamt standen somit 36 Proben mit jeweils verschiedenen Umform- bzw. Glühparameter zu Verfügung. Durch lichtmikroskopische Untersuchungen wurde anhand dieser ein erstes „grobes“ Rekristallisationsschaubild aufgestellt. Bei Temperaturbereichen, wo gerade das Eintreten der Rekristallisation ersichtlich war, wurden auch noch Untersuchungen am REM angeschlossen, um genaue Aussagen über das Rekristallisationsverhalten zu treffen.

Um das gefundene Ergebnis mit der Arbeit von Pink [1] vergleichen zu können,

wurden für die einzelnen Umformgrade auch noch Glühungen bei 2200°C bzw. 2500°C angeschlossen. Zusätzlich wurde auch noch eine Glühserie mit 0% Umformung, beginnend bei 1400°C, hinzugefügt, die das Rekristallisationsdiagramm abrunden sollten.

Des Weiteren wurden auch bei 50°C geringeren Temperaturen als bei den Temperaturen, bei denen gerade noch rekristallisierte Körner gefunden wurden, Glühungen angesetzt, um genauer das Eintreten der Rekristallisation bestimmen zu können.

4.4.4 Rekristallisationsdiagramm von Molybdän

In Abbildung 4.12 ist das ermittelte Rekristallisationsdiagramm dargestellt.

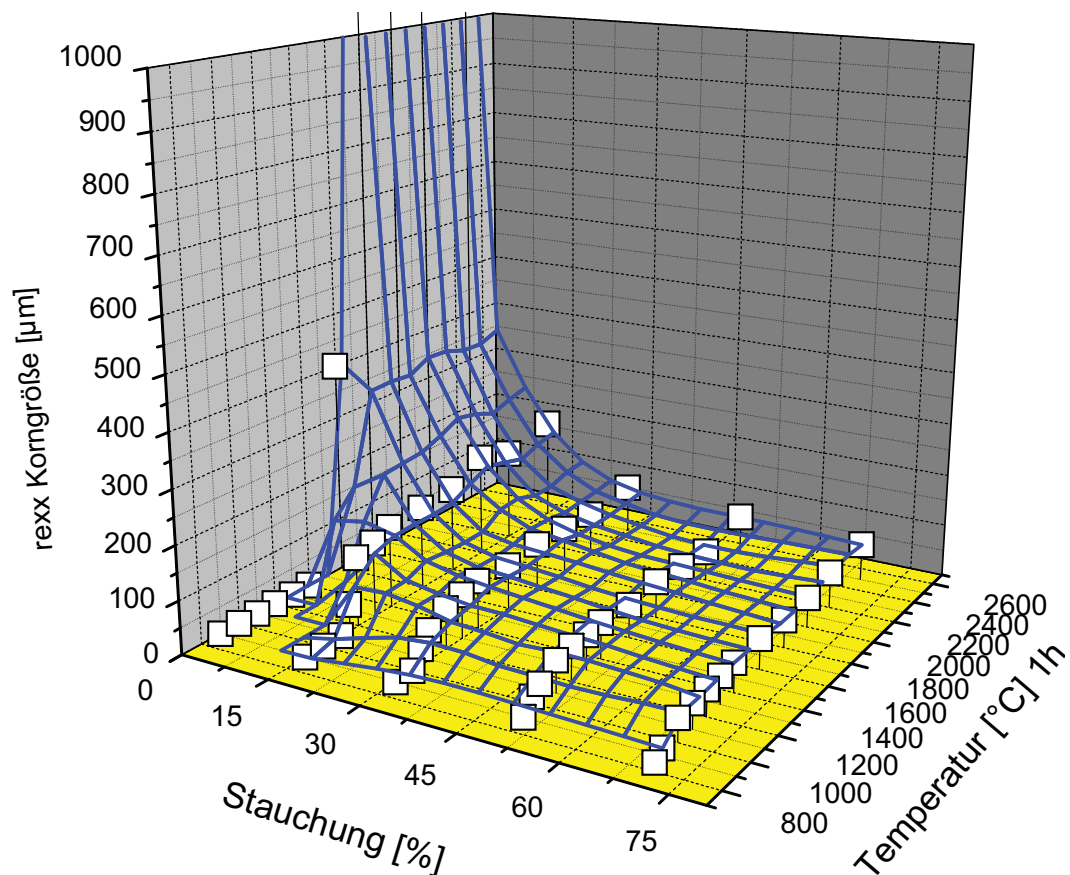


Abbildung 4.12 Rekristallisationsdiagramm von Molybdän nach lichtmikroskopischer Untersuchung und Beurteilung von Orientierungskontrastaufnahmen am REM.

Es ist ersichtlich, dass mit größer werdenden Umformgrad das Eintreten der Rekristallisation zu niedrigeren Temperaturen gesenkt wird. Bei einer Stauchung von 0% und anschließender Glühung entstehen rekristallisierte Körner mit einer Korngröße von über 1 mm. Rein theoretisch dürfte unter einem kritischen

Umformgrad bei anschließender Glühung kein rekristallisiertes Gefüge entstehen. Der beobachtete Sachverhalt lässt sich durch das Vorhandensein einer Vorverformung des Ausgangsmaterials begründen (vgl. Kapitel 4.2). Die verhältnismäßig große Korngröße bei Glühungen der ungestauchten Proben lässt sich dadurch erklären, dass durch die geringe Vorverformung nur wenige Rekristallisationskeime entstehen.

Bei größer werdender Stauchung wird auch die Anzahl der Rekristallisationskeime größer und folglich ist auch die kleiner werdende Korngröße mit steigendem Umformgrad und anschließender Glühung begründbar.

Beobachtet man bei gleich bleibender Stauchung und ansteigender Glühtemperatur die sich einstellende rekristallisierte Korngröße, so ist speziell am Ende des Temperaturbereiches eine Vergrößerung der Korngröße bedingt durch normales Kornwachstum ersichtlich.

Bereiche sekundärer Rekristallisation sind in diesem Diagramm nicht ersichtlich.

Die dem Rekristallisationsdiagramm zugrunde liegenden Werte können aus Tabelle 4.4 entnommen werden.

Tabelle 4.4: Zusammenfassung der dem Rekristallisationsdiagramm zugrunde liegenden Werte. Die Einheit der Korngrößen ist μm . Proben die nicht analysiert wurden, scheinen in der

Tabelle mit einem (-) auf

Stauchung [%]	0	15	30	50	70
T[°C]					
850	-	-	-	-	0
900	-	0	0	0	13
950	-	-	-	25	-
1000	-	0	0	38	42
1050	-	-	30	-	-
1100	0	0	54	59	45
1150	0	50	-	-	-
1200	0	129	74	64	48
1300	0	139	82	64	51
1400	0	152	89	67	53
1500	400	-	-	-	-
1600	>2000	157	82	62	56
1800	>2000	161	89	69	52
2000	>2000	194,5	86,5	62,5	55,5
2200	>2000	174	82	56	67
2500	>2000	192	90	76	70

4.4.5 Härtemessung nach Vickers

In der Praxis hat sich zur schnellen Beurteilung des Rekristallisationsgrades einer Probe die Härteprüfung nach Vickers bewährt. Um Vergleichswerte für die Praxis zu schaffen wurden die Proben zur Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes härtegeprüft.

In den Abbildung 4.13 - 4.17 ist jeweils die Härte als Funktion der Glüh Temperatur bei gegebener Stauchung ersichtlich. Bezüglich der Härtemessung der Proben, die zur Erstellung des Rekristallisationsdiagrammes herangezogen wurden, kann deutlich der Härteabfall bei einsetzender Rekristallisation nachgewiesen werden. Des Weiteren ist auch der Einfluss des Verformungsgrades auf die Härte des ungeglühten Zustandes zu sehen. Außerdem wird auch die Senkung des Rekristallisationszeitpunktes bei höherem Umformgrad gut ersichtlich. Die Werte der Härtemessungen sind Tabelle 4.5 zu entnehmen.

Nicht nachvollziehbar ist jedoch, dass die Härte eines vollständig rekristallisierten Gefüges sich bei ungefähr 160 HV5 einstellt, während Vergleichswerte aus der Literatur eine Härte von vollständig rekristallisierten Molybdän von 180 Vickers ergeben.

Auch Härtemessungen die zur Basischarakterisierung des Bleches dienten, ergaben für vollständig rekristallisiertes Material Härtewerte um 180 HV10.

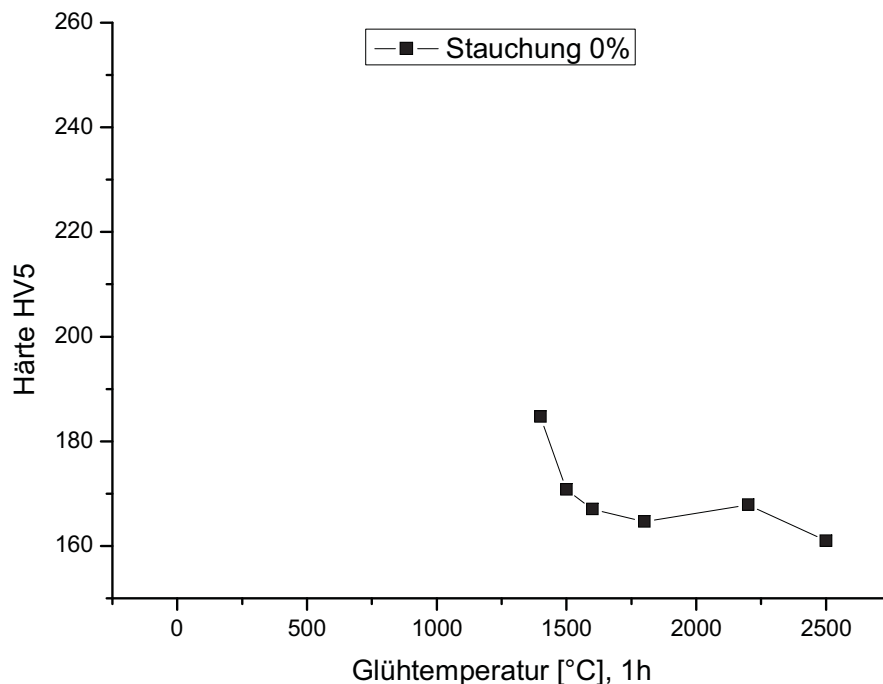


Abbildung 4.13: Härteverlauf der Glühserie mit 0% Stauchung

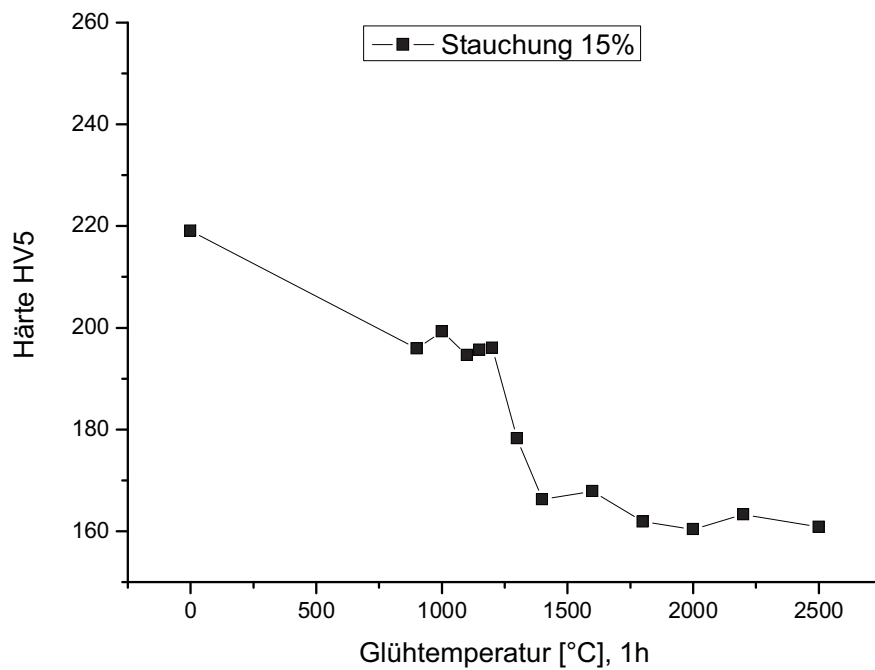


Abbildung 4.14: Härteverlauf der Glühserie mit 15% Stauchung

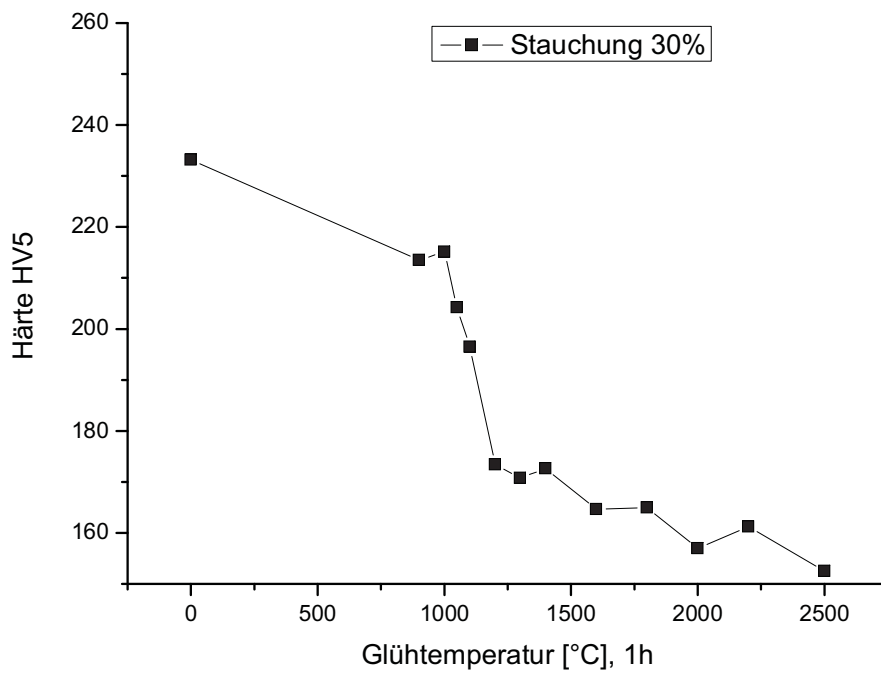


Abbildung 4.15: Härteverlauf der Glühserie mit 30% Stauchung

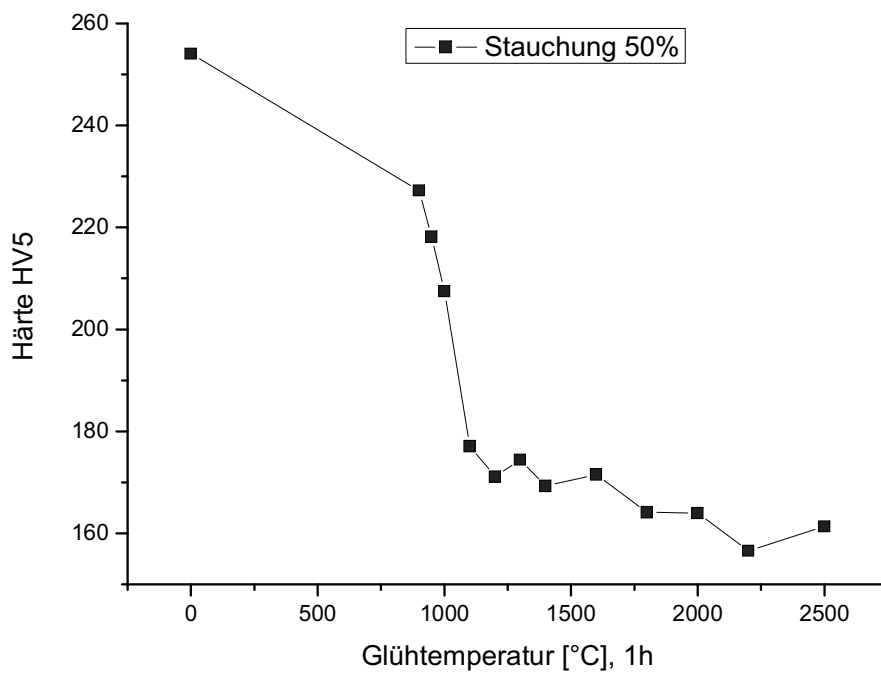


Abbildung 4.16: Härteverlauf der Glühserie mit 50% Stauchung

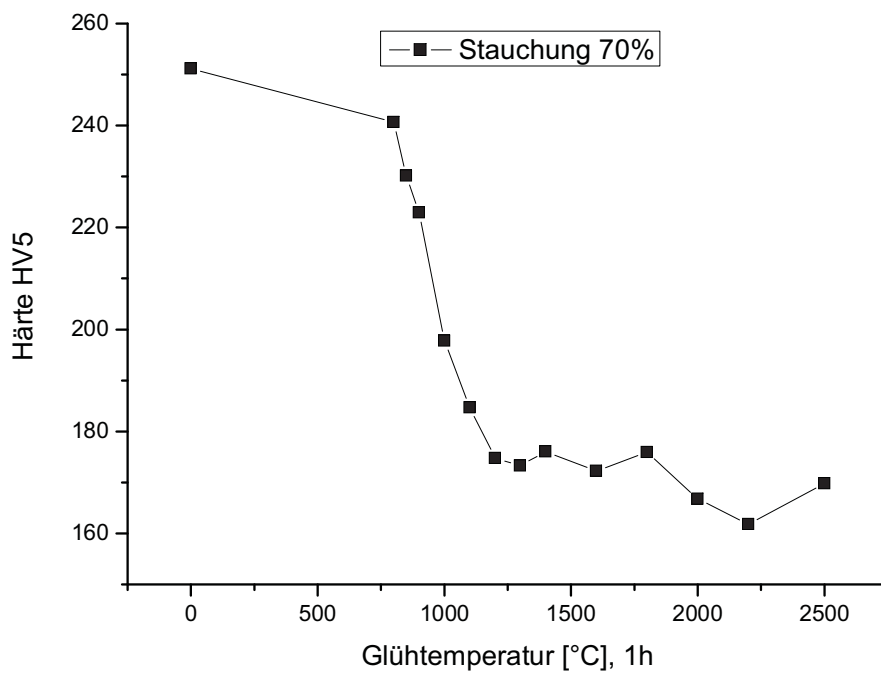


Abbildung 4.17: Härteverlauf der Glühserie mit 70% Stauchung

Tabelle 4.5: Wertetabelle der ermittelten Härtewerte nach HV5. Proben die nicht analysiert wurden, scheinen in der Tabelle mit einem (-) auf

Stauchung[%]	0%	15	30	50	70
T[°C]					
0	-	219,0	233,2	254,1	251,2
800	-	-	-	-	240,7
850	-	-	-	-	230,2
900	-	195,9	213,5	227,2	222,9
950	-	-	-	218,1	-
1000	-	199,3	215,1	207,5	197,8
1050	-	-	204,2	-	-
1100	-	194,6	196,5	177,1	184,7
1150	-	195,6	-	-	-
1200	-	196,0	173,4	171,1	174,7
1300	-	178,3	170,7	174,4	173,3
1400	184,7	166,3	172,6	169,3	176,0
1600	170,8	167,8	164,6	171,5	172,2
1800	167,0	161,9	165,0	164,1	175,9
2000	164,6	160,4	157,0	164,0	166,8
2200	167,9	163,3	161,2	156,6	161,8
2500	160,9	160,8	152,5	161,4	169,8

Anmerkungen:

Zur Ermittlung des Rekristallisationsdiagrammes wurden insgesamt 55 Proben mit unterschiedlicher Parameterkonfiguration, bestehend aus Glühtemperatur und Stauchung, untersucht. Von allen Proben wurden zuerst Schiffe für die Beurteilung im LIM1 angefertigt (siehe Anhang). Bei Proben, bei denen nicht genaue Aussagen über den Grad der Rekristallisation getroffen werden konnten, wurden auch noch Untersuchungen am REM abgeschlossen. Besonderes bei der Glühserie mit niedrigen Umformgraden (0% und 15%) war es oft nicht möglich, mittels LIM1 rekristallisierte Körner von der verformten Grundmatrix zu unterscheiden. Beispielfhaft soll hier der Vergleich zwischen einer LIM1 – Aufnahme und einer REM – Aufnahme (ECCI) den Sachverhalt beschreiben. In Abbildung 4.18 ist eine LIM1 - Aufnahme und in Abbildung 4.19 die dazu korrespondierende ECCI – Aufnahme zu sehen. Nur schwer lässt sich ein rekristallisiertes Korn in Abbildung 4.18 von der Grundmatrix unterscheiden. Die ECCI Aufnahme (Abbildung 4.19) der gleichen Probe lässt eine genaue Unterscheidung bezüglich der rekristallisierten Körner zu.

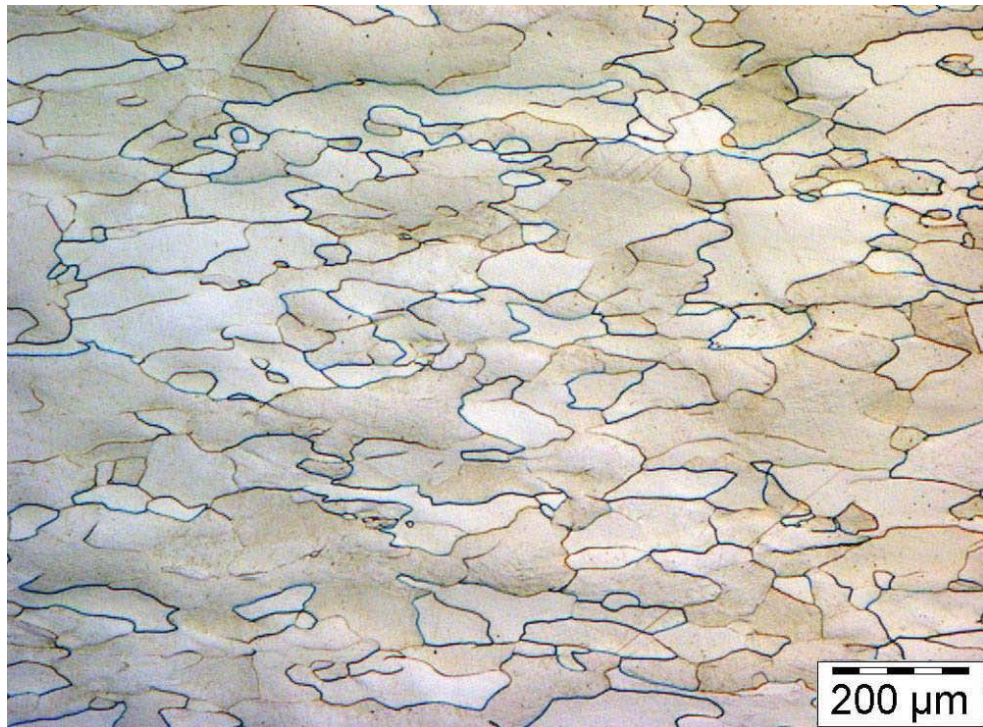


Abbildung 4.18: Lichtmikroskopische Gefügeaufnahme einer 50% gestauchten Probe, die bei 1200°C für eine Stunde gegläht wurde. Der Unterschied zwischen rekristallisierten und verformten Körnern ist nur schwer zu beurteilen.

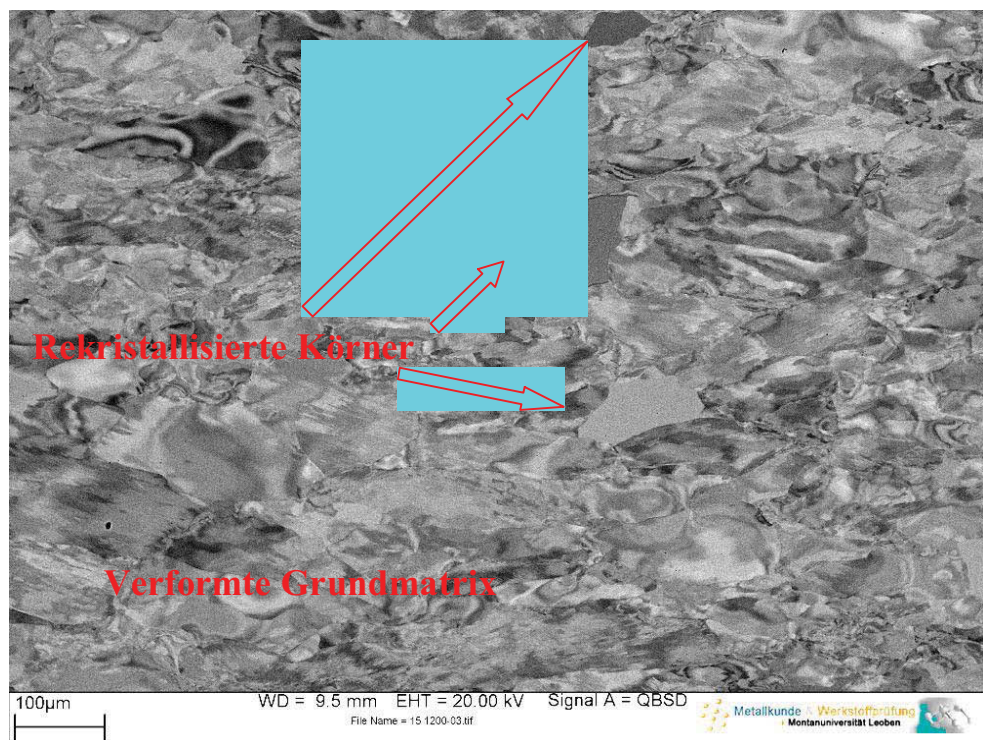


Abbildung 4.19: REM - Aufnahme einer Probe mit denselben Stauch- und Glühparametern wie in Abbildung 4.18. Die rekristallisierten Körner sind gut von der erhärteten Grundmatrix zu unterscheiden.

Während in den Eckbereichen die Rekristallisation schon bei relativ geringen

Temperaturen vollständig erfolgte, waren in der Probenmitte immer noch lang gestreckte Körner ersichtlich, die erst bei relativ hohen Temperaturen gänzlich verschwanden (Abbildung 4.20).

Besonders bei Glühungen an Proben mit 70%iger Stauchung waren die lang gestreckten Körner noch bis hin zu Temperaturen von 1800°C/1h erkennbar (vgl. Abbildung 6.57, Anhang).

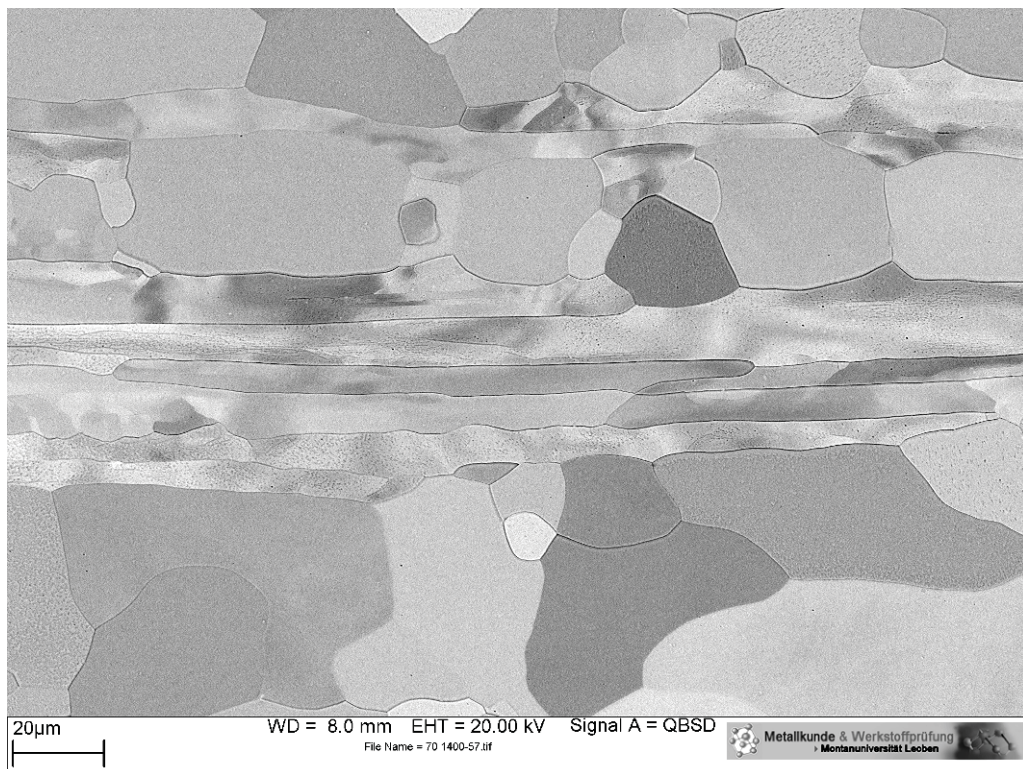


Abbildung 4.20 Probe mit 70% Stauchung und Glühung bei 1400°C/1h. Deutlich heben sich die lang gestreckten Körner von den rekristallisierten Körnern ab.

Die Orientierungskontraste in den lang gestreckten Körnern lassen auf ein erholtes Gefüge schließen, deren Triebkraft nicht mehr für die Entstehung von Rekristallisationskeimen gereicht hat.

Zum Vergleich sei noch auf Abbildung 4.21 verwiesen, welche ein vollständig rekristallisiertes Gefüge vom Eckbereich der Probe darstellt. Hier sind keine lang gestreckten Körner mehr nachweisbar.

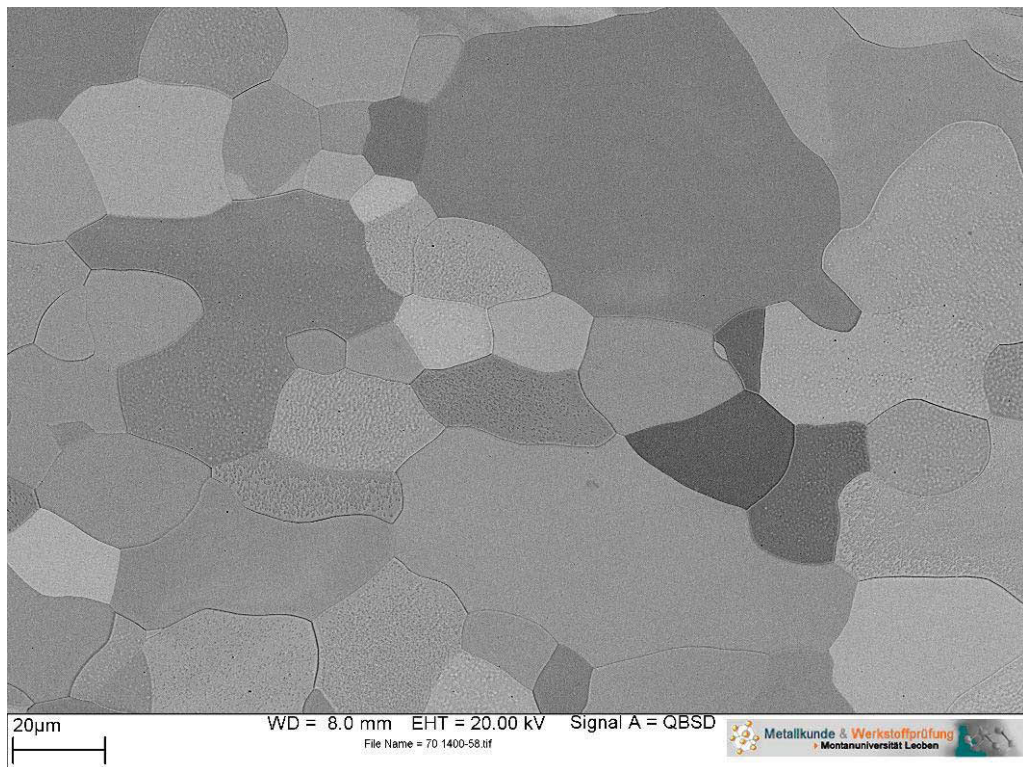


Abbildung 4.21: Probe mit 70% Stauchung und Glühung bei 1400°C/1h. Aufnahme vom Eckbereich der Probe, das Gefüge weist eine vollständig rekristallisierte Struktur auf.

Ursache für ein solches Verhalten kann das Vorhandensein von Körnern mit bestimmter Orientierung sein, die ein rekristallisationsträges Verhalten aufweisen. Beispielsweise kann es sein, dass Körner vor der Umformung schon so orientiert sind, dass während der Umformung nur wenige Gleitsysteme aktiviert werden, somit auch vergleichsweise wenige Versetzungen gebildet werden und dadurch die Triebkraft für die Rekristallisation eine sehr geringe ist. Zusätzlich sei noch zu erwähnen, dass zur Rekristallisation eine Mindestverformung notwendig ist. Wird ein Korn aufgrund seiner Orientierung nur wenig verformt, so kann es sein, dass dieses Korn nicht den kritischen Verformungsgrad zur Ausbildung von Rekristallisationskeimen erreicht.

Zur genaueren Untersuchung der Versetzungs- bzw. Orientierungsstruktur der lang gestreckten Körner wurden EBSD Untersuchungen (siehe Abbildung 4.22) durchgeführt.

Interessant ist hierbei die Beobachtung, dass die lang gestreckten Körner die Orientierung einer idealen Würfellage vorweisen. Krz Metalle solcher Orientierung weisen eine geringe Tendenz zur Rekristallisation auf und sind daher auch rekristallisationsträge [8]. Eine Verringerung der Versetzungsdichte erfolgt daher bevorzugt durch Erholung. Dafür sprechen auch, bei genauerer Betrachtung die

einzelnen Orientierungsunterschiede innerhalb des lang gestreckten Kornes.

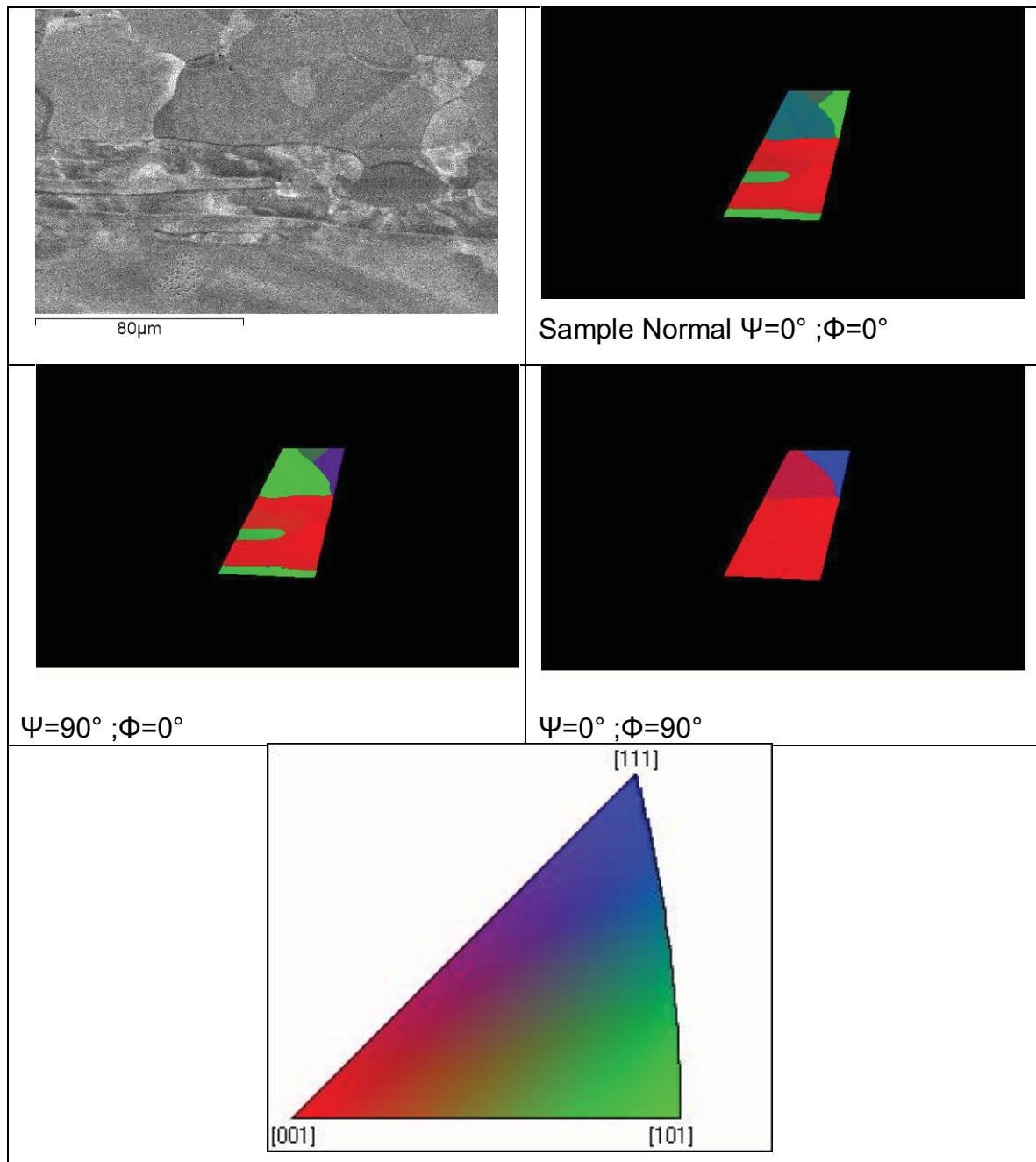


Abbildung 4.22: Probe mit 70% Stauchung und Glühung bei 1400°C/1h: EBSD Untersuchung einer Probe mit lang gestreckten Körnern. Untersucht wurde ein Ausschnitt mit rekristallisierten Körnern als auch mit lang gestreckten, erhaltenen Körnern.

Mikrohärtemessungen an den lang gestreckten bzw. rekristallisierten Körnern:

Gemessen wurde die Mikrohärte an einer Probe mit 70% Stauchung und anschließender Glühung bei 1400°C/1h. Geprüft wurde mit einer Prüflast von 10 Pond was in SI Einheiten 0,098 Newton entspricht. Mit kleineren Prüflasten konnte nicht geprüft werden, da dadurch der Messfehler zu groß geworden wäre.

In Abbildung 4.23 ist die Position der vorgenommenen Härteeindrücke ersichtlich. Es wurde jeweils 3 Härteeindrücke in einem lang gestreckten Korn und je 1 Härteeindruck in 4 rekristallisierten Körnern vorgenommen.

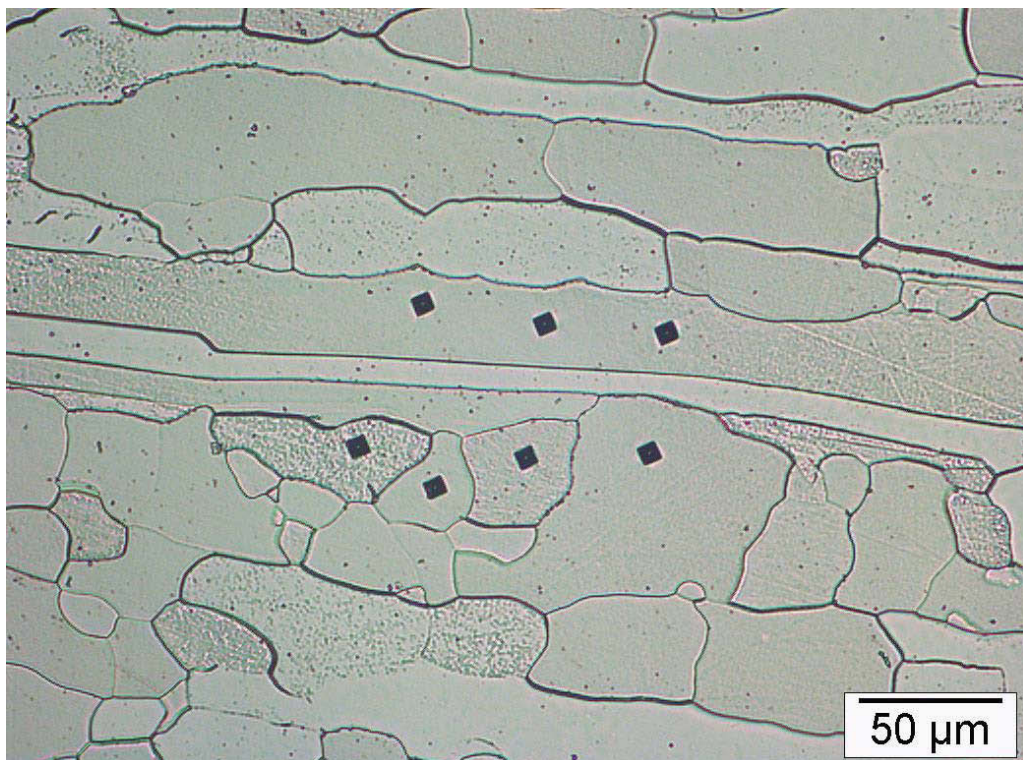


Abbildung 4.23: Lage der Härteeindrücke in Probe mit einer Stauchung von 70% und Glühung bei 1400°C/1h

Der ermittelte Härtewert für die rekristallisierten Körner betrug rund 230 HV und für das lang gestreckte Korn rund 254 HV. Obwohl der Wert für die Härte des rekristallisierten Kornes relativ zu Literaturwerten von 180 HV höher ist, kann durch die Kornform von einem rekristallisierten Korn ausgegangen werden. Die relativ hohe Härte lässt sich dadurch begründen, dass je kleiner die Prüfkraft wird, der Anteil der elastischen Verformung am Härteeindruck zunimmt. Somit ist der Härteeindruck kleiner und suggeriert einen höheren Härtewert.

Da die Härte des lang gestreckten Kornes höher ist, als die des rekristallisierten, kann man davon ausgehen, dass es sich hierbei um ein erholtetes und nicht um ein in-situ rekristallisiertes Korn handelt.

4.5 Untersuchung der Rekristallisationskinetik

Für die Untersuchung der Rekristallisationskinetik wurden Proben mit 50% bzw. 70% Stauchung herangezogen, die jeweils bei 900°C und 1000°C für verschieden lange Zeiträume geglüht wurden. Geglüht wurde jeweils für die Zeit von 10 min, 20 min, 1h, 2h, 4h, 8h und 16h. Grund für die Wahl der verwendeten Kombination von Temperatur, Zeit und Umformgrad waren Vergleiche mit Literaturwerten, die einen rekristallisierten Anteil von ca. 10% bei einstündiger Glühung und ein vollständiges Ablaufen der Rekristallisation nach 16h bei 900°C berichten [28].

Die gestauchten und geglühten Zylinderproben wurden wie die Proben zur Erstellung des Rekristallisationsschaubildes präpariert (siehe Kapitel 3.4). Zur Bestimmung des rekristallisierten Anteils wurden jeweils 3 Bilder im Zentrum der Probe mit einer 200-fachen Vergrößerung aufgenommen und mittels Flächenanalyse ausgewertet. Die Ergebnisse der Auswertungen können aus Abbildung 4.24 entnommen werden.

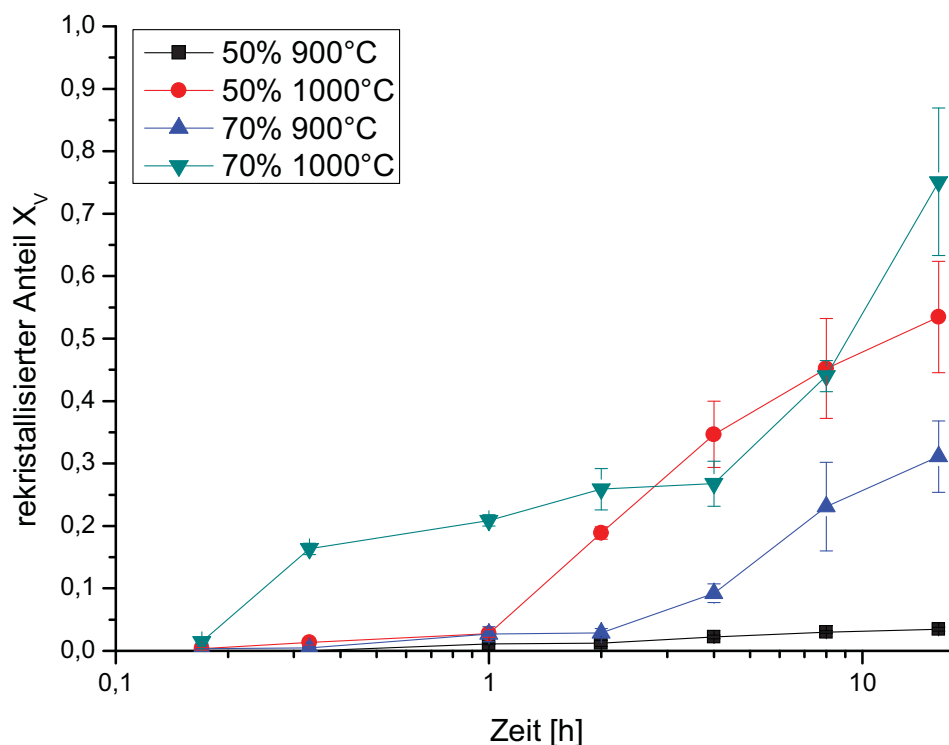


Abbildung 4.24: Rekristallisierte Anteil als Funktion der Zeit für 4 verschiedene Parameterkombinationen aus Stauchung und Glühtemperatur.

Leider war es mit den gewählten Glühparametern und den daraus gewonnenen Ergebnissen nicht möglich, ein vollständig rekristallisiertes Gefüge zu erhalten.

Daher konnte kein S-förmiger Verlauf einer typischen JMA-Kurve erhalten werden (Abbildung 4.24).

Im Allgemeinen ist ein rekristallisationsträges Verhalten beobachtet worden. Besonders bei Glühtemperaturen von 900°C ist der rekristallisierte Anteil im Gefüge sogar nach 16h sehr gering. Den höchsten Anteil an rekristallisiertem Gefüge erhält man naturgemäß nach 16h Glühung bei 1000°C bei Proben mit 70% Stauchung.

Laut Theorie [6] dürften sich die Kurven der 50% und 70% Proben die bei 1000°C geglüht wurden, nicht überschneiden. Jedoch ist der Fehlerbalken der Messpunkte, in dem Bereich der sich überschneidenden Kurven so groß, dass dieser Sachverhalt auch durch die starke Streuung der Messwerte begründet werden kann.

Anhand der gewonnenen Daten wurde ein Diagramm erstellt, in welchem $\ln(\ln(1/(1-X_v)))$ über $\ln(t)$ aufgetragen ist (Abbildung 4.25). Mittels linearer Regression wurde die Zeit bestimmt, bei der der rekristallisierte Anteil im Gefüge 50% beträgt sowie die so genannten Avrami-Koeffizienten.

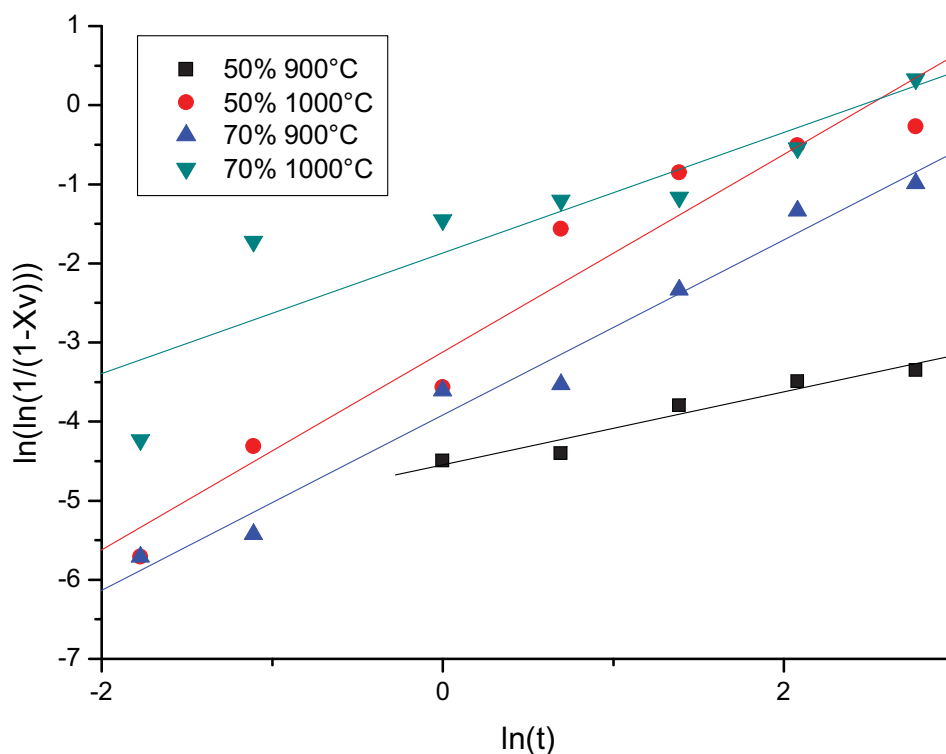


Abbildung 4.25 Auswertung der „JMA-Daten“

Die Größe des Avrami-Koeffizienten liegt zwischen 0,46 und 1,25 (Tabelle 4.6). Es ist kein Zusammenhang oder Trend zwischen der Glüh Temperatur bzw. dem Umformgrad hinsichtlich des Avrami-Koeffizienten ersichtlich. In der früheren Arbeit von Hünsche [28] wurde jedoch berichtet, dass bei steigenden Glühtemperaturen, die Koeffizienten größer werden.

Tabelle 4.6: Avrami Koeffizienten abgeleitet aus dem JMAK - Diagramm

Parameterkonfiguration	Avramikoeffizient m
50% 900°C	0,46
50% 1000°C	1,25
70% 900°C	1,11
70% 1000°C	0,76

Wenn die Zeit bis zum Erreichen von 50% rekristallisierten Anteil bekannt ist, kann über den Arrhenius-Ansatz die Aktivierungsenergie für die Rekristallisation errechnet werden. Da jedoch nur bei 2 verschiedenen Temperaturen gegläht wurde, kann auch die erforderliche Gerade zur Bestimmung der Aktivierungsenergie nur aus 2 Punkten ermittelt werden, was aus statistischen Gründen wenig aussagekräftig ist und daher nicht durchgeführt wurde.

4.5.1 Härtemessungen

Härtemessungen an Proben zur Bestimmung der Rekristallisationskinetik von Molybdän spiegeln die durch metallographische Hilfsmitteln gewonnen Erkenntnisse wieder (Abbildung 4.26).

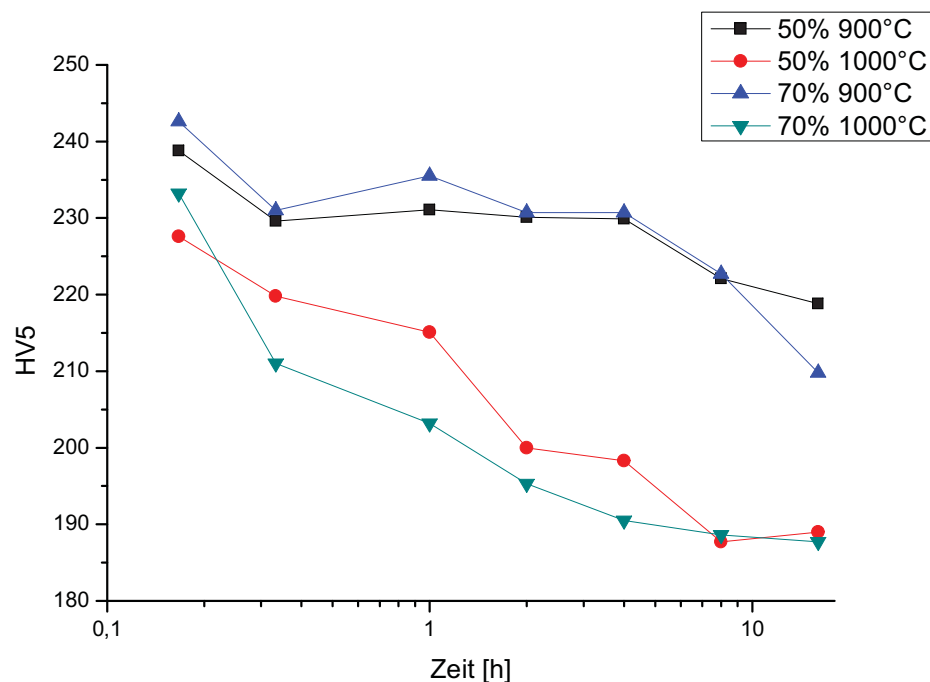


Abbildung 4.26: Härtemessung an den Proben zur Bestimmung der Rekristallisationskinetik

Proben, die bei 900°C für unterschiedliche Zeiten gegläht wurden, zeigen im Zeitraum von 20 min bis 4h nur einen geringen Härteabfall. Daraus kann man schließen, dass auch die Rekristallisation nur sehr langsam vonstatten gegangen ist. Im Gegensatz hierzu stehen die Proben, die bei 1000°C gegläht wurden. Hier ist ein kontinuierlicher Härteabfall zu erkennen.

Sinngemäß geht auch der Härteabfall der 70% gestauchten Proben schneller vor sich als bei den 50% gestauchten Proben, da mehr Verformungsenergie im Metall steckt und daher auch die Rekristallisation verhältnismäßig schnell ablaufen kann.

5 Zusammenfassung

Ziel dieser Diplomarbeit war es, ein Rekristallisationsdiagramm von Molybdän, welches den aktuellen Anforderungen bezüglich Reinheit und Herstellprozessen entspricht, zu erstellen. Zusätzlich sollte auch die Rekristallisationskinetik untersucht werden. Um genaue Aussagen über das Rekristallisationsverhalten zu treffen, wurden dem Stand der Technik entsprechende Charakterisierungsmethoden, wie beispielsweise ECCI und EBSD, implementiert. Diese Techniken ermöglichen eine genaue Unterscheidung der rekristallisierten Körner von der verformten Matrix. Von grundlegender Bedeutung ist auch eine lückenlose Dokumentation der Vorgeschichte des verwendeten Probenmaterials.

Grund für die Aufgabenstellung ist die Tatsache, dass vorhandene Rekristallisationsdiagramme von Molybdän, aufgrund immer niedriger werdender Rekristallisationsschwellen, ihre Gültigkeit für die Praxis verloren haben. Das aktuellste Rekristallisationsdiagramm wurde von Pink [1] im Jahre 1963 erarbeitet (Abbildung 5.1b).

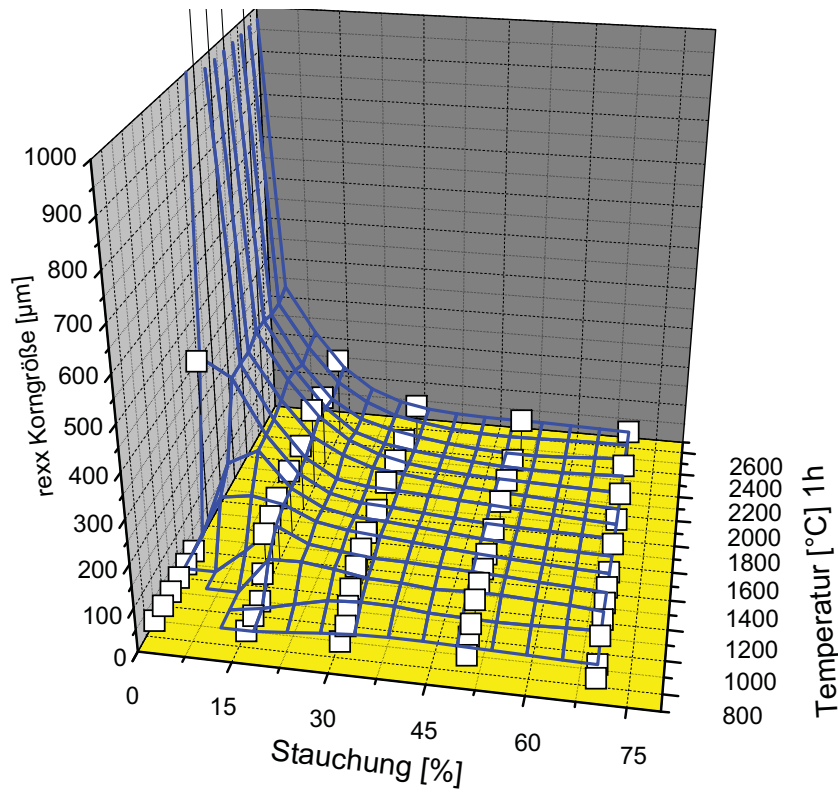
Betrachtet man das Rekristallisationsdiagramm aus dieser Diplomarbeit (Abbildung 5.1a), so fällt der steile Anstieg der rekristallisierten Korngröße bei Körnern mit 0% Umformung und relativ niedrigen Temperaturen auf. Theoretisch dürfte bei einem Umformgrad von 0% keine Rekristallisation stattfinden, jedoch ist dies darauf zurückzuführen, dass das Material schon eine Vorverformung erfahren hat, die durch eine vorhergehende Glühbehandlungen nicht vollständig beseitigt werden konnte. Bei höheren Glühtemperaturen ist das starke Kornwachstum eine Folge von normalem Kornwachstum.

Stellt man nun die beiden Rekristallisationsdiagramme gegenüber, so fällt auf, dass im aktuellen Diagramm kein Bereich sekundärer Rekristallisation im Bereich hoher Umformgrade und Temperaturen vorliegt. Vergleicht man im Weiteren beide Schaubilder, so kann man erkennen, dass sich im Wesentlichen die Punkte bezüglich des Eintretens der Rekristallisation decken. Jedoch ist gemäß dem neuen Diagramm ein vollständig rekristallisiertes Gefüge erst viel später zu erreichen, als dies beim Rekristallisationsdiagramm von Pink der Fall ist. Zusätzlich wurde bei den früheren Arbeiten auch nur für eine halbe Stunde pro Temperatur geglüht, was im Gegensatz zu der schneller zu erreichenden vollständigen Rekristallisation steht. Hierbei sei aber erwähnt, dass die Proben, die dem Rekristallisationsdiagramm von Pink zugrunde liegen, durch Zugbeanspruchung verformt wurden und daher nach Untersuchungen von Barto et al. [18] eine schnellere Rekristallisationskinetik aufweisen sollten als Proben, die unter Druckbeanspruchung verformt wurden.

Die Untersuchungen zur Rekristallisationskinetik lassen den Schluss zu, dass das

Material ausgesprochen rekristallisationsträge ist. Ein Grund dafür könnte die einseitige Umformung über 2-fache Druckbeanspruchungen sein. Da der erste Umformschritt, das Warmwalzen des Bleches, und das nachfolgende Stauchen der Zylinderproben, beides Verformungen unter Druck darstellen, besteht die Möglichkeit, dass dadurch eine rekristallisationsträge Textur eingestellt wurde.

a)



b)

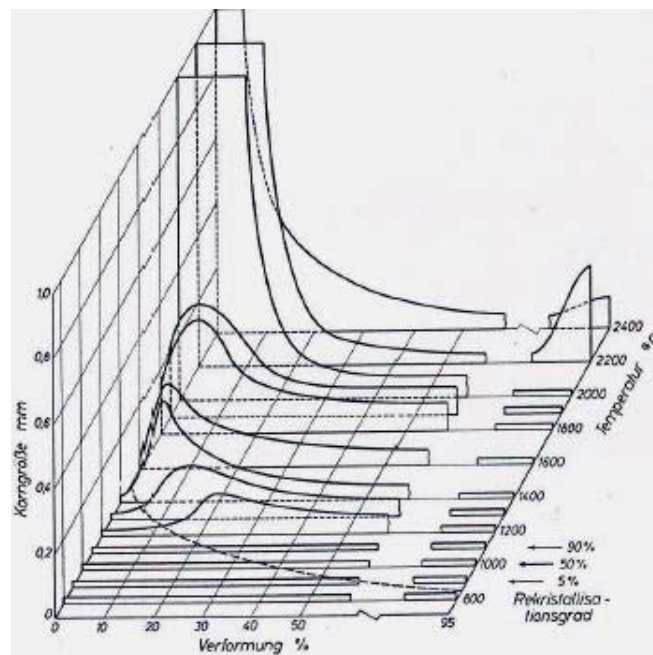


Abbildung 5.1 Rekristallisationsdiagramme von Molybdän a) diese Diplomarbeit; b) Diagramm erstellt von Pink [1]

Literaturverzeichnis

1. E. Pink: "Rekristallisationsdiagramme von gesintertem Molybdän und Wolfram", Planseeberichte für Pulvermetallurgie – Band 13 (1965) p. 100 – 103
2. Planseebroschüre, Plansee Metall GmbH, 2004
3. Bargel, Schulze: „Werkstoffkunde“, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2005
4. G. Gottstein: „Rekristallisation metallischer Werkstoffe“, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde E.V., 1984
5. G. Gottstein: „Physikalische Grundlagen der Materialkunde“, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2001
6. W. A. Johnson, R. F. Mehl, *Reaction Kinetics in processes of nucleation and growth*, Transactions of American Institute of Mining and Metallurgical Engineers (Trans. Am. Inst. Min. Metall. Eng.), 135, 1939, S.416-458
7. R. Eck: „Zusammenhang zwischen Rekristallisation, Kornwachstum und Kriechfestigkeit von Molybdän bei hohen Temperaturen“, Metall – 30. Jahrgang (1976) Heft 2, p. 122 – 125
8. D. Raabe: „Texturen kubisch raumzentrierter Metalle“, Dissertation, RWTH Aachen, 1992
9. W. Burgers, T. Tiedema: Acta Met. New York 1 (1953) S.234-238
10. C.S. Barrett: Structure of Met. (1953) 2nd Ed.
11. P. Beck, H.Hu: ASM Seminar on Recrystallisation, Grain Growth and Texture, Met. Park, Ohio, (1966) 393 – 433
12. U.F. Kocks, C.N. Tomé, H.R. Wenk, Texture and Anisotropy, Cambridge University Press, 1998

-
13. Joachim Riedle, "Bruchwiderstand in Wolfram Einkristallen: Einfluss der kristallographischen Orientierung, der Temperatur und der Lastrate" , VDI Fortschrittsberichte Reihe 18: Mechanik Bruchmechanik Nr. 184;
 14. Christian Stickler "Mikroplastizität und zyklisches Spannungs- Dehnungsverhalten von Ta und Mo bei Temperaturen unter $0.2 \cdot T_m$ " Dissertation, Universität Wien 1998
 15. Ch. Jedlicka: „Werkstoffuntersuchungen zum Warmwalzen von Wolfram und Wolframlegierungen“, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2005
 16. E. Parteder, R. Bünten: "Determination of flow curves by means of a compression test under sticking friction conditions using an iterative finite-element procedure", Journal of Materials Processing Technology 74 (1998), p. 227 – 233
 17. C. Wassermann, J. Grewen: „Texturen metallischer Werkstoffe“ Springer-Verlag, Berlin/Götting/Heidelberg, 1962, p. 3
 18. R. L. Barto, L. J. Ebert: „Deformation Stress State Effects on the Recrystallization Kinetics of Molybdenum, Metallurgical Transactions - Volume 2 (June 1971) p. 1643
 19. Bedienungsanleitung BÄHR Thermoanalyse GmbH "Datenaufnahme WinTa6.2 für DIL805"
 20. R. Schnitzer: „Charakterisierung einer hoch niobhaltigen intermetallischen Titanaluminid-Legierung“, Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 2006
 21. G. L. Wynick, C.J. Boehlert: „Use of electropolishing for enhanced metallic specimen preparation for electron backscatter diffraction analysis“, Materials Characterization 55 (2005), p. 190-202
 22. D. Katrakova et. al.: "Probenpräparation für EBSD" Praktische Metallographie Volume 38 (2001) 10, p 562
 23. C. Stickler, D. Melisova. B. Mingler, B. Weiss, R. Stickler: "Fortschritte in der Gefügeuntersuchung mit Hilfe des REM-ECC-Abbildungsverfahrens“, Praktische Metallographie - Sonderband 30 (1999) p. 279 - 286

- 24.Ch. Stickler: Gefügeuntersuchungen mittels "Electron-Channeling-Contrast" im Rasterelektronenmikroskop, BHM, 144. Jg. (1999), Heft 3, 109-116
- 25.Ch. Stickler: REM-ECC Abbildungsverfahren und SAC-Diagramme – Verfahren zur zerstörungsfreien Gefügecharakterisierung und Ermittlung der globalen Versetzungsanordnung, Prakt. Metallogr. 38 (2001) 10, 566-590
- 26.N.J. Wittridge, R.D. Knutsen: Recovery and Recrystallization Characterization in Ferritic Stainless Steel by Using Electron Channeling Contrast, Materials Characterization 37:31-37 (1996)
- 27.Oxford Instruments Analytical technical briefing „Electron Back-Scattered Diffraction“.
- 28.I. Hünsche: „Gefüge- und Texturuntersuchungen an Mo-Halbzeugen“, Diplomarbeit, Technische Universität Dresden, 2003

6 Anhang

6.1 Umformgrad 0%

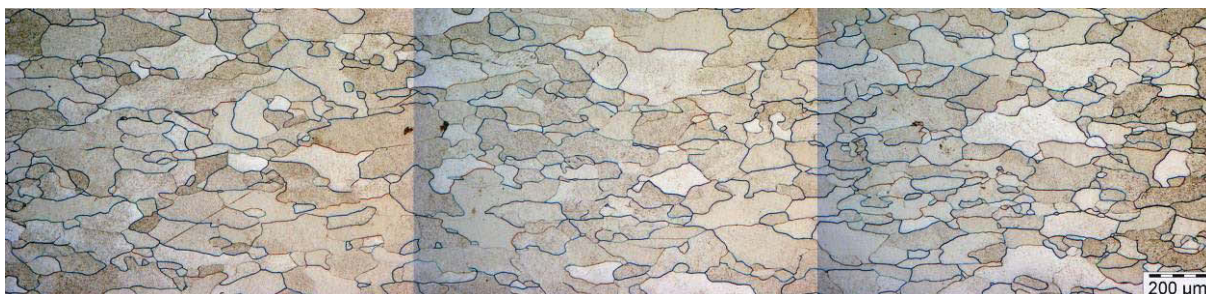


Abbildung 6.1: 0%; 1400°C/1h



Abbildung 6.2: 0%; 1500°C/1h



Abbildung 6.3: 0%; 1600°C/1h

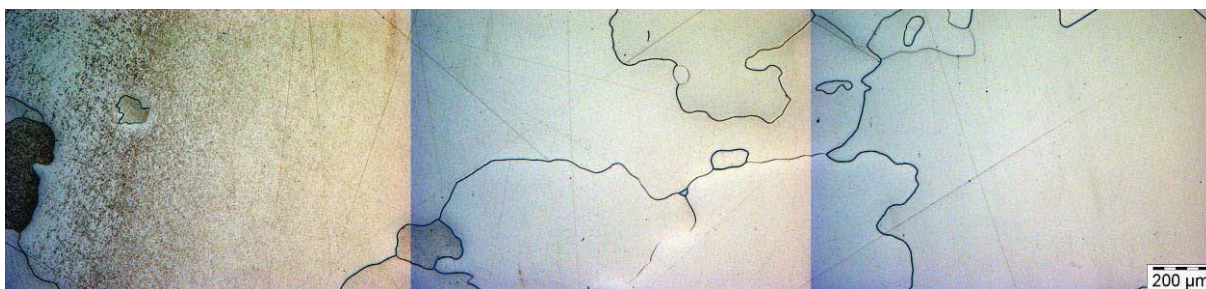


Abbildung 6.4: 0%; 1800°C/1h

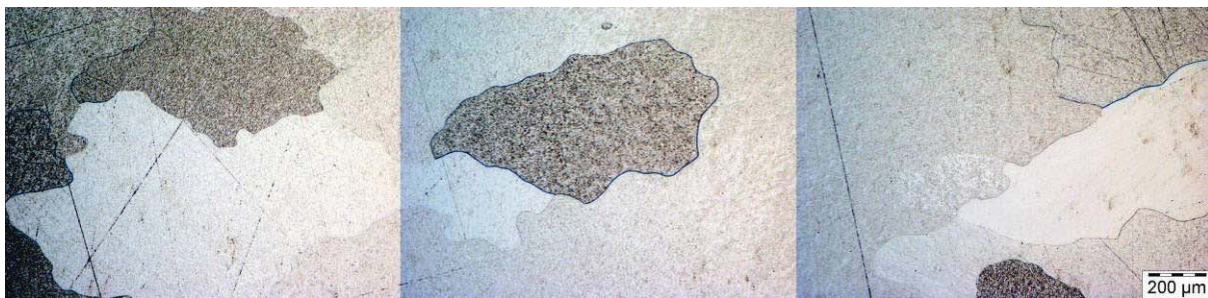


Abbildung 6.5: 0%; 2000°C/1h



Abbildung 6.6: 0%; 2200°C/1h

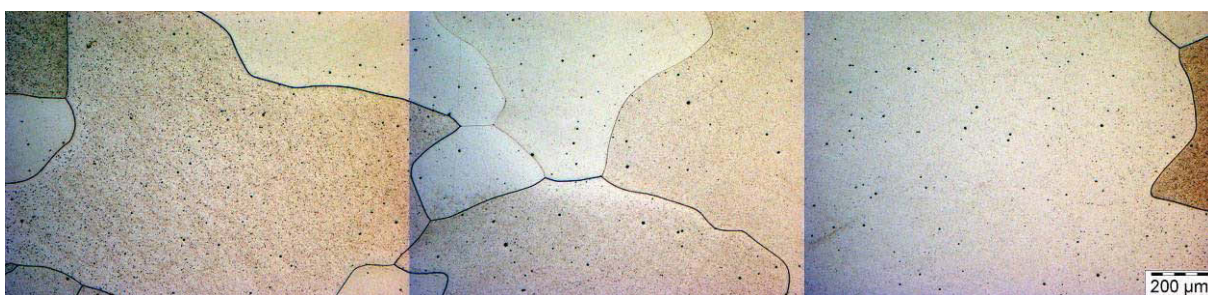


Abbildung 6.7: 0%; 2500°C/1h

6.2 Umformgrad 15%

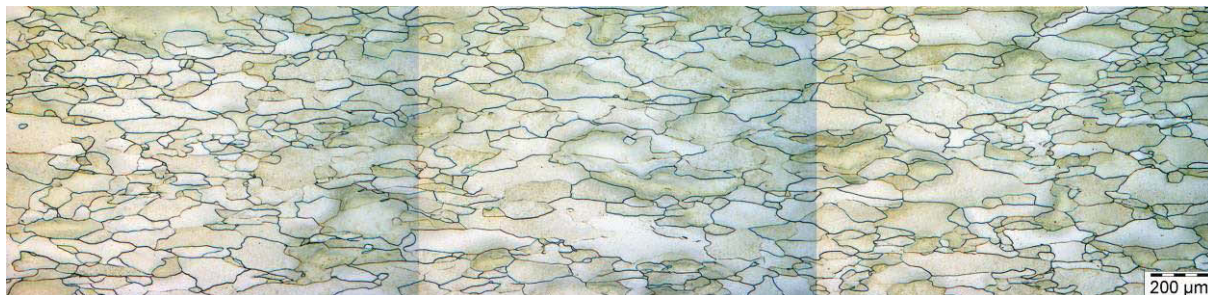


Abbildung 6.8: 15%; ungeglüht

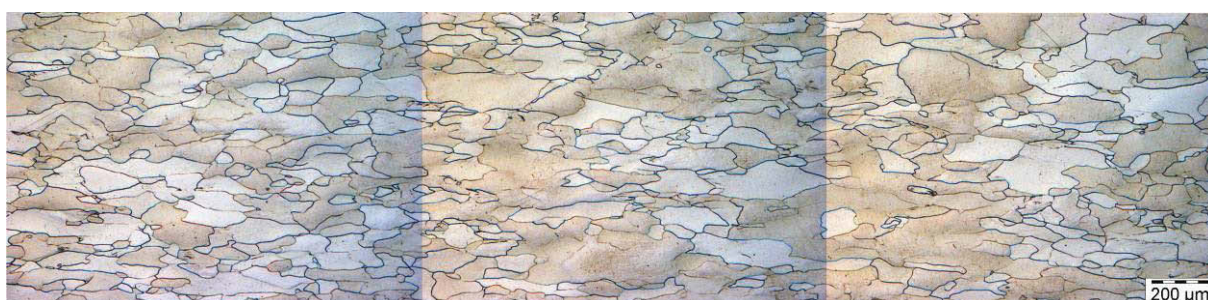


Abbildung 6.9: 15%; 900°C/1h



Abbildung 6.10: 15%; 1000°C/1h

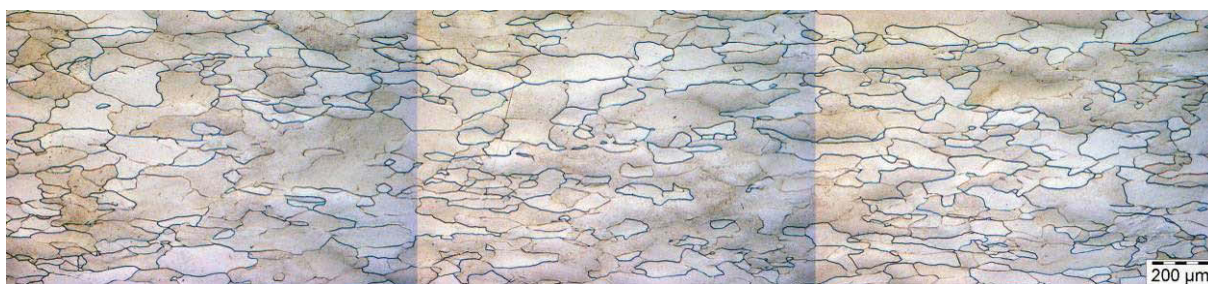


Abbildung 6.11: 15%; 1100°C/1h



Abbildung 6.12: 15%; 1150°/1h

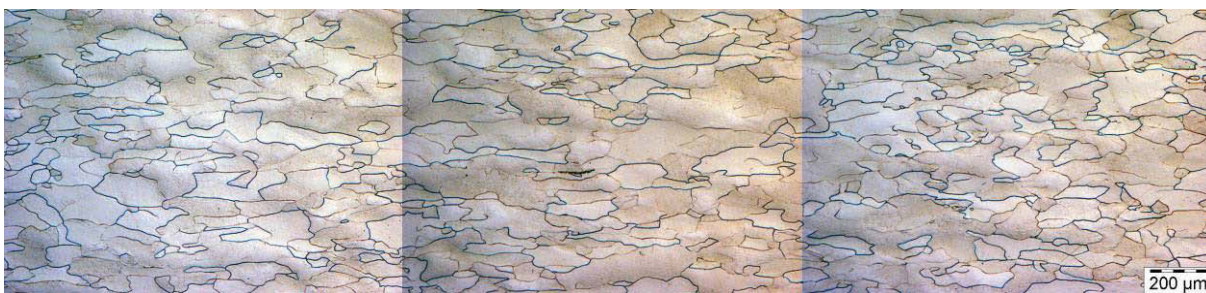


Abbildung 6.13: 15%; 1200°/1h

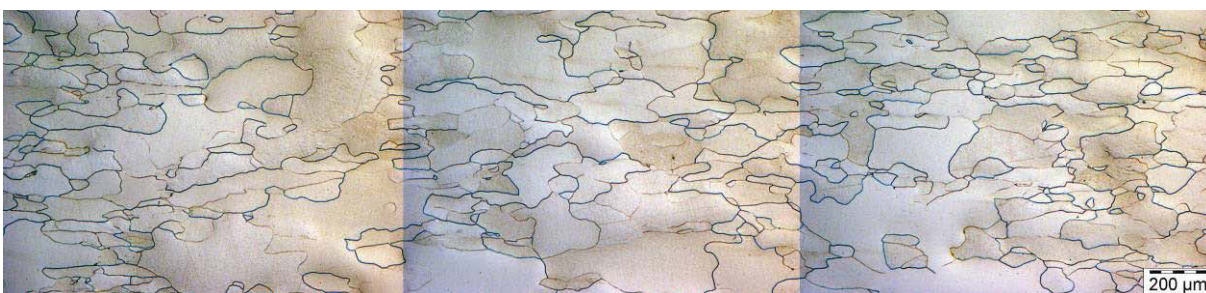


Abbildung 6.14: 15%; 1300°/1h



Abbildung 6.15: 15%; 1400°/1h



Abbildung 6.16: 15%; 1600°C/1h

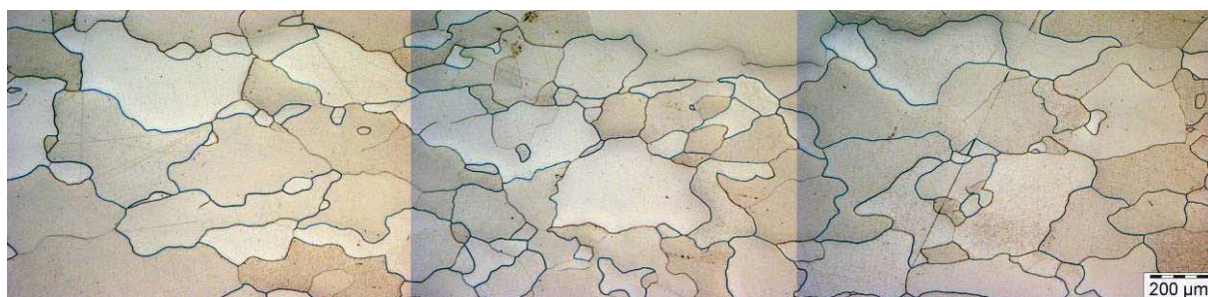


Abbildung 6.17: 15%; 1800°C/1h



Abbildung 6.18: 15%; 2000°C/1h

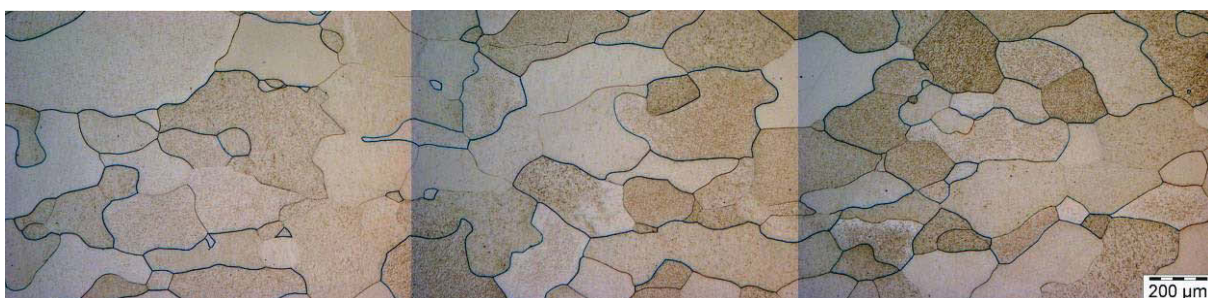


Abbildung 6.19: 15%; 2200°C/1h

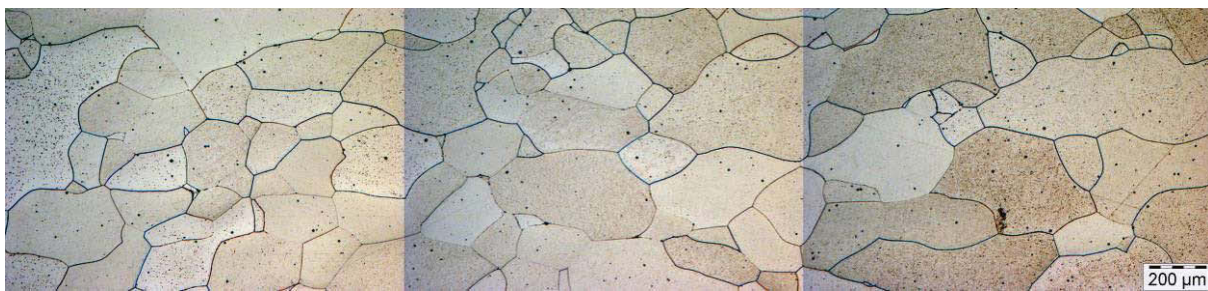


Abbildung 6.20: 15%; 2500°C/1h

6.3 Umformgrad 30%



Abbildung 6.21: 30%; ungeglüht

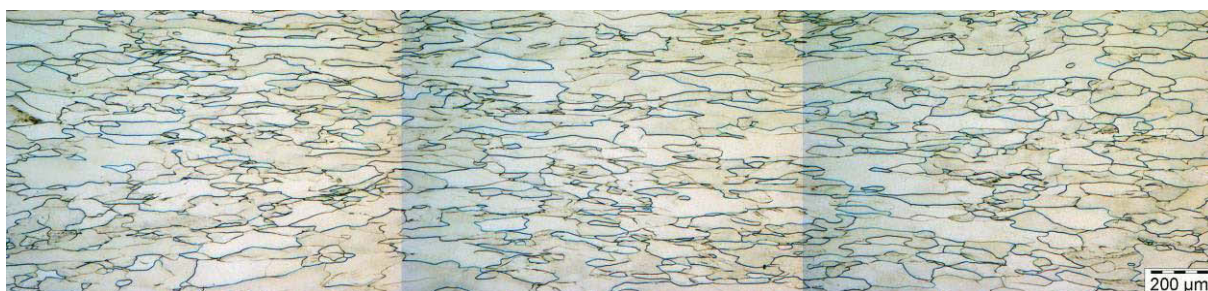


Abbildung 6.22: 30%; 900°C/1h

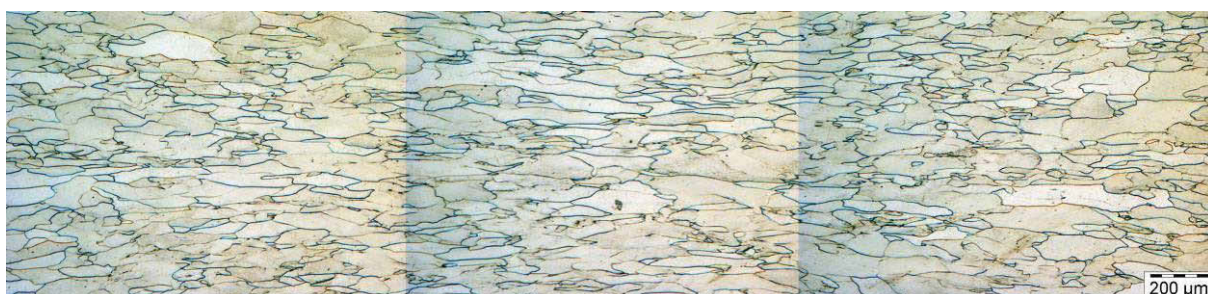


Abbildung 6.23: 30%; 1000°C/1h



Abbildung 6.24: 30%; 1050°C/1h



Abbildung 6.25: 30%; 1100°C/1h



Abbildung 6.26: 30%; 1200°C/1h



Abbildung 6.27: 30%; 1300°C/1h



Abbildung 6.28: 30%; 1400°C/1h



Abbildung 6.29: 30%; 1600°C/1h

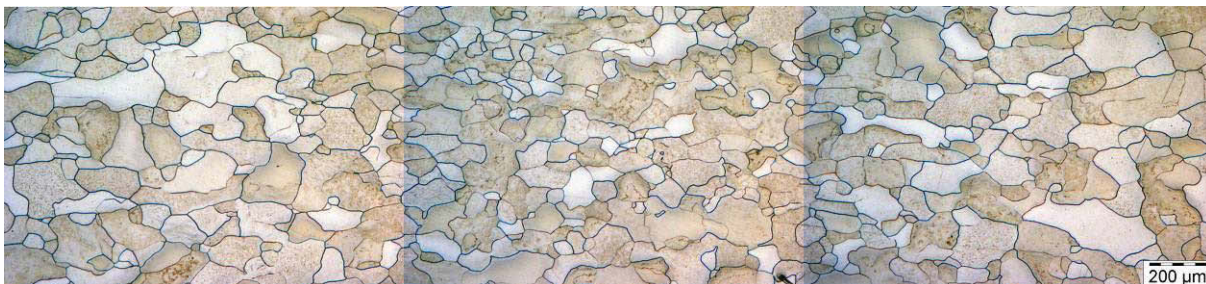


Abbildung 6.30: 30%; 1800°C/1h

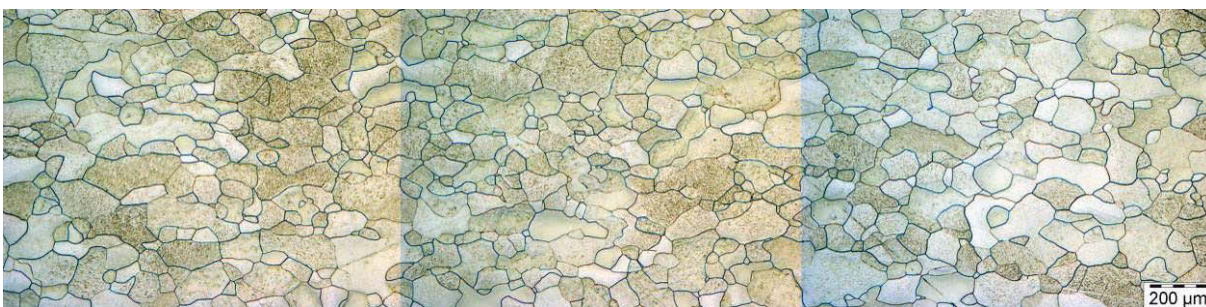


Abbildung 6.31: 30%; 2000°C/1h

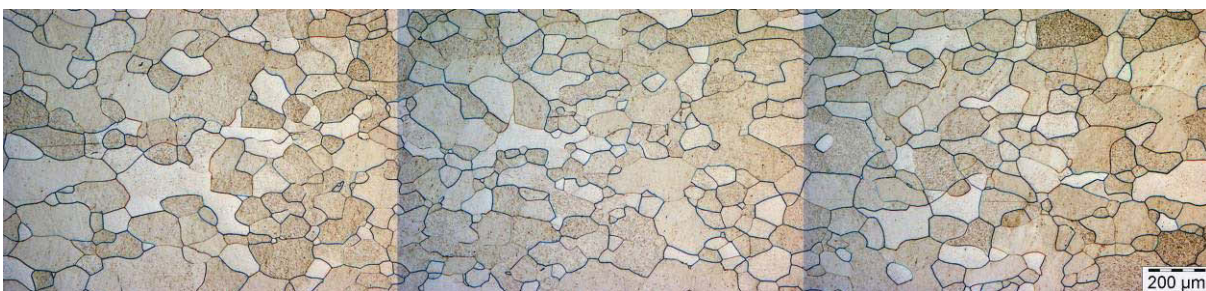


Abbildung 6.32: 30%; 2200°C/1h

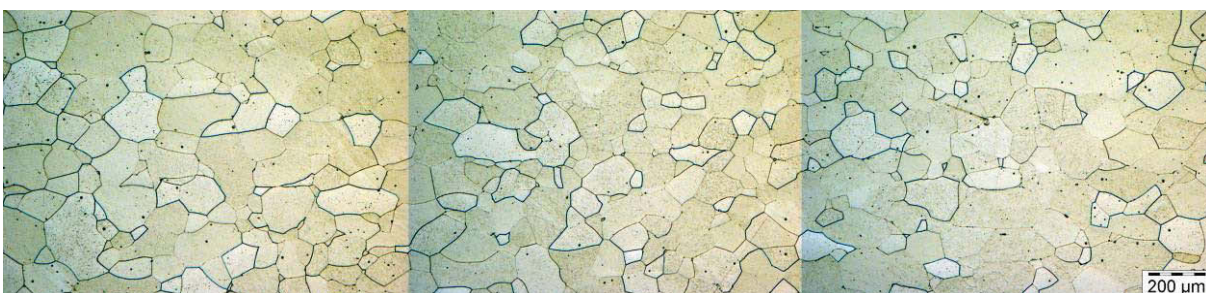


Abbildung 6.33: 30%; 2500°C/1h

6.4 Umformgrad 50%



Abbildung 6.34: 50%; ungeglüht

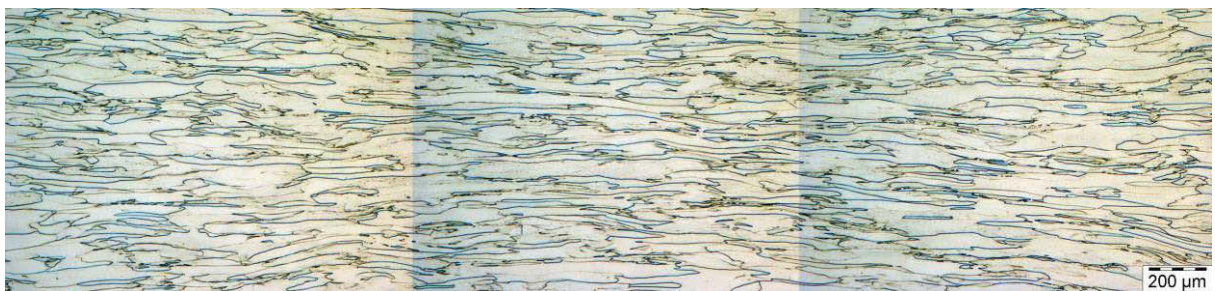


Abbildung 6.35: 50%; 900°C/1h



Abbildung 6.36: 50%; 950°C/1h

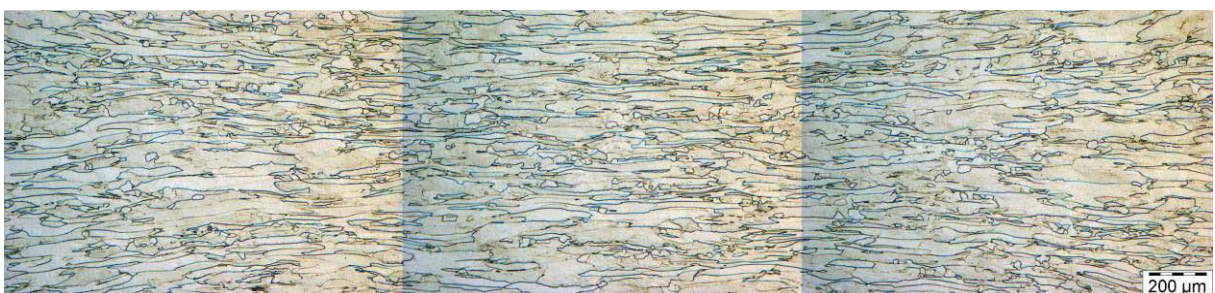


Abbildung 6.37: 50%; 1000°C/1h

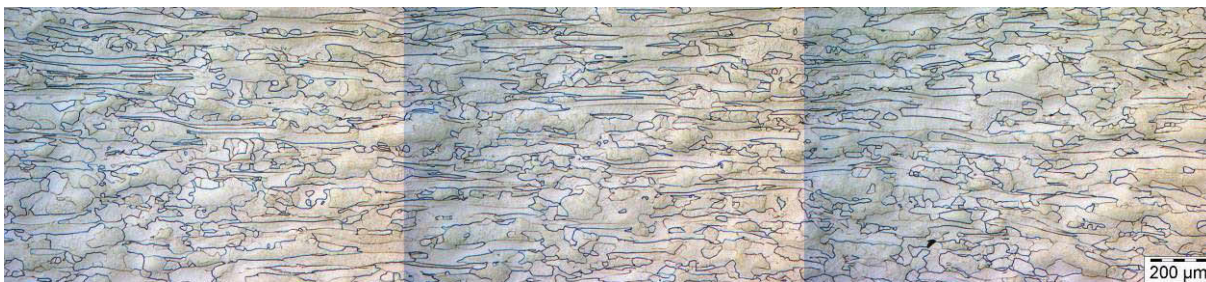


Abbildung 6.38: 50%; 1100°C/1h

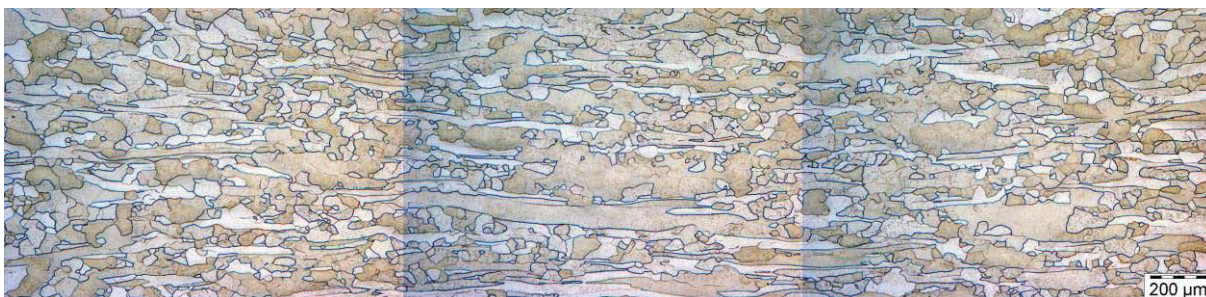


Abbildung 6.39: 50%; 1200°C/1h

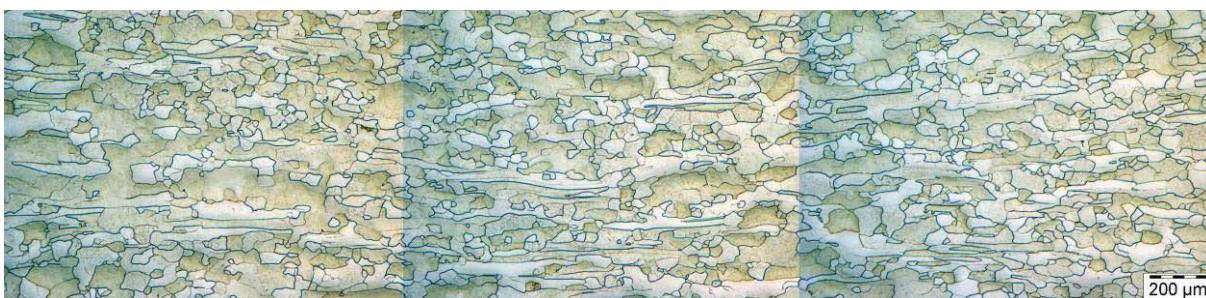


Abbildung 6.40: 50%; 1300°C/1h

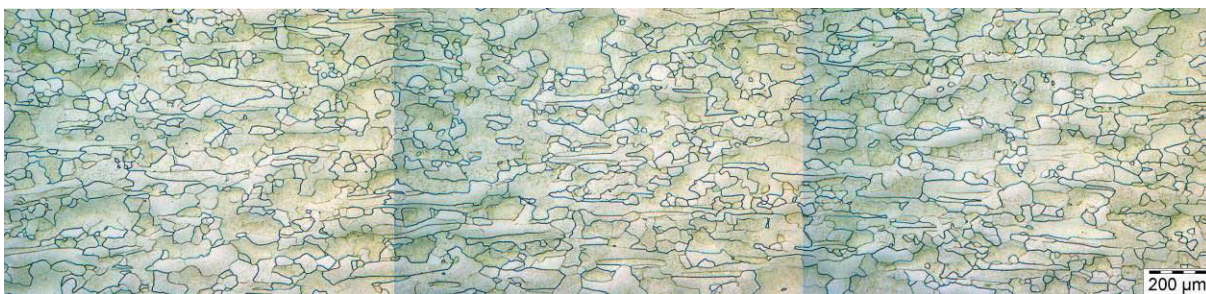


Abbildung 6.41: 50%; 1400°C/1h

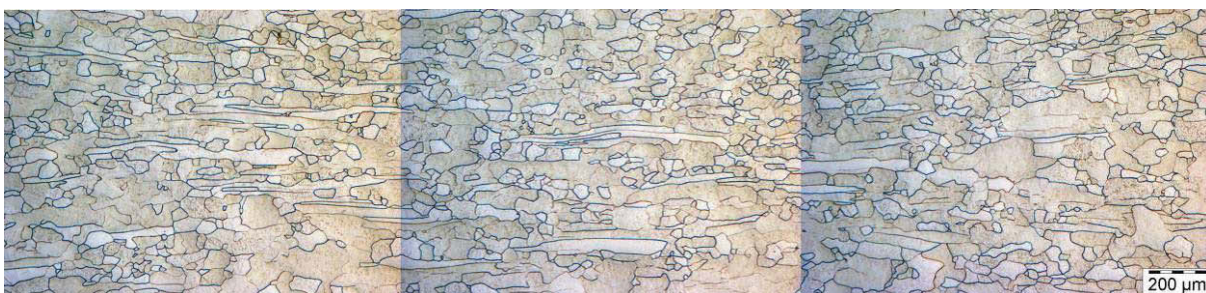


Abbildung 6.42: 50%; 1600°C/1h

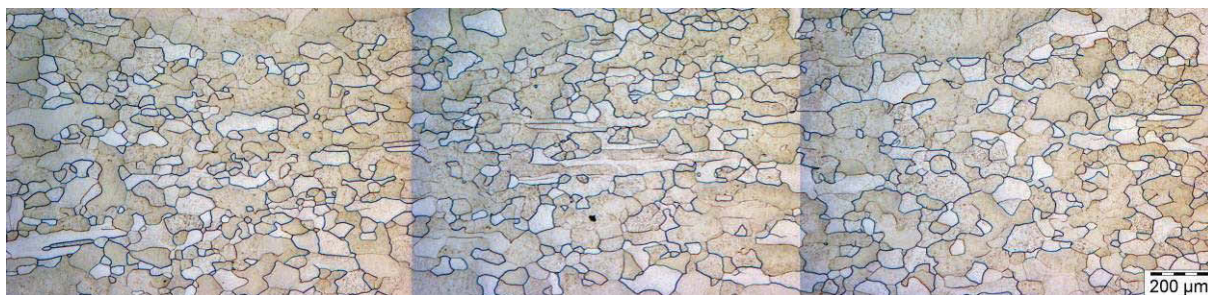


Abbildung 6.43: 50%; 1800°C/1h

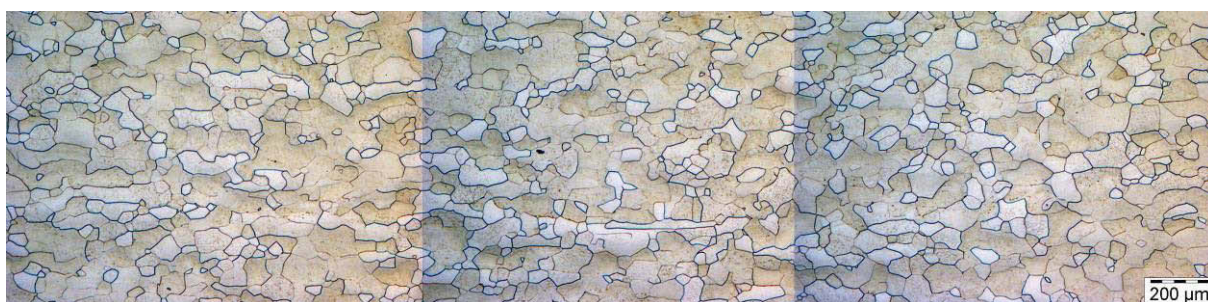


Abbildung 6.44: 50%; 2000°C/1h

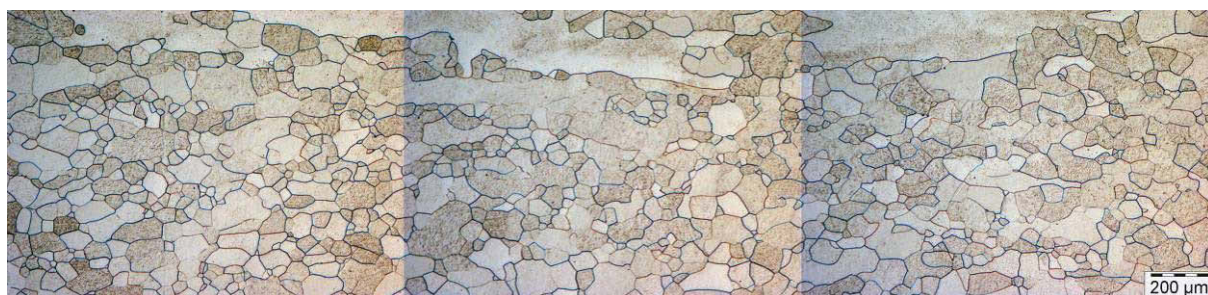


Abbildung 6.45: 50%; 2200°C/1h



Abbildung 6.46: 50%; 2500°C/1h

6.5 Umformgrad 70%



Abbildung 6.47: 70%; ungeglüht



Abbildung 6.48: 70%; 800°C/1h



Abbildung 6.49: 70%; 850°C/1h



Abbildung 6.50: 70%; 900°C/1h

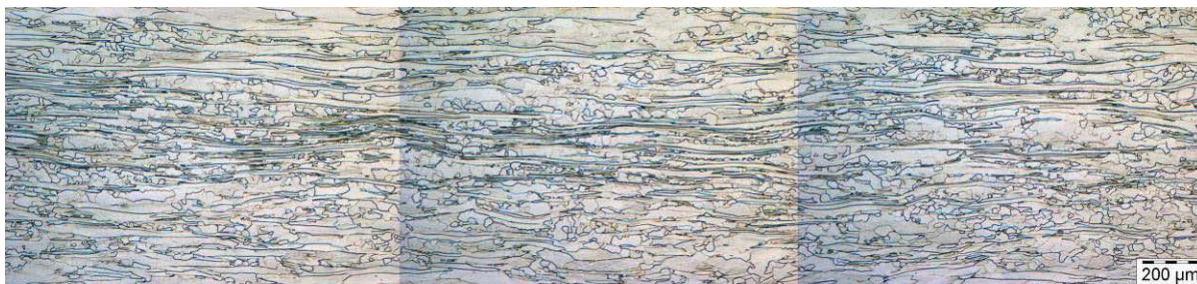


Abbildung 6.51: 70%; 1000°C/1h

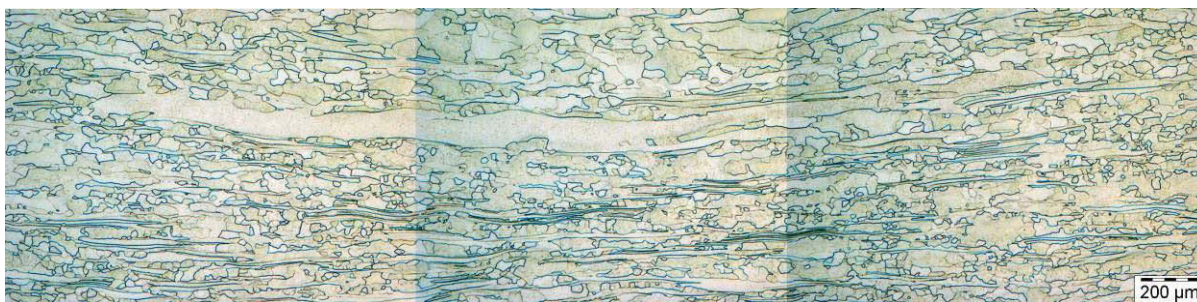


Abbildung 6.52: 70%; 1100°C/1h

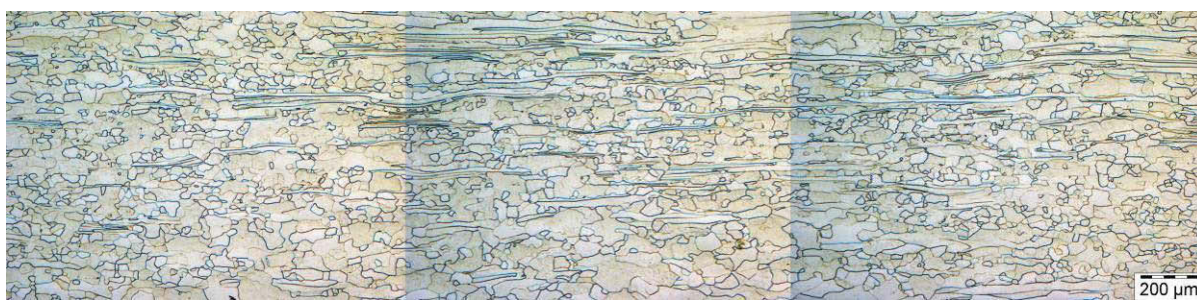


Abbildung 6.53: 70%; 1200°C/1h

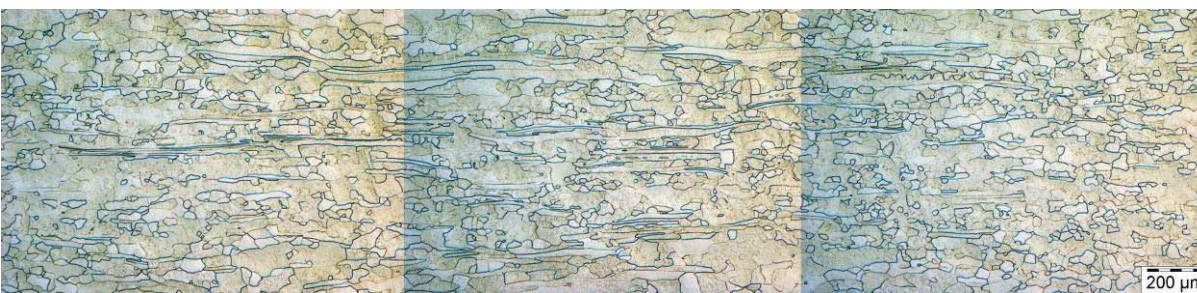


Abbildung 6.54: 70%; 1300°C/1h

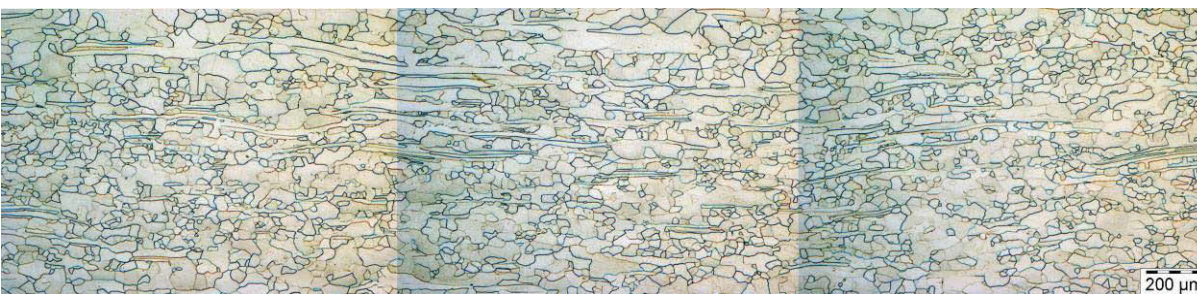


Abbildung 6.55: 70%; 1400°C/1h

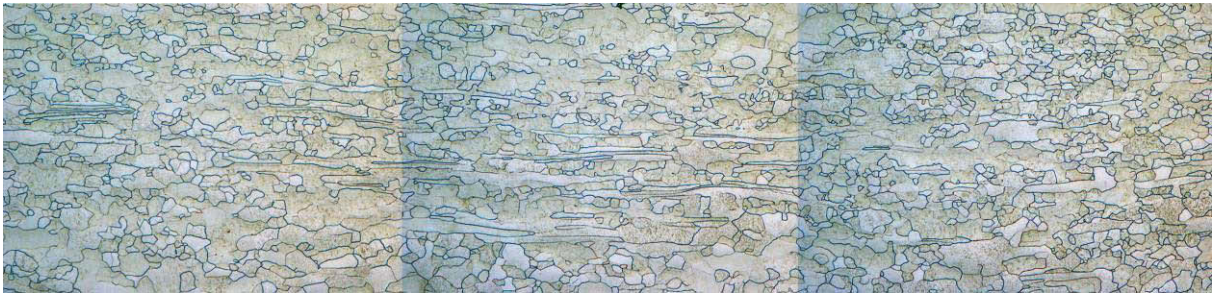


Abbildung 6.56: 70%; 1600°C/1h

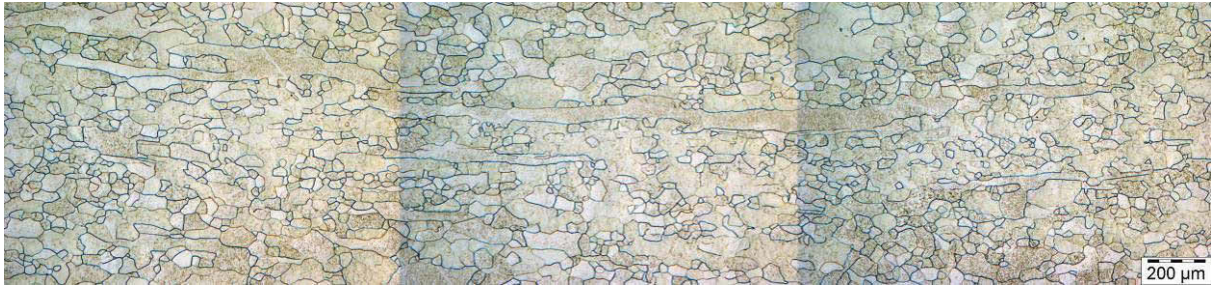


Abbildung 6.57: 70%; 1800°C/1h

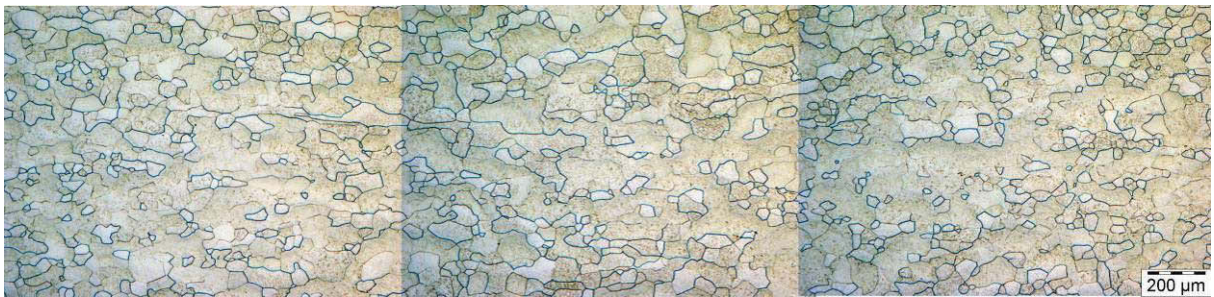


Abbildung 6.58: 70%; 2000°C/1h

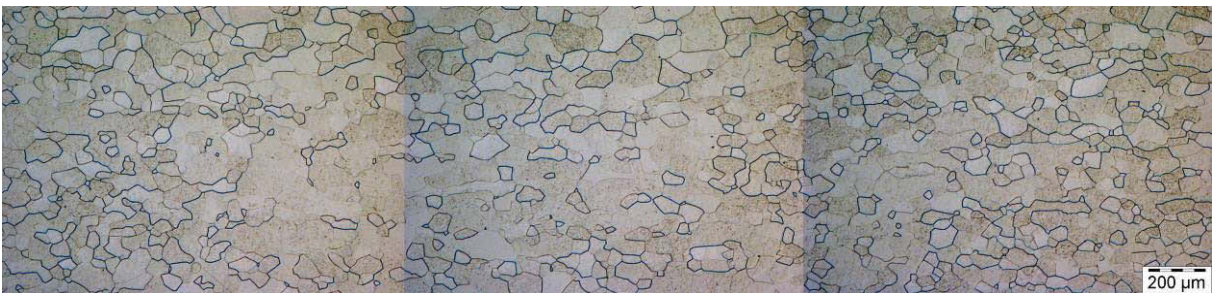


Abbildung 6.59: 70%; 2200°C/1h

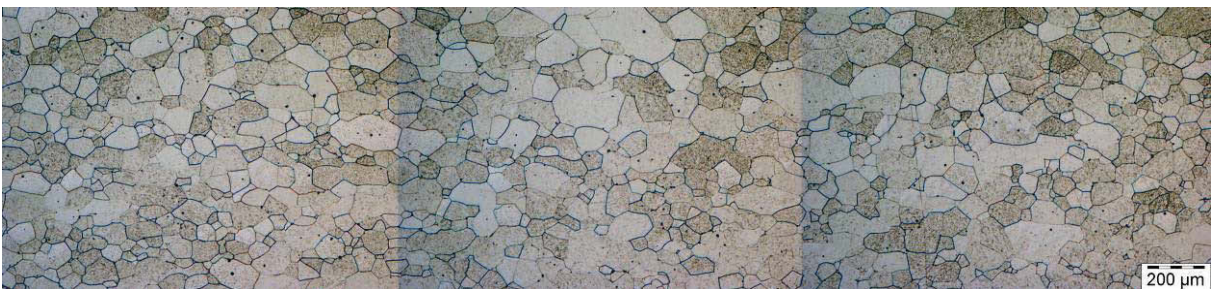


Abbildung 6.60: 70%; 2500°C/1h