

Versuchsanleitung für Studenten

Praktikumsversuch zur martensitischen Umwandlung und ihrer Anwendungen Stahlhärtung und Formgedächtniseffekt

*"Lehrbücher sollen anlockend sein;
das werden sie nur, wenn sie die heiterste,
zugänglichste Seite des Wissens
und der Wissenschaft hinbieten."*

J.W. v. Goethe
Maximen und Reflexionen, Nachlaß.
Über Natur und Naturwissenschaft.

Aus dem Inhalt:

Kapitel 1: Allgemeine metallkundliche Grundlagen

Kapitel 2: Martensitische Umwandlung

Kapitel 3: Eisen-Kohlenstoff (Stahl)

Kapitel 4: Formgedächtniseffekt

Kapitel 5: Aufbau und Beschreibung des NiTi-Zugversuches

Kapitel 6: Aufbau und Beschreibung des Stahlversuches

Kapitel 7: Aufgabenstellung und Literaturverzeichnis

Einleitung

Forschungslabor der US-Navy, 20. April 1962:

Ein Forscher-Team hatte den Auftrag bekommen, das im Schiffsbau eingesetzte Metall Titan weiterzuentwickeln und vor allem etwas elastischer zu machen. Auf der Suche nach einem geeigneten Legierungszusatz verwendeten die Forscher Nickel. Als Gästen bei einem Empfang stolz eine Probe präsentiert wurde, trat ein Mann mit einer dicken Zigarre in die Nähe des Metallstreifens - der daraufhin wie ein Gummiband zusammenschnappte. Eine Karriere als Schiffswand blieb der Nickel-Titan-Legierung aus naheliegenden Gründen versagt.¹

Allerdings war mit dem Nitinol (Nickel-Titan-Naval-Ordonance-Laboratory) ein Werkstoff mit einer neuen Eigenschaft gefunden worden, dem Formgedächtnis (shape memory).

Heute weiß man, daß der Formgedächtniseffekt auf der martensitischen Umwandlung basiert. Diese wird von den Menschen seit mehr als 3000 Jahren für die Härtung des Stahls ausgenützt. Ihre erste literarische Erwähnung fand sie bei Homer in dem unerfreulichen Zusammenhang der Blendung des Polyphem durch Odysseus: "Und wie ein Mann, [...] eine große Axt oder ein Schlichtbeil in kaltes Wasser eintaucht, um es, das gewaltig zischende, zu härten - das ist dann wieder die Stärke des Eisens - so zischte sein Auge rings um den Olivenpfahl."²

Der martensitischen Umwandlung ist an der Uni Augsburg ein Praktikumsversuch gewidmet. Diese Versuchsanleitung umfaßt sieben Kapitel. Die ersten vier behandeln theoretische Grundlagen. Kapitel 5 und 6 beschreiben den Versuchsaufbau und die Durchführung, Kapitel 7 faßt die Aufgabenstellung zusammen. Die Kapitel werden durch Lernziele eingeleitet und mit Kontrollfragen geschlossen. Die Beantwortung dieser Fragen ist als Vorbereitung für den Versuchstag gedacht.

Kapitel 1:

Allgemeine metallkundliche Grundlagen

Inhalte des ersten Kapitels sind allgemeine metallkundliche Grundlagen, die dem Praktikanten eigentlich geläufig sein sollten. Gleichwohl werden einige - für das Verständnis der martensitischen Umwandlung wichtigen - physikalische Grundlagen angesprochen. Die Lernziele müßten in diesem Fall eher "Wiederholungsziele" heißen.

Lernziele:

¹ [20 GOE] S. 46 ff.

² [04 HOR] S. 7



- Kenntnis der Bedingungen für ein thermodynamisches Gleichgewicht zweier Phasen.
- Grundkenntnisse über Konzentrations - Freie Energie - Diagrammen bei binären Systemen.
- Ableitung des Zustandsdiagramms aus den Freie Energie - Kurven.
- Kenntnis einiger Grundtypen von binären Zustandsdiagrammen.
- Kenntnis des Strukturaufbaus von fcc-, bcc- und hcp-Gittern.
- Kenntnis von Gitterfehlern, insbesondere von

Zwillingsgrenzen und Versetzungen.

1.1 Aggregatzustände, Phasenübergänge und Thermodynamik

Schon aus der Schule ist bekannt, daß Stoffe in verschiedenen Aggregatzuständen existieren können: als Gas, Flüssigkeit oder Festkörper. Im Verlauf des Physik-Studiums lernt man, daß es auch innerhalb des Festkörpers noch einmal verschiedene Zustände geben kann, die sich in ihrer atomaren Struktur und in ihren physikalischen Eigenschaften deutlich unterscheiden können. Dabei stellt sich die Frage, wann ein Zustand stabil ist oder wann ein System den Zustand wechselt.

Nach den Regeln der Thermodynamik³ gilt für ein System (z.B. eine Legierung), daß für

$$(1.1) \quad T \text{ und } V \text{ konstant: } F(T, V, N_i) = U - TS \text{ und für}$$

$$(1.2) \quad T \text{ und } p \text{ konstant: } G(T, p, N_i) = U - TS + pV$$

minimal sein müssen. F bezeichnet die freie Energie, G die freie Gibbsche Enthalpie, U die innere Energie des Systems, S seine Entropie, T die Temperatur, V das Volumen, p den Druck und N_i die Anzahl von Atomen der Sorte i .

Betrachtet man F und G in differentieller Schreibweise und vernachlässigt den bei einem Festkörper sehr kleinen Term $p dV$, so ist

$$(1.3) \quad dF \approx dG.^4$$

Mit der Enthalpie H

$$(1.4) \quad H(S, p, N_i) = U + pV$$

liegt ein Gleichgewichtszustand zweier Phasen 1 und 2 eines Systems vor, wenn deren freie Enthalpien den gleichen Wert annehmen:

$$(1.5) \quad dG_1 = dG_2$$

Im Gleichgewichtspunkt bei der Temperatur T_0 gilt also:

$$(1.6) \quad (H_1 - H_2) - T_0 \cdot (S_1 - S_2) = 0.$$

Diese Bedingung ist genau dann erfüllt, wenn sich die Kurven der freien Enthalpien der Zustände 1 und 2 im Temperatur - freie Enthalpie - Diagramm schneiden. Unterhalb und oberhalb dieser Temperatur ist jeweils die Phase mit der niedrigeren freien Enthalpie stabil. Bild 1.1 zeigt die entsprechenden Kurven schematisch für die gasförmige, flüssige und feste Phase.

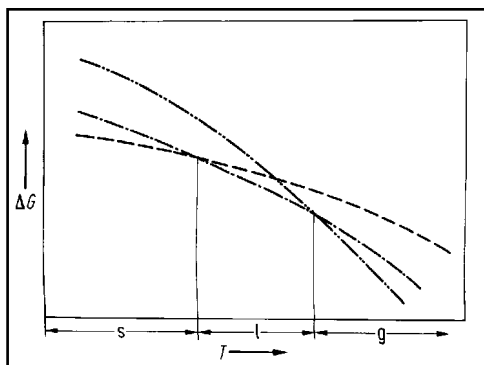


Bild 1.1⁵

Freie Enthalpie ΔG als Funktion der Temperatur T für einen Stoff im festen (s), im flüssigen (l) und im gasförmigen (g) Zustand. Der thermodynamisch stabile Zustand ist der mit dem niedrigsten ΔG -Wert.

³ [21 BEC] S. 52

⁴ [22 HAI] Kapitel 3.1

⁵ [01 BGS] S. 362 Abb. 5.5

Werden die freien Energien F für die feste Phase α und die flüssige Phase L einer Legierung der Komponenten A und B gegenüber der chemischen Zusammensetzung der Legierung aufgetragen, so ergeben sich für die Kurven des Festkörpers F_S (solid) und der Flüssigkeit F_L (liquid) zwei nach oben geöffnete Parabeln, deren relative Lage stark von der aktuellen Temperatur abhängig ist (Bild 1.2).

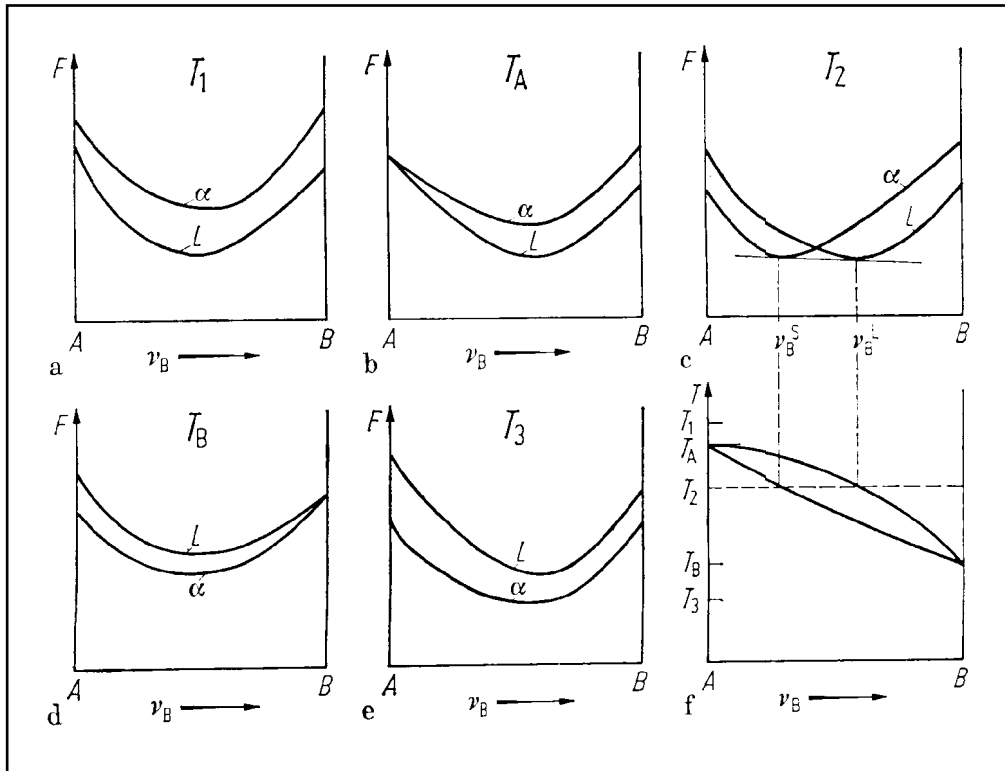


Bild 1.2⁶

Ableitung eines Zustandsdiagramms (rechts unten) aus Freie-Energie-Kurven für verschiedene Temperaturen T (Schmelze: L , feste Phase: $S = \alpha$)

Je nach Lage der Parabeln zueinander ist die flüssige oder die feste Phase stabil. Bei einer Legierung (konstanter Druck und konstantes Volumen) beantwortet sich also die Frage, in welchem Zustand sie existiert, falls die Temperatur und die chemische Zusammensetzung des Systems bekannt sind.

Diese Abhängigkeit kann aus dem Zustandsdiagramm abgelesen werden, in dem die Temperatur über der Konzentration einer Komponente aufgetragen ist. Bild 1.2 zeigt die Ableitung eines Zustandsdiagramms für ein System, bei dem beide Komponenten sowohl in der flüssigen, als auch in der festen Phase vollständig mischbar sind.

⁶ [15 HAA] S. 83 Abb. 5.11

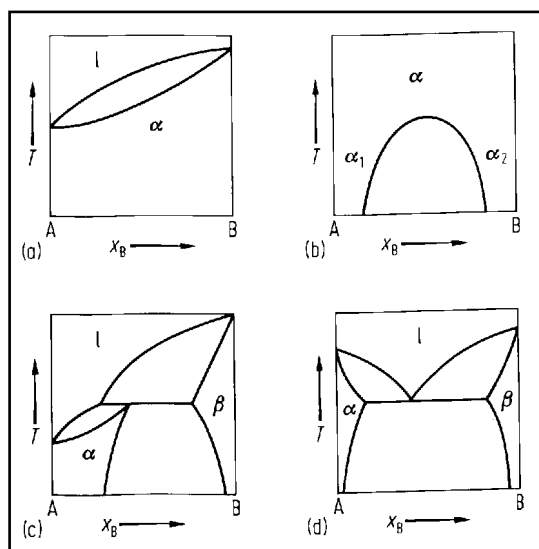


Bild 1.3⁷
 Grundtypen von binären Zustandsdiagrammen sind schematisch
 (a) vollständige Mischbarkeit,
 (b) Mischungslücke,
 (c) Peritektikum und
 (d) Eutektikum

(d) Eutektikum

Die vollständige Mischbarkeit in der festen und flüssigen Phase ist jedoch nur ein Spezialfall für das Verhalten eines Zweistoffsystems. Weitere Grundtypen von Zustandsdiagrammen zeigt Bild 1.3.

1.2 Strukturelle Umwandlung von Werkstoffen

"Strukturelle Phasenumwandlungen gehören zu den wichtigsten Vorgängen in festen Metallen und Legierungen, weil sie in vielen Fällen zur gezielten Einstellung der Struktur und des Gefüges und damit der Eigenschaften dienen"⁸. Mit dem Begriff "Struktur" ist hier der atomare Gitteraufbau im Gleichgewichtszustand gemeint. "Gefüge" bezeichnet den makroskopischen Aufbau eines Festkörpers. Bei welcher Zusammensetzung und Temperatur Phasenumwandlungen zu erwarten sind, läßt sich aus dem Zustandsdiagramm ablesen. Im allgemeinen ist eine strukturelle Phasenumwandlung in Legierungen mit einer Änderung der Kristallstruktur und der Konzentration verbunden. Man unterscheidet

- diffusive und
- nichtdiffusive Umwandlungen.

Bei den diffusiven Umwandlungen (Ordnungs- oder Entmischungsreaktionen) wird vorausgesetzt, daß die Atome so beweglich sind, daß sich die neue Struktur durch ein "Wandern" der Atome (oder indirekt durch Wandern von Leerstellen im Kristall) aufbauen kann. Dies setzt eine hohe innere Energie der Atome, also eine hohe Temperatur des Festkörpers voraus.

⁷ [01 BGS] S. 165 Abb. 5.8

⁸ [02 HOR/WAR] S. 134

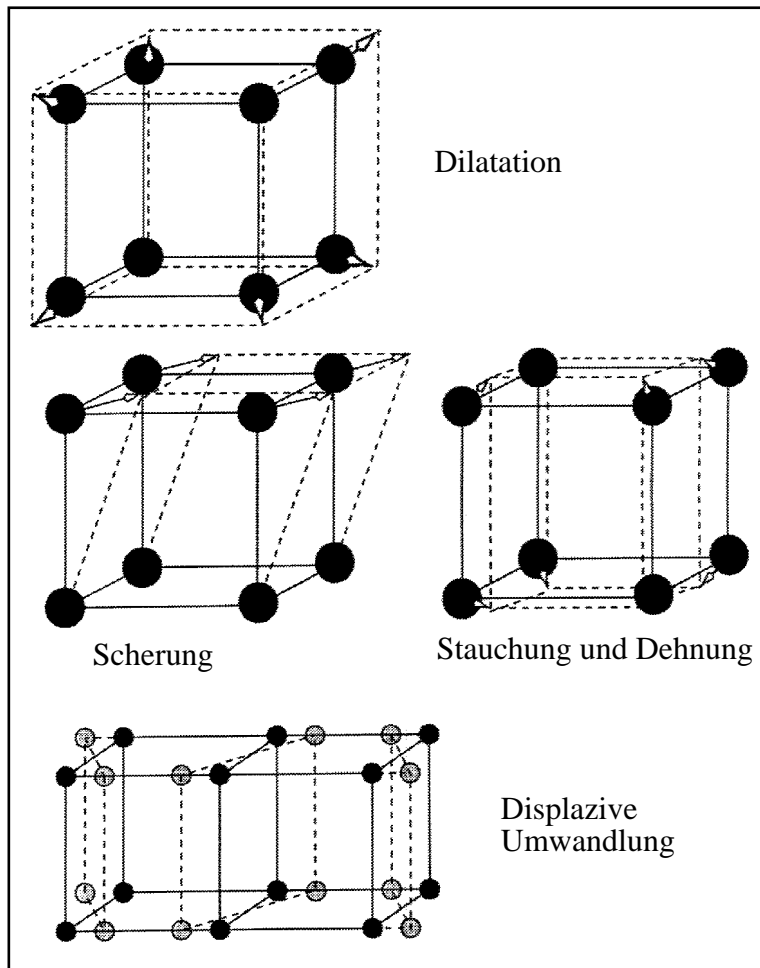


Bild 1.4⁹
Die drei Arten der

nichtdiffusiven Phasenumwandlungen

Im Gegensatz dazu legen die Atome bei nichtdiffusiven Umwandlungen "nur Entfernungen zurück, die deutlich kleiner als die Gitterkonstante sind."¹⁰ Sie können deshalb auch bei tiefen Temperaturen stattfinden, bei denen Diffusion kaum mehr möglich ist. Die nichtdiffusiven Umwandlungen können generell unterteilt werden in

- Dilatationen,
- displazive Umwandlungen und
- Scherungen.

1.3 Kristallaufbau und Gitterbaufehler

Die atomare Struktur von Metallen und Legierungen folgt allgemein dem Prinzip der dichten Kugelpackung. Allein durch einfache "Packungsüberlegungen" ergeben sich zwangsläufig bestimmte Strukturen mit relativ hohen Symmetrien.

Drei wichtige Beispiele des Gitteraufbaus sind

- die hexagonal dichtest gepackte (hexagonal closed packed hcp),
- die kubisch flächenzentrierte (face cubic centered fcc) und
- die kubisch raumzentrierte (body cubic centered bcc) Struktur.

Wichtige Kenngrößen des Gitteraufbaus sind die Anzahl der Nächsten Nachbarn (NN), die Raumerfüllung (n) und der Abstand zweier Atome (a).

⁹ [22 HAI] Kapitel zur nichtdiffusiven Umwandlung

¹⁰ [22 HAI] Kapitel zur nichtdiffusiven Umwandlung

Die so beschriebenen Gitter stellen den Idealzustand dar. In allen realen Metallen und Legierungen gibt es Gitterbaufehler. Zwillingsgrenzen und Versetzungen sind insbesondere für Vorgänge in diesem Versuch entscheidend. Die Zwillingsgrenze ist eine zweidimensionale Korngrenze, bei der die beiden aneinandergrenzenden Kristalle spiegelbildlich zueinander liegen. Bild 1.5 zeigt den Sachverhalt für das bcc-Gitter. Die Zwillingsgrenze liegt in einer (211)-Ebene. In der Grenze treten keine Verzerrungen auf.

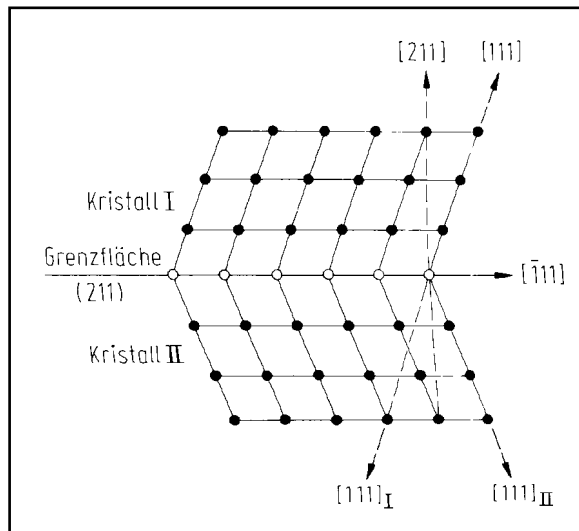


Bild 1.5¹¹
Schematische Darstellung einer Zwillings-

grenze im bcc-Gitter.

Eine weitere wichtige Art von Gitterbaufehlern sind Versetzungen. Versetzungen sind linienförmige Gitterfehler. Sie entsteht durch "Einschieben" oder "Herausnehmen" einer Atomebene (Bild 1.6). Die plastische Verformung von Kristallen geschieht durch die Bewegung von Versetzungen. Liegegebliebene Versetzungen im Inneren bewirken eine Verfestigung des Materiales.

¹¹ [02 HOR/WAR] S. 64 Abb. 5.11

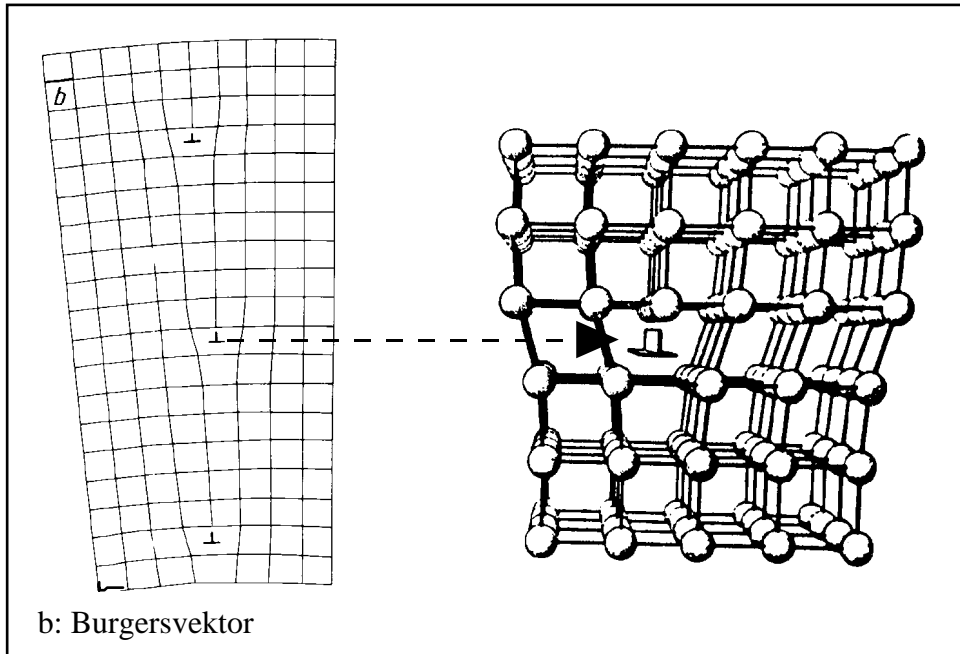


Bild 1.6

Darstellung einer Kippgrenze aus Stufenversetzungen (links)¹² und Versetzung auf atomarer Ebene (rechts)¹³



Thermodynamik von Legierungen:
[15 HAA] S. 56 ff. und S. 80 ff.,
[01 BGS] S. 361 ff.,
[02 HOR/WAR] S. 40 ff.
Strukturelle Phasenumwandlungen:
[02 HOR/WAR] S. 134 ff.,
[01 BGS] S. 381 ff.
Gitterbaufehler:
[15 HAA] S. 35 ff.,
[02 HOR/WAR] S. 53 ff.

Kontrollfragen zu Kapitel 1:

- 1.1 Wann und warum finden in einem Festkörper Phasenübergänge statt?
- 1.2 Welche Angaben sind nötig, um zu entscheiden, in welcher Phase ein Zweistoffsystem vorliegt?
- 1.3 Wie sehen eutektische und peritektische Zustandsdiagramme aus?
- 1.4 Welche Möglichkeiten gibt es, Zustandsdiagramme aufzustellen?
- 1.5 Wie sehen Gitterstrukturen von fcc-, bcc- und hcp-Gitter aus und worin unterscheiden sie sich?
- 1.6 Beschreiben Sie Aufbau und Eigenschaften von Zwillingsgrenzen und Versetzungen!

Kapitel 2:

Martensitische Umwandlung

¹² [02 HOR/WAR] S. 63

¹³ [11 HOR] S. 21

In diesem Kapitel werden die Grundlagen der Martensitischen Umwandlung beschrieben. Sie sind unabhängig davon, welches System gerade betrachtet wird. Schwerpunkte sind kristallografische Vorgänge, strukturelle Prozesse der Umwandlung sowie die Definition der Umwandlungstemperaturen.

Lernziele:



- Kenntnis der mikroskopischen und makroskopischen Veränderungen bei der martensitischen Umwandlung.
- Kenntnis der Eigenschaften und der Struktur der Martensitphase.
- Verständnis der Umwandlung und der Umwandlungstemperaturen aus dem Freie Energie - Diagramm.
- Verständnis der Reversibilität oder Irreversibilität der martensitischen Umwandlung bei verschiedenen Systemen.

2.1 Kristallografische Aspekte

Auf der ICOMAT-79 Konferenz wurde folgende Definition für die martensitische Umwandlung vorgeschlagen: "Die martensitische Umwandlung ist eine diffusionslose Strukturänderung, wobei das ursprüngliche Kristallgitter verformt wird, (...)." ¹⁴ Insbesondere erfolgt die angesprochene Strukturänderung durch eine koordinierte Bewegung der Atome im Sinne einer Scherung. Martensitische Umwandlungen treten vor allem dann auf, wenn eigentlich Diffusion stattfinden müßte, dies aus energetischen Gründen aber unmöglich ist. Die Martensitphase ist deshalb metastabil. Werden beide Strukturen, der Austenit (Struktur bei hoher Temperatur) und der Martensit (Struktur bei niedriger Temperatur) betrachtet, so wird die Gitterverformung durch die relative Orientierung beider Gitter beschrieben.

Eine einfachere Charakterisierung der martensitischen Umwandlung erhält man durch die Betrachtung der kristallografischen Merkmale der Martensitphase. Wenn man die Martensitphase mit mikroskopischen und kristallografischen Untersuchungsmethoden beobachtet, so zeigen sich folgende charakteristische Eigenschaften ¹⁵:

- Die martensitische Umwandlung ist im wesentlichen volumenerhaltend.
- Der Martensit kommt meist in Platten- oder Nadelform vor und die Trennebene, die Habitusebene, hat für jedes Legierungssystem eine bestimmte kristallografische Orientierung, die im allgemeinen hoch indiziert ist.
- Zwischen beiden Kristallgittern besteht eine feste Orientierungsbeziehung.
- Die makroskopische Formänderung resultiert aus einer Scherung entlang der Habitusebene auf bestimmten Gleit- oder Zwillingsystemen (Bilder 2.1 und 2.2).
- Martensitplatten oder -nadeln treten manchmal in Gruppen auf, die sich nach strengen kristallografischen Regeln anordnen.

¹⁴ [03 DEL] S. 15

¹⁵ [03 DEL] S. 22 f. sowie [22 HAI] Kapitel zur nichtdiffusiven Umwandlung

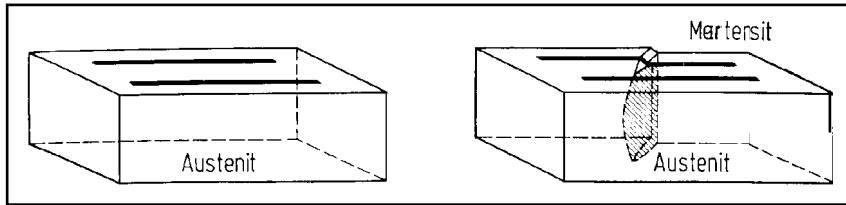


Bild 2.1¹⁶

Kratzer auf der Oberfläche werden bei der Umwandlung geschert. Die Oberfläche erhält ein Relief, das sich durch den plattenförmigen Martensit ergibt.

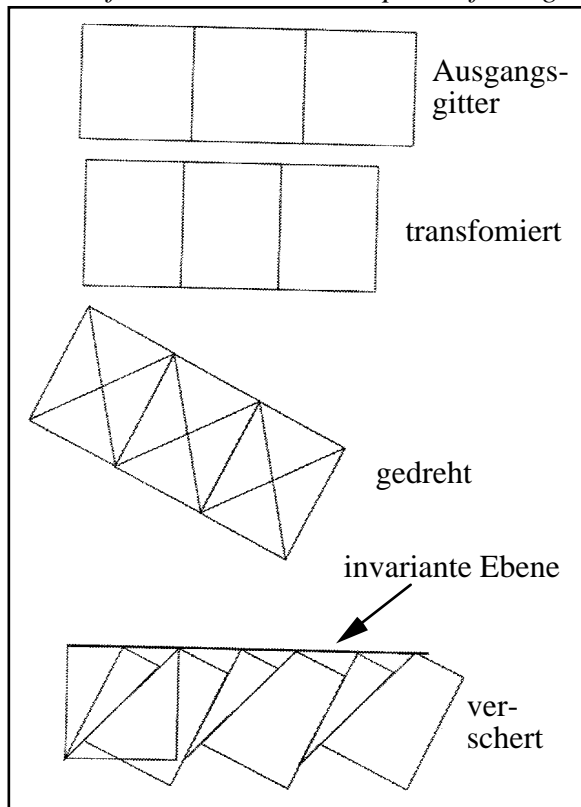


Bild 2.2¹⁷

Konstruktion der invarianten Ebene: Das Ausgangsgitter wird transformiert, gedreht und makroskopisch abgeschert. Wegen der Volumenkonstanz wird in bestimmten Richtungen gedehnt, in anderen gestaucht. Durch zusätzliche Rotation des Gitters, sowie durch die

Scherung wird eine invariante Ebene erzeugt, die jedoch häufig hoch indiziert ist.

Die martensitische Umwandlung selbst besitzt einige unverwechselbare Kennzeichen, durch die sie sich von allen anderen Festkörperreaktionen unterscheidet¹⁸:

- Es handelt sich um eine strukturelle Phasenumwandlung, die ohne Hilfe von individuellen Sprüngen der Atome, also diffusionslos, ablaufen kann.
- Eine Folge der Diffusionslosigkeit ist die Zeitunabhängigkeit der Umwandlung. Die kleinen Atombewegungen verlaufen korreliert und mit hoher Geschwindigkeit (praktisch Schallgeschwindigkeit) ab.
- Äußere Schubspannungen können die Umwandlung beeinflussen.
- Folge der Scherung ist die Bildung eines Reliefs in der polierten Oberfläche des Werkstoffes infolge der Formänderungen des umwandelnden Kristalls.

Für die martensitische Umwandlung gibt es zwei große Anwendungsgebiete, die im Versuch beschrieben werden:

¹⁶ [13 HAA] S. 267, Abb. 13.3

¹⁷ [22 HAI] Kapitel zur nichtdiffusiven Umwandlung

¹⁸ [04 HOR] S. 8 f.

- die Stahlhärtung durch eine spezielle Wärmebehandlung ohne Rückumwandlung in den Austenit (Stahlversuch) und
- den Formgedächtniseffekt durch wiederholte Hin- und Rückumwandlung (Zugversuch).

2.2 Strukturelle Prozesse

"Diffusionslose $\beta \leftrightarrow \alpha$ Umwandlungen können mit großen Beträgen von Scherungen $\gamma_{\alpha\beta}$ des Kristallgitters verbunden sein. Es handelt sich um Reaktionen 1. Ordnung, die meist durch eine heterogene Keimbildung an Gitterdefekten oder an der Oberfläche ausgelöst werden."¹⁹ Die Umwandlung beginnt erst bei einer Unterkühlung ΔT_m unterhalb der Temperatur T_0 des thermodynamischen Gleichgewichtes der Austenit- und der Martensitphase. T_0 ist durch die Gleichheit der freien Energien der Phasen α und β bei gleicher chemischer Zusammensetzung und gleichem Ordnungsgrad definiert (Bild 2.3).

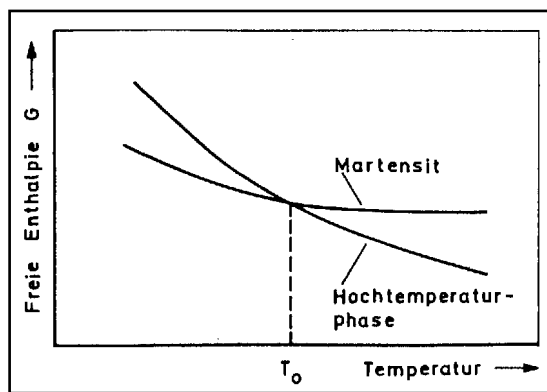


Bild 2.3²⁰
Freie Enthalpie von Martensit und Austenit (Hochtemperaturphase) als Funktion der

Temperatur.

Der T_0 -Punkt hängt stark von der chemischen Zusammensetzung ab. Die treibende Energie $f_{\alpha\beta}$ der $\alpha \leftrightarrow \beta$ Umwandlung oder der Rückumwandlung ist näherungsweise proportional der Unterkühlung ΔT unter die Gleichgewichtstemperatur T_0 bzw. der entsprechenden Überhitzung ΔT über T_0 . Die Temperatur, bei der das System tatsächlich umwandelt sei T . Für ΔT gilt dann:

$$(2.1) \quad \Delta T = T_0 \pm T.$$

Für die treibende Energie $f_{\alpha\beta}$ der Umwandlung ergibt sich damit:

$$(2.2) \quad f_{\alpha} - f_{\beta} = f_{\alpha\beta} = \frac{U_{\alpha\beta} \Delta T}{T_0} = s_{\alpha\beta} \cdot \Delta T = s_{\alpha\beta} \cdot (T_0 - T)$$

$U_{\alpha\beta}$ steht dabei für die Umwandlungsenthalpie. Bei Unterkühlung ($T < T_0$) und für eine gittervariante Scherung $\gamma_{\alpha\beta}$ kann eine Schubspannung $\tau_{\alpha\beta}$ definiert werden, die die Umwandlung herbeizuführen sucht:

$$(2.3) \quad \tau_{\alpha\beta} = \frac{\Delta f}{\Delta \gamma} \spadesuit \frac{f_{\alpha\beta}}{\gamma_{\alpha\beta}} = s_{\alpha\beta} \cdot \frac{T_0 - T}{\gamma_{\alpha\beta}}$$

¹⁹ [04 HOR] S. 35 ff.

²⁰ [18 TAU] S. 175 Bild 7.1

Die eigentliche Starttemperatur M_s der Umwandlung vom Austenit in den Martensit hängt also von der inneren Schubspannung $\tau_{\alpha\beta}$ ab, die zum Auslösen (Keimbildung) oder Wachstum der neuen Kristallart benötigt wird. Mit:

$$(2.4) \quad \Delta T = T_0 - M_s$$

folgt für die Martensitstarttemperatur M_s :

$$(2.5) \quad M_s = T_0 - \Delta T = T_0 - \frac{\tau_{\alpha\beta} \cong \gamma_{\alpha\beta}}{s_{\alpha\beta}}$$

Eine direkte Folge der Abhängigkeit von M_s von der inneren Schubspannung $\tau_{\alpha\beta}$ ist, daß eine äußere Schubspannung τ' mit einer Komponente parallel zu $\tau_{\alpha\beta}$ die Umwandlungstemperatur erniedrigen, bzw. antiparallel erhöhen muß. Die Martensitstarttemperatur M_s ist also durch zwei unabhängigen Variablen bestimmt:

- durch die chemische Zusammensetzung der Legierung und
- durch eine eventuelle äußere Schubspannung.

Die Abhängigkeit der Martensittemperatur von der äußeren Schubspannung zeigt Bild 2.4.

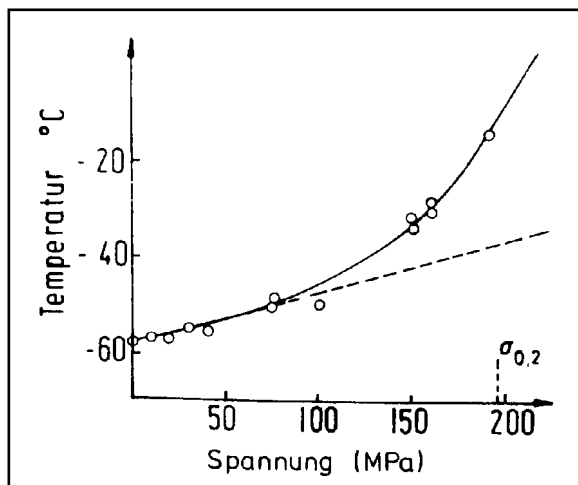


Bild 2.4²¹
Erhöhung von M_s durch äußere Spannung
(Legierung: Cu + 39,2 Gew% Zn)

Einen weiteren großen Einfluß auf die Gleichgewichtstemperatur T_0 und damit auf die Umwandlung haben Legierungszusätze.

Besonders für das System Eisen-Kohlenstoff sind empirische Beziehungen für die Berechnung von M_s für Stähle bekannt, wie z. B.:

$$(2.6) \quad M_s = 561 - 474C - 39Mn - 17Ni - 17Cr - 21Mo - 21W - 21Si \text{ [}^\circ\text{C]}^{22}.$$

Das Element symbolisiert den Legierungsanteil gelöster Atome in Gewichtsprozent.

2.3 Umwandlungstemperaturen

²¹ [04 HOR] S. 40

²² [04 HOR] S. 46

Neben der Starttemperatur M_s der Umwandlung Austenit \leftrightarrow Martensit werden M_f (Martensit finish) als Temperatur, bei der die Umwandlung beendet ist, sowie entsprechend für die Rückumwandlung Martensit \leftrightarrow Austenit A_s (Austenit Start) und A_f (Austenit finish) verwendet.

M_f ist die Temperatur, bei der der Kristall größtenteils in Martensitform vorliegt. Trotzdem sind immer Anteile an Restaustenit übrig, die bei einer weiteren Absenkung der Temperatur noch umwandeln können. Eine vollständige Martensitisierung des Kristalls ist theoretisch nur bei 0 Kelvin möglich.

Ohne äußere Belastung (Zug- oder Schubspannung) ist der Anteil der Legierung, der als Martensit vorliegt, nur von der Temperatur abhängig und davon, in welche Richtung die Umwandlung durchlaufen wird.

Bild 2.5 zeigt die Temperaturabhängigkeit der diffusionslosen Umwandlung.

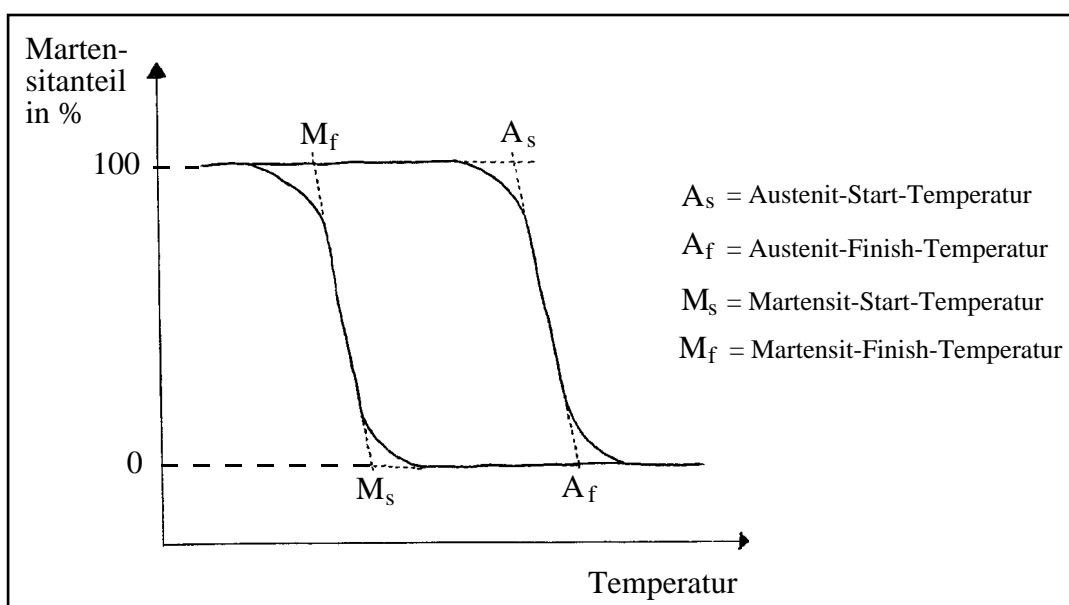


Bild 2.5²³

Temperaturabhängigkeit des Martensitanteils in Formgedächtnislegierungen

Die Hysterese erklärt sich aus der Temperaturerhöhung ΔT über die Gleichgewichtstemperatur T_0 bei der Umwandlung Martensit \leftrightarrow Austenit bzw. der Temperaturerniedrigung ΔT unter die Gleichgewichtstemperatur T_0 bei der Umwandlung Austenit \leftrightarrow Martensit. An Keimbildungsmechanismen für den Martensit kommen prinzipiell zwei Prozesse in Betracht:

- Keimbildung an Defekten (heterogen), insbesondere im Verzerrungsfeld von Versetzungen und
- Umwandlung durch lokalisierte weiche Phononen. Man geht hier davon aus, daß der Umwandlung eine Gitterschwingung vorausgeht, die die Atomverschiebung vorausnimmt und deren Frequenz bei Annäherung an M_s gegen null geht.

2.4 Reversibilität der martensitischen Umwandlung

Grundsätzlich ist die martensitische Umwandlung reversibel. Dies ist insbesondere eine Voraussetzung für den Formgedächtniseffekt. Bei der hierfür relevanten thermoelastischen martensitischen Umwandlung treten nur sehr geringe elastische Spannungen auf, die praktisch keine irreversible plastische Verformung durch Versetzungsbewegung bewirken. Der Verzerrungsabbau erfolgt durch Akkomodation der benachbarten Martensitplatten und durch Zwillingsbildung.

Die Scherung des Austenitgitters beim Stahl führt auch hier zum Martensit. Dessen hohe Festigkeit ist vor allem auf die Mischkristallhärtung durch den eingelagerten Kohlenstoff zurückzuführen. "Aufgrund des großen Volumenunterschiedes zwischen Niedertemperatur- und Hochtemperaturphase kommt es beim Stahl in Bereichen hoher Spannung jedoch zu irreversibler Verformung durch Versetzungsbewegung."²⁴ Daher findet man beim Stahl so gut wie keinen Formgedächtnis-Effekt.



Martensitische Umwandlung, allgemein:

[15 HAA] S. 264 ff.,
[02 HOR/WAR] S. 160 f.
[04 HOR]
[03 DEL]

Kontrollfragen zu Kapitel 2:

- 2.1 Beschreiben Sie die mikroskopischen und makroskopischen Vorgänge bei der martensitischen Umwandlung!
- 2.2 Worin unterscheidet sich die martensitische von einer diffusiven Umwandlung?
- 2.3 Wovon hängt es ab, ob eine martensitische Umwandlung reversibel ablaufen kann?
- 2.4 Erklären Sie das Zustandekommen der vier charakteristischen Umwandlungstemperaturen M_s , M_f , A_s und A_f !
- 2.5 Welchen Einfluß hat eine äußere Schubspannung auf die martensitische Umwandlung?

Kapitel 3:

Eisen-Kohlenstoff (Stahl)

Der Student soll in diesem Teil einen Überblick über die Herstellung und Wärmebehandlung von Stahl bekommen. Insbesondere wird die Stahlhärtung beschrieben.

Lernziele:

²⁴ [05 STÖ] S. 31



- Kenntnis des Phasendiagramms Eisen-Kohlenstoff, insbesondere bei dem eutektischen Punkt bei $T = 723 \text{ }^\circ\text{C}$.
- Kenntnis der Umwandlungen und Strukturen von Eisen.
- Kenntnis des Umwandlungsmodells von E.C. Bain, basierend auf der Oktaederlücke.
- Fähigkeit, ein ZTU-Schaubild zu interpretieren.
- Verständnis der Stahlhärtung und der Wärmebehandlung von Stahl.

3.1 Begriffsklärungen

Im Jahr 1986 wurden weltweit 715,6 Millionen Tonnen Stahl hergestellt. Mit dem Begriff "Stahl" bezeichnet man allgemein die Verbindung Eisen-Kohlenstoff (FeC). Die Stahlproduktion und -veredelung ist auch in Deutschland (37,5 Mio Tonnen) ein bedeutender Wirtschaftszweig.²⁵

Hauptbestandteil des Werkstoffes Stahl ist Eisen (Fe). Um besondere Eigenschaften zu erhalten, werden andere Elemente wie Kohlenstoff (C), Silizium (Si), Chrom (Cr) oder Nickel (Ni) dazulegiert. Die Zusätze werden so begrenzt, daß sich die Legierungen walzen und schmieden lassen. Erhöht sich der Nichteisenanteil so stark, daß sich die Legierung nurmehr durch Gießen in eine Form bringen läßt, so spricht man nicht mehr von Stahl sondern von Gußeisen.

Am häufigsten werden Eisen-Kohlenstoff-Legierungen verwendet. Sie heißen auch "unlegierte Stähle" und finden breite Anwendung beispielsweise im Hoch-, Tief-, Schiffs- und Rohrleitungsbau. Leicht legierte Stähle, die eine Wärmebehandlung zur Verbesserung ihrer Eigenschaften erhalten, bezeichnet man als Qualitätsstähle. Anwendungsgebiete sind der Fahrzeug- und Maschinenbau. Hochlegierte Stähle wie Werkzeugstähle oder korrosionsbeständige Stähle werden wegen ihres hohen Reinheitsgrades und ihrer Gleichmäßigkeit der Eigenschaften als Edelmetalle bezeichnet.²⁶

3.2 Atomaufbau des Eisens

Da Eisen der Hauptbestandteil des Stahls ist, wird zunächst dessen Atomaufbau betrachtet. Eisen (Atomdurchmesser $D = 0,25 \text{ nm}$) kommt in zwei wichtigen unterschiedlichen Kristallformen vor, die Bild 3.1 zeigt:

- γ -Eisen ist im Temperaturbereich zwischen 911 und $1392 \text{ }^\circ\text{C}$ kubisch flächenzentriert (fcc). In den acht Ecken und den sechs Flächenmitten der würfelförmigen Einheitszelle sitzt je ein Atom. Die Kantenlänge einer Einheitszelle beträgt $a_{\text{fcc}} = 0,36 \text{ nm}$. In Richtung der Kanten des Würfels berühren sich die Atome nicht. Es bleibt ein Zwischenraum der Länge $z_{\text{fcc}} = a_{\text{fcc}} - D = 0,11 \text{ nm}$.
- α -Eisen (unterhalb von $911 \text{ }^\circ\text{C}$) hat eine kubisch raumzentrierte (bcc) Atomstruktur. Statt der Flächenmitten ist die Raummittle mit einem Atom besetzt. Die Kantenlänge des Würfels beträgt $a_{\text{bcc}} = 0,29 \text{ nm}$. Die Elementarzelle des bcc- α -Eisens ist also kleiner als die des fcc- γ -Eisens. Auch die Zwischenräume beim bcc- α -Eisen sind mit $z_{\text{bcc}} = 0,04$

²⁵ Zahlen aus [17 ADA] S. 3600

²⁶ Klassifizierung nach [16 SCH/BER] S. 1 f.

nm kleiner als beim fcc- γ -Eisen. Überhalb von 1392 °C ist Eisen wieder raumzentriert. Man spricht von δ -Eisen, was für die martensitische Umwandlung jedoch nicht von Interesse ist.

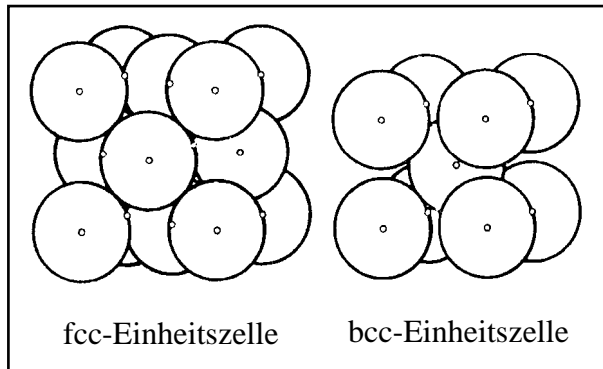


Bild 3.1²⁷

Vollkugelmodell der kubischen

Einheitszellen

Die Frage, wann das Eisen ein bcc- α - oder ein fcc- γ -Gitter ausbildet, liegt nahe. Bei Atmosphärendruck ist dies allein von der Temperatur abhängig. Bei niedrigen Temperaturen liegt bcc- α -Eisen vor, das bei 911 °C zu fcc- γ -Eisen umkristallisiert.

Einen Überblick über die Gitterformen und Umwandlungstemperaturen gibt Bild 3.2.

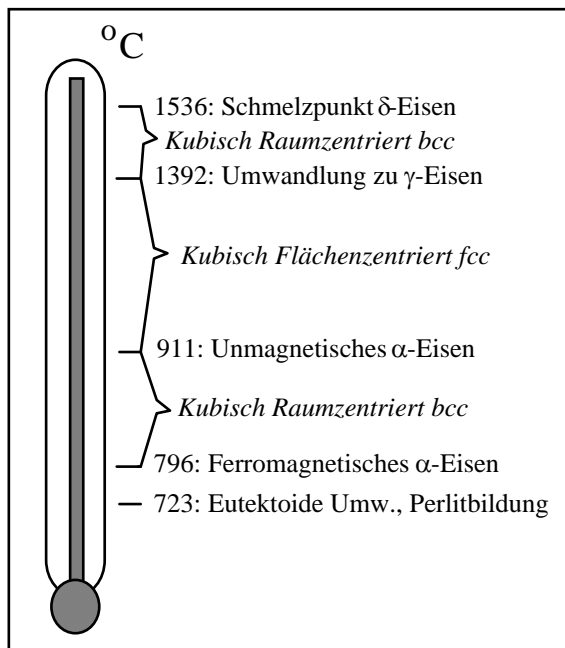


Bild 3.2

Umwandlungstemperaturen und Strukturen

des reinen Eisens

E.C. Bain macht einen Vorschlag, wie man sich die Umwandlung von fcc- γ -Eisen in bcc- α -Eisen vorstellen kann. Demnach wird zunächst das Koordinatensystem so gedreht, daß aus der fcc-Zelle eine tetragonal-raumzentrierte wird (Bild 3.3 rechts). Anschließend wird sie so gestaucht und gestreckt, daß das Volumen erhalten bleibt.

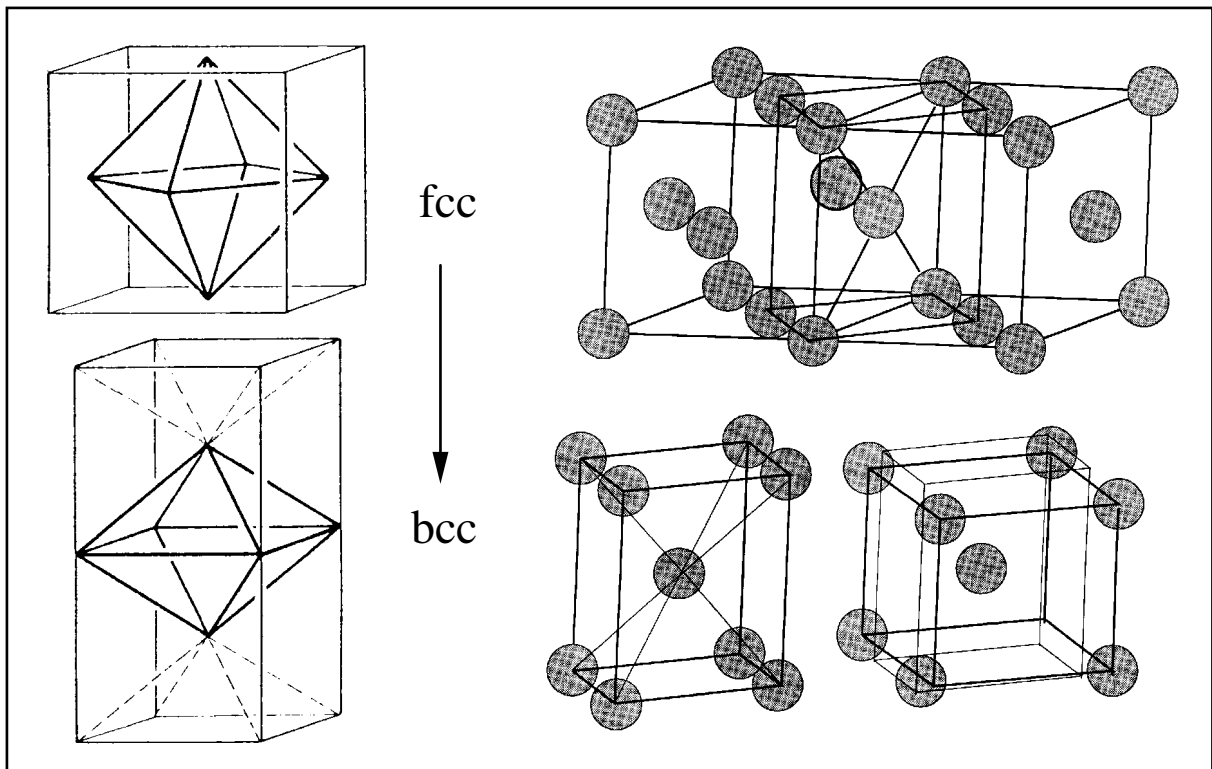


Bild 3.3²⁸

Zur Verdeutlichung der Bain-Transformation in Stahl: Im linken Bild wird das oben eingezeichnete Oktaeder bei der Umwandlung gestaucht, bleibt im Prinzip aber erhalten. Im rechten Bild ist bei zwei fcc-Einheitszellen ein Quader so eingezeichnet, daß in seiner Raummittle genau das Seitenmittenatom zwischen beiden Zellen liegt. Gestaut in x- und y-Richtung und gestreckt in z-Richtung entsteht aus diesem Quader eine bcc-Einheitszelle. Eine andere, aber gleichwertige Darstellung dieser Transformation zeigt Bild 3.3 (links). Das fcc- γ -Gitter bildet ein reguläres Oktaeder aus. Bei Abkühlung erfolgt die Umwandlung in das energetisch günstigere bcc- α -Gitter. Betrachtet man davon zwei Elementarzellen, so entdeckt man wieder ein Oktaeder, allerdings ein gestauchtes. Trotz der größeren Zwischenräume sind die Atomkugeln im fcc- γ -Eisen dichter gepackt als im bcc- α -Eisen. Mit der $\gamma \leftrightarrow \alpha$ Umwandlung bei der Abkühlung ist also eine kleine Volumenabnahme verbunden. Im fcc- γ -Eisen wird jedes Atom von zwölf nächsten Nachbaratomen direkt berührt, im bcc- α -Eisen nur von acht. Im bcc- α -Eisen gibt es daher mehr Zwischenräume, die allerdings kleiner sind als beim fcc- γ -Eisen. Die angesprochene Oktaederlücke spielt insbesondere bei der Stahlhärtung eine entscheidende Rolle.

3.3 Atomaufbau des Stahls

Da Stahl ja verschiedene andere Elemente neben dem Eisen enthält, stellt sich die Frage, wo diese in der atomaren Struktur ihren Platz finden. Es gibt prinzipiell zwei verschiedene Möglichkeiten zur Mischkristallbildung:

- Haben Legierungselemente etwa den gleichen Durchmesser wie Eisen, so substituieren sie einzelne Eisenatome im Metallgitter (z.B. Cr, Ni).
- Sind die Legierungsatome klein, können sie Zwischengitterplätze einnehmen (z.B. C). Kohlenstoff ist in den Oktaederlücken des Eisengitters interstitiell gelöst. Da die

²⁸ [07 KEL] S. 162 Bild 7 (links) und [22 HAI] Kapitel zum Martensit in FeC (rechts)

Zwischengitterplätze im fcc- γ -Eisen größer sind als im bcc- α -Eisen, können Kohlenstoffatome in der Hochtemperaturphase besser eingelagert werden.

Bei Mischkristallen im fcc- γ -Eisen spricht man von Austenit (Hochtemperaturphase), im bcc- α -Eisen von Ferrit (Niedertemperaturphase).

Natürlich ist der bisher beschriebene Aufbau eine recht optimistische Idealisierung. Im realen Gitter gibt es eine Vielzahl von Abweichungen von der idealen Struktur. Die wichtigsten Gitterbaufehler sind Leerstellen, Korngrenzen und Versetzungen. Trotzdem bleibt natürlich die Kristallografie des fcc- γ -Eisens und des bcc- α -Eisens prinzipiell wie beschrieben erhalten.

3.4 Einfluß des Kohlenstoffs

Einziges Legierungselement der technisch bedeutsamen "unlegierten Stähle" ist der Kohlenstoff. Die Löslichkeit des auf Zwischengitterplätzen eingelagerten Elementes steigt mit der Temperatur und sprunghaft bei der $\alpha \leftrightarrow \gamma$ Umwandlung. Wird die Aufnahmefähigkeit des Eisengitters überschritten, so bilden sich Karbide (Fe_3C mit 6,67 Massen% C) aus drei Eisenatomen und einem Kohlenstoffatom aus. Weitere Verbindungen und Strukturen lassen sich aus dem Phasendiagramm (Bild 3.4) herauslesen.

Allerdings handelt es sich nur um ein Teildiagramm des vollständigen Eisen-Kohlenstoff-Systems, allerdings um den technisch relevanten Ausschnitt bis etwa sieben Prozent Kohlenstoff. Wegen der Karbidbildung kann es jedoch als Schaubild des vollständigen Zweiphasensystems Eisen-Eisenkarbid aufgefaßt werden. Als Gefügebestandteil wird Fe_3C Zementit genannt. Zementit hat eine orthorhombische Struktur mit einer Elementarzelle von vier Fe_3C -Molekülen. Es besitzt eine geringere Dichte wie Eisen, ist aber härter. Bei höheren Temperaturen zerfällt es: $\text{Fe}_3\text{C} \times 3 \text{Fe} + \text{C}$.

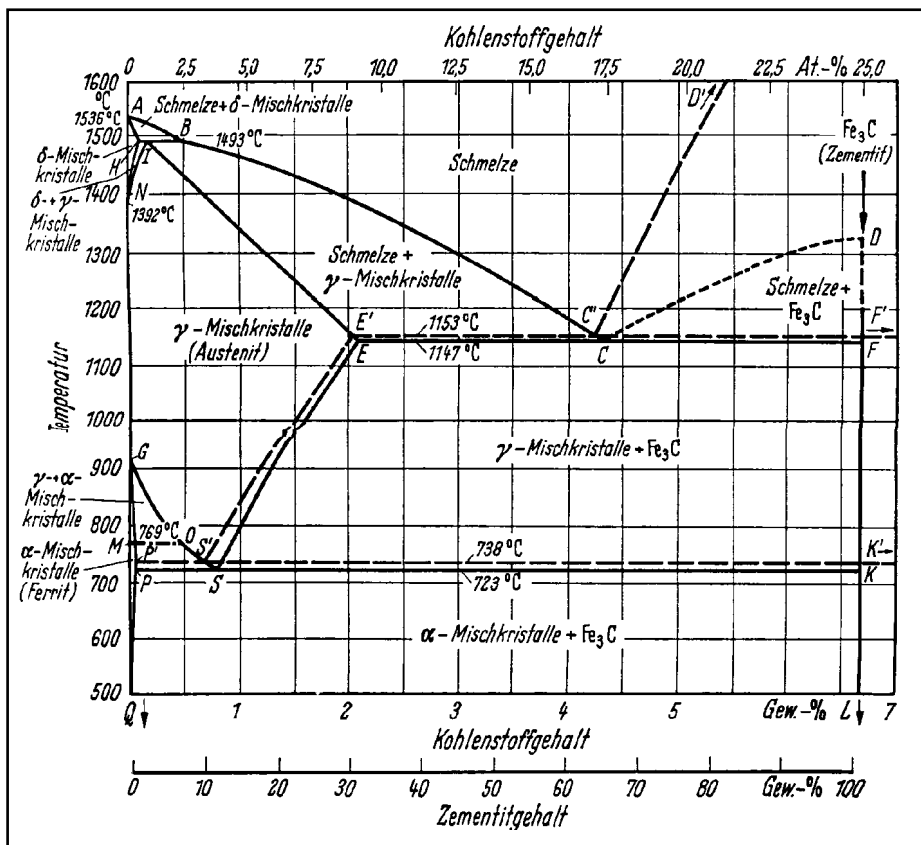


Bild 3.4²⁹
Phasendiagramm Eisen-Zementit

Kohlenstoff bzw. Eisen-Zementit (Fe₃C)

Der für die Stahlbildung relevante Ausschnitt des Zustandsdiagramms wird in Bild 3.5 noch einmal vergrößert gezeigt.

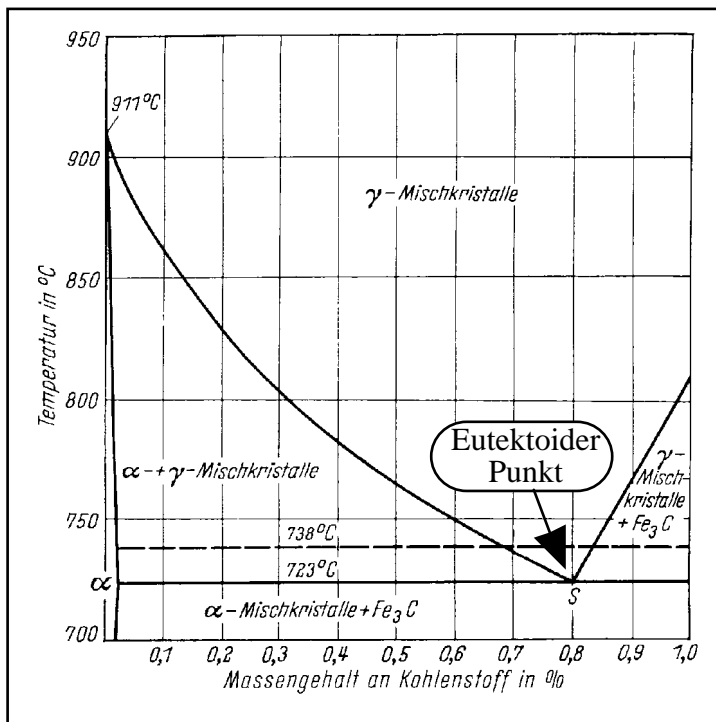


Bild 3.5³⁰
Ausschnitt aus dem

²⁹ [16 SCH/BER] S. 20 Bild 10

³⁰ [06 HOR] S. 9 Bild 14

*Phasendiagramm zur
Verdeutlichung der
Perlitbildung*

Eine Besonderheit in dem Schaubild sind die gestrichelten Linien. Der Kohlenstoff kann als Graphit (reiner Kohlenstoff) und als Zementit in zwei verschiedenen Formen vorkommen. Beide können auch nebeneinander auftreten.

Da der Aufbau der Stähle in erster Linie von dem metastabilen Gleichgewicht Eisen-Eisencarbid bestimmt wird, ist dies (durchgezogene Linien) als technisch relevant anzusehen.

Kühlt man den Austenit ab, so hängt die Art der Strukturbildung vom Kohlenstoffgehalt ab:

- Liegt der Kohlenstoffgehalt der Legierung unterhalb 2,97 Atom% (0,8 Massen%), so scheiden sich aus dem Austenit mit sinkender Temperatur α -Mischkristalle (Ferrit) mit sehr geringem Kohlenstoffgehalt aus, während sich der restliche Austenit an Kohlenstoff anreichert. Man spricht von untereutektoiden Stählen
- Bei einem Kohlenstoffgehalt $> 2,97$ Atom% scheidet sich bei Abkühlung Zementit aus, wodurch der C-Gehalt des Austenits abnimmt. Diese Stähle heißen übereutektoid.

Der Dreiphasenpunkt bei $T = 723$ °C und $c(C) = 0,8$ Massen% wird als eutektoider Punkt bezeichnet. In diesem Gleichgewicht gilt:

γ -Eisen \times α -Eisen + Fe₃C.

Ist die Temperatur $T = 723$ °C erreicht, so zerfällt die restliche feste Lösung zu einem Eutektoid (Perlit) aus α -Mischkristallen und Eisencarbid (diffusive Umwandlung).

3.5 Wärmebehandlung von Stahl

Die gerade beschriebene Art der Umwandlung setzt Gleichgewichtsbedingungen voraus, die nur bei sehr langsamen Temperaturänderungen gegeben sind. Durch höhere Abkühlgeschwindigkeiten werden die Umwandlungen zu tieferen Temperaturen verschoben. Folge dieser Unterkühlung ist unter Umständen, daß die für die Umwandlungen erforderlichen Diffusionsprozesse nur unvollständig oder gar nicht mehr ablaufen können.

Bei den beträchtlichen Unterschieden, die sich für das Gefüge ergeben, unterscheidet man Umwandlungen in der

- Perlit-,
- Bainit- und
- Martensitstufe.

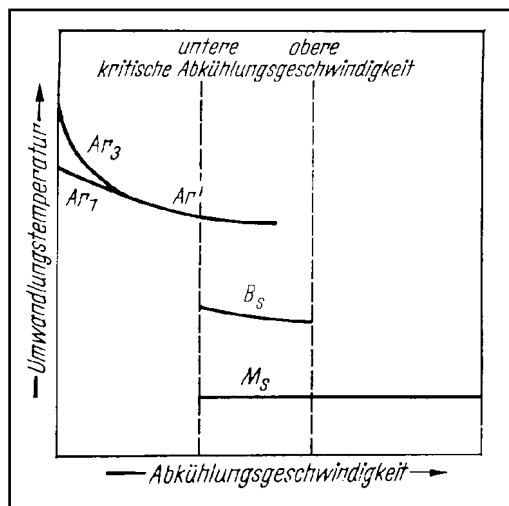


Bild 3.6³¹
 Art der Umwandlung in Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit

Bild 3.6 verdeutlicht diese Abhängigkeit. Demnach spricht man von einer oberen- und unteren kritischen Abkühlrate. Bei geringen Unterkühlungen zerfällt der Austenit noch ganz in der Perlitstufe (linker Bereich). Steigt die Abkühlrate an, so wandelt sich der unterkühlte Austenit allerdings erst bei tieferen Temperaturen in der Bainit- und in der Martensitstufe um. Die Abkühlrate, ab der sich der Austenit nur noch in der Martensitphase umwandelt, bezeichnet man als obere kritische Abkühlgeschwindigkeit.

3.5.1 Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder

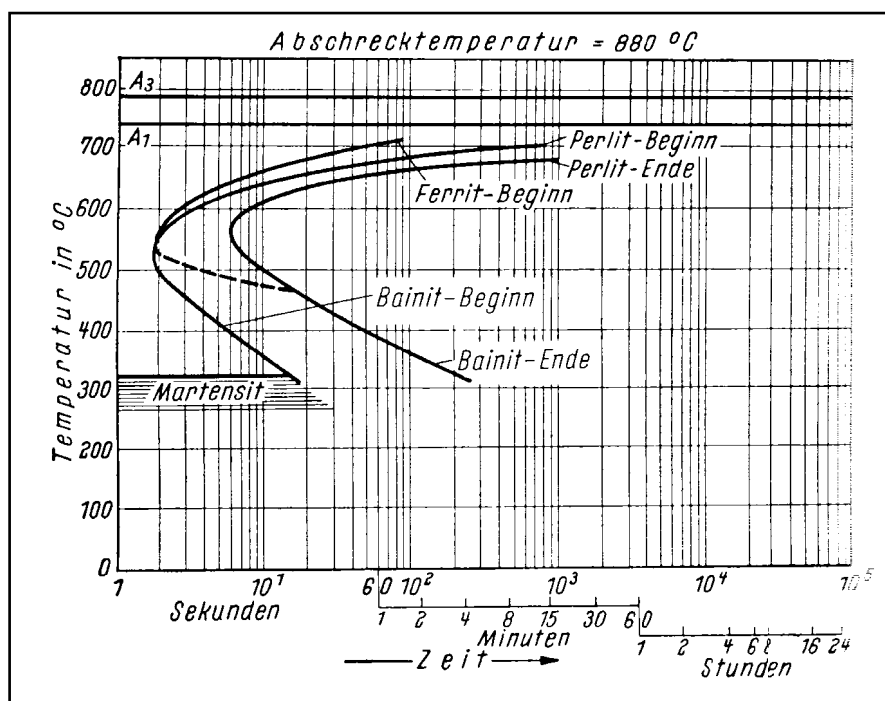


Bild 3.7³²
 ZTU-Schaubild für die Umwandlung eines unlegierten Stahls mit

0,45 Massen% Kohlenstoff

³¹ [06 HOR] S. 12 Bild 25

³² [06 HOR] S. 13 Bild 30

Einen wesentlich besseren Einblick in das Umwandlungsverhalten bieten Zeit-Temperatur-Umwandlungs-(ZTU)-Schaubilder.

Beginn und Ende der Umwandlung in verschiedenen Stufen für die gleiche Legierung ist in Abhängigkeit von der Zeit und der Umwandlungstemperatur wiedergegeben. Bild 3.7 zeigt ein solches ZTU-Diagramm für einen unlegierten Stahl mit 0,45 Massen% C.

3.5.2 Umwandlungen in der Perlit- und Bainitstufe

Typisch für das ZTU-Diagramm von Stahl sind die sogenannten Perlit- bzw. Bainitnasen. Diese ausgeprägten Minima für die Umwandlungszeit erklären sich durch zwei gegenläufige Prozesse. Bei der Perlitbildung hängt die Umwandlungszeit ab von

- der Keimbildungsrate, die proportional zur Unterkühlung ist und vom
- Keimwachstum, das diffusionsgesteuert proportional zu $\exp(-E/kT)$ abläuft.

Bei geringer Unterkühlung bilden sich wenig Keime, die aber schnell großvolumig wachsen, da hohe Diffusionsgeschwindigkeiten aufgrund der hohen Temperatur möglich sind. Es entstehen große Lamellen (grober Perlit).

Bei großer Unterkühlung steigt die Keimbildungsrate an. Allerdings wird die Diffusion mit fallender Temperatur exponentiell gehemmt. Daher bilden sich viele, aber nur sehr schwach wachsende Ausscheidungen (feiner Perlit). Perlit ist ein lamellares Gefüge aus α -Eisen (Ferrit) und Fe_3C (Zementit), das durch eutektoiden Zerfall entsteht, der von den Korngrenzen ausgeht (Bild 3.8 oben).

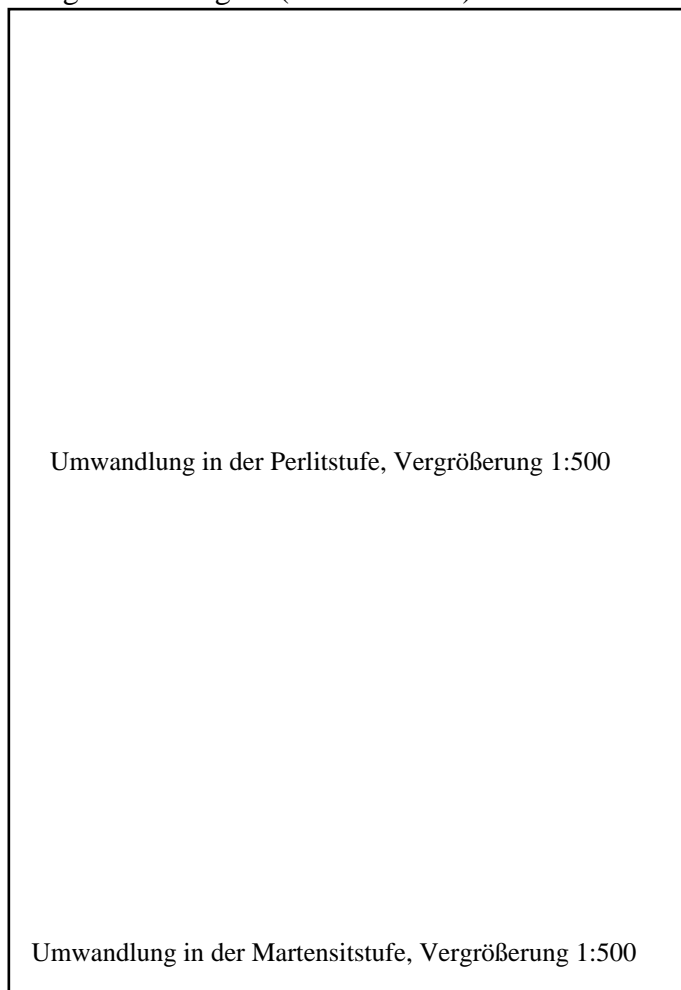


Bild 3.8³³

Einfluß der Unterkühlung auf das Gefüge eines unlegierten Stahls mit 0,45 Massen% Kohlenstoff. Ätzung mit alkoholischer Salpetersäure. Im Perlitbild sind

*die hellen Felder Ferrit,
die dunklen α -Eisen*

Zwischen den beiden Grenzfällen gibt es einen Temperaturbereich, in dem das Zusammenspiel von hoher Diffusionsgeschwindigkeit und hoher Keimbildungsrate zu einer minimalen Umwandlungszeit und somit zur Perlitnase führt. Bei der Stahlhärtung muß die Abkühlung so schnell verlaufen, daß sie - anschaulich gesprochen - links an der Perlitnase vorbeiführt. Reine Kohlenstoffstähle sind nur schwer härtbar. Durch Zusatz von Legierungselementen wie z.B. Mo wird die Perlitreaktion so verlangsamt, daß auch dickere Proben härtbar werden. Die Perlitnase würde im ZTU-Diagramm nach rechts verschoben.

Bei der Umwandlung in der Bainitstufe ist die Diffusion des Eisens und anderer substituierter Elemente zum Stillstand gekommen. Lediglich der Kohlenstoff kann noch diffundieren. Es handelt sich also um eine Scherumwandlung mit Kohlenstoffdiffusion.

3.5.3 Umwandlungen in der Martensitstufe

Umwandlungen in der Martensitphase setzen hohe Abkühlraten voraus. Der Stahl muß an der Perlitnase vorbei abgekühlt werden. Diffusionsvorgänge sind weitgehend zum Stillstand gekommen. Der Martensit entsteht durch ein gesetzmäßiges diffusionsloses Umklappen des fcc- γ -Eisens in das bcc- α -Eisen. Die Martensitplatten oder -nadeln bilden sich mit hoher Geschwindigkeit (Schallgeschwindigkeit im Kristall) bei Unterschreiten der Temperatur M_s . Die Zeit, die eine Martensitplatte zum Umklappen benötigt, gibt Horstmann³⁴ mit einer Größenordnung von 10^{-7} Sekunden an. Die Größe der einzelnen Martensitplatten wird durch Korngrenzen und bereits vorhandene Platten bestimmt. Allerdings bleibt immer ein mit dem Kohlenstoffgehalt des Stahls zunehmender Anteil an Restaustenit übrig (Bild 3.8 unten).

Die Martensittemperatur M_s ist im wesentlichen von zwei Faktoren bestimmt:

- Je höher der Kohlenstoffgehalt im Austenit ist, desto größer wird die für die Umwandlung benötigte Verzerrungsenergie. Die Differenz der freien Enthalpie zwischen Austenit und Martensit steigt, was zu einer Erniedrigung von M_s führt.
- Zulegierungen zum Eisen-Kohlenstoff-Stahl führen zu zusätzlichen Verspannungen, was ebenfalls zu tieferen Werten für M_s führt.

Drei wichtige Auswirkungen des Kohlenstoffs auf Bildung und Eigenschaft von Martensit sind:

- Stabilisierende Wirkung auf den Austenit, somit Steuerung der M_s -Temperatur.
- Tetragonale Verzerrung des krz-Gitters infolge Zwangslösung der Atome in der Oktaederlücke - jedenfalls so lange, wie die C-Atome nicht abdiffundieren können (wie dies beim Anlassen in der Stahlbehandlung geschieht).
- Verzerrung des Martensitgitters, Festigkeitssteigerung. Diese Eigenschaft wird im Versuch mittels einer Härtemessung überprüft.

3.5.4 Modell zur Stahlhärtung

³⁴ [06 HOR] S. 19

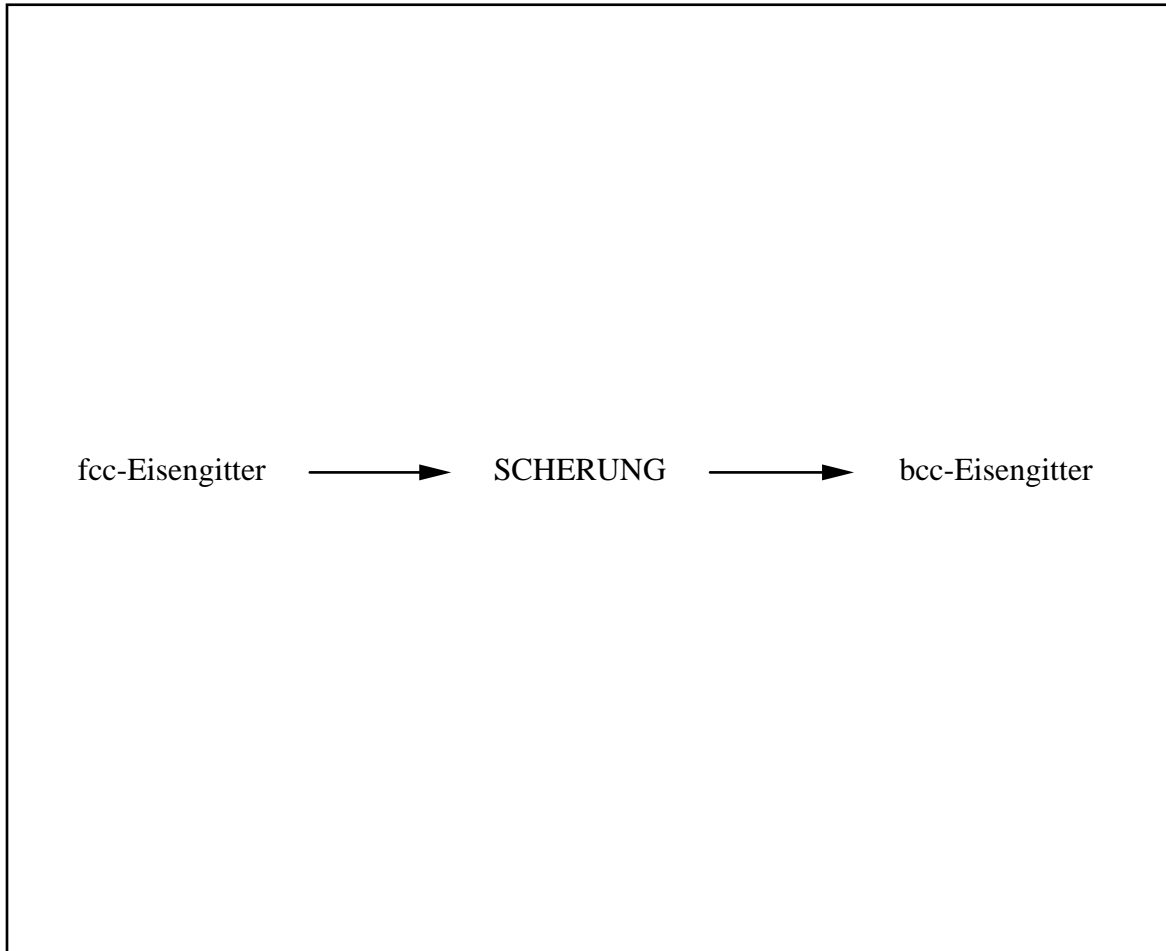


Bild 3.10

Didaktisches Modell zur Stahlhärtung. Oben ist ein reines Eisengitter ohne gelösten Kohlenstoff dargestellt. Ohne Verspannungen aufzubauen kann es geschert werden. Die beiden unteren Bilder zeigen nun eingelagerten Kohlenstoff. Die Verzerrung des Eisengitters beim Scheren ist deutlich zu erkennen.

Ein Modell, das die Auswirkungen des eingelagerten Kohlenstoffs gut veranschaulicht, wurde gebaut. Es besteht aus 56 Scheiben, die Eisenatome der (100)kfz Fläche in Draufsicht darstellen. Sie sind mit Schraubenfedern an einem Holzrahmen befestigt. Im vereinfachten Radienverhältnis $Fe/C = 1/0,414$ können nun kleinere, schwarze Scheiben eingesetzt werden, die den Kohlenstoff symbolisieren. Schert das Gitter infolge der martensitischen Umwandlung ab, so entsteht aus der (100)kfz-Fläche eine (110)krz-Fläche. Die Auswirkungen des eingelagerten Kohlenstoffs, insbesondere die Verzerrung des Gitters, sind in Bild 3.10 deutlich zu erkennen.

3.5.5 Beispiel für einen Stahl mit 0,7% Kohlenstoffgehalt³⁵

Wegen der Wichtigkeit des Verständnisses der verschiedenen Umwandlungsarten soll das Verhalten eines Stahls mit 0,7 Massen% Kohlenstoff für verschiedene Abkühlraten explizit untersucht werden. Bild 3.9 zeigt das ZTU-Schaubild.

³⁵ [SCH/BER] S. 23 f.

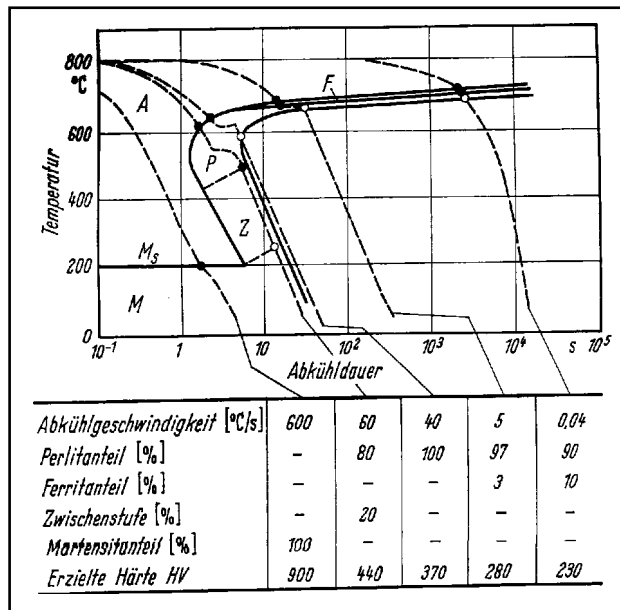


Bild 3.11³⁶
Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild für einen Stahl mit 0,7 Massen% Kohlenstoff.

A = Austenit,
F = Ferrit,
P = Perlit,
Z = Zwischenstufe (=Bainit),
M = Martensit,
ausgefüllte Kreise:
Umwandlungsbeginn,

freie Kreise: Umwandlungsende.

Das Austenitgefüge des Stahls soll unterschiedlich schnell abgekühlt werden. Da bei 0,8% C-Gehalt alle Körner zu Perlit umwandeln, sollten im vorliegenden Fall nur etwa 87% der Körner perlitisch werden. Wir betrachten folgende Fälle:

- Abkühlrate 0,04 °C/sek: Die Ferritbildung beginnt bei ca. 710 °C. Es werden nur 10% Ferrit gebildet und anschließend zwischen etwa 700 °C und 685 °C etwa 90% Perlit. Die Vickershärte [HV] beträgt nach vollständiger Abkühlung 230 HV.
- Abkühlrate 5 °C/sek: Die Ferritbildung setzt erst bei 690 °C ein, die Perlitbildung erfolgt zwischen 685 und 670 °C. Der Ferritanteil schrumpft auf 3%, das restliche Perlitgefüge ist feinstreifiger, weil der Kohlenstoff keine Zeit mehr hat, zu den weiter voneinander entfernten breiten Karbidlamellen zu diffundieren. Härte: 280 HV.
- Abkühlrate 40 °C/sek: Ferritbildung wird völlig unterdrückt. Zwischen 640 und 590 °C entsteht ein äußerst feinstreifiger Perlit, der nur 0,7% Kohlenstoff enthält. Härte: 370 HV.
- Abkühlrate 60 °C/sek: Zwischen 610 °C und 500 °C Bildung von 80% Perlit. 20% des verbleibenden Austenits wandeln in Bainit um. Bainit besteht aus Ferrit mit feinverteilten Karbiden. Härte: 440 HV.
- Abkühlrate 600 °C/sek: Der Kohlenstoff hat praktisch keine Gelegenheit mehr zur Diffusion. Bei etwa 210 °C klappt das Gitter um. Die vielen im fcc-Austenitgitter gelösten Kohlenstoffatome passen aber nicht in die kleineren Zwischengitterplätze des bcc-Ferritgitters und verzerren dieses tetragonal. Die Verzerrungen der Martensitstruktur machen sich nach außen durch die mit 900 HV sehr große Härte bemerkbar.

³⁶ [SCH/BER] S. 24 Bild 13



Stahl:
[06 HOR]
[16 SCH/BER]
[15 HAA] S 278 ff.
[HOR/WAR] S. 219 ff.

Kontrollfragen zu Kapitel 3:

- 3.1 Beschreiben Sie die Vorgänge in untereutktoidem und übereutktoidem Stahl bei der Abkühlung!
- 3.2 Welche Strukturen hat Eisen in welchen Temperaturintervallen?
- 3.3 Welche Auswirkungen hat das Umklappen des fcc-Gitters in ein bcc-Gitter?
- 3.4 Wie läßt sich das Minimum der Umwandlungszeit bei der Perlitbildung erklären?
- 3.5 Warum bleibt auch bei Temperaturen unterhalb von M_f immer eine gewisse Menge Restaustenit übrig?
- 3.6 Wie unterscheidet sich der zeitliche Ablauf einer diffusiven und einer martensitischen Umwandlung?
- 3.7 Welche Faktoren bestimmen die kritische Temperatur der Martensitbildung M_s ?
- 3.8 Was versteht man unter "Anlassen" von Stahl?

Kapitel 4:

Formgedächtniseffekt

Nach einer allgemeinen Beschreibung des Formgedächtnis-Effektes folgt eine Beschreibung der speziellen Eigenschaften von Nickel-Titan-Legierungen. Insbesondere das Verfestigungsverhalten und der elektrische Widerstand sind Gegenstand der Betrachtung.

Lernziele:



- Beschreibung des Einweg- und des Zweiwegeffektes.
- Verständnis der Vorgänge in der Gitterstruktur bei unterschiedlich starken Verformungen von NiTi.
- Kenntnis des Phasendiagrammes von NiTi, insbesondere zwischen 40 und 60 Atom% Titan.
- Verständnis des Verfestigungsverhaltens von NiTi bei verschiedenen Temperaturen.
- Kenntnis des Widerstandsverlaufes bei NiTi.

4.1 Allgemeine Beschreibung

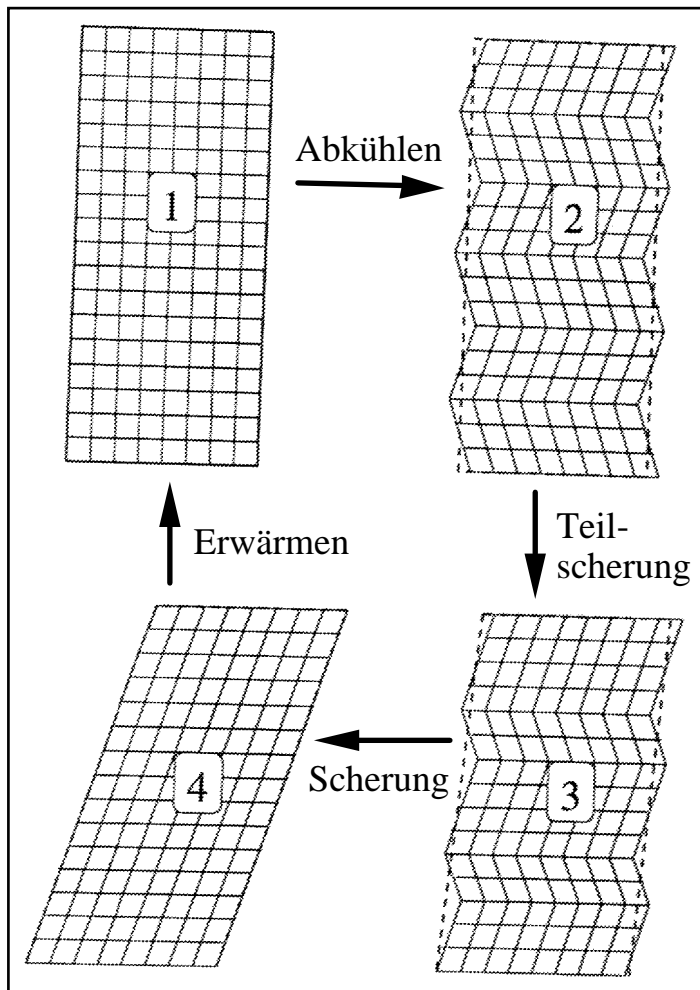


Bild 4.1³⁷
Schematische Darstellung des Formgedächtniseffektes

Der Mechanismus des Formgedächtniseffektes ist in vereinfachter Weise in Bild 4.1 dargestellt. Der Einkristall einer Formgedächtnislegierung befindet sich zunächst in der Hochtemperaturphase. Beim Abkühlen wandelt er sich in eine verzwilligte Martensitstruktur (Niedertemperaturphase) ohne makroskopische Formänderung um. Durch Einwirken einer ausreichenden mechanischen Spannung erfolgt eine bleibende Formänderung durch Verschieben der hochbeweglichen Zwillingsgrenzen. Beim Erwärmen über eine bestimmte Temperatur entsteht aufgrund der Reversibilität der thermoelastischen martensitischen Umwandlung die Hochtemperaturphase mit der ursprünglichen Kristallorientierung, womit zwangsläufig eine Formrückkehr verbunden ist. Prinzipiell lassen sich der Einweg- und der Zweiwegeeffekt unterscheiden.

4.2 Einwegeffekt

Wird ein Werkstoff (z. B. Draht) im martensitischen Zustand so weit verformt, daß zwar reversible Martensitverformung durch Verschieben der hochbeweglichen

³⁷ [06 HAI] Kapitel zur martensitischen Umwandlung

Zwillingsgrenzen stattfindet, jedoch noch keine irreversible Verformung durch Versetzungsbewegung auftritt, so erfolgt bei Erwärmung eine Umwandlung in die Hochtemperaturphase. Die ursprüngliche Probenform stellt sich wieder ein. Wesentlich dabei ist, daß eine anschließende Abkühlung keine weitere Formänderung mit sich bringt. Dieser Vorgang heißt dann Einwegeffekt.

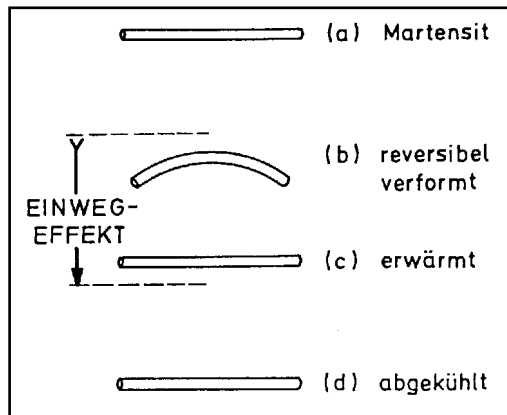


Bild 4.2³⁸

Schematische Darstellung des Einwegeffektes

Die Induzierung dieses Einwegeffektes kann nahezu beliebig oft wiederholt werden, sofern die jeweiligen Martensitverformungen klein sind. Bei stärkerer Verformung ist infolge der irreversiblen Anteile nicht mehr mit einer vollständigen Formrückkehr zu rechnen.

Beim Erwärmen eines Elementes mit Einwegeffekt erfolgt zunächst keine Bewegung. Erst beim Erreichen der A_s Temperatur beginnt die Formänderung, wobei die gesamte Effektfaltung in einem kleinen Temperaturbereich, beim Nickel-Titan zum Beispiel innerhalb von 20 K erfolgt. Die A_s -Temperatur kann je nach Legierungszusammensetzung zwischen etwa -150 °C und +150 °C liegen. Innerhalb dieses Bereiches können beliebige A_s -Werte durch die Legierungszusammensetzung eingestellt werden. Dabei liegt eine äußerst starke Abhängigkeit vor, so daß je nach Legierungszusammensetzung bereits eine Änderung von 0,1 % eine Verschiebung der A_s -Temperatur um 10 Kelvin bewirken kann.³⁹

4.3 Zweiwegeffekt

³⁸ [08 TAU] S. 65 Bild 3.2

³⁹ Nach [09 TAU/STÖ] S. 186

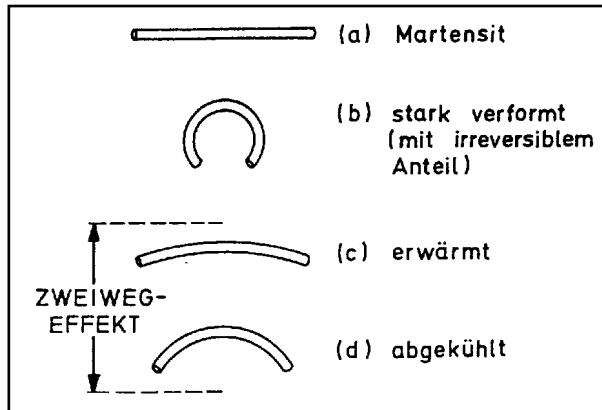


Bild 4.3⁴⁰
Schematische Darstellung des

Zweiwegeeffektes

Durch die starke Biegeverformung eines Drahtes tritt neben der Bewegung der Zwillingsgrenzen (reversibel) auch eine irreversible plastische Verformung auf, wobei eine bestimmte Versetzungsstruktur erzeugt wird. Bei Erwärmung wird zunächst der reversible Anteil der Martensitverformung rückgängig gemacht, wodurch eine Formänderung in Richtung der ursprünglichen Form stattfindet. Irreversible Verformungen können nicht rückumgewandelt werden. Der Draht bildet eine "Hochtemperaturphase" aus. Beim Abkühlen bilden sich unter dem Einfluß des Spannungsfeldes der Versetzungen bevorzugte Martensitvarianten, welche die Entstehung einer "Niedertemperaturform" bewirken. Beim Durchlaufen mehrerer Temperaturzyklen werden dann jeweils diese beiden Formen angenommen. Die Probe "erinnert" sich sowohl an die Hochtemperatur- als auch an die Niedertemperaturphase. Der Vorgang heißt Zweiwegeeffekt und ist in Bild 4.3 schematisch dargestellt.

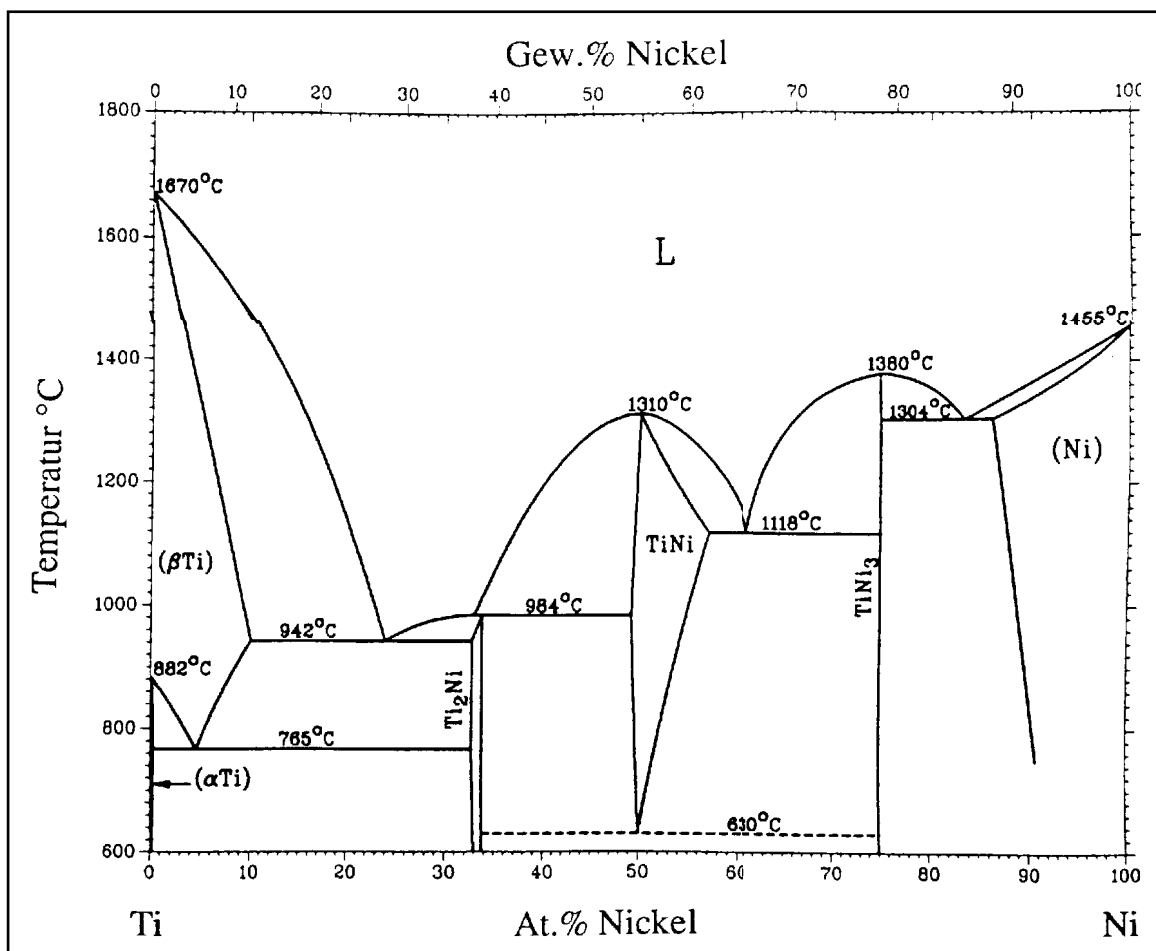
4.4 Eigenschaften von Nickel-Titan-Legierungen

Für technische Anwendungen des Formgedächtniseffektes haben sich bislang drei Legierungsgruppen NiTi, Cu-Zn-Al und Cu-Al-Ni als geeignet erwiesen.⁴¹

Als Prototyp gilt die intermetallische Verbindung NiTi mit einem Nickel-Gehalt von etwa 50 Atom% bzw. 55 Massen%. Unter dem Namen Nitinol (Nickel-Titan-Naval-Ordonance-Laboratory) wurde dieser Werkstoff Anfang 1962 von Buehler et al. in den USA entwickelt.

⁴⁰ [08 TAU] S. 67 Bild 3.3

⁴¹ [09 TAU/STÖ] S. 188

Bild 4.4⁴²

Zustandsdiagramm von Nickel-Titan-Legierungen

Das Phasendiagramm in Bild 4.4 zeigt, daß drei intermetallische Phasen existieren: NiTi_2 , Ni_3Ti und NiTi . Die am besten untersuchte Verbindung ist NiTi mit ihren Formgedächtniseigenschaften. Die intermetallische Phase NiTi besteht aus einer einfach kubischen Struktur des B2-Typs (CsCl-Struktur) und ist bis zu ihrem Schmelzpunkt bei 1312 °C geordnet. Der Homogenitätsbereich erstreckt sich von 49,5 bis 57 Atom% Nickel. Beim Abkühlen zeigt NiTi eine reversible martensitische Umwandlung, die je nach Zusammensetzung zwischen 0 und 100 °C stattfindet. Dabei wandelt sich die B2-Struktur in eine verzerrte orthorhombische Martensitstruktur B19', ähnlich der B19-Struktur, um.

Die folgende Zusammenstellung zeigt einige charakteristische Daten des NiTi ⁴³:

Dichte:	6,4 bis 6,5 g/cm ³
Elektrische Leitfähigkeit:	1 bis 1,5 · 10 ⁶ S/m
Zugfestigkeit:	800 bis 1000 N/mm ²
Bruchdehnung:	40 bis 50 %
Maximale A _s -Temperatur:	120 Grad Celsius
Maximaler Einwegeffekt:	8%
Maximaler Zweiwegeffekt:	5%
Überhitzbarkeit:	400 °C

⁴² [23 EWE] S. 44

⁴³ [09 TAU/STÖ] S. 189, Tabelle 1

Zahl der thermischen Zyklen: 100.000

Im folgenden werden Kristallografie sowie mechanische und elektrische Eigenschaften von NiTi genauer beschrieben.

4.4.1 Kristallografische Eigenschaften von NiTi

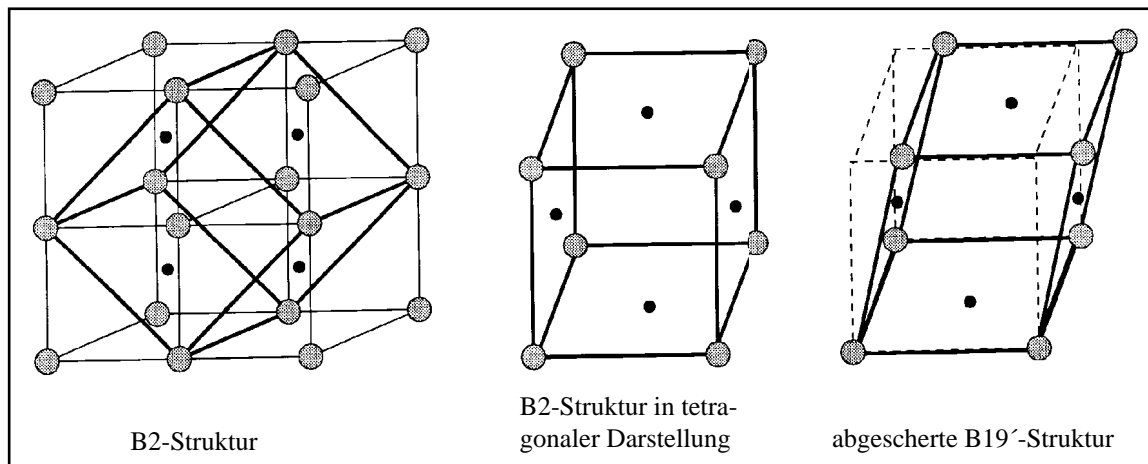


Bild 4.5⁴⁴

Die Transformation von der B2- zur B19'-Struktur

Die kristallografische Umwandlung der B2-Struktur in die martensitische B19'-Struktur kann wie folgt beschrieben werden:⁴⁵

Hauptsächlich besteht die Umwandlung aus einer Scherung der Einheitszelle der B2-Kristallstruktur auf einer (110)-Fläche um etwa 7 Grad. Die entstandene Struktur heißt B19-Struktur. In der gescherten Matrix finden sodann alternierende Verschiebungen einzelner Ebenen und Atomrelaxationen statt, was zur B19'-Struktur führt. Das Volumen der Einheitszelle ändert sich bei der Umwandlung vom Austenit zum Martensit kaum.

4.4.2 Mechanische Eigenschaften von NiTi

Austenit- und Martensitphase des Nickel-Titans zeigen charakteristische Unterschiede im Festigkeitsverhalten. Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm des Austenits gleicht oberhalb einer kritischen Temperatur M_d , die größer als A_f ist, dem konventioneller Legierungen. Nach Erreichen der Streckgrenze findet die plastische Verformung unter Bildung und Bewegung von Versetzungen statt.

Das Verfestigungsverhalten des Martensits ist dagegen recht ungewöhnlich. Es ist gekennzeichnet durch das sogenannte Martensitplateau, einem Bereich mit sehr geringer Verfestigung (siehe Bild 4.6). In diesem Bereich, der bei der pseudo-plastischen Streckgrenze R_t einsetzt, bleibt die Spannung auch bei zunehmender Dehnung weitgehend konstant. Hochbewegliche Zwillingsgrenzen werden verschoben ("Entzwillingen"). Die dafür nötige Spannung ist wesentlich geringer als die für die Bildung und Bewegung von Versetzungen. Durch Entzwillingen kann die martensitische Probe etwa 8% (pseudo-)

⁴⁴ [22 HAI] Kapitel zur martensitischen Umwandlung

⁴⁵ [23 EWE] S. 9ff.

plastisch verformt werden⁴⁶. Dabei sind die Spannungen etwa um einen Faktor fünf niedriger⁴⁷, als die für die Verformung des Austenits nötigen Spannungen. An das Martensitplateau schließt sich ein zweiter elastischer Bereich an. Erst bei Erreichen der "wahren" Streckgrenze R_p erfolgt die Verformung konventionell durch Versetzungsbewegung. Die Verformung im Bereich des Martensitplateaus kann durch Erwärmung rückgängig gemacht werden (Einwegeffekt).

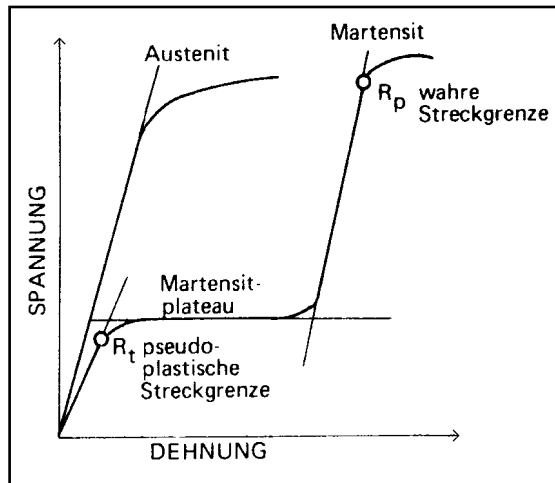


Bild 4.6⁴⁸
Spannungs-Dehnungs-Kurven des

Austenits und des Martensits

Ein ebenfalls ungewöhnliches Spannungs-Dehnungs-Diagramm beobachtet man im Temperaturbereich zwischen A_f und der kritischen Temperatur M_d . Der "Pseudoelastische Effekt" ist auf Bildung von spannungsinduziertem Martensit zurückzuführen. Wird eine Formgedächtnislegierung im Austenit (jedoch unterhalb von M_d) belastet, so entstehen bevorzugte Martensitvarianten, die versuchen, die äußere Belastung abzubauen. Im Falle einer Zugspannung würde dies zu einer Probenverlängerung führen. Das bedeutet aber auch, daß bei der thermoelastischen martensitischen Umwandlung, wie sie das NiTi zeigt, Temperatur und äußere Spannung austauschbare Variablen sind.

So kann Martensit auf zwei Arten gebildet werden:

- Durch Senken der Temperatur unterhalb von M_s oder
- durch eine äußere Druck-/Zugbelastung (Voraussetzung: $T < M_d$).

Überhalb von M_d ist das Verfestigungsverhalten konventionell. Es wird kein Martensit mehr induziert. Eine Zusammenfassung dieses Verhaltens liefert noch einmal Bild 4.7.

⁴⁶ [05 STÖ] S. 34

⁴⁷ [10 RIT] S. 154

⁴⁸ [10 RIT] S. 155 Bild 6.3

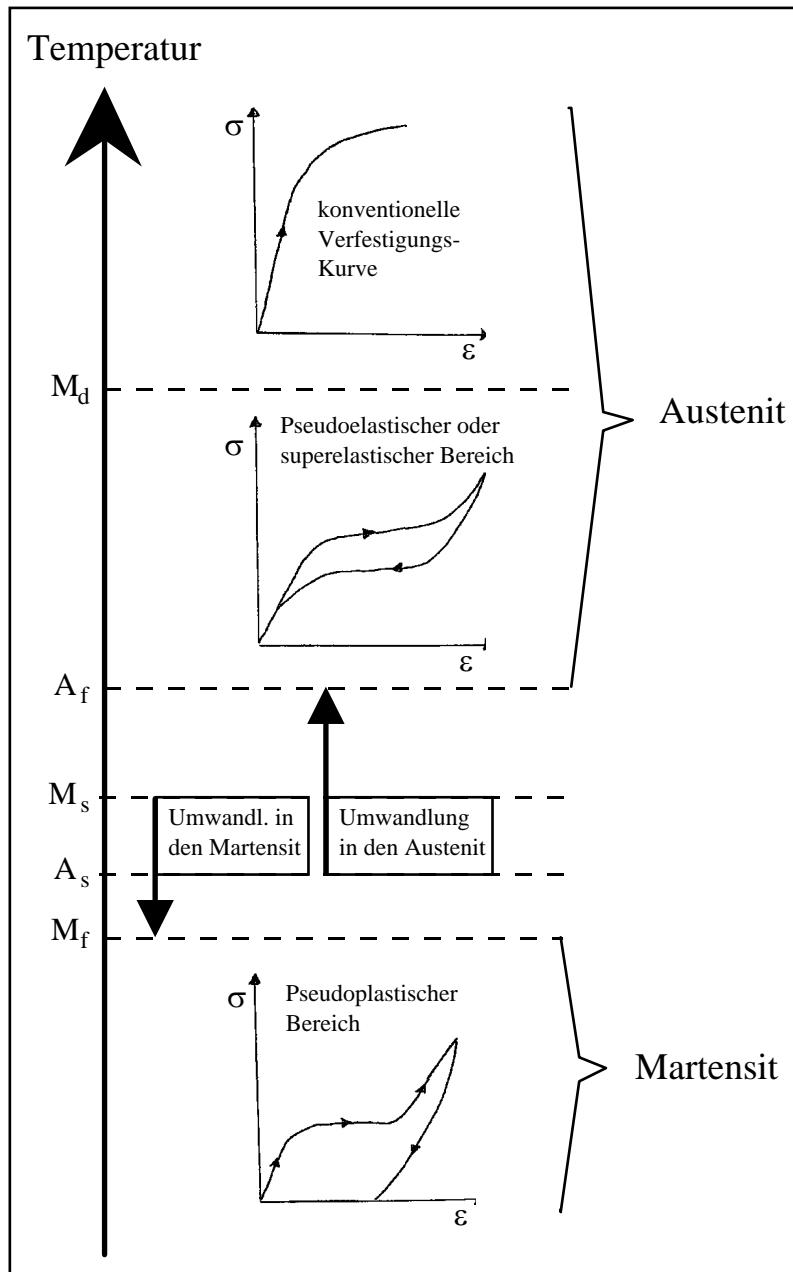


Bild 4.7
Zusammenfassende
Darstellung des

Festigungsverhaltens bei Nickel-Titan-Legierungen. Die Temperaturskala ist nicht maßstabsgetreu.

4.4.3 Elektrische Eigenschaften von NiTi

Mit der martensitischen Umwandlung geht eine Änderung des elektrischen Widerstandes der untersuchten Legierungen einher. Um diesen Effekt zu verstehen, muß man sich mit der Theorie des Widerstandes näher beschäftigen. Bei einem kompakten Festkörper ist der spezifische Widerstand σ_{ges} von der Temperatur und der inneren Struktur abhängig. σ_{ges} läßt sich also in zwei Anteile zerlegen:

$$(4.1) \quad \sigma_{ges} = \sigma_{Temperatur} + \sigma_{Aufbau}$$

- $\sigma_{Temperatur}$: Die Leitungselektronen werden an Phononen (Gitterschwingungen) gestreut. Je größer die Temperatur ist, desto größer wird daher auch $\sigma_{Temperatur}$.

- σ_{Aufbau} : Die Leitungselektronen werden an Unregelmäßigkeiten im Kristallaufbau gestreut (z.B. Gitterbaufehler, Leerstellen, Versetzungen, Korngrenzen). Je mehr solche Störstellen es gibt, desto größer wird σ_{Aufbau} .

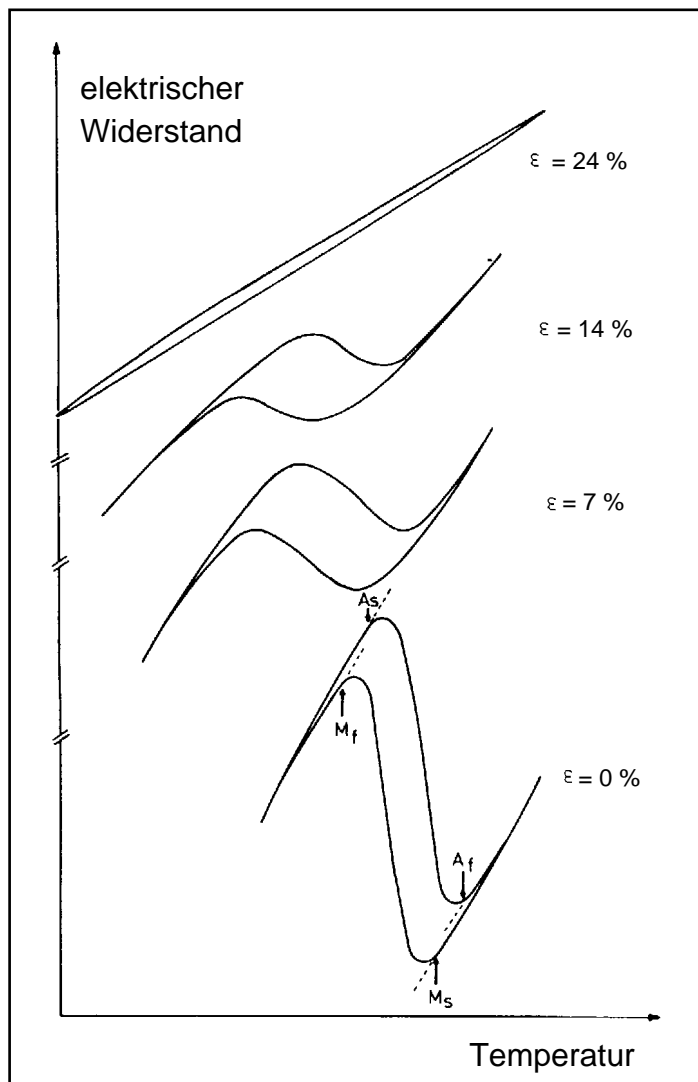


Bild 4.8⁴⁹
 Wird ein martensitischer Umwandlungszyklus durchlaufen, so hängt der elektrische Widerstand von der Temperatur und der Vordehnung des Materials ab.

Bild 4.8 zeigt den Verlauf einiger Widerstandskurven in Abhängigkeit von der Temperatur und verschiedener, konstanter Dehnungen eines Formgedächtnis-Drahtes. Die Kurven lassen sich wie folgt interpretieren⁵⁰:

- Im betrachteten Temperaturintervall zwischen 0 und 100 °C spielt der Einfluß von $\sigma_{\text{Temperatur}}$ nur eine untergeordnete Rolle. Die Effekte sind durch σ_{Aufbau} erklärbar.
- Für jede Vordehnung ist der spezifische Widerstand in der Austenitphase geringer als in der Martensitphase. Ursache ist der feingliedrigere Aufbau des Martensitgefüges, in dem es mehr Störstellen gibt als im Austenit. Hinzu kommen die ungünstigeren geometrischen und Winkelverhältnisse im "gesicherten" Martensit, die ebenfalls σ_{Aufbau} erhöhen.

⁴⁹ [11 HOR] S. 18 Bild 1.15

⁵⁰ [25 RIV] C8-623

- Mit steigender Dehnung des Materiales steigt auch der Widerstand (sowohl im Austenit als auch im Martensit). Die äußere Belastung bewirkt eine verzerrte Geometrie sowie vom idealen Kristallaufbau abweichende Fehlstellungen, die der Kraft entgegenwirken. In der Summe steigt auch hier σ_{Aufbau} .
- Je stärker die Vordehnung des Materiales, desto flacher verläuft die Hysterese. Die Änderung von σ_{Aufbau} durch die martensitische Umwandlung fällt bei ohnehin schon größerer Dehnung nicht so sehr ins Gewicht wie ohne Belastung des Drahtes.

Im Versuch wird nicht der spezifische, sondern der ohmsche Widerstand R gemessen. Der spezifischen Widerstand σ errechnet sich daraus:

$$(4.2) \quad \sigma = \frac{RA}{l}$$

Dabei ist A die Querschnittsfläche des Drahtes und l seine Länge.

σ wird für Festkörper üblicherweise in $\mu\Omega\text{cm}$ gemessen. Bei NiTi mit 50 Atom% Nickel ergibt sich je nach Kristallstruktur ein spezifischer Widerstand von etwa 60 bis 82 $\mu\Omega\text{cm}$.⁵¹ Zum Vergleich: Der spezifische Widerstand von Kupfer liegt bei 4 $\mu\Omega\text{cm}$. Durch die Messung des elektrischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur können, wie Bild 4.8 zeigt, die Umwandlungstemperaturen M_s , M_f , A_s und A_f bestimmt werden.



Formgedächtniseffekt:

[05 STÖ],
[10 RIT],
[09 TAU/STÖ]
[12 JAC]

Kristallografie der NiTi-Umwandlung:
[23 EWE]

Kontrollfragen zu Kapitel 4:

- 4.1 Wie muß ein NiTi-Draht behandelt werden, um den Einweg- bzw. den Zweiwegeffekt beobachten zu können?
- 4.2 Was versteht man unter dem pseudoelastischen und dem pseudoplastischen Verhalten einer NiTi-Legierung?
- 4.3 Beschreiben Sie die Gitterstrukturen von NiTi im Austenit und im Martensit.
- 4.4 Wie kann das Martensitplateau erklärt werden?
- 4.5 Beschreiben und erklären Sie die Abhängigkeit des elektrischen Widerstandes von der Temperatur im NiTi.
- 4.6 Beschreiben Sie einige Anwendungen, die Sie sich für den Formgedächtnis-Effekt vorstellen könnten, sowie die resultierenden Anforderungen an das Material.

Kapitel 5:

NiTi-Zugversuch

Nach den vier Theoriekapiteln geht es jetzt konkret um den NiTi-Zugversuch. Meßmethoden werden erläutert und theoretische Grundlagen der praktisch angewandten Verfahren bei der Durchführung beschrieben.

⁵¹ Werte aus [12 JAC] S. 23

Lerninhalte:



- Kenntnis der Apparatur und ihrer Funktionsweise beim NiTi-Zugversuch.
- Verständnis des Zusammenwirkens verschiedener Bauteile zur Meßwerterfassung.
- Kontaktierung des Drahtes und Einbau in die Apparatur.
- Auswertung von Meßdaten mit fertigen Programmpaketen.

5.1 Zielsetzung

In den vorhergehenden Kapiteln wurden theoretische Grundlagen zur martensitischen Umwandlung und zum Formgedächtniseffekt beschrieben. Für eine qualitative und quantitative Untersuchung im Rahmen eines Laborpraktikums kommen besonders das Verfestigungsverhalten bei verschiedenen Temperaturen und die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes (Hysterese) bei der Hin- und Rückumwandlung in Frage. Ein am Lehrstuhl bereits vorhandener NiTi-Draht (die genaue Zusammensetzung war zunächst unbekannt) sollte als Probe eingesetzt werden.

Wesentliche praktische Aufgabe dieser Arbeit war es, eine Versuchsapparatur zu entwickeln, mit der sich beide Effekte untersuchen lassen. Das Ergebnis wurde "Zugversuch" genannt. In diesem Kapitel wird zunächst der Aufbau erläutert (Abschnitt 5.2). Um den Überblick nicht zu verlieren werden die verschiedenen Meßprinzipien hier nur kurz angeschnitten. In Abschnitt 5.3 sind sie genau erklärt. Hier werden auch die Bauteile und Geräte beschrieben, die für die Messungen zur Verfügung stehen. Die konkrete Vorgehensweise bei der Untersuchung des Verfestigungsverhaltens und der Widerstandshysterese (Anleitungen für den Praktikanten) ist in Abschnitt 5.4 erklärt. Abschnitt 5.5 faßt noch einmal die Aufgabenstellung zur Durchführung und Auswertung zusammen.

5.2 Aufbau des NiTi-Zugversuchs

5.2.1 Meßgrößen und Anforderungen an den Aufbau

Um das Verfestigungsverhalten bei verschiedenen (aber jeweils konstanten) Temperaturen zu untersuchen, muß es möglich sein, Dehnungs-Spannungs-Diagramme aufnehmen zu können, und natürlich die Temperatur des Drahtes zu verändern und zu messen.

Meßgrößen sind daher die Temperatur T , die Drahtlänge L (später in Längenänderung, also Dehnung umzurechnen) und die Zugkraft F des Drahtes (später in Zugspannung σ umzurechnen).

Anforderungen an die Konstruktion der Apparatur sind:

- der Draht muß sich von außen bis maximal 10% (vgl. Abschnitt 4.4.2) dehnen lassen,
- die Längenänderung muß sich registrieren lassen,
- die Temperatur des Drahtes muß sich zwischen etwa 20 und 100 °C fest einstellen und messen lassen und
- die Zugkraft, die der Draht infolge seiner Dehnung entwickelt, muß registriert werden können.

Für die Aufnahme einer Widerstands-Temperatur-Hysterese, aus der sich dann die Umwandlungstemperaturen bestimmen lassen, muß der Widerstand R in Abhängigkeit von der Temperatur T des Drahtes gemessen werden.

Anforderungen an die Konstruktion der Apparatur:

- der Widerstand am Draht (erwartet wird eine Größenordnung von einigen Ohm) muß registriert werden, sinnvollerweise mit der Vierpunktmethode,
- der Draht muß elektrisch isoliert befestigt werden und
- die Temperatur des Drahtes muß sich innerhalb der Umwandlungstemperaturen kontinuierlich verändern lassen.

Bild 5.1 zeigt schematisch die Lösung der Konstruktionsaufgaben. Die relevanten Meßgrößen sind eingezeichnet. Die Apparatur wird im folgenden Abschnitt genauer erklärt.

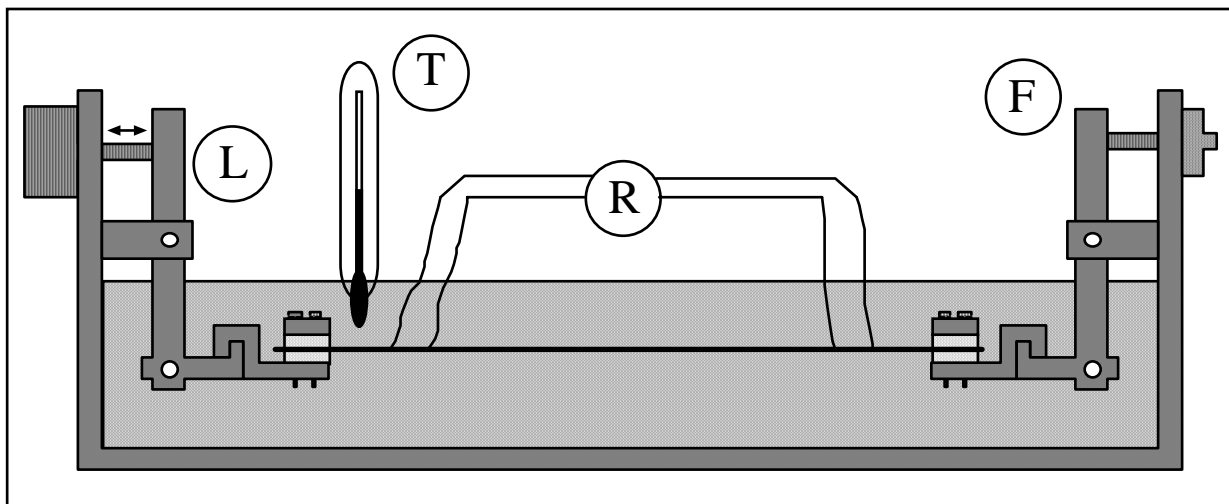


Bild 5.1

Schematische Skizze der Zugversuchs-Apparatur. Die Buchstaben stehen für die zu messenden physikalischen Größen: L: Länge des Drahtes (bzw. seine Dehnung), T: Temperatur des Drahtes, R: Drahtwiderstand und F die Zugkraft des Drahtes (bzw. die Zugspannung).

5.2.2 Konstruktive Umsetzung der Anforderungen an den Aufbau

Herzstück des Versuchs ist ein etwa 20 cm langer NiTi-Draht (Durchmesser 0,13 mm). Um den Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur messen zu können, ist eine vollständige elektrische Isolierung des Drahtes nötig. Zudem soll die Temperatur variabel sein. Die Lösung brachte das Einspannen des Drahtes zwischen zwei isolierte Klemmen in einem Ölbad (Bilder 5.1 und 5.2). Als Gefäß für das Öl dient eine Stahlwanne, an dessen Boden sich ein Heizdraht befindet (übersichtlichkeitshalber nicht eingezeichnet). Vom Strom durchflossen erwärmt er das Ölbad und damit auch den NiTi-Draht. Die Temperatur läßt sich kontinuierlich erhöhen. Sie wird durch ein Thermoelement gemessen. Um das Ölbad in endlicher Zeit auch wieder abkühlen zu können, befindet sich die gesamte Stahlwanne in einer Blechwanne mit einem offenen Kühlwasserkreislauf.

Etwas schwieriger zu realisieren ist die Änderung der Drahtlänge von außen. Bild 5.2 zeigt noch einmal den Versuchsaufbau mit den hierfür nötigen Bauelementen. Ist der NiTi-

Draht isoliert zwischen den Klemmen eingespannt, kann er zwischen zwei beweglichen Hebeln in die Stahlwanne eingehängt werden.

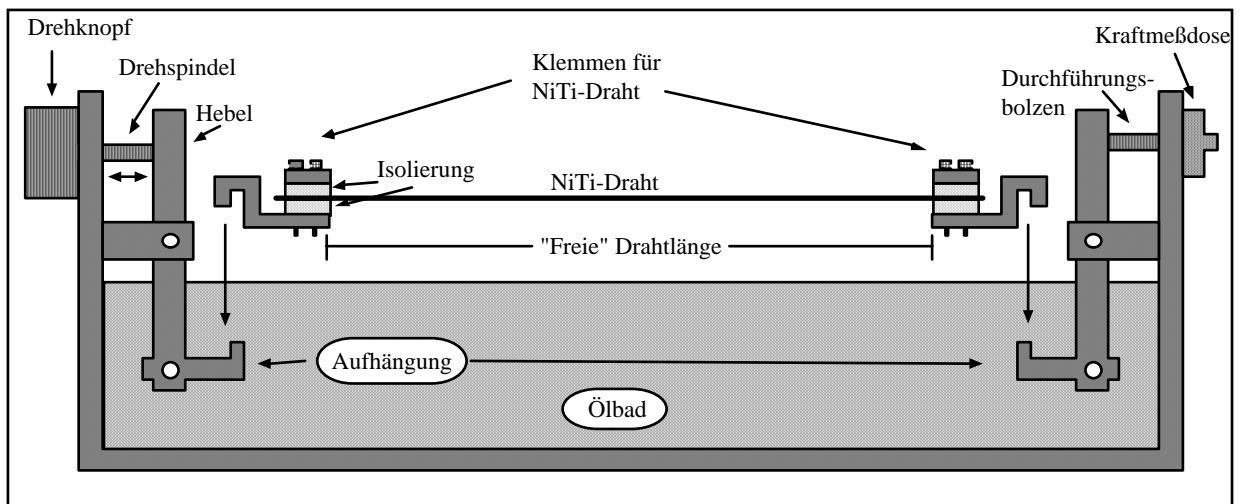


Bild 5.2

Einbau des eingespannten NiTi-Drahtes in die Versuchsapparatur und Vorrichtungen für die Aufnahme des Spannungs-Dehnungs-Diagramms

Rechts im Bild ist außen an der Stahlwanne eine Kraftmeßdose fixiert. Die Zugspannung des eingehängten Drahtes wird über den Hebel und einen Durchführungsbolzen auf die Dose übertragen. So läßt sich die Zugkraft F des Drahtes messen. Links in der Skizze befindet sich ein Drehknopf, mit dem sich eine Spindel in die Stahlwanne hinein und auch wieder herausdrehen läßt. Die Spindel wirkt über einen Hebel direkt auf den eingespannten Draht, so daß sich dessen Länge mit jeder Spindeldrehung verändert.

An diesem linken Hebel (wegen der besseren Übersichtlichkeit nicht in der Skizze enthalten) ist über eine Durchführung nach außen ein Schiebewiderstand befestigt. Je nach Stellung des Hebels kann so auf die aktuelle Länge des eingespannten Drahtes zurückgeschlossen werden. Bild 5.3 zeigt ein Foto der beschriebenen Apparatur, Bild 5.4 die komplett angeschlossene Stahlwanne in dem Wasserbecken mit dem offenen Kühlwasserkreislauf.

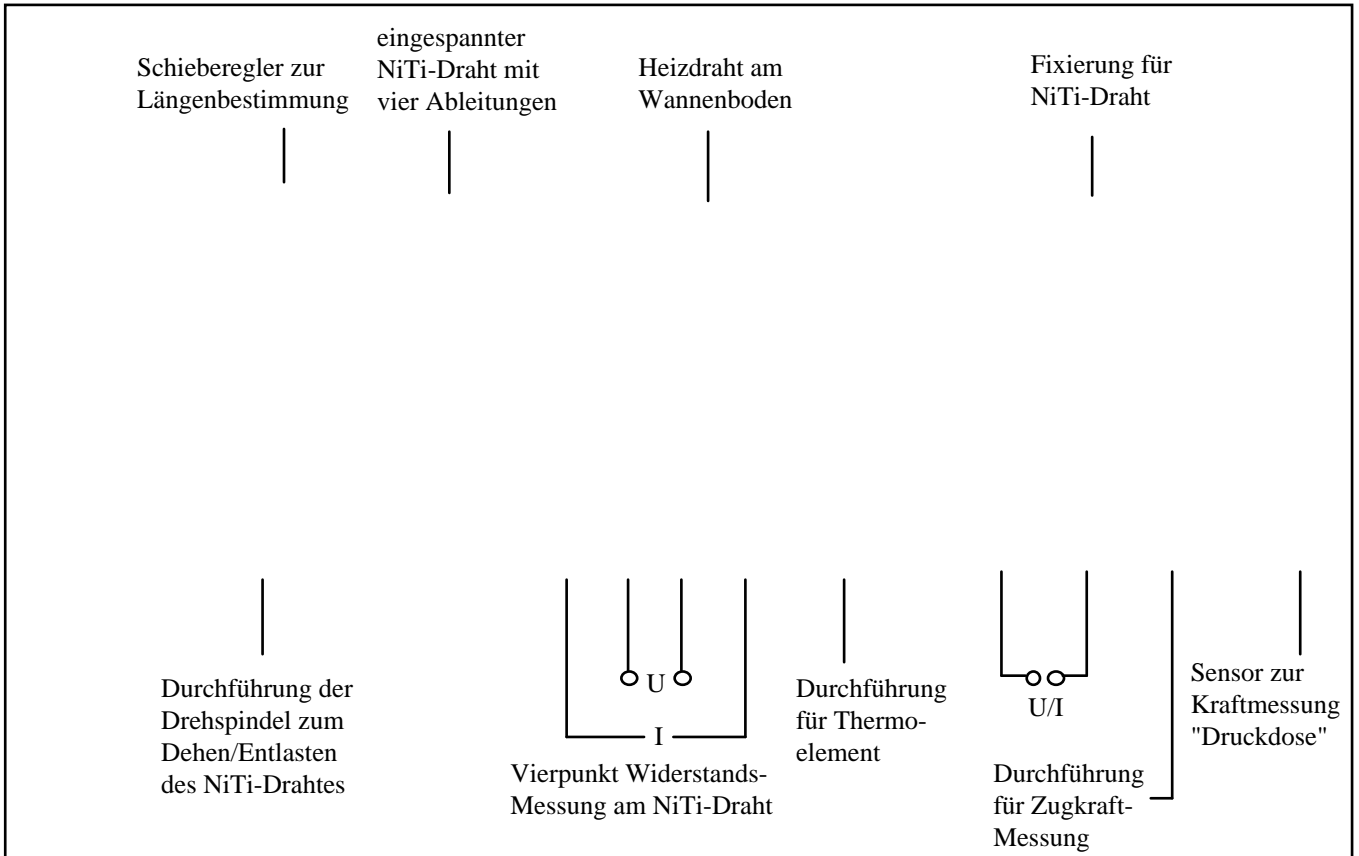


Bild 5.3
Apparatur für den NiTi-Zugversuch

5.2.3 Periphere Geräte und Verkabelung

Da nun prinzipiell die Meßgrößen und die Konstruktion der Apparatur erläutert wurden, stellt sich die Frage, welche zusätzlichen Geräte zur Realisierung des Versuchs und für die Meßwertaufnahme gebraucht werden.

Bild 5.5 zeigt deshalb schematisch den kompletten Versuchsaufbau mit allen Geräten und Verkabelungen. Deren Funktionsweise wird in diesem Abschnitt erläutert.

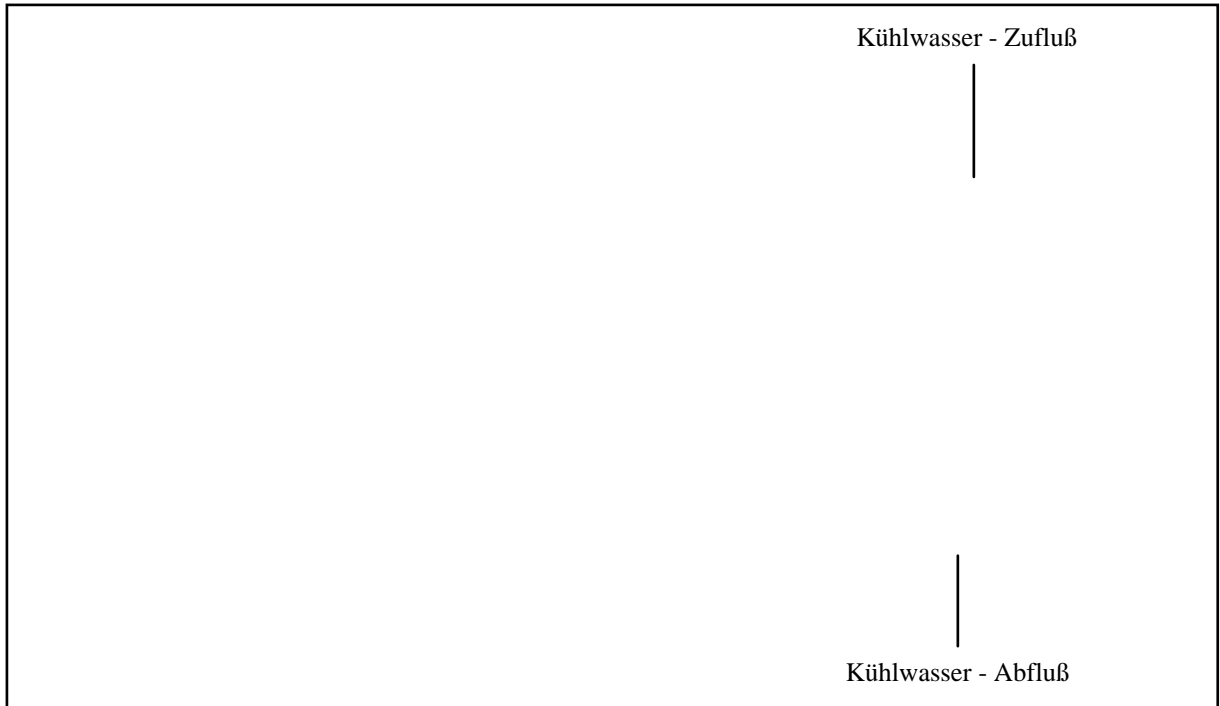


Bild 5.4
Zuversuch-Apparatur komplett angeschlossen in Blech-Kühlwanne

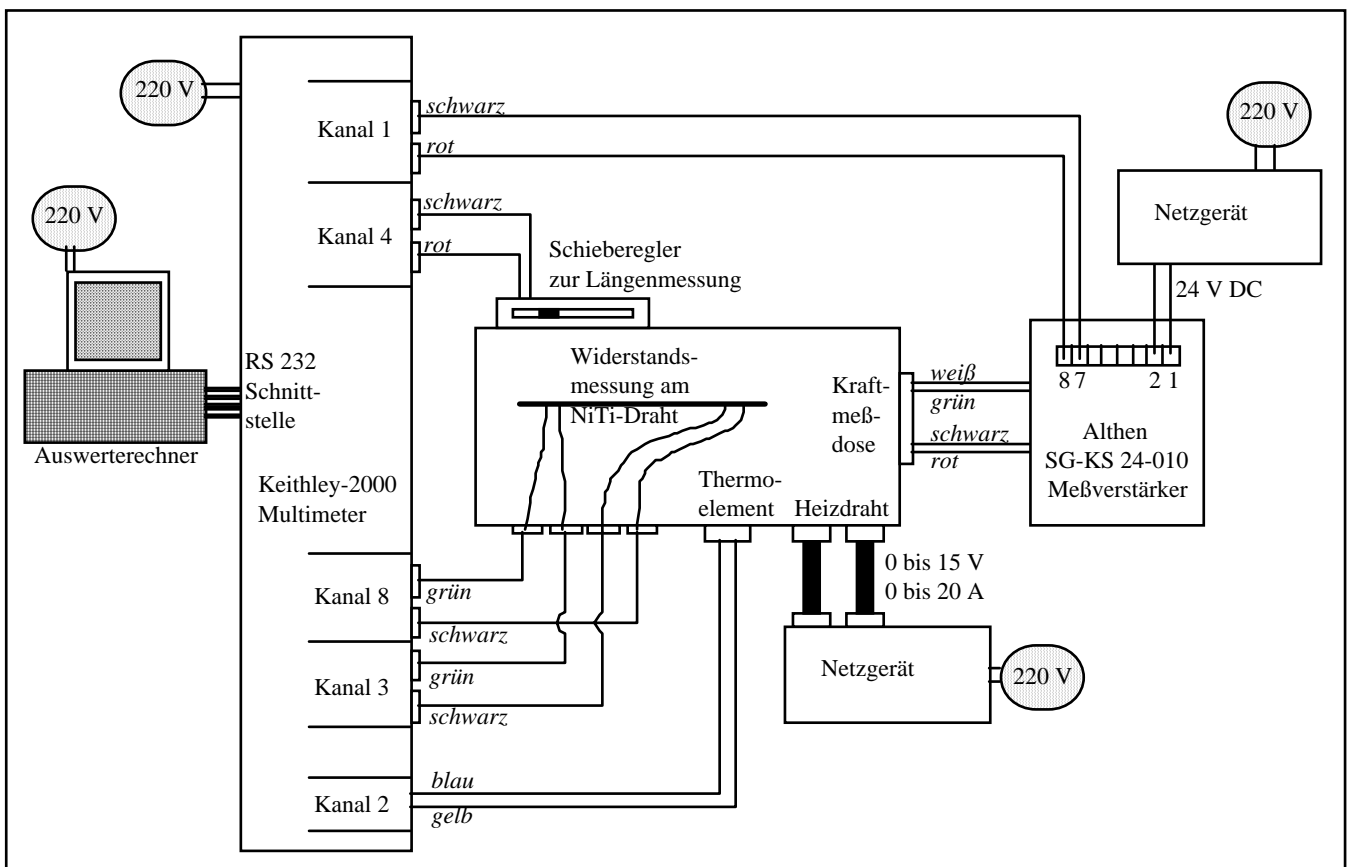


Bild 5.5
Verkabelung des kompletten NiTi-Zugversuchs

- Herzstück in der Mitte von Bild 5.5 ist die eben beschriebene Zugversuch-Stahlwanne.
- Das Netzgerät rechts unterhalb der Stahlwanne liefert den Strom für den Heizdraht.
- Rechts neben der Kraftmeßdose ist der Althen-SG-KS 24-010 Meßverstärker eingezeichnet, der ebenfalls von einem Netzgerät (24 V DC) gespeist wird. Der Verstärker übernimmt die Stromversorgung der Kraftmeßdose (rotes und schwarzes Kabel) sowie das Auslesen und Verstärken des Kraftsignals (weißes und grünes Kabel).
- Ein Keithley-2000-Vielfachmultimeter, im Bild links neben der Stahlwanne, ermöglicht es, die gewünschten Meßwerte nahezu zeitgleich aufzunehmen. Alle Gerätekomponenten des Zugversuches, die Meßdaten liefern, sind daher mit den Eingängen der verschiedenen Kanäle des Multimeters über eine Anschlußleiste und Bananenstecker an der Gehäuserückseite verbunden. Die einzelnen Kanäle sind dabei wie folgt belegt:
 - Kanal 1: Meßsignal aus dem Althen-Verstärker (Zugkraft des Drahtes).
 - Kanal 2: Temperatur des Ölbad (über ein Ni/CrNi-Thermoelement).
 - Kanal 3 (intern wegen der Vierpunktmessung mit Kanal 8 gekoppelt): Elektrischer Widerstand des NiTi-Drahtes.
 - Kanal 4: Länge des NiTi-Drahtes.

Die einzelnen Meßverfahren werden in Abschnitt 5.3 genauer erklärt.

- Während des Versuchs übernimmt ein Computer die Ansteuerung der verschiedenen Kanäle des Multimeters. Allerdings können die aktuellen Meßgrößen auch von Hand überprüft werden. Mit der Taste <local> auf der Frontplatte des Multimeters wird die Fernsteuerung aufgehoben. Mit den Tasten --> und <-- können nun die vier belegten Kanäle einzeln angesteuert werden. Mit den blauen Funktionswahltasten (<DCV>, <TEMP>, ...) kann die gewünschte Meßgröße gewählt und an der Anzeige der aktuelle Wert abgelesen werden. Im Bild 5.6 wurde auf Kanal 2 die Temperatur in °C gemessen. Neben der Steuerung übernimmt der Computer die Aufgabe, die Meßwerte für die spätere Auswertung zu speichern.

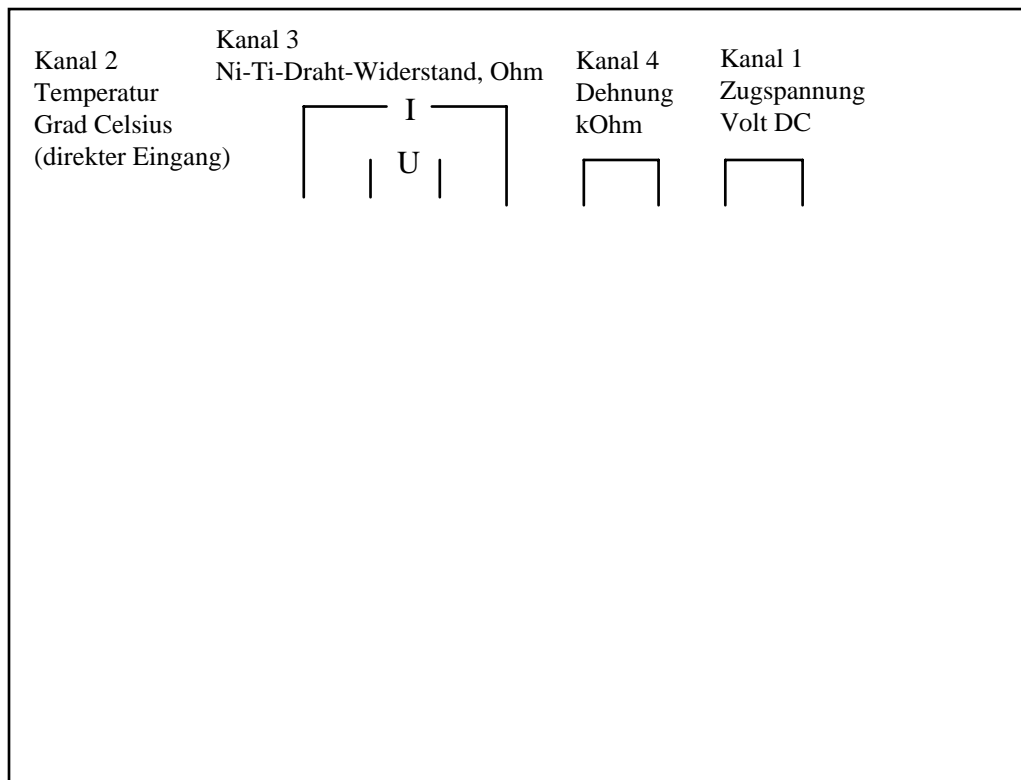


Bild 5.6

Frontansicht des Keithley-2000 mit aufgeschraubter Anschlußleiste

5.3 Meßverfahren und Detailbeschreibungen

Mit der Beschreibung der Zielsetzung des Zugversuches und der prinzipiellen Lösungen durch den Versuchsaufbau sollte ein Überblick über den Versuch gegeben werden. In diesem Abschnitt werden einzelne Meßverfahren und Details im Aufbau genauer beschrieben, weil sie für das Verständnis wichtig sind oder grundlegende Einsichten in die angewandte Meßtechnik vermitteln.

5.3.1 Messung der Zugspannung am NiTi-Draht

Der eingespannte Draht übt über einen Hebel eine Druckkraft auf einen Sensotec-Kraftaufnehmer aus. Ein Althen-Meßverstärker wandelt das Signal der Kraftmeßdose in eine elektrische Spannung zwischen 0 und 10 V DC um. Der Spannungswert entspricht dabei der Druckkraft in Newton.

Der Sensor vom Typ 11E 010N0/1126-15 SN: 570135 ist mit allergrößter Sorgfalt zu behandeln, da der Meßbereich lediglich 10 N (1,020 kg) beträgt. Die Umsetzung des Kraftsignals in ein elektrisches Signal erfolgt intern über eine Membran. Daher muß die Meßkraft genau zentrisch eingeleitet werden. Im Versuch ist die Kraftmeßdose über drei Schrauben mit der Ölwanne verbunden. Die Durchführung der Zugkraft erfolgt über einen fünf Zentimeter langen Bolzen.

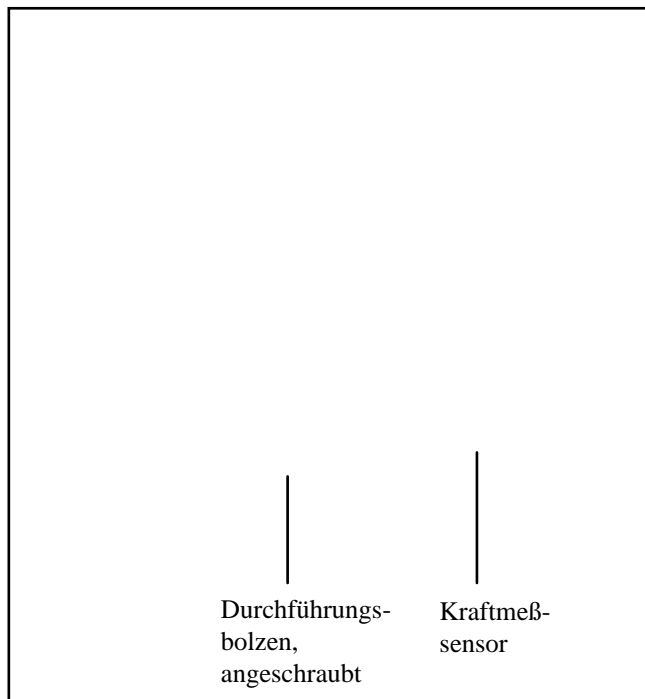


Bild 5.7

Zugkraftsensor mit Durchführungsbolzen

Die drei Schrauben müssen vorsichtig so angezogen werden, daß keine Querkräfte auftreten, die die Messung verfälschen würden. Während der Montage sollte die Druckmeßdose elektrisch angeschlossen sein und die Anzeige ständig überwacht werden, um eine Zerstörung der Membran zu verhindern.

Der Druckkraftsensor ist über einen vieradrigen Anschluß direkt mit einem Althen-SG-KS-24-010 Meßverstärker verbunden. Die Kabel für die Stromversorgung des Sensors sind rot (+) und schwarz (-), die Ableitungen des gelieferten Meßsignals weiß (+) und grün (-). Der Meßverstärker benötigt eine Betriebsspannung von 24 V DC, die ein externes Netzteil liefert. Die Betriebsspannung wird an den Klemmen 1 (+24 V) und 2 (Masse) des Meßverstärkers angeschlossen. Das Meßsignal von 0 bis 10 V DC wird an den Klemmen 7 (Masse) und 8 (0..+10V) abgegriffen und in das Keithley-2000-eingespeist. Die beschriebene Verdrahtung ist in Bild 5.5 gezeigt.

Der Meßweg zur Aufnahme der Kraft beträgt an der Membran 13 bis 38 µm. Die Empfindlichkeit liegt bei 2mV/V. Meßungenauigkeiten wegen Nichtlinearität, Hysterese oder Temperaturschwankungen schlagen insgesamt mit <1% vom Meßwert zu Buche. Die Meßanordnung wurde von der Firma Althen kalibriert. Weitere Hinweise zu Funktionsweise und technischen Daten sind den Beschreibungen der Firma Althen zu entnehmen.

5.3.2 Messung der Dehnung des Drahtes

Der bewegliche der beiden Hebel, an denen der eingespannte Draht eingehängt ist (in Bild 5.2 der linke), ist über eine Durchführung mit einem linearen Schiebewiderstand so verbunden, daß sich bei einer Änderung der Drahtlänge der elektrische Widerstand des Reglers verändert. Über eine Messung dieses Widerstandes kann also auf die aktuelle Drahtlänge zurückgeschlossen werden. Das Potentiometer umfaßt einen Widerstandsbereich bis 10 kΩ, was einem Schiebeweg des Reglers von 30 mm entspricht. Wegen der Linearität des Reglers ergibt sich die Länge l [mm] des Drahtes aus dem gemessenen Widerstand R [kΩ] über eine Geradengleichung:

$$(5.1) \quad l = -2,126 \text{ k}\Omega/\text{mm} \cdot R + 204,5 \text{ mm.}$$

Die Größe der Fehler betragen für die Steigung 0,052 kΩ/mm und für die additive Konstante 0,3 mm (Die Herleitung dieser Gleichung ist in Abschnitt 8.1 beschrieben).

Drähte von 185,6 mm Länge ($R = 8900 \Omega$) bis zu 203,5 mm Länge ($R = 490 \Omega$) können gemessen werden. Hier ist die tatsächliche freie Länge des Drahtes gemeint (Bild 5.2). Die beiden eingeklemmten Enden werden nicht mitberücksichtigt. Der Meßbereich umfaßt 17,9 mm Längenänderung (entspricht einer Dehnung von 9,6% eines 185,6 mm langen Drahtes) und ist durch die Mechanik der Anordnung beschränkt. Eine Umdrehung der Spindel entspricht einer Längenänderung des Drahtes um 0,484 mm. Wird die Drehrichtung der Spindel geändert, so reagiert der Regler nicht sofort. Wegen der mechanischen Durchführung und des mechanischen Widerstandes des Schieberegler können die ersten rund 0,5 mm Längenänderung des NiTi-Drahtes nicht erfaßt werden.

Bild 5.8 zeigt Detailbilder der Versuchsanordnung zur Aufnahme der Längenänderung des Drahtes. Im oberen Bild wäre der Draht völlig entlastet, der Schieberegler ist relativ weit links. Die Schraubenspindel ragt am rechten Bildrand ganz aus dem Plastikdrehknopf heraus. Im unteren Bild ist die Spindel ganz in die Apparatur hineingedreht. Die Durchführung bewirkt über den Hebel, daß sich der Draht spannt und dehnt. Die Drahtlänge nimmt zu, der Schieberegler wird nach links geschoben.

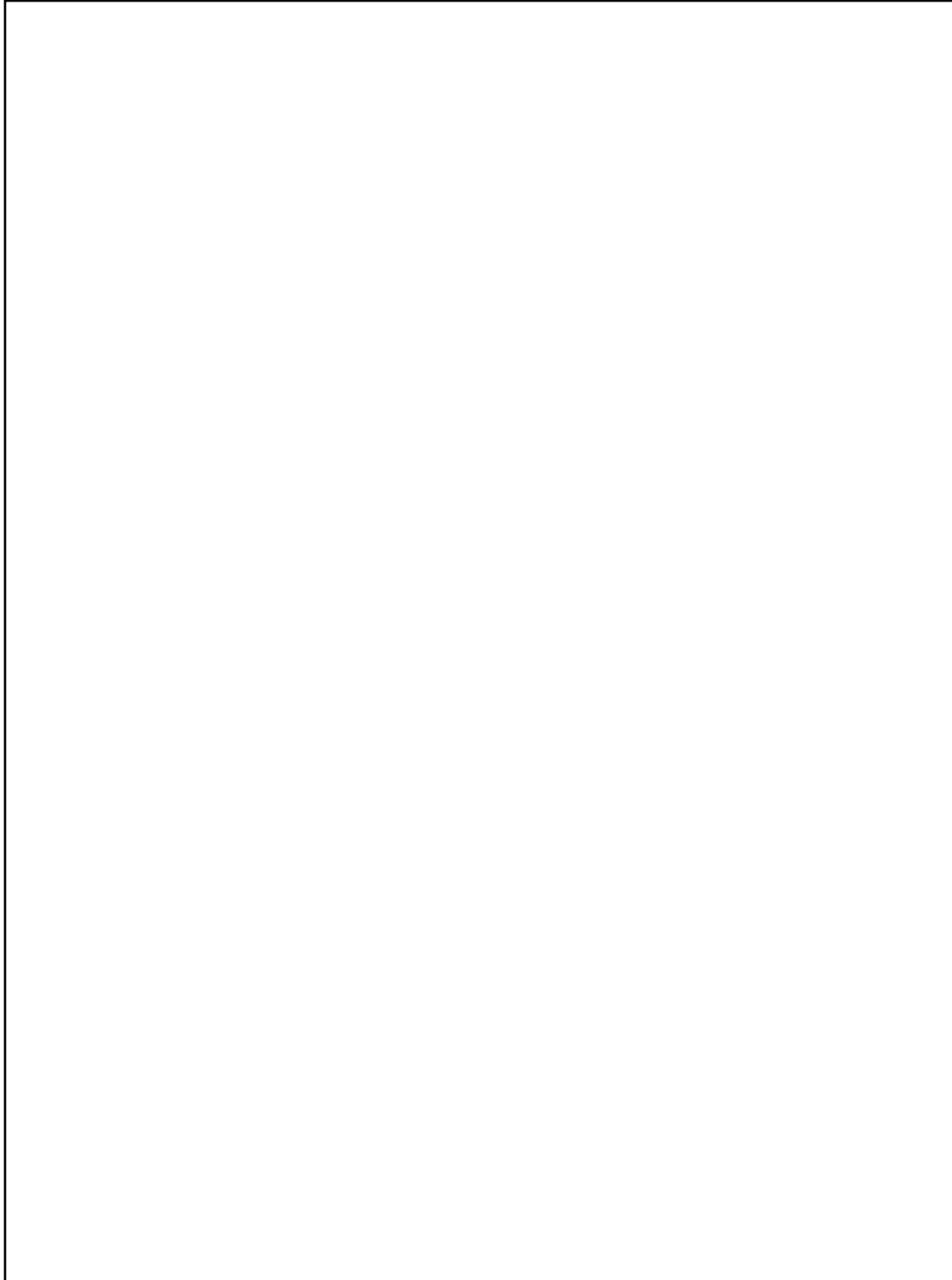


Bild 5.8

Schieberegler zur Aufnahme der Längenänderung des NiTi-Drahtes

Oberes Bild: Maximale Drahtentlastung,

unteres Bild: Maximale Dehnung des Drahtes.

Die Feder hält den Kipphebel in ständigem Kontakt zur Spindeldurchführung und bringt die nötige Kraft auf, um den Schieberegler zu verstellen.

5.3.3 Messung des elektrischen Widerstandes am NiTi-Draht

Bild 5.9 zeigt Detailbilder, wie der Draht isoliert eingespannt wird und wie die Kontaktierung erfolgt. Wegen der zu erwartenden kleinen Widerstandswerte (Bereich einiger Ohm) wird die Vierpunktmethode zur Bestimmung des Widerstandes angewandt.

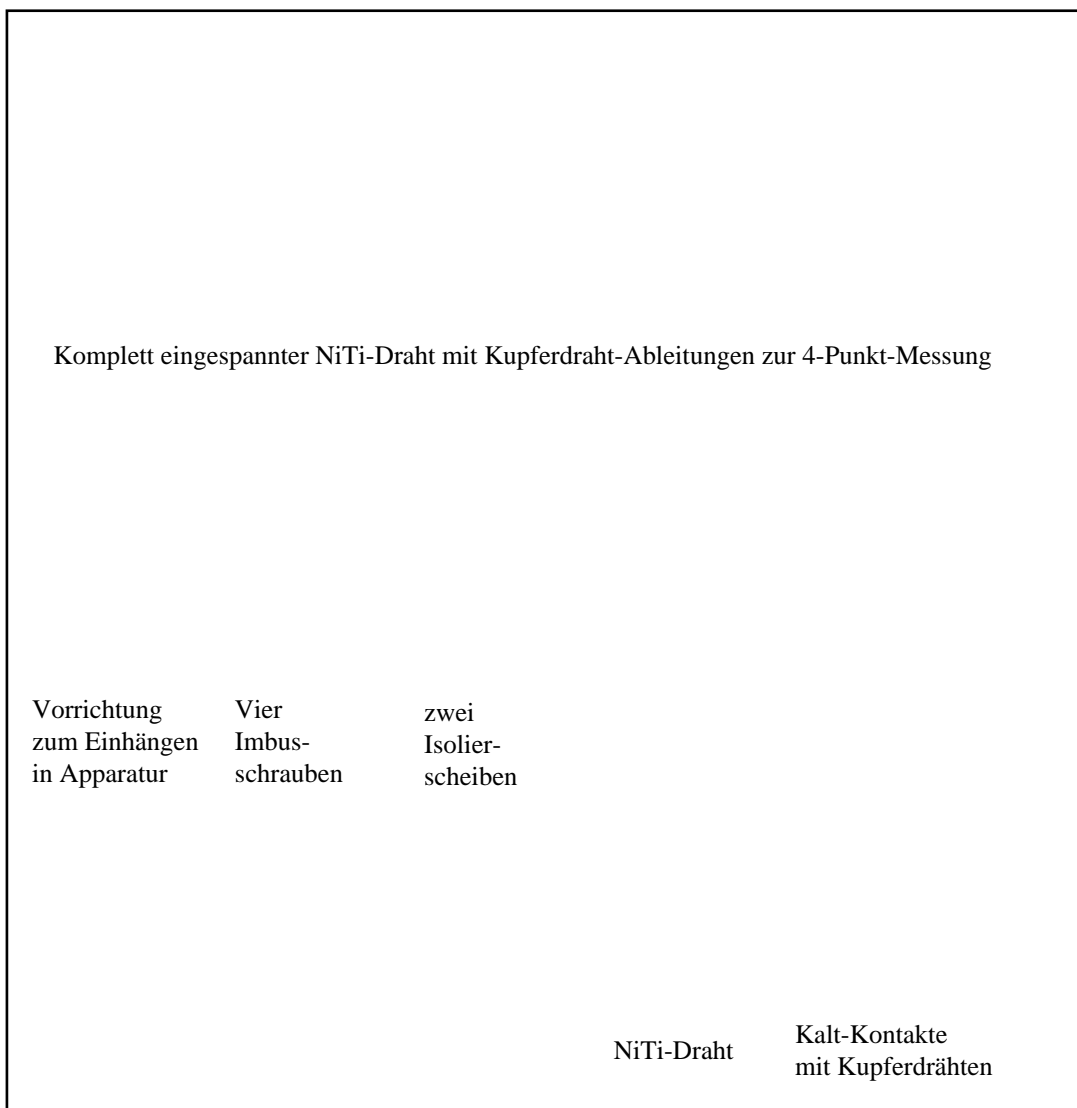


Bild 5.9
Kontaktierung und Befestigungen des NiTi-Drahtes

Fehler, die durch unterschiedliche Kontaktspannungen an den Anschlüssen auftreten könnten, werden so vermieden. Über die beiden äußeren Kontakte wird ein Gleichstrom I durch den NiTi-Draht geschickt. Mit den beiden inneren Kontakten wird die abfallende Spannung U am Draht abgegriffen. Das Keithley-Multimeter berechnet über die Beziehung $R = U/I$ den elektrischen Widerstand R .

Da sich NiTi kaum löten oder schweißen läßt, wird der eingespannte Draht mit den Anschlüssen zur Widerstandsmessung "kalt verschweißt". Vier Metallhülsen werden über den Draht gezogen und an die gewünschten Kontaktstellen gebracht. Die Enden von vier dünnen Kupferdrähten, über die Stromführung und Messung erfolgen, werden ebenfalls je durch eine Hülse gesteckt und mit einer Zange fest zusammengequetscht. Es ist darauf zu achten, daß die Kontaktstellen möglichst kurz gehalten werden, um eine exakte Messung zu ermöglichen.

Die noch freien Enden werden nach Einspannen des Drahtes mit den Bananensteckerbuchsen an der Gehäusewand verschraubt. Die Steuerelektronik zur Vierpunktmessung stellt das Keithley 2000 Multimeter zur Verfügung. An Kanal 3 wird dann direkt der ohmsche Widerstand des Drahtes angezeigt.

5.3.4 Messung der Temperatur des Ölbad

Hierfür steht ein Ni/CrNi-Thermoelement zur Verfügung. Das Keithley 2000 rechnet die Thermospannung direkt in Temperatur °C um. Zu diesem Zweck besitzt es eine eingebaute Referenz, die allerdings von der Betriebstemperatur des Keithley abhängig ist. Genaue Messungen sind deshalb erst nach einer Stunde Betriebsdauer möglich. Entscheidend ist auch, daß der Computer vor jeder Temperaturmessung dem Keithley 2000 einen entsprechenden Referenzcode übermittelt. In diesem ist der Thermoelement-Typ (bei uns Typ "K") und die Referenztemperatur (bei uns 28 °C) enthalten. Trotzdem ist es möglich, daß vor allem bei Beginn einer Meßreihe die angezeigte Temperatur um bis zu 10 °C unter der tatsächlichen liegt. Der nochmalige Start der Messung bringt aber meist schon das exakte Ergebnis.

5.3.5 Anschlüsse am Keithley-2000-Multimeter

Temperatur, Drahtwiderstand, Länge und Zugspannung können mit dem Keithley-2000-Multimeter nahezu zeitgleich ausgelesen werden. Möglich macht dies eine Scanner-Karte, die in den entsprechenden Kartenport an der Gehäuserückseite des Multimeters eingeschoben wird. An der Scanner-Karte befinden sich Schraubanschlüsse für die bis zu zehn möglichen Kanäle. Die Karte, sowie die schematische Anschlußbelegung im Versuch zeigt Bild 5.10.

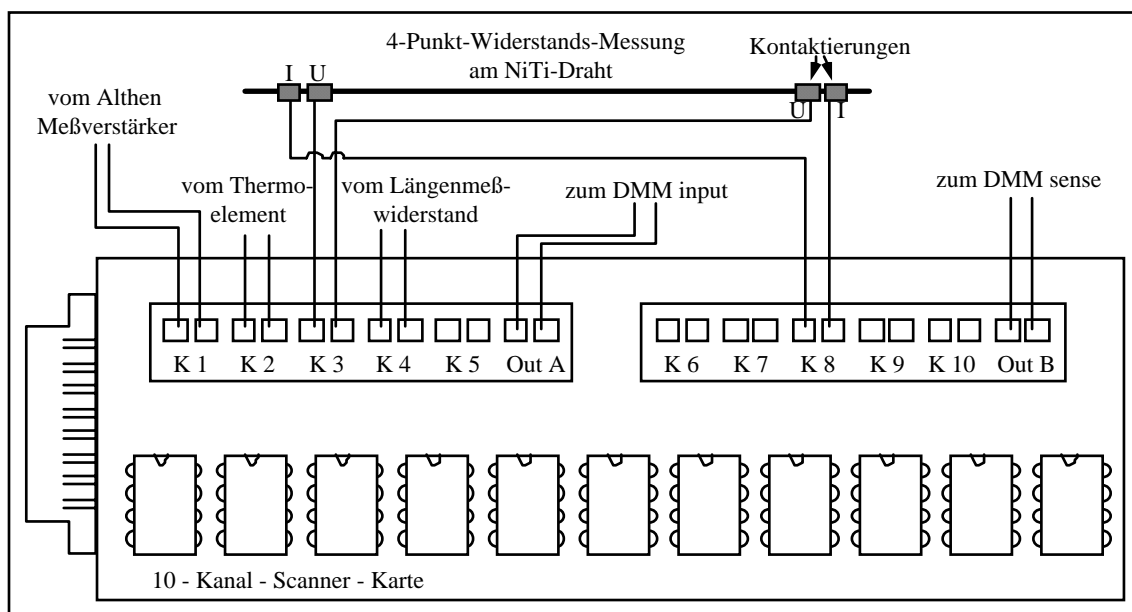


Bild 5.10
Anschlüsse und Schema der 10-Kanal-Scanner-Karte des Keithley-2000-Multimeters

Ein Computer ermöglicht mit einem Basic-Programm die Ansteuerung der einzelnen Kanäle sowie das Auslesen der aktuellen Meßgrößen. Das Multimeter ist über ein RS 232-

Kabel mit der entsprechenden Schnittstelle des Computers verbunden. Die Ansteuerung des Multimeters erfolgt über die Ausgabe von Strings (Zeichenketten) an die Schnittstelle. Genaueres ist den Handbüchern des Keithley-2000-Multimeters zu entnehmen.

5.3.6 Computerprogramm und Auswertung der Meßdaten

Das Computerprogramm NiZugPro (NiTi-Zugversuch-Programm) wurde eigens für diesen Versuch entwickelt. Der Quelltext des Q-Basic-Programms liegt als Anhang bei. Bei der Programmierung wurde auf eine möglichst genaue Kommentierung Wert gelegt, um spätere Modifikationen zu erleichtern.

Das Programm ermöglicht die Ansteuerung des Keithley-2000-Multimeters zur Meßwertaufnahme, sowie die Speicherung der erhaltenen Meßwerte in einer Datei, die dann ausgewertet werden kann. Die Daten werden in reinem ASCII-Dateienformat gespeichert, so daß eine Importierung in beinahe jedes Mathematikprogramm wie Excel, Origin oder ähnliche problemlos möglich ist.

Die Datensätze haben bei der Spannungs-Dehnungs-Messung und bei der Widerstands-Temperatur-Hysterese die gleiche, folgende Form:

GruNr	GruNr	GruNr	GruNr
Meßname	Meßname	Meßname	Meßname
ddurch	ddurch	ddurch	ddurch
Temp1	Kraft1	Länge1	Wid1
Temp2	Kraft2	Länge2	Wid2

...

GruNr (Nummer der Praktikumsgruppe), Meßname (Name der Messung) und ddurch (Durchmesser des verwendeten Drahtes) werden deshalb viermal eingetragen, um den statistischen Auswerteprogrammen die Analyse der Spaltenanzahl der Meßdaten zu erleichtern. Für die grafische Auswertung sind diese ersten drei Zeilen natürlich nach Importieren in ein Statistikprogramm zu löschen.

5.4 Versuchsdurchführung

Unter den vielen experimentellen Möglichkeiten, die die Zugversuchsapparatur zuläßt, werden im Praktikum nur zwei tatsächlich durchgeführt. Die Vorgehensweise bei der Aufnahme eines Spannungs-Dehnungs-Diagrammes und einer Widerstands-Temperatur-Hysterese werden in diesem Abschnitt erläutert.

5.4.1 Spannungs-Dehnungs-Diagramm

Durch die Längenmessung und die Kraftmeßdose besteht die Möglichkeit, die Zugspannung σ am Draht in Abhängigkeit von der Dehnung ϵ (Längenänderung/Länge) aufzunehmen. Damit kann das Verfestigungsverhalten des NiTi-Drahtes, wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben, experimentell überprüft werden.

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm soll einmal bei Zimmertemperatur (bevor die Heizung eingeschaltet wird) und einmal bei 90 °C aufgenommen werden. Es erfordert ein wenig Fingerspitzengefühl, die Heizleistung so einzustellen, daß die Öltemperatur bei 90 °C konstant bleibt, so daß Temperaturschwankungen als Fehlerquelle ausscheiden. Die Temperatur sollte deshalb einige Minuten überprüft werden, bevor die Messung gestartet wird.

Beim Start der Computersteuerung "Spannungs-Dehnungs-Diagramm" werden zunächst einige Eckwerte abgefragt. Beginnt die Messung, so muß der Praktikant einzelne Dehnungen per Hand einstellen. Wird <1> gedrückt, speichert der Computer die augenblicklichen Meßdaten. Um genügend Meßpunkte zu erhalten wird empfohlen, von

Meßpunkt zu Meßpunkt etwa eine halbe Umdrehung weiterzudrehen. Ist eine Zugspannung von 700 N/mm^2 erreicht, darf die Dehnung unter keinen Umständen erhöht werden (sonst droht eine Zerstörung der Kraftmeßdose!). Vielmehr ist der Draht schrittweise wieder zu entlasten (pro halbe Umdrehung ein Meßwert). Ist der Draht völlig entlastet, wird <2> eingegeben, woraufhin die Messung abbricht. Bei der Hochtemperaturmessung sollte nun noch einmal die Temperatur überprüft werden.

5.4.2 Abhängigkeit des Widerstandes von der Temperatur

Die Umwandlungstemperaturen der martensitischen Umwandlung können sehr elegant über das Verhalten des elektrischen Widerstandes am NiTi-Draht in Abhängigkeit von der Temperatur ermittelt werden (Abschnitt 4.4.3). Entscheidend ist, daß die äußere Zugspannung am Draht während der Messung konstant bleibt (Abschnitt 2.2). In zwei Meßdurchläufen wird zunächst beim Aufheizen des Ölbad A_s und A_f bestimmt, und im zweiten Durchlauf beim Abkühlen M_s und M_f . Der im Praktikum vorliegende Draht enthält bereits einen eingepprägten Zweiwegeeffekt, der wahrscheinlich durch das Herstellungsverfahren bedingt ist. Jedenfalls ist die Martensitform des Drahtes länger als die entsprechende Hochtemperaturform. Beim Aufheizen zieht sich der Draht - je nach Umwandlungsgrad - zusammen. Manuell muß deshalb mit der Drehspindel entlastet werden (bzw. beim Abkühlen gespannt), um die Zugspannung am Draht konstant zu halten.

Das Computerprogramm übernimmt auch hier die Steuerung des Keithley-2000-Multimeters. Der Programmteil ist selbsterklärend. Um eine vollständige Umwandlung zu ermöglichen, sollte bis $90 \text{ }^\circ\text{C}$ aufgeheizt werden. Die Heizung erfolgt über einen am Boden der Ölwanne befestigten Heizdraht. Die Leistung wird aus einem externen Netzgerät bezogen. Um allzu große Temperaturgradienten im Ölbad zu vermeiden, wird empfohlen, den Heizstrom mit etwa 10 A anfangs nicht zu groß zu wählen. Erst wenn eine Badtemperatur von etwa $60 \text{ }^\circ\text{C}$ erreicht ist, und Wärmeverluste durch die kältere Umgebung merklich groß werden, sollte der Heizstrom auf maximal 17 A gesteigert werden.

Sind $90 \text{ }^\circ\text{C}$ Endtemperatur erreicht, wird der Heizstrom wieder auf 10 A zurückgefahren. Die Messung schaltet sich automatisch ab. Es folgt die in 5.4.1 beschriebene Aufnahme einer Spannungs-Dehnungs-Kurve bei hoher Temperatur.

Ist diese Messung beendet, so wird die Aufnahme der Widerstands-Temperaturhysterese zum zweiten Mal gestartet. Allerdings wird jetzt während des Abkühlens gemessen. Die Heizleistung ist abzuschalten, die Wasserkühlung aufzudrehen. Achtung: Die Kühlwanne kann auch überlaufen! Bei gleichbleibender Zugspannung (Nachregeln durch Anspannen!) wird die Meßkurve aufgenommen. Ist eine Temperatur von $20 \text{ }^\circ\text{C}$ erreicht, wird die Kühlung zugekehrt, und das Meßprogramm mit einer beliebigen Taste gestoppt. Der Versuch ist beendet.

Kontrollfragen zu Kapitel 5:

- 5.1 Warum wird im Versuch der elektrische Widerstand des Nickel-Titan-Drahtes mit der Vierpunktmethode bestimmt?
- 5.2 Welche Eigenschaften des NiTi-Drahtes werden im Versuch wie untersucht?

Kapitel 6:

Eisen-Kohlenstoff (Stahl)

Im zweiten praktischen Teil geht es um die Untersuchung von Schlibbildern an Stahlproben.

Lerninhalte:



- Erlernen der Schleif- und Poliertechnik an der Rotationsmaschine
- Bedienungsweise des Härteprüfers
- Kenntnisse über die Herstellung von Schlibbildern
- Verantwortungsbewußtsein im Umgang mit Säuren und Ätzlösungen
- Interpretationsfähigkeit von Schlibbildern

Beim Stahlversuch werden zwei zunächst gleiche Proben vollständig austenitisiert. Eine wird dann an der Luft wieder abgekühlt, die andere durch Abschrecken in einem kalten Wasserbad. Mittels einer Härteprüfung und durch Anfertigen eines Oberflächen-Schlibbildes wird das Gefüge der beiden Proben untersucht.

Verglichen mit dem Nickel-Titan-Zugversuch ist der experimentelle Aufwand in diesem Versuchsteil relativ gering.

Benötigt werden

- zwei Proben der gleichen Stahlsorte,
- ein Ofen, in dem die Proben bei etwa 950 °C vollständig austenitisiert werden können,
- verschiedene Schleif- und Polierpapiere für die Behandlung der Oberfläche,
- ein Härteprüfer,
- etwa 50 ml Ätzlösung bestehend aus 10% Salpetersäure und 90% Ethanol sowie
- ein Lichtmikroskop zur Untersuchung der angeätzten Gefügestruktur.

6.1 Austenitisieren und Abkühlen der Stahlproben

Für den Versuch stehen zylinderförmige Stahlproben zur Verfügung (Durchmesser: 20 mm, Länge: 70 mm), die das Lechstuhlwerk Herbertshofen dankenswerterweise zur Verfügung gestellt hat. Datenblätter mit genauen Analyseergebnissen der Proben liegen beim Versuch aus. Die Proben stammen aus einem Stirn-Abschreck-Versuch und zeigen daher keinen kontinuierlichen Aufbau.

Bei 950 °C werden zwei 25 mm lange von der Jominy-Probe abgesägten Stücke eine halbe Stunde in einem Ofen ausgeglüht (austenitisiert). Die Temperatur des Ofens kann über ein Programm gesteuert werden. Näheres ist der Bedienungsanleitung des Ofens zu entnehmen.

Auf beiden Probenstücken wurde die Probennummer, sowie eine weitere Kennung zur Unterscheidung eingraviert.

Mit wärmefestem Handschuh und einer Tiegelfzange (Vorsicht, HEISS!) werden die Proben aus dem Ofen geholt.

Die mit • gekennzeichnete Probe wird auf eine feuerfeste Unterlage gestellt und an der Luft abgekühlt. Es dauert etwa 20 Minuten, bis man sie vorsichtig anfassen kann.

Die mit •• gekennzeichnete Probe wird mit der Zange in einem vorher bereitgestellten Wasserbad abgeschreckt. (Zischt ziemlich, spritzt aber nicht!)

6.2 Schleifen und Polieren⁵²

Will man das Gefüge der Proben untersuchen, so genügt es nicht (wie man leicht nachprüfen kann), sie einfach unter ein gutes Mikroskop zu legen. Die im Versuch verwendeten Stahlproben sind nach dem Ausglühen und Abkühlen von einer dicken Oxidschicht umgeben. Diese gilt es zunächst zu entfernen. Die Probenpräparation in der Metallurgie beginnt daher mit dem Schleifen, dem sich in der Regel kontinuierlich das Polieren anschließt. Schleifen und Polieren bewirken einen Materialabtrag an der Schlifffläche zur Beseitigung unerwünschter Unebenheiten, Verformungen und Schmierschichten. Man beginnt immer mit einem grobkörnigen Schleifpapier und arbeitet sich zu feineren Stufen vor, in dem Maß, in dem auch die Oberflächenrauigkeit durch das Schleifen abnimmt.

In unserem Versuch wird auf einem rotierenden Schleifpapier gearbeitet. Die Papiere sind auswechselbar. Erfahrungsgemäß beginnt man am besten mit einem Papier der Körnungsnummer 120 und arbeitet sich in den Schritten 180, 320, 400, 800 bis zum feinsten 1200-Papier vor. Die Körnungsnummer gibt die Zahl der Maschen pro Zoll eines Siebes an, durch das die größten Teilchen gerade noch durchfallen können. Wird die Probe bei jedem Papierwechsel um 90° gedreht, so erkennt man an den Schleifspuren und Kratzern sehr gut, wann das nächste Papier verwendet werden kann. Nämlich genau dann, wenn von der vorhergehenden Schleifstufe keine Spuren mehr sichtbar sind. Das Material wird aufgrund der Schneidwirkung von Schleif- und Poliermitteln in Form von Spänen aus der Oberfläche herausgeschnitten.

Dem Schleifen schließt sich das Polieren an. Im Versuch wird mit einer Polierpaste von 9 µm großen Diamantkörnern gearbeitet. Plastisches Fließen bewirkt eine Materialbewegung. Die Kratzerüberhöhungen, wie sie beim Schleifen entstanden waren, sind während des Polierprozesses infolge der "rollenden", nicht fest gebundenen Poliermittel in die Kratzermulden hineingedrückt worden, wodurch sich die schwarz markierte Schmierschicht ausgebildet hat. Diese Bereiche bestehen aus stark verformtem Probenmaterial, das mit Poliermittel vermischt ist. An die Schmierschicht schließt sich eine Verformungszone an, die senkrecht zur Oberfläche kontinuierlich ins Probeninnere abklingt (Bild 6.1).

⁵² [19 PET] S. 8 ff.

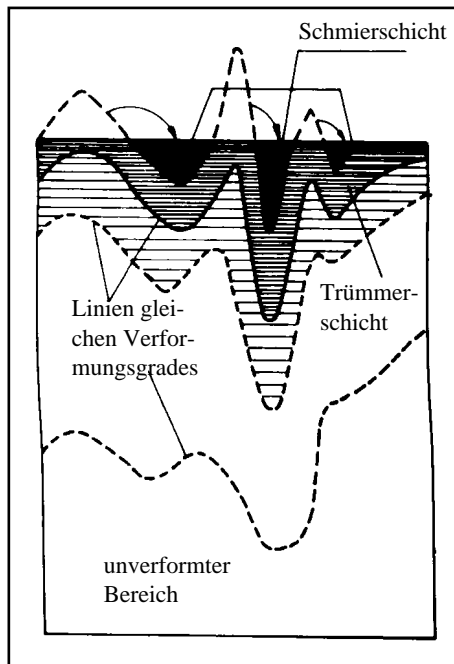


Bild 6.1⁵³

Oberflächenaufbau einer geschliffenen und polierten Probe

Da man Struktureigenschaften der ganzen Probe, nicht nur der Oberfläche untersuchen will, sollten Schmier- und Verformungszone möglichst flach sein.

Die Verformungstiefe nimmt merklich erst von der Körnung 400 an ab. Es ist also zweckmäßig, länger in den feinen Schleif- und Polierstufen unter leichtem Druck zu arbeiten. Zusätzlich wird das Abriebmaterial beim Schleifen (nicht beim Polieren) ständig mit Wasser abgespült. Nach dem Polieren wird die Probe mit einem Fön getrocknet.

6.3 Härteprüfung

Martensit und Zementit/Perlit unterscheiden sich, wie in Kapitel 3 ausführlich beschrieben, vor allem in ihrer mechanischen Härte. Die spiegelglatten Flächen, wie sie nach dem Polieren vorliegen, eignen sich für eine Härteprüfung. Dafür steht ein Härteprüfer der Firma Bühler zur Verfügung.

Das Prinzip ist denkbar einfach: Eine Diamantpyramide wird mit einer konstanten, vorher bestimmten Kraft in die Oberfläche eingedrückt (Bild 6.2). Die Größe des Eindruckes wird senkrecht (x_1) und waagrecht (x_2) ausgemessen und automatisch in Vickershärte [HV] umgerechnet.

Für die Stahlproben eignet sich ein Druckgewicht von 500 Gramm. Die Andrückzeit sollte bei etwa 20 Sekunden liegen. Zweckmäßigerweise werden an einer Probe mehrere Messungen vorgenommen, um statistische Abweichungen zu minimieren. Die genaue Funktionsweise des Härteprüfers ist der entsprechenden Bedienungsanleitung zu entnehmen.

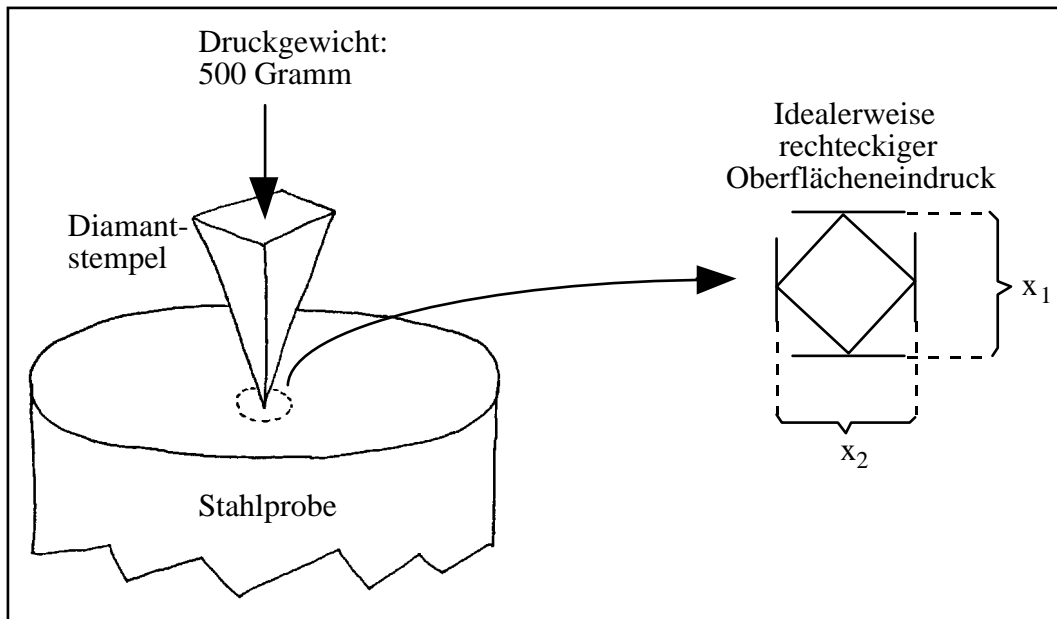


Bild 6.2
Schematische Darstellung der Härteprüfung

6.4 Anätzen der Proben

Zur Sichtbarmachung der Struktur muß das Gefüge nun noch kontrastiert werden. Das geschieht durch Anätzen der Oberfläche. Durch das unterschiedliche chemische Potential der verschiedenartigen Gefügebestandteile (z. B. Zementit und reines α -Eisen), werden sie vom Ätzmittel auch verschieden stark angegriffen, was letztlich die Kontrastierung bewirkt.

Unser Ätzmittel (etwa 50 ml in einem Becherglas) besteht aus 90% Ethanol und 10% Salpetersäure. (Wie der Name schon sagt: Vorsicht ÄTZEND!) Die Ätzzeit beträgt 60 Sekunden. Hierbei werden vor allem Korngrenzen stark angegriffen.

Die Beendigung der Ätzung erfolgt durch Abspülen des Schliffes mit destilliertem Wasser oder Leitungswasser. Die Probe wird durch Nachspülen mit Alkohol entwässert und am besten unter einem warmen Fön getrocknet. Bei Unterlassung des Nachspülens mit Alkohol entstehen Wasserflecken.

6.5 Untersuchung mit dem Mikroskop

Nun endlich sind die Proben soweit präpariert, daß man unter dem Mikroskop deren Unterschiedlichkeit im Gefüeaufbau erkennen kann. Bei verschiedenen Auflösungen werden die Schliffbilder diskutiert und mit einem Videoprinter für die Praktikanten ausgedruckt.

Kontrollfragen zu Kapitel 6:

6.1 Wie werden Schliffbilder hergestellt?

6.2 Wie funktioniert ein Härteprüfer?

6.3 Welche Sicherheitsbestimmungen gibt es bei der Verwendung von Salpetersäure?

Kapitel 7:

Konkrete Aufgabenstellung für die Praktikanten

7.1 Praktische Versuchsdurchführung

Die einzelnen Verfahren und Vorgehensweisen sind in der Versuchsanleitung ausführlich beschrieben. Der Versuchsbetreuer erklärt alles weitere.

- a) Kontaktieren Sie einen 20 cm langen NiTi-Draht (Durchmesser 0,13 mm) und bauen Sie ihn in die Aperatur ein.
- b) Machen Sie sich mit der Handsteuerung des Keithley-2000-Multimeters vertraut.
- c) Nehmen Sie ein Spannungs-Dehnungs-Diagramm bei 20 °C und 90 °C auf.
- d) Nehmen Sie je ein Widerstands-Temperatur-Diagramm beim Aufheizen und beim Abkühlen auf.
- e) Austenitisieren Sie zwei Stahlproben vom gleichen Typ eine halbe Stunde bei 950 °C und lassen eine an der Luft abkühlen. Die andere Probe schrecken Sie in kaltem Wasser ab.
- f) Fertigen Sie durch Schleifen und Polieren ein sauberes Schliffbild an den Proben und messen Sie an jeder Probe dreimal die Härte nach Vickers.
- g) Ätzen Sie die Probe an und diskutieren Sie am Lichtmikroskop die verschiedenen Gefügestrukturen.

7.2 Fragen zur Theorie

Die mit dem Betreuer ausgewählten Fragen sind anstelle eines Theorieteiles schriftlich zu beantworten.

7.3 Aufgaben zum NiTi-Zugversuch

- a) Die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei 20 und 90 °C wurden aufgenommen. Tragen Sie die Zugspannung über der Drahtlänge auf und interpretieren Sie die erhaltenen Diagramme. Erklären Sie die unterschiedlichen Kurven aus dem Gitteraufbau des NiTi.
- b) Stellen Sie den Widerstand des Drahtes in Abhängigkeit von der Temperatur beim Aufheizen und Abkühlen in einem Diagramm dar.
- c) Ermitteln Sie die Umwandlungstemperaturen und versuchen Sie einen Rückschluß auf den Titan-Gehalt in der Legierung zu ziehen. Warm ergibt sich eine Hysteresekurve?
- d) Wie kann man erkennen, daß dem Draht bereits ein Zweiweg-Effekt eingepreßt ist? Beschreiben Sie dazu das Verhalten des Drahtes.

7.4 Aufgaben zum Stahlversuch:

- a) An jeder Probe wird dreimal die Härte gemessen. Berechnen Sie den jeweiligen Mittelwert und den statistischen Fehler. Diskutieren Sie die Ergebnisse und vergleichen Sie diese mit Literaturwerten.
- b) Beschreiben Sie genau die Gefügebilder der beiden Stahlproben und interpretieren Sie diese. Diskutieren Sie das Verhalten "Ihres" Stahls (Analysedaten vom Betreuer) beim

langsamen (an Luft) und schnellen (abschrecken) Abkühlen. Beziehen Sie sich dabei auf das Zustandsdiagramm und beachten Sie den Kohlenstoffgehalt der Proben.

Literaturverzeichnis

[01 BGS] Bergmann, Ludwig und Schaefer, Clemens, Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 6, Festkörperphysik, Verlag Walter de Gruyter, Berlin 1992.

[02 HOR/WAR] Hornbogen, Erhard und Warlimont, Hans, Metallkunde, 2. Auflage, Springer-Lehrbuch, Bochum 1991.

[03 DEL] Delaey, Luc, Die kristallografischen Aspekte der martensitischen Umwandlung aus Erhard Hornbogen: Die Martensitische Umwandlung, Vortragstexte einer Fachkonferenz, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel 1986.

[04 HOR] Hornbogen, Erhard, Die Martensittemperatur aus Erhard Hornbogen: Die Martensitische Umwandlung, Vortragstexte einer Fachkonferenz, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel 1986.

[05 STÖ] Stöckel, Dieter, Formgedächtnislegierungen aus Dieter Stöckel: Legierungen mit Formgedächtnis, Expert Verlag, Esslingen 1988.

[06 HOR] Horstmann, Dietrich, Das Zustandsschaubild Eisen-Kohlenstoff, 5. Auflage, Verlag Stahleisen, Düsseldorf 1985.

[07 KEL] Keller, Svend, Martensitische Umwandlung des Eisens im Modell aus Erhard Hornbogen: Die Martensitische Umwandlung, Vortragstexte einer Fachkonferenz, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel 1986.

[08 TAU] Tautzenberger, Peter, Shape-Memory-Stellelemente aus Dieter Stöckel: Legierungen mit Formgedächtnis, Expert Verlag, Esslingen 1988.

[09 TAU/STÖ] Tautzenberger, Peter und Stöckel, Dieter, Anwendung von Formgedächtnislegierungen in der Technik aus Erhard Hornbogen: Die Martensitische Umwandlung, Vortragstexte einer Fachkonferenz, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel 1986.

[10 RIT] Ritter, Friedhelm, Anwendung des Formgedächtniseffektes in der Kontakttechnik aus Dieter Stöckel: Legierungen mit Formgedächtnis, Expert Verlag, Esslingen 1988.

[11 HOR] Hornbogen, Erhard, Metallkundliche Grundlagen aus Dieter Stöckel: Legierungen mit Formgedächtnis, Expert Verlag, Esslingen 1988.

[12 JAC] Jackson, C.M., Wagner, H.J., Wasilewski, R.J. 55 Nitinol - the alloy with a memory: its physical metallurgy, properties and applications, NASA - SP 5110, Washington D.C. 1972.

[13 BUS] Busch, Wilhelm, Max und Moritz, Deutscher Taschenbuch Verlag, München 1986.

[14 MEY] Meyer, Hilbert, Unterrichtsmethoden, II: Praxisband, 4. Auflage, Cornelsen Verlag Scriptor, Frankfurt am Main 1987.

[15 HAA] Haasen, Peter, Physikalische Metallkunde, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1984.

[16 SCH/BER] Scheer, Leopold und Berns, Hans, Was ist Stahl - Eine Stahlkunde für jedermann, 15. Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1980

[17 ADA] Adam, Ingrid, Das neue Duden-Lexikon, 2. Auflage, Dudenverlag, Mannheim 1991

[18 TAU] Tautzenberger, Peter, Anwendung des Superelastizitätseffekts und des Dämpfungsvermögens von Formgedächtnislegierungen aus Dieter Stöckel: Legierungen mit Formgedächtnis, Expert Verlag, Esslingen 1988.

[19 PET] Petzow, Günter, Metallografisches Ätzen, Materialkundlich-Technische Reihe 1, 5. Auflage, Gebrüder Borntraeger Verlag, Berlin Stuttgart 1976.

[20 GOE] Goede, Wolfgang, C., Tote Materie - jetzt wird sie lebendig in Peter Moosleitners interessantes Magazin (PM) 2/1996, Gruner+Jahr AG & CO Druck und Verlagshaus Verlagsgruppe, München 1996.

[21 BEC] Becker, Richard, Theorie der Wärme, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin 1975.

[22 HAI] Haider, Ferdinand, Unveröffentlichtes Script zur Vorlesung Materialwissenschaften I im Wintersemester 1996/97 an der Universität Augsburg.

[23 EWE] Ewert, Jörg Christian, Untersuchungen der Gefügeentwicklung an einachsdruckverformtem Nickel-Titan bei höheren Temperaturen, Diplomarbeit, Institut für Metallphysik, Georg-August-Universität Göttingen 1994.

[24 NAS] Nash, P., Phase Diagrams of Binary Nickel Alloys, Monograph Series on Alloy Phase Diagrams, 85 UQ 7200 N 252

[25 RIV] Riva, G. und Airoidi, G., Electric transport properties of NiTi thin wires under applied stress, Journal de Physique IV, Milano 1995