

EUR 5106 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

ÜBER MESSUNGEN DER GESPEICHERTEN
ENERGIE AN KALTVERFORMTEN
POLYKRISTALLINEN Cu-PROBEN

von

E. LANG

1974



Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Petten - Niederlande

HINWEIS

Das vorliegende Dokument ist im Rahmen des Forschungsprogramms der Kommission der Europäischen Gemeinschaften ausgearbeitet worden.

Es wird darauf hingewiesen, daß die Kommission der Europäischen Gemeinschaften, ihre Vertragspartner und die in deren Namen handelnden Personen :

keine Gewähr dafür übernehmen, daß die in diesem Dokument enthaltenen Informationen richtig und vollständig sind oder daß die Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden und Verfahren nicht gegen gewerbliche Schutzrechte verstößt;

keine Haftung für die Schäden übernehmen, die infolge der Verwendung der in diesem Dokument enthaltenen Informationen oder der in diesem Dokument beschriebenen technischen Anordnungen, Methoden oder Verfahren entstehen könnten.

Dieser Bericht wird in den auf der vierten Umschlagseite genannten Vertriebsstellen

zum Preise von BF 50,—

verkauft.

**Kommission der
Europäischen Gemeinschaften
GD XIII - ZID
29, rue Aldringen
Luxembourg
April 1974**

Das vorliegende Dokument wurde an Hand des besten Abdruckes vervielfältigt, der zur Verfügung stand.

EUR 5106 d

ÜBER MESSUNGEN DER GESPEICHERTEN ENERGIE AN KALT- VERFORMTEN POLYKRISTALLINEN Cu-PROBEN von E. LANG

Kommission der Europäischen Gemeinschaften

Gemeinsame Kernforschungsstelle

Forschungsanstalt Petten — Niederlande

Luxemburg, April 1974 — 32 Seiten — 7 Abbildungen — BF 50,—

Es wird über einige Versuche zur Messung der gespeicherten Energie an plastisch verformten, polykristallinen Cu-Proben berichtet. Der Ablauf der Rekristallisation hinsichtlich der Temperaturlage, Peakform und gespeicherten Energie zeigt auffallende Abhängigkeiten von der Korngröße, Verformungsart und -temperatur. Die gespeicherte Energie nach 65 % RT-Verformung durch Walzen liegt bei 0,19 cal/g. Für die mittlere Aktivierungsenergie des Rekristallisationsprozesses nach RT- oder Tieftemperaturverformung wurde ein Wert von 1,06 eV ermittelt.

EUR 5106 d

MEASUREMENTS OF INTERNAL ENERGY IN COLD-WORKED POLYCRYSTALLINE Cu-SAMPLES by E. LANG

Commission of the European Communities

Joint Nuclear Research Centre — Petten Establishment (Netherlands)

Luxembourg, April 1974 — 32 Pages — 7 Figures — B.Fr. 50.—

The report describes a number of experiments in the measurement of internal energy in plastically deformed polycrystalline Cu-samples. In respect of temperature, points of high stress, and internal energy, the recrystallisation process is noticeably affected by grain size, type of deformation and temperature at which deformation took place. After 65 % deformation by rolling at room temperature, the internal energy is in the region of 0.19 small calories. A value of 1.06 eV was obtained for the mean energy of activation of recrystallisation after room temperature or low temperature deformation.

EUR 5106 d

MEASUREMENTS OF INTERNAL ENERGY IN COLD-WORKED POLYCRYSTALLINE Cu-SAMPLES by E. LANG

Commission of the European Communities

Joint Nuclear Research Centre — Petten Establishment (Netherlands)

Luxembourg, April 1974 — 32 Pages — 7 Figures — B.Fr. 50.—

The report describes a number of experiments in the measurement of internal energy in plastically deformed polycrystalline Cu-samples. In respect of temperature, points of high stress, and internal energy, the recrystallisation process is noticeably affected by grain size, type of deformation and temperature at which deformation took place. After 65 % deformation by rolling at room temperature, the internal energy is in the region of 0.19 small calories. A value of 1.06 eV was obtained for the mean energy of activation of recrystallisation after room temperature or low temperature deformation.

EUR 5106 d

MEASUREMENTS OF INTERNAL ENERGY IN COLD-WORKED POLYCRYSTALLINE Cu-SAMPLES by E. LANG

Commission of the European Communities

Joint Nuclear Research Centre — Petten Establishment (Netherlands)

Luxembourg, April 1974 — 32 Pages — 7 Figures — B.Fr. 50.—

The report describes a number of experiments in the measurement of internal energy in plastically deformed polycrystalline Cu-samples. In respect of temperature, points of high stress, and internal energy, the recrystallisation process is noticeably affected by grain size, type of deformation and temperature at which deformation took place. After 65 % deformation by rolling at room temperature, the internal energy is in the region of 0.19 small calories. A value of 1.06 eV was obtained for the mean energy of activation of recrystallisation after room temperature or low temperature deformation.

EUR 5106 d

KOMMISSION DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN

ÜBER MESSUNGEN DER GESPEICHERTEN ENERGIE AN KALTVERFORMTEN POLYKRISTALLINEN Cu-PROBEN

von

E. LANG

1974



Gemeinsame Kernforschungsstelle
Forschungsanstalt Petten - Niederlande

ZUSAMMENFASSUNG

Es wird über einige Versuche zur Messung der gespeicherten Energie an plastisch verformten, polykristallinen Cu-Proben berichtet. Der Ablauf der Rekristallisation hinsichtlich der Temperaturlage, Peakform und gespeicherten Energie zeigt auffallende Abhängigkeiten von der Korngröße, Verformungsart und -temperatur. Die gespeicherte Energie nach 65 % RT-Verformung durch Walzen liegt bei 0,19 cal/g. Für die mittlere Aktivierungsenergie des Rekristallisationsprozesses nach RT- oder Tieftemperaturverformung wurde ein Wert von 1,06 eV ermittelt.

SCHLAGWÖRTER

COPPER
PLASTICITY
DEFORMATION
STORED ENERGY
CALORIMETERS
RECRYSTALLIZATION
ACTIVATION ENERGY
TEMPERATURE DEPENDENCE
IMPURITIES
GRAIN SIZE

INHALT

1. Einleitung	5
2. Experimentelle Einzelheiten	7
2.1. Probenmaterial	7
2.2. Messmethode	8
3. Ergebnisse und Diskussion	11
4. Literatur	15
5. Abbildungen	16
6. Anhang: Vergleich von Kalorimeterkurven mit Messungen des elektrischen Wider- standes bei zeitlinearem Aufheizen	20

1. EINLEITUNG

In jüngster Zeit sind eine Reihe von Untersuchungen über die Freigabe der gespeicherten Energie an plastisch verformten Kupferproben publiziert worden (1,2,3,4). So wurde von STEFFEN, GOTTSTEIN und WOLLENBERGER (2) bzw. STEFFEN (1) am Institut für Allgemeine Metallkunde und Metallphysik der TH Aachen mit einem speziell entwickelten adiabatischen Zwillingskalorimeter mit Elektronenstrahlheizung die Fehlorderungsenergie zugverformter Kupfereinkristalle verschiedenen Verformungsgrades und verschiedener Orientierung bestimmt. Am Physikalischen Institut der Universität Münster haben BROXTERMAN, GREWE und KAPPLER (3) an scherverformten Kupferproben die gespeicherte Energie und den zeitlichen Verlauf der Energiefreigabe mit einem Erholungskalorimeter unter kontinuierlicher Aufheizung bei konstanter Leistung gemessen. Ferner wurden auch von der Kalorimetergruppe des Max Planck-Instituts in Stuttgart Messungen der gespeicherten Energie mit einem Calvet-Microcalorimeter ausgeführt (5).

Seit geraumer Zeit steht unserem Laboratorium ein DuPont Differential-Scanning-Kalorimeter zur Verfügung, über dessen Anwendung für metallphysikalische Untersuchungen wir bereits an anderer Stelle berichtet haben (6,7). Es wurden dabei auch einige Untersuchungen zur Rekristallisation von Kupferproben unterschiedlicher Reinheit und Verformung vorgenommen (6). Weiterhin sind wir gegenwärtig mit der Entwicklung eines Erholungskalorimeters ähnlich dem von BROXTERMAN, GREWE und KAPPLER (3) verwendeten befasst.

Hierbei wird die Probe durch IR-Lampen bei konstanter Leistungsaufnahme kontinuierlich aufgeheizt und der zeitliche Temperaturverlauf an der Probe registriert. Diese Technik ist sehr einfach und bietet die Möglichkeit Erholungsprozesse auch bei höheren Temperaturen zu untersuchen.

Bei den erwähnten Rekristallisationsuntersuchungen steht insbesondere die Frage nach dem Betrag der gespeicherten Energie, ihrer Abhängigkeit vom Verformungsgrad, Verformungstemperatur, Verunreinigungen, Korngrösse, Kristallorientierung usw. im Vordergrund. Weiterhin wird versucht zu klären in wie weit Punktfehler und die mechanische Erholung zur gespeicherten Energie beitragen, die Änderung der spezifischen Wärme durch die plastische Verformung zu ermitteln, sowie die Faktoren zu untersuchen, die die Temperaturlage der Rekristallisation und die Aktivierungsenergie des Rekristallisationsprozesses bestimmen.

Bei den bislang durchgeführten Untersuchungen wurden mit unterschiedlichen Messmethoden Proben untersucht, die hinsichtlich Reinheit, Verformungsgrad, Verformungsart, Verformungstemperatur, Kristallzustand usw. stark differierten, was natürlich einen quantitativen Vergleich der verschiedenen Ergebnisse nicht gerade erleichterte.

Von H. WOLLENBERGER wurde deshalb vorgeschlagen (8), dass verschiedene Kalorimetergruppen einmal Messungen an Proben des gleichen Materials vornehmen sollten zum quantitativen Vergleich der verschiedenen Messverfahren. Wir sind diesem Vorschlag gerne gefolgt und berichten nachstehend über die in unserem Labor erzielten Ergebnisse.

2. EXPERIMENTELLE EINZELHEITEN

2.1. Probenmaterial

Als Ausgangsmaterial *) wurde 99,997% Kupfer der Firma Elmoris Metallgesellschaft Schladern, benutzt. Dieses Kupfer war zu einem Barren aufgeschmolzen und dann zu einem Block der Abmessungen 40 x 49 x 134,5 mm bearbeitet worden. Dieser Kupferblock wurde auf 14 mm abgewalzt, was einem Verformungsgrad von 65% entspricht. Das so erhaltene Material liess im Schliffbild noch ein sehr grobkörniges, ungleichmässiges Ausgangsgefüge erkennen (s. Abb. 1a) und zeigte auch im Hinblick auf seine Härte ziemliche Schwankungen $H_v^{2kp} = 103-128$ kp/mm^2 . Diese Inhomogenität wurde bei den kalorimetrischen Messungen bestätigt.

Ein Teil des erhaltenen Probenmaterials wurde ausserdem von uns erneut rekristallisiert (2h/350°C/10⁻⁵Torr) wodurch ein feinkörniges Gefüge eingestellt werden konnte (s. Abb. 1b). Die Härte im rekristallisierten Zustand betrug 40 ± 3 kg/cm^2 :

Von diesem Material wurde ein Teil durch Walzen bei RT um 67% verformt, das dadurch entstandene Gefüge ist in Abb. 1c wiedergegeben; die Härte betrug 120 ± 5 kg/mm^2 .

Ein weiterer Teil wurde durch Walzen in flüssigem Stickstoff (-196°C) um 60% verformt. Abb. 1d zeigt

*) Für die Überlassung des Probenmaterials sind wir Herrn Dr. H. Steffen, Aachen, zu besonderem Dank verpflichtet.

das Gefüge, die Härte bei RT betrug $124 \pm 7 \text{ kg/mm}^2$.

Bei beiden Verformungen wurde reversiert gewalzt.

2.2. Messmethode

Die Bestimmung der gespeicherten Energie bzw. ihrer Freigabe erfolgte mit dem von uns bereits früher beschriebenen DuPont Differential-Scanning-Kalorimeter (6,7). Die dabei benutzten Proben waren Scheibchen von ca. $4 \times 4 \times 1 \text{ mm}$ (ca. 130 mg.) Als Referenzmaterial diente eine rekristallisierte Probe gleicher Abmessungen. Probe und Referenz befanden sich meistens in Al-Kapseln, die zur Vermeidung zusätzlicher Deformation jedoch nicht hermetisch geschlossen waren, z.T. wurden sie auch direkt auf die Probenplattformen aufgelegt. Als Schutzgas wurde He verwendet.

Dem Ausgangsprobenmaterial wurden ca. 20 Pröbchen an verschiedenen Stellen des vorliegenden Kupferblockes entnommen. Für die rekristallisierten und neu verformten Proben wurde ein Streifen in der Mittelachse des Blocks herausgeschnitten.

Die Bestimmung der gespeicherten Energie erfolgte in zwei zeitlinearen Aufheizexperimenten, wobei zunächst die verformte Probe gegen die Referenz bis ca. 50°C über die Ablauftemperatur der Rekristallisation gefahren wurde und anschliessend nach langsamen Abkühlen der Aufheizvorgang wiederholt wurde (Null-Run). Für quantitative Messungen ist es dabei wichtig, dass das erste und zweite Aufheizen unter genau identischen

Bedingungen erfolgt. Die gespeicherte Energie ist dann durch die Fläche zwischen den zwei erhaltenen Kurven gegeben (6):

$$Q = \frac{1}{H} \int_{T_0}^{T_e} \frac{\Delta T_I(T) - \Delta T_{II}(T)}{R_d(T)} dT \quad \text{bzw.} \quad \int_{t_0}^{t_e} \frac{\Delta T_I(t) - \Delta T(t)}{R_d(T)} dt \quad (1)$$

wobei $\Delta T(T)$ die registrierte aktuelle Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz ist, und $R_d(T)$ die temperaturabhängige Eichkonstante bezeichnet, die durch Messung von genau bekannten spezifischen Wärmen C_p nach

$$R_d(T) = \frac{\Delta T_1(T) - \Delta T_2(T)}{H \cdot C_p(T) (m_1 - m_2)} \quad \left[\frac{\text{min } ^\circ\text{C}}{\text{cal}} \right] \quad (2)$$

bzw. über die Messung von bekannten Schmelzenthalpien nach:

$$R_d = \frac{\int_{t_0}^{t_{\max}} (\delta\Delta T) dT - C_s R_D \delta\Delta T_{\max}}{Q_f} \quad \left[\frac{\text{min } ^\circ\text{C}}{\text{cal}} \right] \quad (3)$$

ermittelt werden kann.

Die Eichung des Kalorimeters erfolgte hier in der in (6) beschriebenen Weise über die spezifische Wärme von Silber und Kupfer nach VOLLMER und KOHLHAAS (9) bzw. über die Schmelzenthalpien von In und Sn nach Ref. (10).

Die Proben für Messungen nach Tieftemperaturverformung wurden unter flüssigem Stickstoff ausgestanzt und eingekapselt. Das Kalorimeter wurde vorgekühlt und das Aufheizexperiment bei ca. -120°C begonnen. Schwierigkeit bot dabei vor allem die Vermeidung von Eisbildung durch Kondensation von H_2O -Dampf beim Einbringen der Probe in das Kalorimeter.

Zur Genauigkeit der ausgeführten Messung ist zu bemerken, dass für Experimente mit gleicher konstanter Heizrate der Fehler $\pm 3\%$ betrug, bedingt vor allem durch die Reproduzierbarkeit der Heizrate ($\leq 1\%$), unterschiedliche Probengeometrie ($\leq 1\%$) und Auswertfehler ($\leq 1\%$). Für Versuche mit verschiedenen Heizraten war der Gesamtfehler durch die eingehende absolute Genauigkeit der Heizrate noch etwas grösser ($\pm 5\%$).

Die absolute Genauigkeit der Energiewerte ist bestimmt durch den Eichfaktor bzw. die Genauigkeit mit der die zu dessen Bestimmung verwandten physikalischen Daten bekannt sind. Für den vorliegende Fall beträgt der Fehler $\pm 1\%$ (Q_f) bzw. $\pm 2\%$ (C_p). Somit sollten die angegebenen Energie-werte auf 5-6% genau sein.

3. ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Es wurde zunächst mit dem Ausgangsmaterial eine Reihe von Versuchen bei konstanter zeitlinearer Heizrate (25°C/min) gefahren. In Abb. 2 sind dazu einige dabei erhaltenen Originalkurven wiedergegeben. Wie daraus und aus den in Tabelle I zusammengestellten Werten zu erkennen ist, sind die auftretenden Peaks in ihrer Form, Fläche (d.h. gespeicherten Energie) und Temperaturlage sehr unterschiedlich. Dies wird auf die eingangs erwähnte Grobkörnigkeit des Ausgangsmaterials zurückgeführt. Die kleinen, zur Messung benutzten Proben umfassten oft nur einige wenige Körner unterschiedlicher Orientierung (und Verformung), die wahrscheinlich - entsprechend den Ergebnissen von STEFFEN u.M. (1,2) - unabhängig voneinander bei verschiedenen Temperaturen und mit verschiedener Energieabgabe rekristallisieren. So sind die erhaltenen Peaks gewissermassen als das überlagerte Spektrum vieler verschiedener Einzelpeaks zu verstehen. Die mittlere Energie betrug 0.115 cal/g und streute um $\pm 15\%$ bei einem Messfehler von etwa 3%.

Die obige Feststellung wurde durch die in Abb. 3 bzw. in Tabelle II dargestellten Ergebnisse an den nach erfolgter Rekristallisation neu verformten Kupferproben bestätigt (Verformung: 67% bei Raumtemperatur *). Hier wurden in allen Experimenten einfache Peaks gleichen Energieinhalts und bei

*) Wenn eine Kalorimeterprobe dieses Materials noch zusätzlich punktförmig (z.B. durch Eindringen eines Nagels) verformt wurde, entstanden auch hier Rekristallisationspeaks wie sie im Ausgangsprobenmaterial auftraten).

gleicher Temperatur (für konstante Heizrate) erhalten. Die bei einer Heizrate von $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$ freigesetzte Energie betrug $0,193 \text{ cal/g}$, die Peaktemperatur lag bei $210 \pm 1^{\circ}\text{C}$.

Bei Änderung der zeitlinearen Heizrate tritt eine Verschiebung der beobachteten Peaktemperatur auf, was einen Hinweis auf die thermische Aktivierung des Rekrystallisationsvorgangs bietet. In Abb. 4 sind einige Thermogramme, die bei verschiedenen Heizraten erhalten wurden, wiedergegeben. Eine Auftragung von $\log T_p/H$ über T/T_p (s. Ref. 5) ergibt eine Arrhenius-Gerade (Abb. 5), aus deren Steigung für die mittlere Aktivierungsenergie des Rekrystallisationsvorgangs ein Wert von 1.06 eV ermittelt werden kann. Dieser Wert liegt etwas tiefer als der in einer früheren Arbeit (6) an 6N-Kupfer ermittelte, steht jedoch in guter Übereinstimmung mit Ergebnissen anderer Autoren (11, 12, 13). Es sollte allerdings diesem Wert, auf Grund der Art und Weise wie er bestimmt wurde, nicht allzuviel Bedeutung beigemessen werden.

Nach Tieftemperaturverformung von Cu-II ($60\%-196^{\circ}\text{C}$) wurden ebenfalls einige Thermogramme aufgenommen. Die Ergebnisse (Abb. 5, Tabelle III) zeigen, dass bei etwa gleichem Abwalzgrad durch eine Tieftemperaturverformung eine um ca. 25% höhere Fehlordnungsenergie als bei RT-Verformung in das Material eingebracht wird: die Rekrystallisation erfolgt infolgedessen (bei gleicher Heizrate) bei tieferer Temperatur. Auch die Härte liegt mit 124 kg/mm^2 etwas höher.

Dieses Ergebnis steht qualitativ in Übereinstimmung mit den Resultaten von BROXTERMAN, GREWE und KAPPLER (3);

bei einem Verformungsgrad von $\gamma = 1$ fanden jene Autoren nach Tieftemperaturverformung ebenfalls eine um ca. 25% grössere gespeicherte Energie als nach RT-Verformung. Es ist jedoch darauf hinzuweisen, dass jene Proben durch Torsion verformt worden waren, während im vorliegenden Fall die Verformung durch Walzen aufgebracht wurde. Die höheren Rekristallisationstemperaturen die BROXTERMANN u.M. bei gleicher gespeicherter Energie angeben, sind in erster Linie auf die höhere angewandte Heizrate sowie evt. auf unterschiedliche Verunreinigungen zurückzuführen. Weiterhin muss an dieser Stelle festgehalten werden, dass wir ebenfalls in Übereinstimmung mit anderen Untersuchungen (1,2,3) nach RT wie auch nach Tieftemperaturverformung keine weiteren Erholungsprozesse neben der Rekristallisation beobachten konnten. Da Punktfehler zumindest nach der Verformung bei -196°C in der Probe vorliegen sollten (bei RT-Verformung könnten sie evt. bereits während der Verformung ausheilen), müssen wir schliessen, dass entweder der Beitrag der Punktfehler unter der Nachweisgrenze unseres Kalorimeters (1mcal/sec) liegt, oder diese bereits unterhalb -50°C ausheilen.

Eine versuchsweise Auftragung der Peakverschiebung einiger Resultate nach Tieftemperaturverformung bei verschiedenen Heizraten ist ebenfalls in Abb. 6 wiedergegeben. Daraus folgt, dass die Aktivierungsenergie für den Rekristallisationsprozess nicht von der Verformungstemperatur abhängt. Es müssen jedoch noch weitere Versuche zur Bestätigung dieses vorläufigen Ergebnisses angestellt werden.

Für die Durchführung und Auswertung der Experimente sei Herrn G. von Birgelen an dieser Stelle vielmals gedankt. Die Schlifffbilder wurden freundlicherweise von Herrn J. Dubois besorgt.

4. LITERATUR

1. H. Steffen,
Rep. Jül - 855 - FF (1972).
2. H. Steffen, G. Gottstein and H. Wollenberger,
Acta Met., in press.
3. K. Broxtermann, H.G. Grewe und E. Kappler,
Z. Metallkde 62, 867 (1971)
4. A. Wolfenden,
Acta Met. 15, 971 (1967)
5. W. Hemminger, Dissertation, TU Stuttgart 1972.
6. E. Lang und G. von Birgelen,
EUR 4802 d (1972)
7. E. Lang,
Z. Metallkd, 1,56 (1973)
8. H. Wollenberger, private Mitteilung
9. O. Vollmer und R. Kohlhaas,
Z. Metallkde, 59, 273 (1968)
10. F. Kohlrausch,
Prakt. Phys. II, 670 (1962)
11. H. Wenzl,
Z. Angew. Phys. 95, 286 (1963).
12. J.E. Burke and D. Turnbull,
Progr. Metal Phys. 3, 220 (1962)
13. H.G. Grewe, E. Kappler, H. Plugmacher,
E. Schneider und W. Weiser.
Z. Physik 224, 85 (1969).
14. E. Lang and S. Canetoli, EUR 4622e (1971)

5. ABBILDUNGEN

Abb. 1 Schliffbilder, 90 x vergrößert.

- a) Material Cu 99,997%, as-received, 65% verformt.
- b) Ausgangsmaterial rekristallisiert bei 350°C/1h.
- c) nach erneuter Verformung des rekristallisierten Materials um 67% bei RT.
- d) nach erneuter Verformung des rekristallisierten Materials um 60% bei LN₂-Temperatur
- e) nach zweimaligem Aufheizen im Kalorimeter bis 320°C.

Abb. 2 Thermogramme von Cu Proben im as-received Zustand (65% def.), Heizrate 25°C/min.

Abb. 3 Thermogramme von nach erfolgter Rekristallisation bei RT verformten (67%) Cu-Proben. Heizrate 25°C/min.

Abb. 4 Thermogramme des gleichen Materials wie in Abb. 3 jedoch bei verschiedenen Heizraten erzielt.

Abb. 5 Thermogramme erhalten an kaltverformtem (-196°C) Cu-Material bei verschiedenen Heizraten.

Abb. 6 Auswertung der bei Aufheizen mit verschiedenen Heizraten auftretenden Peakverschiebung nach Ref. (6) zur Bestimmung der mittleren Aktivierungsenergie des Rekristallisationsprozesses.

- Abb. 7 a) Widerstands-Temperaturkurve, bzw. deren Ableitung, von Reinkupfer bei Aufheizen mit 1°C min. nach 95% Abwalzen.
- b) wie Abb. 7a, doch bei einer Heizrate von 25°C min. aufgenommen.
- c) DSC-Thermogramm einer Kupferprobe wie in Abb. 7a + b bei einer Heizrate von $25^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

TABELLE I

Material: Cu as-received: 65% def.

Run. Nr.	Zustand	l. Tp (°C)	H (cal/g)	Härte Hv2kp (kp/mm ²)
G	as rec. 65% def.	267	0,110	104
E	"	250	0,141	110
H	"	248	0,102	112
3	"	263	0,114	-
4	"	240	0,121	-
6	"	288	0,112	-
7	"	268	0,090	-
F	"	268	0,145	113
N	"	240	0,120	-
K	"	253	0,109	-
D	"	227	0,111	106
B	"	273	0,120	107/38,7 (rek.)
A	"	272	0,101	107/39,7 (rek.)
I	"	262	0,121	106
C	"	247	0,110	113/39 (rek.)

Mittelwert: $0,115 \pm 0,141$ cal/g bzw.

$0,48 \pm 0,59$ Ws/g

TABELLE II

Material: Cu rekrist. + 67% RT def.

Run No.	Heizrate (°C/min)	Tp (°C)	H (cal/g)
20	25	210	0,188
21	25	209	0,186
22	25	210	0,201
24	25	211	0,197
<u>Mittelwert: 210° + 1°C</u>			
		0,193	+ 0,006 cal/g
27	5	182	0,182
29	15	201.5	0,173
32	15	203.5	0,194
30	20	203	0,182
23	25	211	0,194
26	35	217.5	0,176
31	45	220	0,174
<u>Mittelwert:</u>			
		0,184	+ 0,009 cal/g

TABELLE III

Material: Cu, rekrist. und 60% LN₂-def.

Run	Heizrate (°C/min)	Tp (°C)	E (cal/g)	Härte Hv ^{2kp} (kg/mm ²)
B	20	189	0,240	124 + 7
I	15	179	0,250	39 + 3 (rekrist.)
II	15	180	0,248	
A	10	176	0,240	
<u>Mittelwert: 0,244 + 0,005 cal/g.</u>				

6. ANHANG

Vergleich von Kalorimeterkurven mit Messungen des elektrischen Widerstandes bei zeitlinearem Aufheizen.

Im Zusammenhang mit den vorstehenden Untersuchungen und früheren Arbeiten (6,7, 14) haben wir versucht, den Rekristallisationsprozess auch mit der in Ref. (10) beschriebenen dynamischen Widerstandsmessung zu erfassen. Abb. 7 a+b zeigen zwei Widerstands-Temperatur-Kurven bzw. deren Ableitung dR/dT (T), die bei verschiedenen linearen Heizraten (1° bzw. 25°C min.) an 95% abgewalztem Reinkupfer (99,99%) erhalten wurden. Abb. 7 c gibt dazu ein DSC-Thermogramm wieder, das ebenfalls bei einer Heizrate von 25°C/min. aufgenommen wurde.

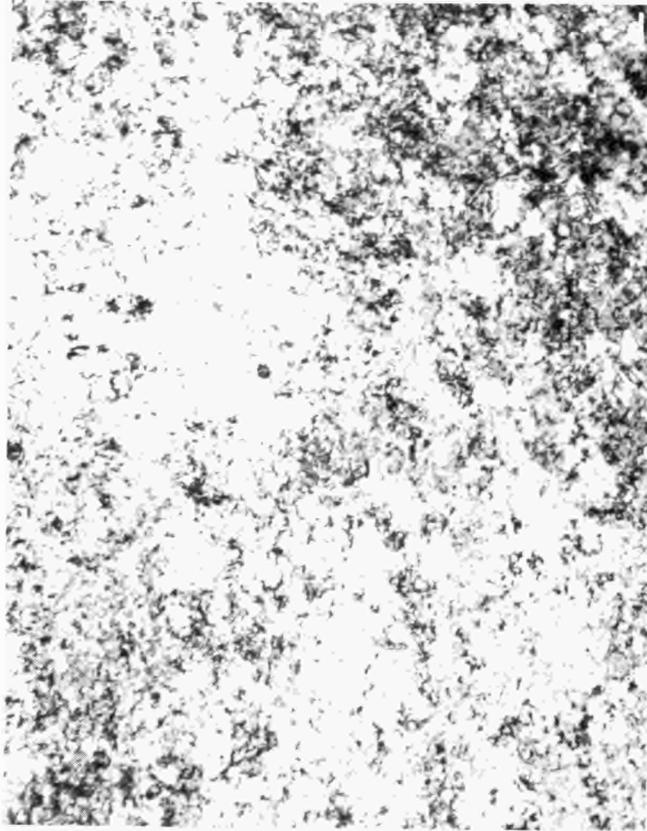
Die durch den Rekristallisationsvorgang bedingte Widerstandsabnahme tritt sehr deutlich in den entsprechenden Ableitungskurven als (negativer) Peak auf. Die Übereinstimmung der Temperaturlage der Peaks in den Kalorimeterkurven und in den Widerstandskurven (für gleiche Heizraten) ist befriedigend.

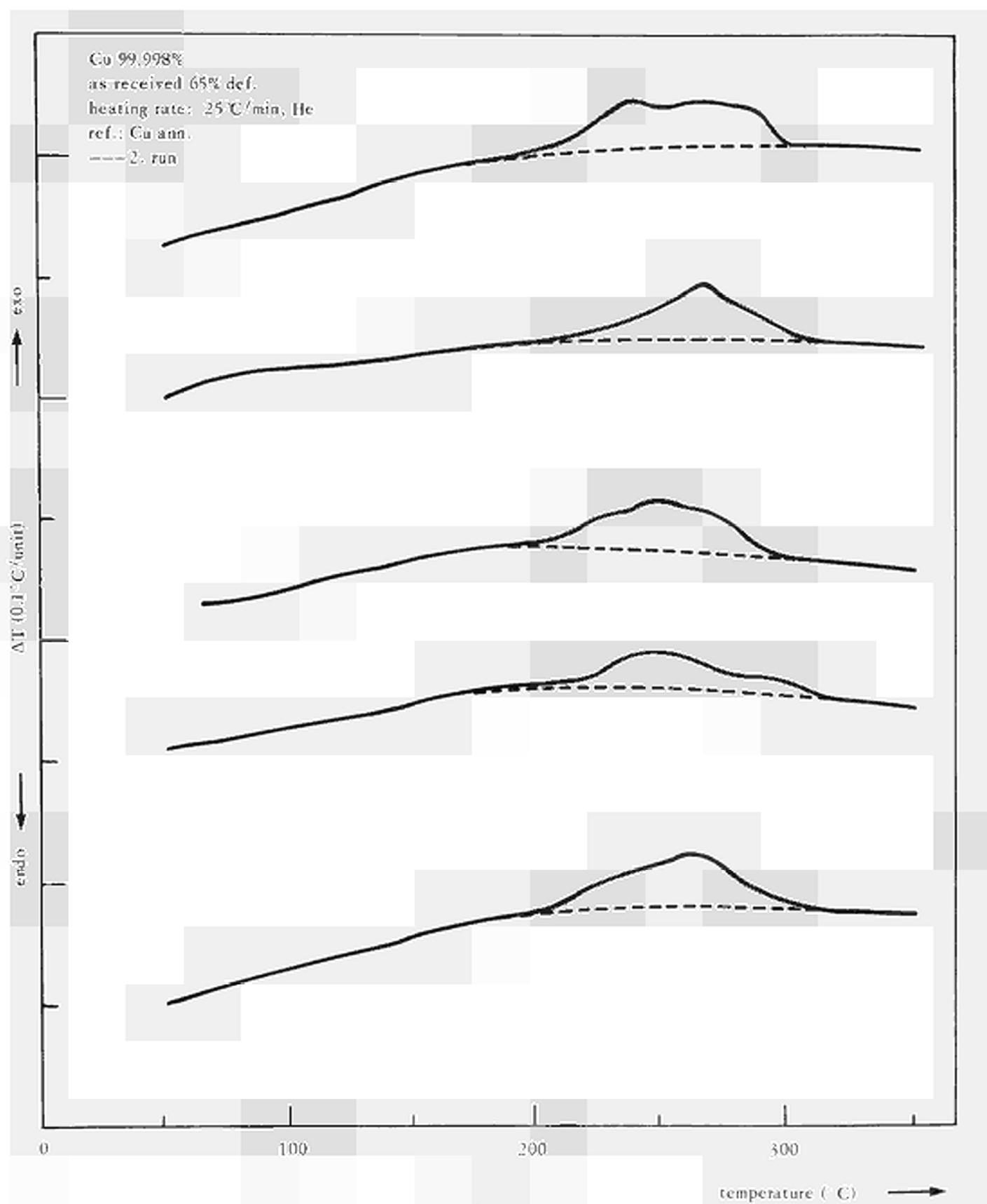
Ferner wird, wie in den DSC-Diagrammen, auch in den dR/dT -Kurven mit zunehmender Heizrate eine Verschiebung der Peaktemperatur zu höheren Werten beobachtet.

Kinetische Widerstandsmessungen bei zeitlinearer Aufheizung eignen sich also u.U. für qualitative Untersuchungen von metallphysikalischen Vorgängen wie z.B. der Rekristallisation.

Da es sich jedoch um kein Differentialverfahren wie im Fall der Kalorimeteruntersuchungen handelt, ist die Genauigkeit im allgemeinen wesentlich geringer: Die untersuchten Phänomene treten als Abweichungen (Peaks) in der ersten Ableitung der Messkurve auf.







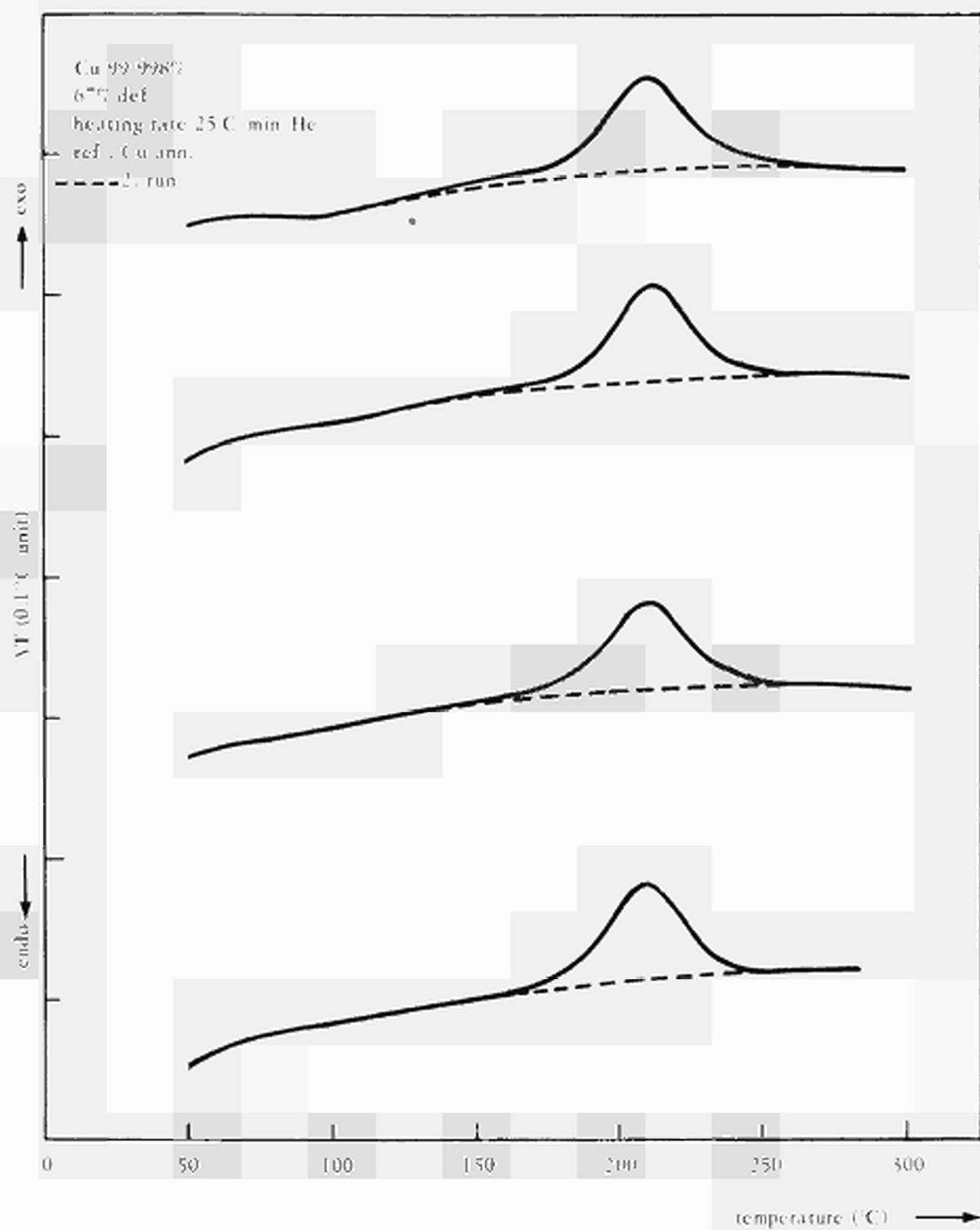
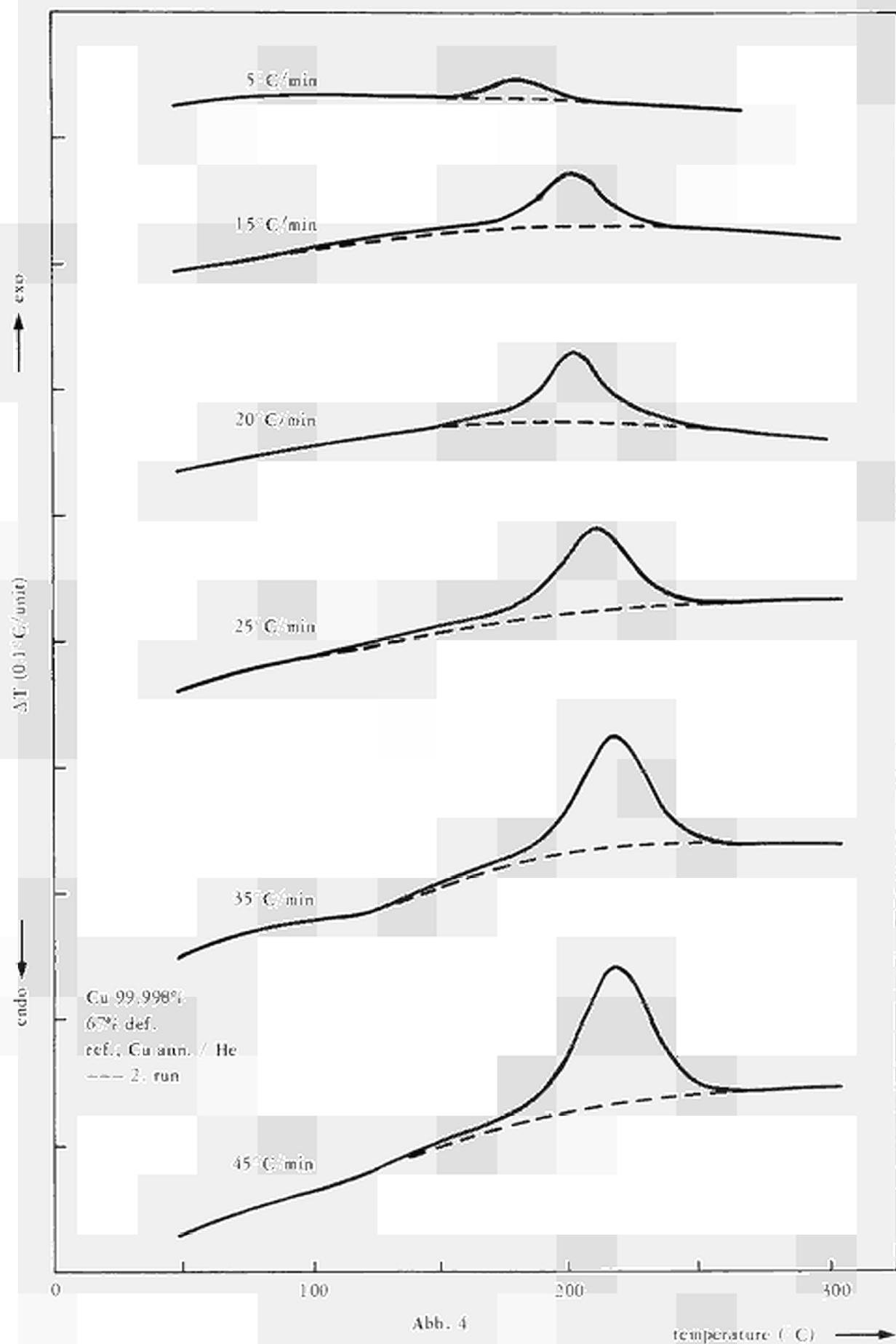


Abb. 3



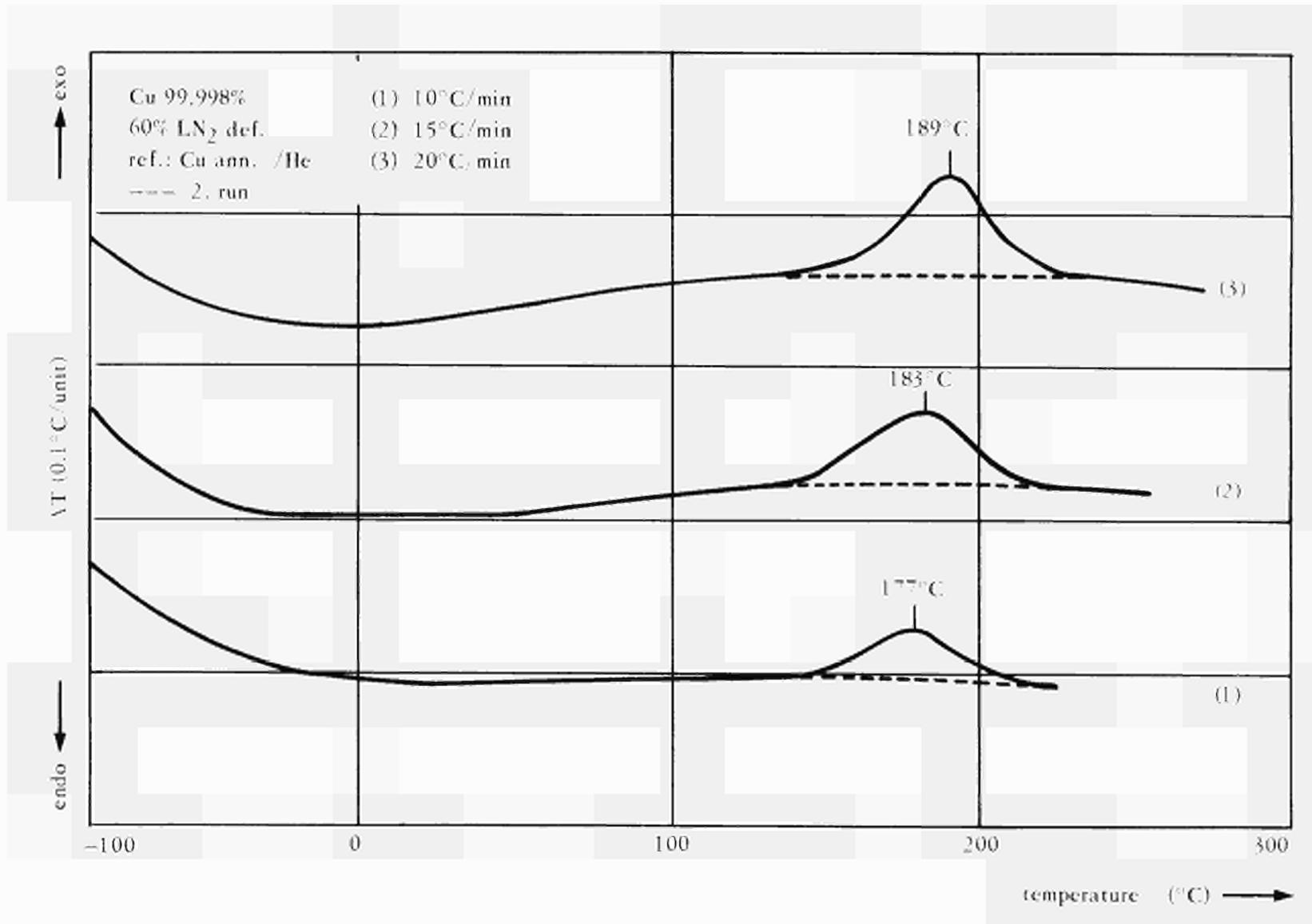


Abb. 5

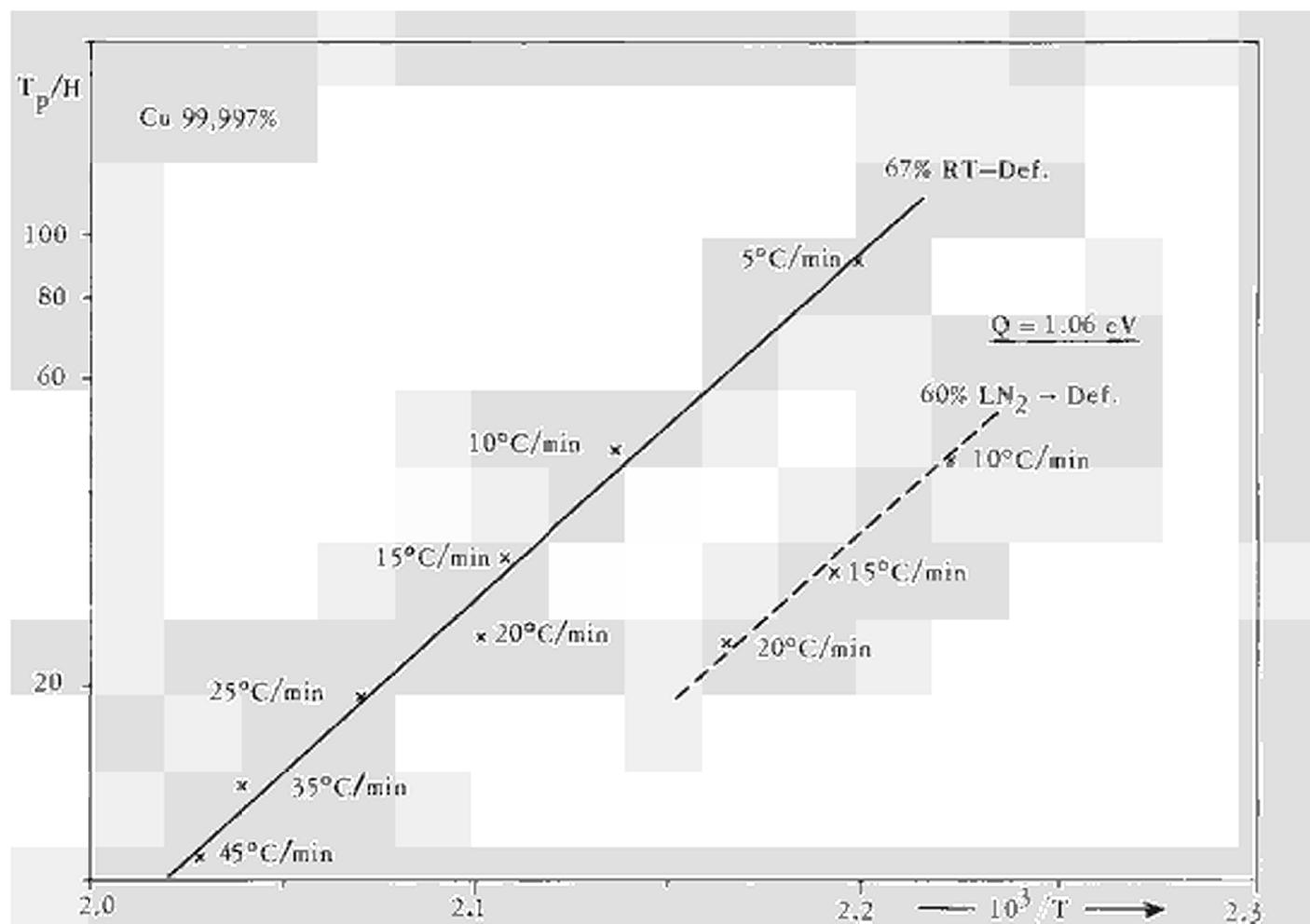


Abb. 6

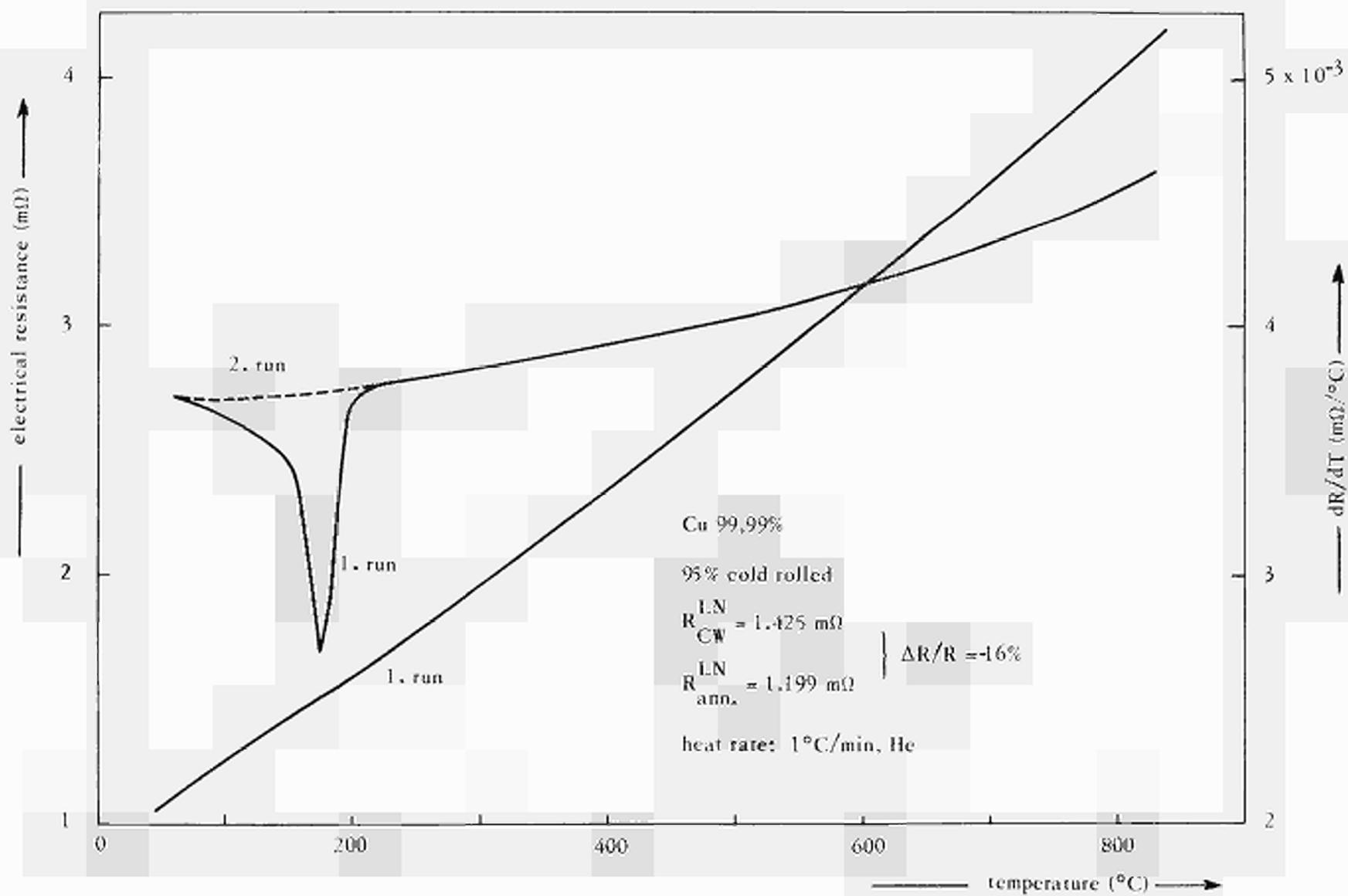


Abb. 7 a

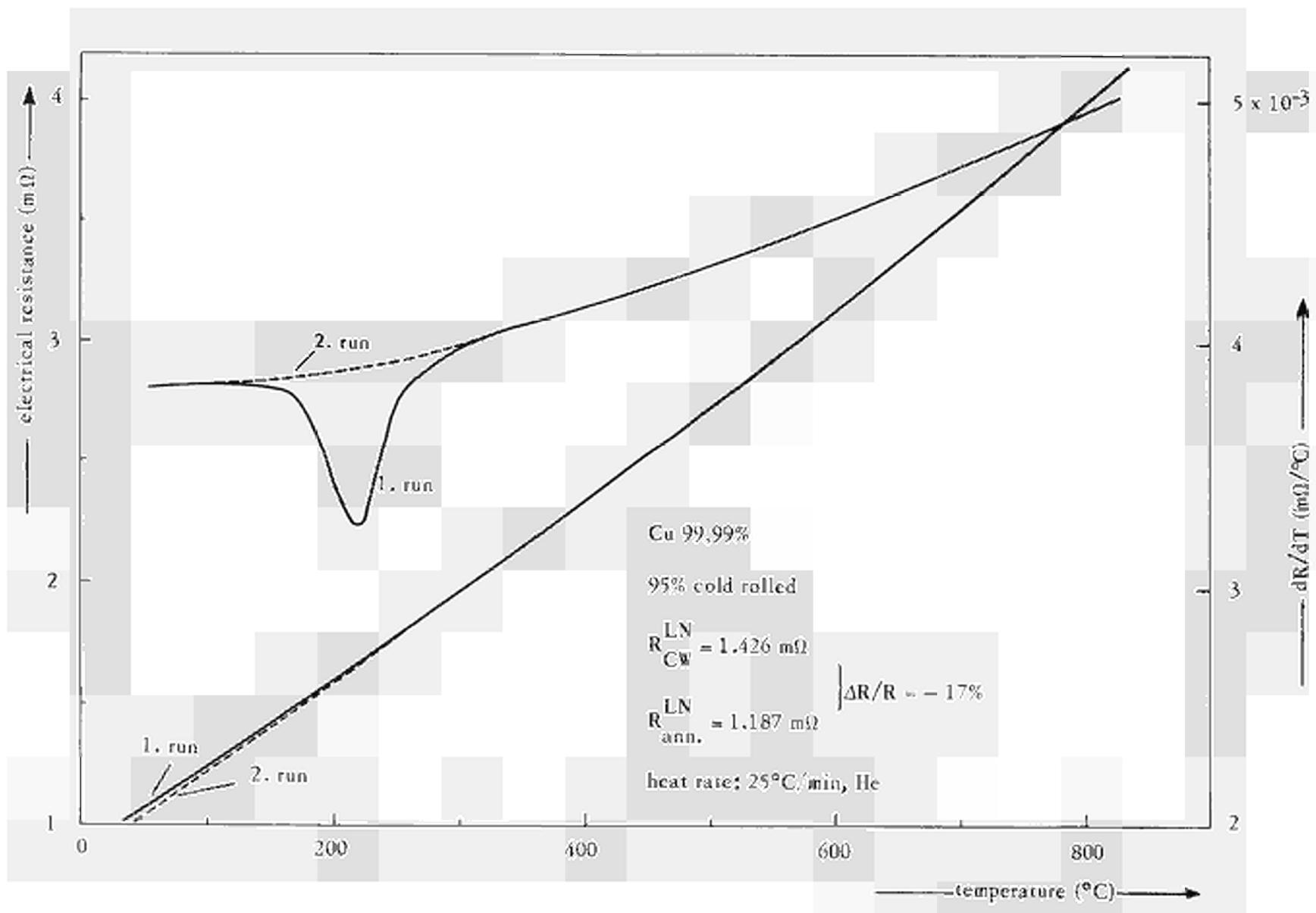


Abb. 7 b

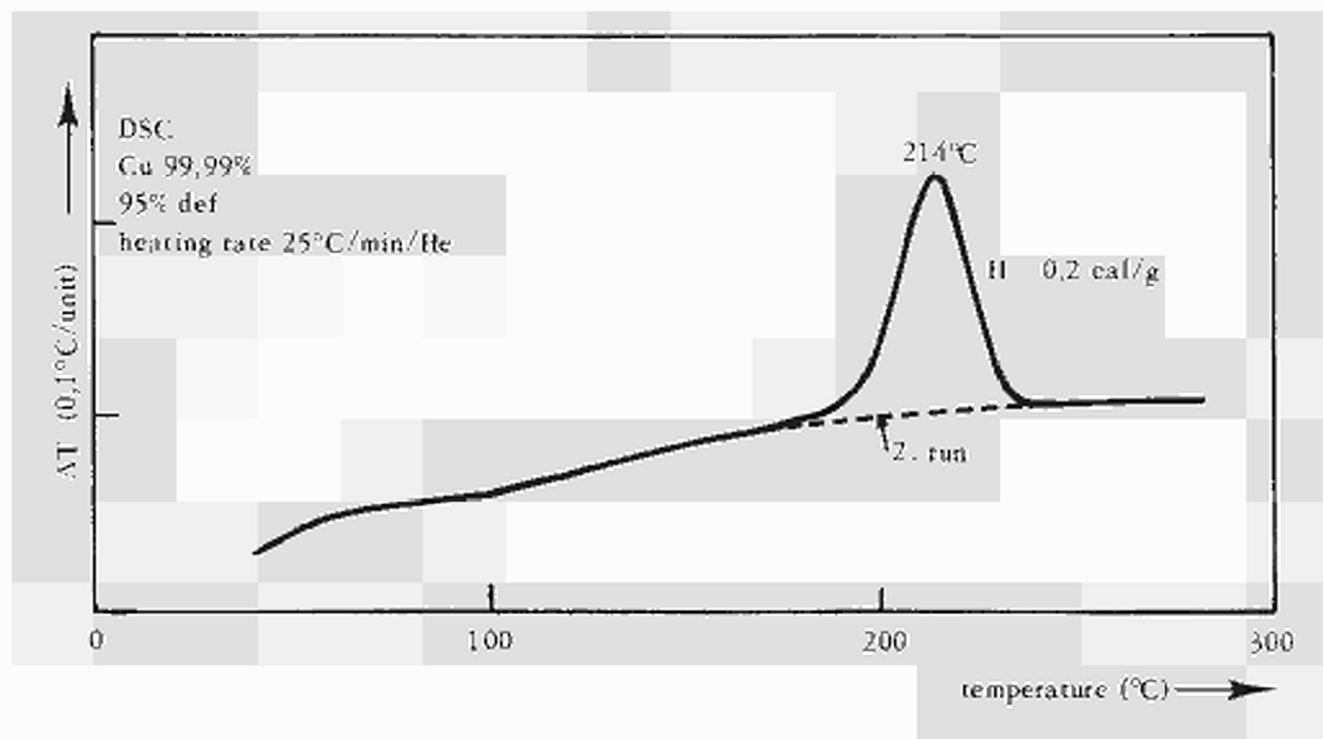


Abb. 7c

AN UNSERE LESER

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten wissenschaftlichen und technischen Berichte werden in der Monatszeitschrift „euro-abstracts“ angezeigt. Abonnement (1 Jahr: BF 1 025,—) und Probehefte sind erhältlich bei:

**Amt für amtliche Veröffentlichungen
der Europäischen Gemeinschaften
Case postale 1003
Luxembourg 1**



Erkenntnisse verbreiten ist soviel wie Wohlstand verbreiten — ich meine den allgemeinen Wohlstand, nicht den individuellen Reichtum —, denn mit dem Wohlstand verschwindet mehr und mehr das Böse, das uns aus dunkler Zeit vererbt ist.

Alfred Nobel

VERTRIEBSSTELLEN

Alle von der Kommission der Europäischen Gemeinschaften veröffentlichten Dokumente werden durch das Amt für amtliche Veröffentlichungen bei den unten angegebenen Anschriften zu dem auf dem Umschlag angegebenen Preis verkauft. Bei schriftlicher Bestellung bitte die genaue Referenz und den Titel des Dokumentes deutlich angeben.

DEUTSCHLAND (BR)

Verlag Bundesanzeiger
5 Köln 1 — Postfach 108 006
Tel. (0221) 21 03 48
Fernschreiber: Anzeiger Bonn 08 882 595
Postscheckkonto 834 00 Köln

BELGIEN

Moniteur belge — Belgisch Staatsblad
Rue de Louvain 40-42 — Leuvenseweg 40-42
1000 Bruxelles — 1000 Brussel — Tel. 12 00 26
CCP 50-80 — Postgiro 50-80

Nebenstelle:

Librairie européenne — Europese Boekhandel
Rue de la Loi 244 — Wetstraat 244
1040 Bruxelles — 1040 Brussel

DÄNEMARK

J.H. Schultz — Boghandel
Montergade 19
DK 1116 København K — Tel. 14 11 95

FRANKREICH

*Service de vente en France des publications
des Communautés européennes — Journal officiel*
26, rue Desaix — 75 732 Paris - Cédex 15^a
Tel. (1) 306 51 00 — CCP Paris 23-96

GROSSHERZOGTUM LUXEMBURG

*Amt für amtliche Veröffentlichungen
der Europäischen Gemeinschaften*
Case postale 1003 — Luxembourg
Tel. 4 79 41 — CCP 191-90
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/200

IRLAND

Stationery Office — The Controller
Beggars Bush
Dublin 4 — Tel. 6 54 01

ITALIEN

Libreria dello Stato
Piazza G. Verdi 10
00198 Roma — Tel. (6) 85 08
CCP 1/2640

NIEDERLANDE

Staatsdrukkerij- en uitgeverijbedrijf
Christoffel Plantijnstraat
's-Gravenhage — Tel. (070) 81 45 11
Postgiro 42 53 00

VEREINIGTES KÖNIGREICH

H.M. Stationery Office
P.O. Box 569
London S.E. 1 — Tel. 01-928 69 77, ext. 365

VEREINIGTE STAATEN VON AMERIKA

European Community Information Service
2100 M Street, N.W.
Suite 707
Washington, D.C., 20 037 — Tel. 296 51 31

SCHWEIZ

Librairie Payot
6, rue Grenus
1211 Genève — Tel. 31 89 50
CCP 12-236 Genève

SCHWEDEN

Librairie C.E. Fritze
2, Fredsgatan
Stockholm 16
Post Giro 193, Bank Giro 73/4015

SPANIEN

Libreria Mundt-Prensa
Castello 37
Madrid 1 — Tel. 275 51 31

ANDERE LÄNDER

*Amt für amtliche Veröffentlichungen
der Europäischen Gemeinschaften*
Case postale 1003 — Luxembourg
Tel. 4 79 41 — CCP 191-90
Compte courant bancaire: BIL 8-109/6003/200

CDNA05106DEC