

Untersuchungen über die Rekristallisation bei Silber und Kupfer¹.

Von **H. Widmann** in Stuttgart.

Mit 18 Abbildungen. (Eingegangen am 29. Juli 1927.)

Bestimmung der Kristallitlagerung bei der Glühbehandlung stark gewalzter Silber- und Kupferbleche und deren Einfluß auf die technologischen Eigenschaften und die Korngröße des Materials. Starker Einfluß geringster Verunreinigungen auf die Rekristallisationsgrenztemperatur.

Bei der Röntgenuntersuchung von stark gewalzten Blechen kubisch kristallisierender Metalle wurde von Mark und Weissenberg² bzw. von Uspenski-Konobejewski³ eine gerichtete Anordnung der Kristallite festgestellt, welche dadurch charakterisiert ist, daß sich eine bestimmte kristallographische Ebene parallel zur Walzebene und eine bestimmte kristallographische Richtung parallel zur Walzrichtung einstellt. Bei den flächenzentriert kubischen Metallen (Gold, Platin, Silber, Kupfer) ist dies eine (011)-Ebene bzw. eine [112]-Richtung. Von R. Glocker⁴ wurde an Silberblechen gezeigt, daß der Übergang aus dieser Walzlage der Kristallite bei der Glühbehandlung nicht unmittelbar in die regellose Orientierung vor sich geht, sondern daß, als ein bei niederen Rekristallisationstemperaturen sehr beständiges Übergangsstadium, eine neue kristallographisch ausgezeichnete Lage, die „Rekristallisationslage“ auftritt, bei der eine [112]-Richtung in der Walzrichtung und eine (113)-Ebene in der Walzebene liegt. Erst aus dieser Rekristallisationslage heraus gehen die Kristallite bei höheren Glühgraden in die völlige Entorientierung über.

Der Einfluß der Änderung der Kristallitlage bei der Rekristallisation auf die technologischen Eigenschaften des Metalles (Festigkeit, Dehnung, Korngröße) wurde von Glocker, Kaupp und Widmann⁵ an stark gewalzten Silberblechen näher untersucht und dabei festgestellt, daß den drei deutlich unterscheidbaren Abschnitten des Verhaltens der Festigkeit und Dehnung, nämlich

1. Walzzustand (hartes Blech, größte Festigkeit, ohne nachweisbare Dehnung),

¹ Gekürzter Auszug aus der Stuttgarter Dissertation 1927.

² ZS. f. Phys. **14**, 328, 1923; **16**, 314, 1923.

³ Ebenda **16**, 215, 1923.

⁴ Ebenda **31**, 410, 1925.

⁵ ZS. f. Metallk. **17**, 354, 1925.

2. weiches Blech (Maximalwert der Dehnung, Festigkeit gegenüber Zustand 1. auf etwa die Hälfte vermindert),
3. überhitztes Blech (gleichzeitige Abnahme von Festigkeit und Dehnung),

drei ebenso scharf begrenzte Zustände in bezug auf die Kristallitlagerung entsprechen:

1. gerichtete Lage im Walzblech („Walzlage“),
2. neue gerichtete Lage im rekristallisierten Blech („Rekristallisationslage“) bei niederen und mittleren Glühtemperaturen,
3. regellose Orientierung bei hohen Glühtemperaturen.

Die vorliegende Arbeit umfaßt Untersuchungen über den Gültigkeitsbereich der früher bei der Rekristallisation von Silberblechen gefundenen Beziehungen zwischen Festigkeit und Dehnung einerseits, Korngröße und Kristallitlagerung andererseits. Insbesondere erschien es wichtig, den Einfluß folgender Faktoren auf den Ablauf des Rekristallisationsvorganges im einzelnen zu verfolgen:

1. der Größe des Walzgrades,
2. der Vornahme von Zwischenglühungen beim Walzprozeß,
3. der Verunreinigungen des Materials,
4. einer der Kaltbearbeitung vorangehenden Warmbearbeitung.

Eine Ausdehnung der Untersuchungen auf ein zweites Metall von flächenzentriert kubischem Gittertypus, nämlich das Kupfer, führte zu dem überraschenden Resultat, daß im Gegensatz zu der Walzlage, die eine reine Funktion des Gittertypus ist, die Rekristallisationslage von Element zu Element verschieden sein kann. Die Beziehungen zwischen der Kristallitlage und der Festigkeit und Dehnung sind in großen Zügen dieselben wie bei Silber.

1. Versuchsbedingungen.

Die Silber- und Kupfergußstücke zu den verschiedenen Versuchen wurden in einem Tammann-Ofen hergestellt. Den Kupferschmelzen, die zur Untersuchung des Einflusses der Verunreinigungen dienten, wurden jeweils etwa 2 g fein gepulverter Holzkohle beigegeben und erst nach Austreibung des Kupferoxyduls, das etwa 0,4 % betrug, die Zusätze beigegeben. Zur Erzielung einer möglichst gleichmäßigen kleinen Körnung wurden die Güsse an der Luft außerhalb des Ofens rasch abgekühlt¹.

¹ Für die zur Durchführung der Versuche zur Verfügung gestellten Silber- und Kupfermengen sowie für die Herstellung der Analysen sei der Fa. Gebr. Fessler in Pforzheim, der Deutschen Gold- und Silberscheideanstalt in Pforzheim, der Robert Bosch A.-G. Stuttgart, Herrn Dr. Köster und Herrn Dr. Mas ing verbindlichster Dank ausgesprochen.

Der Walzprozeß der Gußstücke wurde auf einem elektrisch angetriebenen Kaltwalzwerk stets in derselben Weise so durchgeführt, daß die Dickenabnahme des Bleches pro Stich bei allen Versuchen $\frac{1}{5}$ betrug. Nach früheren Mitteilungen¹ mußte diesem Umstand Rechnung getragen werden wegen der Verschiebung der unteren Grenze der Rekristallisation. Bleche mit Spannungen zeigten starke örtliche Unterschiede in der Lage der Rekristallisationstemperatur und mußten verworfen werden.

Die Glühbehandlung der Silberbleche im Temperaturgebiet von 0 bis 900° C wurde in kleinen Heraeus-Tiegelöfen vorgenommen, die der Kupferbleche im Temperaturbereich von 0 bis 1000° C erfolgte in einem besonders gebauten Vakuumofen (Fig. 1). Dabei diente als Glühofen ein großer Silitstabofen mit sechs Heizstäben und von 45 cm Glühlänge. In diesen Ofen war ein 70 cm langes einseitig zugeschmolzenes Rohr (Masse

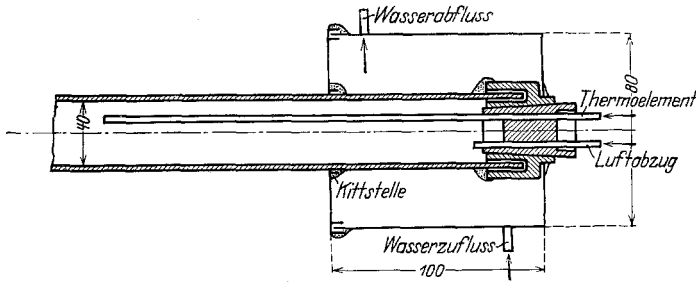


Fig. 1. Vakuumofen.

H 66) der Staatlichen Porzellanmanufaktur Berlin hineingeschoben, welches mittels eines konischen Metallschliffes abgedichtet wurde. Das Absaugen der Luft auf $\frac{1}{10}$ mm Quecksilbersäule besorgte eine Leyboldsche Kapselpumpe. Luftabsaugrohr und Quarzrohr zur Einführung des Thermoelementes in Ofenmitte gingen durch den Konus des Metallschliffes hindurch. Der Schliff, sowie etwa 15 cm vom Anfang des Porzellanrohres erhielten einen Wasserkühlmantel, um den vorderen Teil des Ofens stets kalt zu halten. In diesen kalten Teil des Ofens wurden die Proben eingesetzt und das Rohr evakuiert. Nach erreichter konstanter Temperatur wurden die in ein Schiffchen aus Hartporzellan eingebetteten Bleche durch Kippen des Ofens in die Mitte hineingebracht, bis zu einem inneren Anschlag. Nach beendeter Glühung wurden die Proben wieder in den kalten Teil des Ofens herausgekippt und dort im Vakuum abgekühlt.

¹ R. Glocker ZS. f. Phys. 31, 406, 1925.

Zur Aufnahme der Röntgenbilder wurden zwei selbstgebaute Apparaturen (Fig. 2) verwendet. Die Röhre war in der Mitte des Aufnahmetisches starr angeordnet, und zwar so, daß die Antikathodenfläche in einer horizontalen Ebene lag. Zu beiden Seiten der Röhre nahmen zwei um eine horizontale Achse aufklappbare Bodenflächen die Doppelapparaturen auf. Dadurch war es möglich, an einem Transverter bei etwa 60 kV und 8 mA in 7 bis 10 Stunden dauernd vier Aufnahmen gleichzeitig zu exponieren. Als Strahlungsquelle diente eine technische Elektronenröhre (Mediaröhre) mit Silberantikathode unter Vorschaltung eines Palladiumfilters von 0,05 mm Dicke.

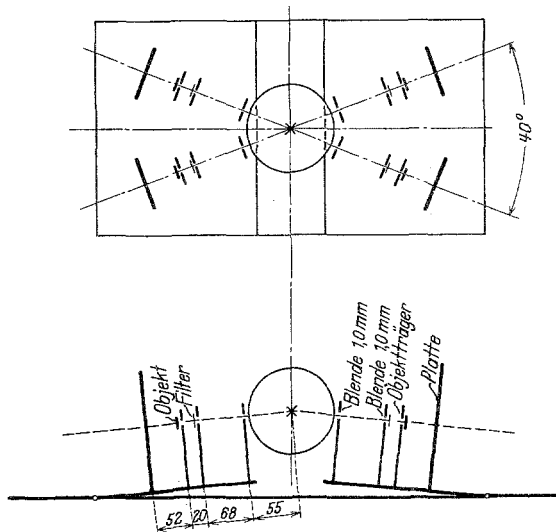


Fig. 2. Laue-Debye-Apparatur.

Die Prüfung der Festigkeit und Dehnung erfolgte auf einer 1,5-t-Zerreißmaschine, deren Kraftbereich durch Aufsetzen eines Ausgleichgewichtes von 0 bis 150 kg reichte. Um das seitliche Einreißen der $\frac{1}{10}$ mm dünnen Versuchsbleche¹ sowie das Abreißen an den Einspannenden und das Fortgleiten aus den Einspannklötzen zu vermeiden, wurden geschliffene Einspannkeile hergestellt. Diese hatten auf der Innenseite nur die ganz schwache Riffelung eines leichten Hobelstriches. Mit zwei Schrauben wurden dann die durch Papierklebstreifen geschützten Proben unter Benutzung einer Richtplatte in den Einspannkeilen festgeklemmt.

¹ Mit Rücksicht auf die direkte Durchstrahlung bei der Röntgenaufnahme mußte die Dicke der Silberbleche auf $\frac{1}{10}$ mm festgesetzt werden.

Die Probestäbe wurden in Walzrichtung aus den Bändern herausgeschnitten und in einer gehärteten Stahlschablone auf eine Bandbreite von etwa 9,65 mm parallel gefeilt. Zur Bestimmung der Dehnungswerte wurden alle Stäbe verwendet, deren Riß innerhalb der Meßlänge von 30 mm erfolgte. Durch Verlegen der Rißstelle in bekannter Weise nach der Stabmitte konnten auch nicht in der Mitte gerissene Stäbe zur Dehnungsbeurteilung herangezogen werden.

Über die teilweise recht schwierige Ätzung der Silberschliffe ist an anderer Stelle¹ bereits eingehend berichtet worden. Es soll hier nur erwähnt werden, daß sich wieder für die Ätzung der Silberbleche die

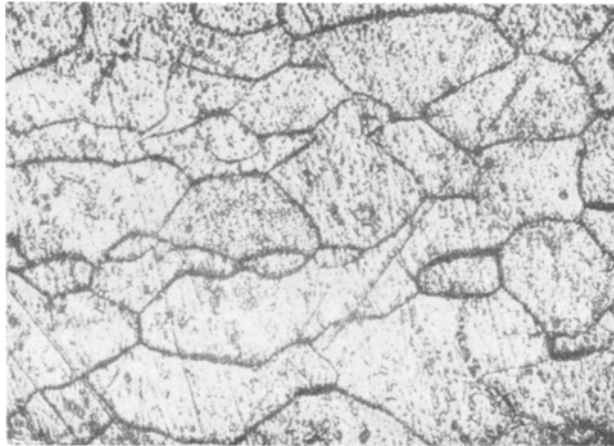


Fig. 3. Korngrenzenätzung des warm vorbehandelten Kupfers, $T = 1000^{\circ}\text{C}$, $V = 200$.

Mischung von 50 % Ammoniak (spez. Gew. 0,91) und 50 % Wasserstoffsuperoxyd (3 %ig) am besten bewährt hat, in welcher die Schliffe in einer Vertikalebene hin und her bewegt wurden. Die Kupferschliffe wurden im allgemeinen mit einer 5- bis 20 %igen Ammoniumpersulfatlösung geätzt, jedoch versagte diese Ätzung ebenso wie alle anderen üblichen Kupferätzmittel bei solchen Kupferblechen, die mit gerichteter Kristalllage rekristallisiert waren. Es traten sofort Ätzgruben auf, ohne daß die Korngrenzen sichtbar wurden. Eine gute Korngrenzenätzung (Fig. 3) konnte man dagegen durch Ätzung mit Ammoniak (spez. Gew. 0,91) unter Zusatz von einigen Tropfen Wasserstoffsuperoxyd erreichen.

¹ R. Glocker, E. Kaupp und H. Widmann, ZS. f. Metallk. **17**, 353, 1927.

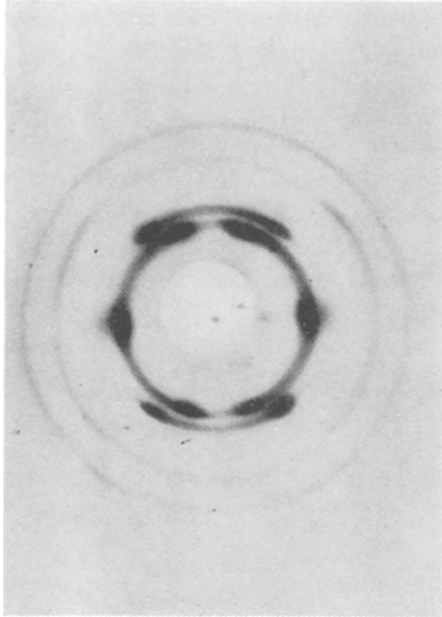


Fig. 4. Typisches Silberwalzbild.

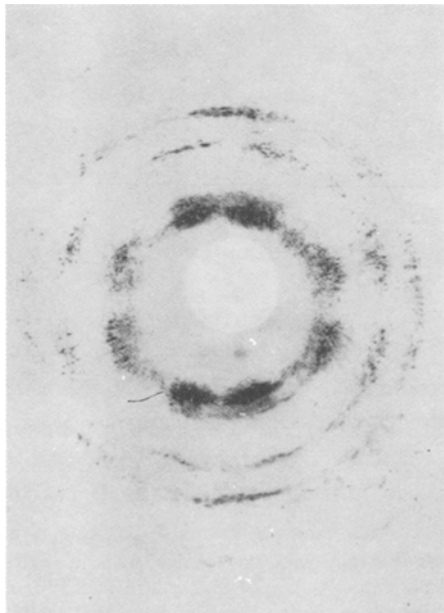


Fig. 5. Ausgeprägte Rekristallisationslage des Silberwalzbleches.

Versuchsergebnisse bei Silber.

A. Einfluß des Walzgrades. Zur Durchführung der Versuche wurde ein ziemlich reines Silber (99,86 % Ag) verwendet.

Bei der Röntgenuntersuchung von Walzblechen mit 90- und 75 %igem Walzgrad ergab sich, daß der Rekristallisationsverlauf, der bei dem früher¹ untersuchten 99 %ig gewalzten Blech durch die drei typischen Zustände: gerichtete Walzlage, gerichtete Rekristallisationslage und regellose Orientierung, wie sie in Fig. 4 bis 6 gekennzeichnet sind, in anderer

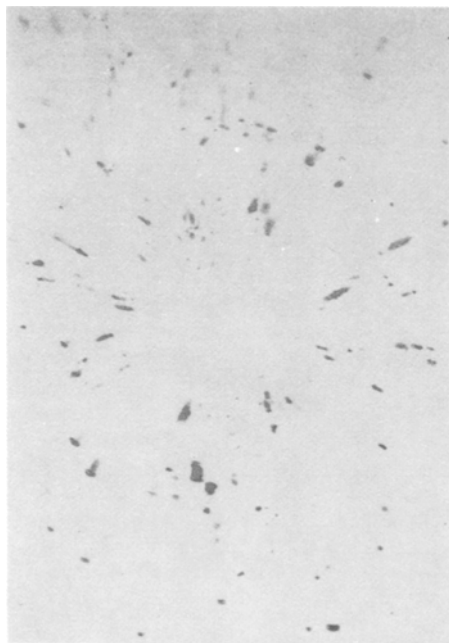


Fig. 6. Regellose Orientierung der Silberkristallite.

Weise vor sich geht. Das Walzbild des Bleches mit niedrigerem Walzgrad besitzt nicht mehr die scharf begrenzten Häufungsstellen auf dem Oktaeder und Würfelring, ein Zeichen dafür, daß durch die weniger starke Walzung nicht mehr so viele Kristallite in gleiche Gitterlagen eingerichtet werden konnten. Die ersten Spuren einer beginnenden Rekristallisation in Form von feinen Schwärzungspunkten treten bei der Glühbehandlung

¹ R. Glocker, E. Kaupp und H. Widmann, ZS. f. Metallk. **17**, 355, 1925.

des niedriger gewalzten Bleches nicht mehr nur an den für die Rekristallisationslage des hochgewalzten Bleches charakteristischen Stellen auf, sondern die Interferenzflecke, herrührend von den neu gebildeten größeren Körnern, entstehen gleichmäßig auf den ganzen Interferenzringen verteilt. Es findet also bei der Glühbehandlung ein direkter Übergang vom Zustand der Walzlage in die regellose Kornlagerung statt.

Das Ergebnis der technologischen Untersuchung des niedriger gewalzten Bleches ist in Fig. 7 aufgezeichnet, dem in Fig. 8 das Resultat der früheren Untersuchung beim 99 %ig gewalzten Material gegenübergestellt ist. Man sieht daraus, daß die Verfestigung im Walzzustand etwas geringer geworden ist als beim ganz hochgewalzten Blech. In der Lage der unteren Grenztemperatur der Rekristallisation ist gegenüber dem 99 %igen Walzgrad ein merkbarer Unterschied nicht zu erkennen. Das Übergangsbereich vom Zustand der Verfestigung in den Zustand der Erweichung erstreckt sich über ein etwas größeres Temperaturgebiet, das beim 75 %igen Walzgrad noch breiter wird. Der plötzliche Steilabfall der Festigkeit wurde ja bereits bei den früheren Untersuchungen dem außerordentlich hohen Kaltbearbeitungsgrad zugeschrieben. Sonst ist der Verlauf der Kurven beim niedrigen Walzgrad und beim ganz hohen Walzgrad ziemlich ähnlich, auch hier beginnt mit dem Einsetzen des starken Kornwachstums der gleichzeitige Abfall von Dehnung und Festigkeit.

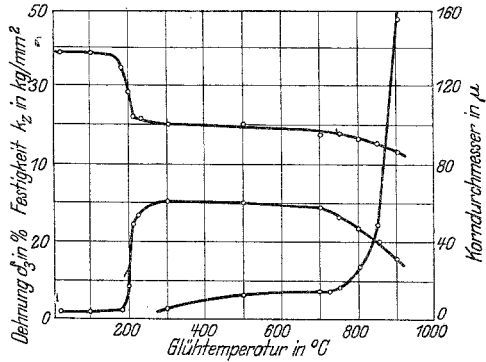


Fig. 7. Festigkeit, Dehnung und Korngröße beim 90 %ig gewalzten Silberblech.

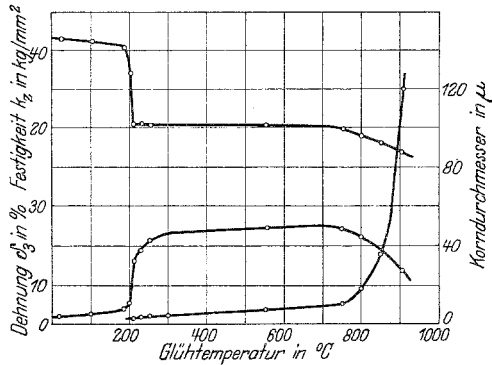


Fig. 8. Festigkeit, Dehnung und Korngröße beim 99 %ig gewalzten Silberblech.

Bemerkenswert ist die Verschiedenheit der Form des Risses bei ungeglühten Blechen verschiedenen Walzgrades. Auf den Probestreifen

des 99 %igen Walzgrades werden nach Überschreitung der Elastizitätsgrenze unter einem Winkel von etwa 60° gegen die Walzrichtung zwei sich kreuzende Liniensysteme wahrnehmbar, die zur Walzrichtung symmetrisch gelegen sind.

Der Riß erfolgt nun bei Walzblechen hohen Walzgrades nach diesen Linien, während bei niedrigeren Walzgraden die Rißlinie treppenförmig verläuft. Im ersteren Fall verhält sich das Material wie ein aus zahlreichen gleichgerichteten Einzelindividuen bestehender Einkristall. Die Bestimmung der kristallographischen Indizes zeigt, daß die Rißfläche eine Rhombendodekaederebene ist. Die gleiche Beobachtung wurde bei Zerreißversuchen an ungeglühten Kupferblechen hohen Walzgrades gemacht. Dies ist in bester Übereinstimmung mit der Feststellung von Czochralski¹, daß Kupfereinkristalle beim Zugversuch senkrecht zur Dodekaederebene ein Minimum der Festigkeit aufweisen.

Die Liniensysteme, die auf dem Probestab bei Überschreiten der Elastizitätsgrenze auftreten, sind wohl hervorgerufen durch den Riß einzelner Kristallite infolge überelastischer Beanspruchung. Der Bruch wird dann in denjenigen Querschnitten eintreten, wo die meisten Einzelrisse stattgefunden haben.

B. Einfluß von Zwischenglühungen. Im praktischen Betrieb wird im allgemeinen ein einer Dickenabnahme von 10 auf 0,10 mm entsprechender Walzgrad nicht so durchgeführt werden, daß das Material bei jeweils gleicher prozentualer Dickenabnahme in einem Walzprozeß heruntergedrückt wird. Es werden vielmehr zur Erzielung größeren Materialdurchsatzes und zur Bewältigung größerer Gußblöcke mit kleineren Maschineneinheiten Zwischenglühungen während des Walzprozesses vorgenommen. Es sei hier noch bemerkt, daß die Angabe des Walzgrades bei einem Blech kein eindeutiges Kriterium ist für die erreichte Verfestigung. Ein breites Band wird sich beim Walzen mit einem Walzwerk von großem Rollendurchmesser stärker verfestigen als ein schmales Band bei kleinen Laufrollen, weil das Material nicht mehr so gut nach der Seite ausweichen kann und eine bedeutend größere Walzfläche unter Walzeingriff steht. So zeigte sich beim Herunterwalzen eines Messingblockes von 38 mm, daß immer nach einer Dickenabnahme von etwa ein Drittel geglüht werden mußte. Beim Kaltwalzen des Blockes ohne Zwischenglühung verfestigte sich das Material so stark, daß bei einer Endstärke von etwa 3 mm (Walzgrad 92 %) seitlich starke Rißbildungen auftraten.

¹ Mod. Metallk., S. 207, 1924

die ein Weiterwalzen unmöglich machten. Nachdem aber aus diesem Blech ein Streifen von etwa 10 mm Breite herausgeschnitten wurde, konnte dieser ohne weiteres unter Benutzung einer Walze mit kleinem Laufrollendurchmesser bis auf 0,10 mm (Walzgrad 99,6 %) weitergewalzt werden.

Zur Durchführung der Versuche über die Wirkung einer Zwischenglühung auf den Ablauf des Rekristallisationsvorganges wurde ein 0,25 % Kupfer enthaltendes Silber nach erfolgter 20 %iger Walzung je 4 Stunden bei 400, 700 und 850° C ausgeglüht und sodann dem weiteren 98 %igen Kaltwalzprozeß unterworfen. Das Ergebnis der Untersuchungen war, daß eine Zwischenglühung bei 400° wie auch bei 850° C ohne Wirkung blieb, die Bleche verhielten sich genau so, wie wenn sie nur eine 98 %ige Kaltwalzung erfahren hätten.

Eine besondere Stellung nahm das bei 700° C zwischengeglühte Blech ein. Bereits einige Tage nach dem Walzprozeß zeigte das Röntgenbild des ungeglühten Bleches an den für die Rekristallisationslage charakteristischen Stellen Schwärzungsflecke. Das Blech begann bei Zimmer-

temperatur zu rekristallisieren. Die bei Aufnahme der Walzbleche auftretenden Interferenzflecke sind von Anfang an sehr groß, woraus zu schließen ist, daß sofort eine ziemlich grobe Körnung auftritt.

In Übereinstimmung mit den Aussagen des Röntgenbildes, an Hand dessen sich die mit zunehmender Glühtemperatur weiter fortschreitende Rekristallisation bis zum völligen Verschwinden aller Kristallite aus der typischen Walzlage verfolgen läßt, steht das Ergebnis der technologischen Untersuchung (Fig. 9). Bereits einige Tage nach der Walzung läßt die Festigkeit der ungeglühten Bleche nach, die Erweichung setzt bei der Glühbehandlung schon bei niedrigen Glühtemperaturen ein und erstreckt sich beim Übergang vom Zustand der Verfestigung in den Zustand der

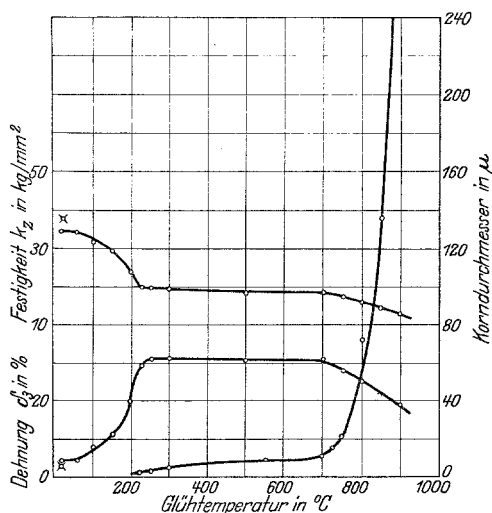


Fig. 9. Festigkeit, Dehnung und Korngröße des bei 700° C zwischengeglühten Silbers.

Erweichung über ein verhältnismäßig großes Temperaturintervall, bis endlich ein konstanter Wert von Festigkeit und Dehnung bei derjenigen Glühtemperatur erreicht wird, bei der auch der plötzliche Abfall der Festigkeit des normal 98 %ig gewalzten Silbers stattfindet. Das Korn wächst bei dem bei 400, 700 und 850° C zwischengeglühten Material im Laufe der Glühbehandlung von 750° C ab sehr stark an und nimmt bei dem bei 700° C zwischengeglühten Blech den höchsten Endwert bei 900° C an.

Um einen Einblick zu bekommen in die durch das Zwischenglühen hervorgerufenen Verschiedenheiten, wurde das um 20 % gewalzte und dann der Zwischenglühung unterzogene Silber röntgenologisch und mikroskopisch untersucht.

Einen deutlichen Unterschied, der auf das verschiedenartige Verhalten des Materials hindeuten würde, kann man auf den Röntgenbildern nicht finden. Der Hauptunterschied des Schlibbildes des bei 700° C vorgeglühten Silbers gegenüber den anderen ist das Auftreten einer sehr ungleichmäßigen Körnung mit sehr großen und auch vielen kleinen Körnern (Fig. 10). In einem solchen Fall außerordentlich ungleichmäßiger Körnung des rekristallisierten Materials wurde auch von anderen Forschern¹ schon beobachtet, daß nach weiterer Kaltbearbeitung ein Abfall der Festigkeit vom Verfestigungszustand in den Erweichungszustand auftreten kann, der sich über ein größeres Temperaturgebiet erstreckt.

Als Folgerung für die Praxis ergibt sich, daß für die Zwischenglühung stets eine Temperatur gewählt werden soll, welche ein möglichst gleichmäßiges Korngefüge liefert. Sonst können Arbeitsstücke, die nach Zwischenglühungen bei der Fertigung zu Gebrauchsgegenständen noch eine sehr hohe Kaltbearbeitung erfahren, nach der Erstellung bei Zimmertemperatur rekristallisieren und infolge Entstehung eines groben Kornes brüchig und unbrauchbar werden.

C. Einfluß der Verunreinigungen. Geringe Verunreinigungen des reinen Materials haben auf die Rekristallisationstemperatur eine entscheidende Wirkung. Zwei Sorten sehr reinen Feinsilbers (99, 98 %) zeigten als Bleche nach 98 %iger Kaltdeformation bei der Rekristallisation ein ganz verschiedenes Verhalten. Bei der ersten Silbersorte erhielt man bereits 8 Stunden nach dem Walzprozeß bei der Röntgenaufnahme ein Walzbild mit zwei bis drei nadelstichförmigen Flecken an den Stellen, die für Rekristallisationslage des 98 %ig gewalzten Silbers bezeichnend sind. Durch Glühung bis 63° C konnte kein weiterer Fort-

¹ Persönliche Mitteilung von Herrn Dr. Masing.

schritt der Rekristallisation erreicht werden, erst die Glühbehandlung bei 75° C brachte eine merkbare Förderung.

Die zweite Sorte zeigte bei gleichem Walzgrad erst Anzeichen einer Rekristallisation bei 110° C. Die chemische Analyse des zweiten Materials ergab einen Kupfergehalt von 0,02 %.

Diese Verschiedenheit in der Lage der unteren Grenze der Rekristallisation bei sehr reinen Silbersorten ließ deutlich erkennen, wie

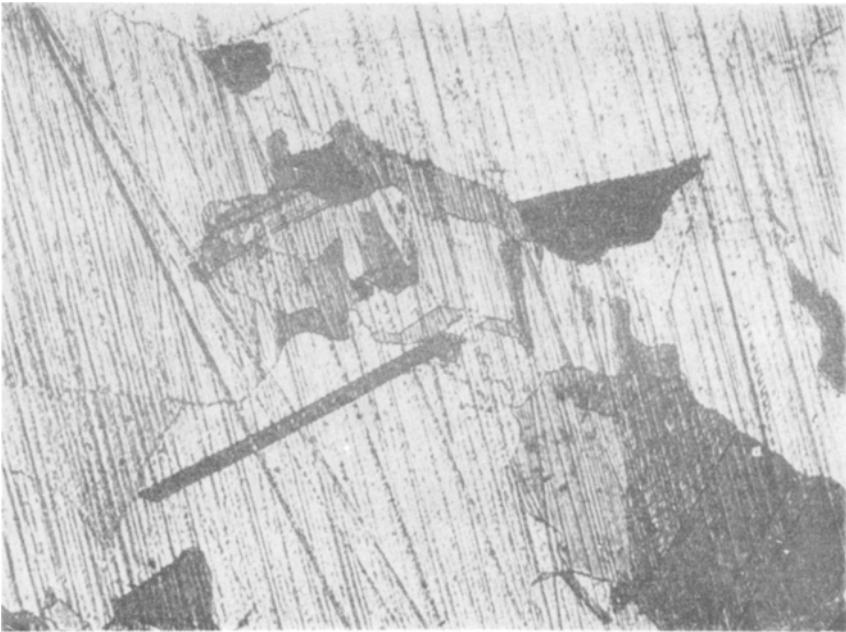


Fig. 10. Bei 700° C zwischengeglühtes Silber, stark ungleichmäßiges Korngefüge, Walzgrad 20 %, $V = 200$.

stark geringste Spuren eines anderen Elementes auf die Rekristallisationstemperatur einwirken. Es erschien daher der Untersuchung wert, zunächst die Änderung dieser Rekristallisationsgrenze durch kleine Kupferzusätze röntgenographisch zu verfolgen. Es hatte sich ja bereits bei früheren Versuchen¹ gezeigt, daß das Röntgenbild beim Überschreiten der Rekristallisationstemperatur einen viel empfindlicheren Nachweis des Rekristallisationsbeginnes (Fig. 11) liefert als die mikroskopische Untersuchung.

¹ R. Glocker, E. Kaupp und H. Widmann, ZS. f. Metallk. 17, 353, 1925. Zeitschrift für Physik. Bd. XLV.

Die Versuche führten zu dem in Fig. 12 (gestrichelte Kurve) dargestellten Ergebnis. Kupferzusatz erhöht die Rekristallisationstemperatur. Ein steigender Zusatz erhöht die Zunahme dieser Rekristallisationstemperatur immer langsamer, und es bestätigt sich dadurch die Beobachtung¹, daß die ersten geringen Zusätze immer am stärksten wirken.

Um nun die Wirkung auch anderer Elemente auf die Rekristallisationstemperatur zu untersuchen, und um die Wirkung gleicher Mengen verschiedener Elemente vergleichen zu können, wurde ein sehr

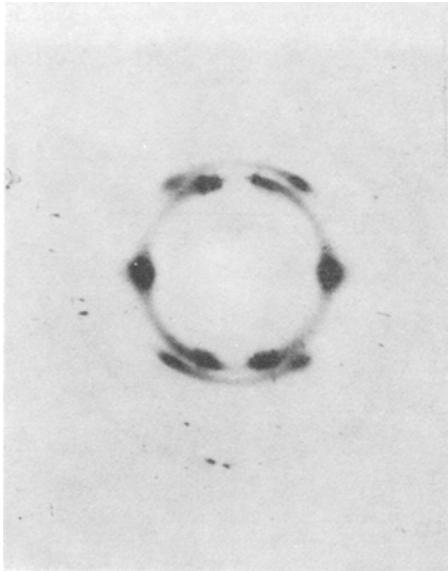


Fig. 11. Rekristallisationsbeginn bei Silberwalzblechen.

reines Silber, dessen Rekristallisationstemperatur (Walzgrad 98 %) bei 150° C lag, verwendet. So hergestellte Walzbleche lieferten die in Tabelle 1 dargestellten Ergebnisse.

Die mit diesem Feinsilber durch Kupferzusatz gewonnenen Werte sind zum Vergleich mit den früheren Ergebnissen in Fig. 12 (ausgezogene Kurve) aufgenommen. Nach Versuchen an Wolfram und Aluminium² war nur bekannt, daß Verunreinigungen eine Erhöhung der Rekristallisationstemperatur zur Folge haben. Das Ergebnis der vorstehend ge-

¹ Tammann, Lehrb. d. Metallogr., S. 105, 1923.

² G. Sachs, Mech. Technol. d. Met., S. 175, 1925.

Tabelle 1.

Element	Verunreinigung		Rekristallisations- temperatur ° C
	in Gewicht ^o / _o	in Atom ^o / _o	
Reines Silber	—	—	150
Kupfer	0,303	0,51	230
Kupfer	0,12	0,20	200
Kupfer	0,073	0,123	175
Aluminium	0,2	0,93	190
Zink	0,119	0,195	145
Blei	0,059	0,03	145
Nickel	0,1	0,18	137
Gold	0,1	0,054	112
Gold	0,2	0,11	110
Palladium	0,1	0,10	112
Eisen	0,035	0,068	110
Eisen	0,055	0,107	20
Eisen	0,065	0,126	20

nannten Versuche bei Silberwalzblechen ist jedoch folgendes: Kupfer und Aluminium vermögen die Rekristallisationstemperatur heraufzusetzen, während alle übrigen genannten Elemente eine Herabsetzung bewirken.

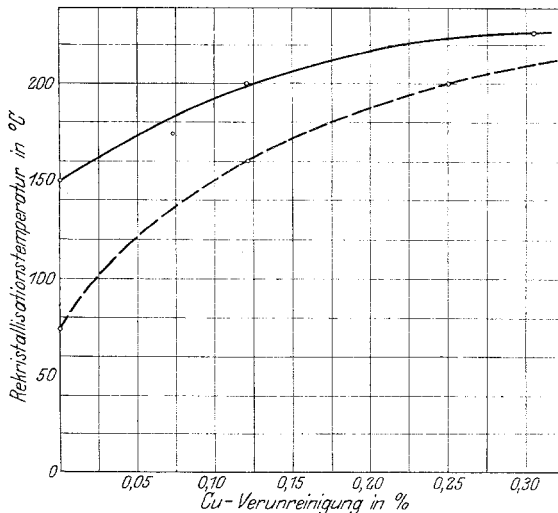


Fig. 12. Rekristallisationstemperatur in Abhängigkeit von der Kupferverunreinigung.

Die stärkste Wirkung nach oben hat das Kupfer, am gefährlichsten ist der Einfluß des Eisens, das mit $\frac{5}{100}$ % genügt, um beim Lagern nach sehr starker Kaltbearbeitung Rekristallisation bei Zimmertemperatur herbeizuführen. Auch Palladium, Gold und Nickel wirken im Sinne des Eisens,

der Einfluß bei Blei und Zink ist sehr schwach, doch ist eine die Rekristallisation beschleunigende Wirkung unverkennbar.

Verunreinigung mit Eisen kann bei Verarbeitung von Silberwaren zur Folge haben, daß Werkstücke, die bei der Herstellung sehr starke Kaltdeformation erleiden, Wochen und Monate nach der Herstellung brüchig werden. Diese Gefahr kann, wie die Versuche ergaben, durch Zusatz eines die Rekristallisationstemperatur heraufsetzenden Elementes beseitigt werden.

Setzt man dem in Tabelle 1 genannten Silber mit 0,05 % Eisengehalt etwa 0,10 % Kupfer zu, so wird die Wirkung des Eisens vollständig kompensiert. Das Material rekristallisiert bei der Glühbehandlung erst bei 150° C. Die gleiche Wirkung übt ein Aluminiumzusatz auf das bei 110° C mit 0,20 % Goldgehalt rekristallisierende Silber aus.

Eine mit irgendwelchen physikalischen Größen im Zusammenhang stehende Beziehung, die das verschiedenartige Verhalten der einzelnen Elemente mit ihrer Wirkung auf die Rekristallisationstemperatur erklärt, läßt sich vorläufig nicht anführen.

Es war nun weiter von Interesse festzustellen, bei welcher Glüh-temperatur wohl die Rekristallisationstemperatur des chemisch reinsten Silbers liegt.

Das Reinsilber, welches zu den Versuchen über den Einfluß der Verunreinigungen benutzt wurde, rekristallisierte bei 150° C. Das gleiche Reinsilber, das in nicht umgeschmolzenem Zustand angeliefert wurde, und dessen Analyse 0,0005 % Fe und 0,0002 % Pb ergab, rekristallisierte bei Zimmertemperatur. Aus diesem Silber wurde durch nochmaligen Reinigungsprozeß¹ ein chemisch noch reineres Silber gewonnen und in Nadelform angeliefert. Es wurde in einer Form aus elektrolytisch abgetrenntem Graphit, die in einen Kohletiegel eingebettet war, in die Abmessungen des Walzblockes umgeschmolzen und rekristallisierte (Walzgrad 98 %) bei Zimmertemperatur. Die Rekristallisationstemperatur des chemisch reinsten Silbers liegt also ebenfalls bei Zimmertemperatur.

Auch auf Größe und Art des bei Überschreitung der Rekristallisationsgrenze entstehenden Korngefüges haben die Verunreinigungen einen verschiedenen Einfluß. Kupfergehalt erzeugt eine kleine Körnung, welche ganz nahe bei der Rekristallisationstemperatur die ganze typische Rekristallisationslage erfüllt. Eisen, Nickel und vor allem auch Blei

¹ Herrn Dr. L. Novack sei für die freundliche Herstellung des Versuchssilbers bestens gedankt.

geben sofort ein grobes Korn. Gold und Palladium liefern eine mittlere gleichmäßige Körnung, Zink ein kleines Korn im Vergleich zum ganz reinen Silber.

Wie Fig. 13 bei der Glühung von Blechen mit verschiedener Kupferverunreinigung bei 700° C zeigt, haben die Verunreinigungen im weiteren Verlauf der Rekristallisation eine sehr starke Kornverkleinernde Wirkung¹. Sofort beim ersten kleinen Kupferzusatz fällt die Kornkurve sehr stark ab. Die weiteren Zusätze von 0,1 bis 0,6 % wirken nunmehr ganz schwach.

Sowohl die Festigkeit des ungeglühten Walzbleches (Walzgrad 98 %) als auch des bei 300° C geglühten Materials wird durch steigenden

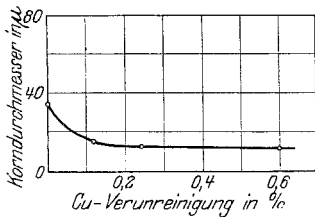


Fig. 13. Korngröße in Abhängigkeit von der Cu-Verunreinigung.

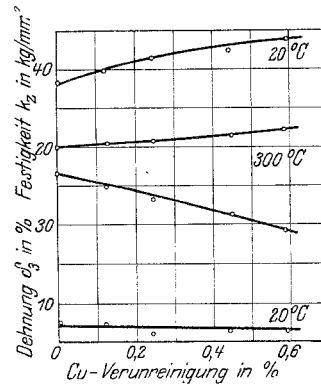


Fig. 14. Festigkeit und Dehnung in Abhängigkeit von der Cu-Verunreinigung.

Kupferzusatz erhöht. Die Wirkung ist am stärksten beim ungeglühten Blech, wie Fig. 14 zeigt. Bei der Glüh Temperatur $T = 300^\circ C$, wo sonst die Dehnung ihren Höchstwert auf den Kurven $\delta = f(T)$ erreicht, beobachtet man einen deutlichen Abfall der Dehnung mit steigender Kupferverunreinigung. Das Maximum der Dehnung wird vom ganz reinen Silber erreicht. Auch geringe Spuren von Eisen, welche das Silber grobkörnig machen und bei Zimmertemperatur zur Rekristallisation bringen, vermögen Dehnung und Festigkeit sehr stark herabzusetzen.

Das Auftreten der gerichteten Rekristallisationslage beim Übergang vom Zustand der Verfestigung in den Zustand der Erweichung ist unabhängig von den kleinen Verunreinigungen. Die Zusätze bis zu etwa 1 % wirken sich nur dahingehend aus, daß sich eine mehr oder

¹ G. Sachs, Mech. Technol. d. Met., S. 175, 1925.

weniger starke Streuung der Kristallite, eine verschiedene Korngröße und andere Lage der Rekristallisationstemperatur ergibt. Spuren von Eisen erzeugen neben dem groben Korn eine ziemlich starke Streuung auf dem Röntgenbild. Die stärkste Ausprägung der Häufungshöchstwerte der Rekristallisationslage wurde stets bei Temperaturen von 700 bis 750° C beobachtet. Der Übergang in die regellose Orientierung beginnt langsam bei 750° C, die vollständig regellose Einstellung der Kristallite kann erst durch Glühtemperaturen über 900° C erzwungen werden. Das ganz reine Silber verhält sich dabei geradeso wie das leicht verunreinigte, so daß der Übergang in die regellose Orientierung kein Kriterium für die Reinheit des Materials liefert.

Beim Einschalten einer der Kaltbearbeitung vorangehenden Warmbearbeitung wurde ein Reinsilberblock in mehreren Stichen (600° C) einer etwa 70 %igen Warmwalzung unterzogen. Erst von einer Dicke von 10 mm ab begann die weitere 98 %ige Kaltwalzung. Das Ergebnis war, daß das bei 300 und 500° C der Glühbehandlung unterworfenen Blech bei der Röntgenuntersuchung ein Bild mit normaler Einstellung der Kristallite in die typische Rekristallisationslage lieferte. Eine der Kaltbearbeitung vorangehende Warmwalzung hat also beim Silber keinen besonderen Einfluß gezeitigt.

Zusammenfassend läßt sich feststellen, daß beim Silber nur eine einzige Art von gerichteter Lage der Kristallite auftritt, nämlich die von R. Glocker¹ früher beobachtete Lage, bei der vier zur Walzrichtung symmetrische Lagen mit (113)-Ebenen parallel zur Walzebene liegen. Entgegen der kürzlich von v. Göler und Sachs² geäußerten Vermutung, daß die Abweichung dieser Rekristallisationslage von der bei der Kupferrekristallisation gefundenen Orientierung nach den Würfelkanten durch eine Verunreinigung des benutzten Silbers bedingt sei, ist zu betonen, daß sich bei dem reinsten herstellbaren Silber von 99,999 % Silbergehalt dieselbe Lage findet. Im Gegensatz zur Walzlage ist die Rekristallisationslage keine reine Gitterfunktion.

2. Versuchsergebnisse bei Kupfer.

A. Einfluß des Walzgrades. Bei einem Kaltwalzprozeß von mehr als 99 % stellen sich die Kristallite des Kupfers in die gleiche typische Walzlage ein wie die des Silbers. Schon bei Beginn der Rekristallisation tritt beim Kupferwalzblech eine sehr ausgeprägte neue

¹ ZS. f. Phys. **31**, 402, 1925.

² Ebenda **41**, 889, 1927.

gesetzmäßige Kristallitlage auf; bei nahezu allen Kristallen liegt eine Würfelkante parallel zur Walzrichtung und eine Würfelebene parallel zur Walzebene (Fig. 15 und 16), während beim Silberwalzblech gleichen Walzgrades, wie im vorigen Abschnitt gezeigt wurde, die Kristallite einer kristallographisch anders orientierten Gitterlage zustreben.

Neben der röntgenographischen¹ Bestimmung dieser Rekristallisationslage wurde unabhängig davon das Auftreten dieser Würfellage kürzlich durch andere Verfahren² erkannt, ohne daß jedoch über die Vorgeschichte der Bleche nähere Angaben gemacht werden. Andere Kupfersorten zeigen nach Tammann und Müller³ nicht dieses Verhalten bei der Rekristallisation.

Zahlreiche eigene Versuche mit Kupfersorten verschiedenen Reinheitsgrades (V, M, D, E, Analyse siehe Tabelle 5) und gleicher Vorbehandlung haben ein ganz verschiedenartiges Verhalten bei der Rekristallisation ergeben. Bei der Kupfersorte V gingen die bei der Rekristallisation neu gebildeten Kristallite direkt in die regellose Orientierung über, die anderen Kupfersorten lieferten nur eine mehr oder weniger starke Andeutung der Würfellage. Das

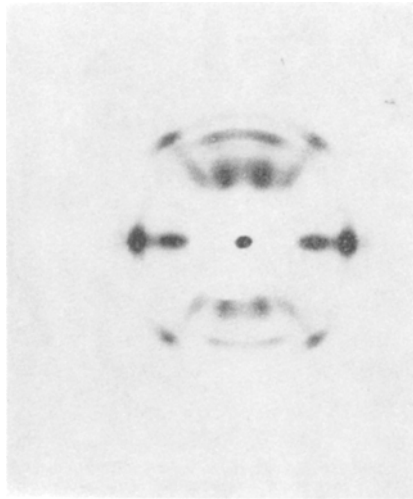


Fig. 15. Typisches Kupferwalzbild.

Ergebnis der Festigkeits- und Gefügeuntersuchung bei Kupfersorte V und M entspricht der Fig. 17. Die Hauptmerkmale dabei sind das große Übergangsgebiet vom Zustand der Verfestigung in den Zustand der Erweichung und der gleichzeitige Abfall von Festigkeit und Dehnung mit Beginn des starken Kornwachstums.

Die Frage, unter welchen Umständen das Auftreten der reinen Würfellage bei der Rekristallisation möglich ist, war gelöst, nachdem ein Walzblock, der aus einem warmgepreßten Rundstab herausgearbeitet

¹ R. Glocker und H. Widmann, ZS. f. Metallk. **18**, 69, 1926.

² G. Tammann und A. Müller, ebenda **18**, 69, 1926; W. Köster, ebenda **18**, 112, 1926.

³ Ebenda **18**, 176, 1926.

wurde, nach 99 %iger Kaltwalzung ein derartiges Verhalten zeigte. Die Kupferproben der Sorten V, M, D und E, die nach dem Kaltwalzen (98 % Walzgrad) des Gußblockes oder der Elektrolytplatte zu Beginn

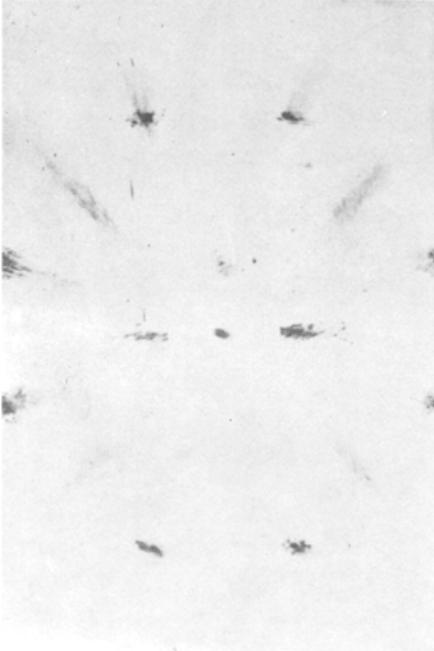


Fig. 16. Ausgeprägte Rekristallisationslage des warm vorbehandelten Kupfers.

der Rekristallisation eine regellose Orientierung der Körner oder höchstens Andeutungen einer gerichteten Rekristallisationslage lieferten, zeigten beim Einschalten einer Warmwalzung (600° C) von etwa 50 % Dickenabnahme und nachfolgender 98 %iger Kaltwalzung eine sehr ausgeprägte, im ganzen Temperaturbereich bis zum Schmelzpunkt beständige Rekristallisationslage.

Das ganze Blech besteht dann aus lauter gleichorientierten Kriställchen, deren Würfeln parallel zur Walzebene liegen. Ein geringer Verunreinigungsgehalt hat keinen hemmenden Einfluß auf die Ausbildung dieser Würfellage. Es ist überraschend, daß selbst

ein 98 %iger Kaltdeformationsgrad nicht ausreicht, um die Wirkung der Vorbehandlung des Metalls auszuutilgen. Bezüglich seiner Festigkeit und Dehnung verhält sich nun ein Kupferblech mit gerichteter Rekristallisationslage (siehe Fig. 16) ganz anders¹ als ein gewöhnliches Blech mit regelloser Kornlagerung. Auch hinsichtlich seiner Korrosionsbeständigkeit nimmt ein solch regelmäßig aufgebautes Blech gegenüber dem normalen eine besondere Stellung ein. Ein Vergleich der Fig. 17, welche das Ergebnis der technologischen Untersuchung beim nur kaltgewalzten Kupferblech darstellt, mit Fig. 18, dem Resultat der Festigkeits- und Gefügeuntersuchung beim warm vorbehandelten Material, läßt deutlich die Unterschiede erkennen.

¹ W. Köster, ZS. f. Metallk. 18, 115, 1926.

Beim Kupferblech, dessen Kristallite bei der Rekristallisation die Würfellaage einnehmen, fällt die Festigkeit und steigt die Dehnung beim Übergang vom Zustand der Verfestigung in den Zustand der Erweichung plötzlich in einem ganz engen Temperaturbereich. Der Zahlenwert für

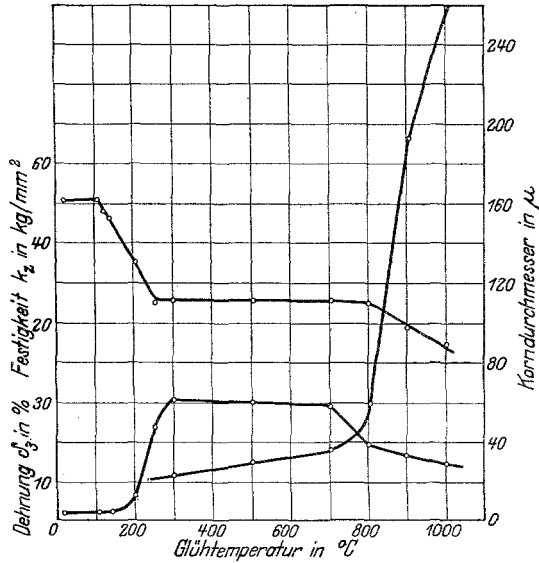


Fig. 17. Festigkeit, Dehnung und Korngröße beim nur kaltgewalzten Kupferblech.

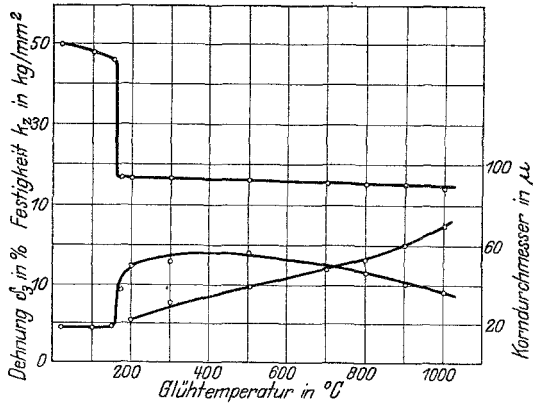


Fig. 18. Festigkeit, Dehnung und Korngröße beim warm vorbehandelten Kupferblech.

die Festigkeit ist im Erweichungsgebiet bedeutend niedriger als bei den anderen Kupfersorten, am ausgeprägtesten tritt der Unterschied bei der Dehnung in Erscheinung, welche etwa nur die Hälfte des sonst gemessenen Dehnungswertes erreicht. Dies steht im Einklang mit den Beobachtungen

von Czochralski¹ an Kupfereinkristallen, wo sich bei einer Zugrichtung senkrecht zur Würfelfläche (senkrecht 001 und parallel 010) ebenfalls ein Minimalwert der Dehnung und Festigkeit ergab. Im Erweichungsgebiet bleibt die Festigkeit vom Rekristallisationsbeginn bis zum Schmelzpunkt praktisch konstant, während bei den anderen Kupfersorten von einer bestimmten Glühtemperatur an Festigkeit und Dehnung gleichzeitig fallen. Mit wachsender Korngröße fällt auch hier langsam die Dehnung. Auf den Schlibfbildern (Fig. 3) sieht man im Einklang mit den Beobachtungen von Köster² eine merkwürdige Längung der Körner in Walzrichtung.

Bei niedrigerem Walzgrad (95 %) verschwindet bei der Rekristallisation die scharfe Ausprägung der Würfellage, man beobachtet auf dem Röntgenbild, was Köster³ an Hand von Schlibfbildern nachwies, daß immer mehr Kristallite in Zwischenlagen auftreten. Beim 90 %igen Walzgrad finden sich nur noch schwach ausgeprägte Häufungsstellen an den Punkten der früheren Würfellage.

B. Einfluß der Verunreinigungen. Zu den Versuchen wurde ein sehr reines amerikanisches Elektrolytkupfer (D, Analyse siehe Tab. 5) verwendet und systematisch dem geschmolzenen Metall einer Reihe von Elementen zugesetzt. Die Ergebnisse bei der röntgenographischen Bestimmung der unteren Grenze der Rekristallisation sind in Tabelle 2 zusammengestellt.

Auch beim Kupfer beeinflussen also die einzelnen Elemente die Rekristallisationsgrenztemperatur in verschiedener Weise. Am stärksten nach abwärts wirkt Aluminium, Eisen und Spuren von Wismut, aber auch kleine Mengen von Kupferoxydul setzen die Rekristallisationsgrenze stark herab, während eine große Steigerung des Cu_2O -Gehaltes sich nicht mehr in dem Maße auswirkt. Das Eisen erzeugt in gleicher Weise wie beim Silber schon zu Beginn der Rekristallisation ein sehr grobes Korn. Der kleine Wismutzusatz wirkt im selben Sinne.

Während viele Elemente wie Gold, Nickel u. a. die Lage der Rekristallisationstemperatur kaum beeinflussen, ist die nach oben gehende Wirkung von Phosphor, Blei und vor allem von Silber und Zinn sehr stark. Bei Silber war dies bereits bekannt⁴. Der nach unten wirkende Einfluß

¹ Moderne Metallkunde 1924, S. 207.

² ZS. f. Metallk. 18, 112, 1926.

³ Ebenda, S. 114.

⁴ Siebe, Kupfer 47, 1926.

Tabelle 2.

Element	Verunreinigung		Rekristallisations- temperatur °C
	in Gewicht-%	in Atom-%	
Elektr. Cu, nicht umgeschmolzen	Tab. 5	—	205
Elektr. Cu, umgeschmolzen . . .	Tab. 5	—	250
Zinn	0,24	0,129	375
Silber	0,24	0,14	340
Blei	0,15	0,046	325
Mangan	0,23	0,267	320
Phosphor	0,36	0,73	325
Cadmium	0,19	0,108	300
Antimon	0,06	0,032	280
Schwefel	0,21	0,42	275
Arsen	0,14	0,119	250
Nickel	0,28	0,302	250
Gold	0,20	0,065	250
Silicium	0,06	0,13	245
Zink	0,33	0,32	220
Wismut	0,027	0,008	200
Eisen	0,21	0,24	190
Aluminium	0,12	0,28	150
Kupferoxydul	18,0	8,33	150
Silber/Aluminium	0,1/0,2	—	235

eines Elementes kann auch beim Kupfer durch ein die Rekristallisations-temperatur heraufsetzendes Element wieder kompensiert werden.

Ein physikalischer Grund für das verschiedenartige Verhalten der einzelnen Elemente kann auch hier vorläufig noch nicht angegeben werden.

Die Kaltwalzbarkeit des Kupfers wurde sehr stark von Schwefel, Kupferoxydul, Blei und Wismut beeinträchtigt, am gefährlichsten war bereits die Wirkung sehr kleiner Wismutgehalte (0,027 %).

Es ist nun interessant an Hand der chemischen Analysen (Tab. 5) Aufschluß zu erhalten über die Ursachen der verschiedenen Rekristallisations-grenztemperaturen der untersuchten an und für sich sehr reinen Kupfer-sorten. In Tab. 3 und 4 sind die röntgenographisch gefundenen Rekristallisationstemperaturen aufgeführt, während Tab. 5 die genauen chemischen Analysen¹ wiedergibt.

Die Unterschiede in der Rekristallisationstemperatur beim warm-vorgewalzten und nur kaltgewalzten Material sind eine Folge der ver-schieden starken durch das Warmwalzen aufgenommenen Sauerstoff-mengen.

¹ Herrn Dr. Nowack sei für Ausführung der Analysen an dieser Stelle bestens gedankt.

Tabelle 3.

Rekristallisationstemperatur in °C nach vorhergehendem Warmwalzen bei Kupfersorte

M	K	D	V
125	160	175	185

Tabelle 4.

Rekristallisationstemperatur in °C nach 99%iger Kaltwalzung bei Kupfersorte

M	K	D	V
120	—	200 (ohne Oxydul 250)	250

Tabelle 5.

Element	Verunreinigung in ‰ bei den Kupfersorten				Wirkung ¹
	D	K	M	V	
Silber	0,0031	0,0025	0,0008	0,0025	++
Blei	0,0009	0,0007	0,0005	0,0009	++
Phosphor	0,0008	0,0008	0,0006	0,0010	++
Antimon	—	—	—	—	+
Schwefel	0,0027	0,0016	0,0011	0,0044	+
Zinn	0,0007	0,0005	0,0005	0,0007	+
Wismut	0,0003	—	—	0,0013	—
Cu-Oxydul	(0,4)	Spuren	Spuren	Spuren	—
Eisen	0,0080	0,0084	0,0084	0,0080	—
Zink	0,0028	0,0026	0,0024	0,0038	+
Nickel	0,0018	—	0,0093	0,0006	0
Silicium	—	—	—	—	0
Arsen	—	—	—	—	0
	0,0210	0,0171	0,0146	0,0222	

Bei Gegenüberstellung von Kupfersorte D und V ergibt sich folgendes: Die Sorte D hat an rekristallisationshemmenden Verunreinigungen mehr Silber, jedoch weniger Phosphor und Schwefel, sie hat an rekristallisationsbeschleunigenden Verunreinigungen weniger Zink als V. Da der Einfluß des Silbers nach oben am stärksten ist, so müßte die Sorte V eine etwas tiefer oder gleich hoch liegende Rekristallisationstemperatur haben als die Sorte D. Die Rekristallisationsgrenze bei Sorte D wird jedoch durch den Oxydulgehalt von 0,4% herabgedrückt.

¹ Es bezeichnet + die Wirkung auf die Rekr.-Temp. nach oben, ++ eine sehr starke Wirkung, — Wirkung auf die Rekr.-Temp. nach unten, — — eine sehr starke Wirkung, 0 fast keine Wirkung auf die Rekr.-Temp.

Beim Vergleich der Sorte D mit Sorte K zeigt sich, daß die Sorte D an rekristallisationshemmenden Zusätzen mehr Silber, mehr Blei und Zinn, an rekristallisationsbeschleunigenden Elementen mehr Wismut und Zink hat als K. Da Silber und Blei sehr stark nach oben wirken, ist der Unterschied in Tab. 3 leicht ersichtlich. Stark konnte der Unterschied der Rekristallisationstemperaturen nicht sein, weil die Wirkung von Blei, Zinn und Silber durch den Cu_2O -Gehalt der Sorte D stark herabgesetzt wird.

Beim Vergleich der Sorten K und M ist der große Unterschied verständlich, da Sorte K mehr Blei, Phosphor und viel mehr Silber enthält als Sorte M, während die rekristallisationsbeschleunigenden Zusätze und die übrigen Verunreinigungen sich gegenseitig ausgleichen.

Durch die chemische Analyse und Kenntnis der Einzelwirkung der Zusätze wird also die Verschiedenheit der röntgenologisch gefundenen Rekristallisationsgrenze der verschiedenen Handelskupfersorten verständlich gemacht. Gleichzeitig zeigt die Untersuchung, daß auch kleine bisher praktisch vernachlässigte Verunreinigungen eine unverkennbare Wirkung auf den Rekristallisationsvorgang ausüben.

Zusammenfassung.

1. Bei Silber- und Kupferwalzblechen von 99%igem Walzgrad verläuft der Rekristallisationsvorgang derart, daß aus der gerichteten Kristallitlage des Walzzustandes bei niedrigen Glühtemperaturen zunächst eine neue gerichtete Lage („Rekristallisationslage“) auftritt, ehe sich bei hohen Glühtemperaturen die regellose Orientierung einstellt.

2. Bei 75- und 90%igem Walzgrad dieser Bleche entsteht aus der gerichteten Walzlage heraus bei der Rekristallisation sofort eine regellose Kornlagerung.

3. Trotz gleichem Gittertypus von Silber und Kupfer ist die „Rekristallisationslage“ bei beiden kristallographisch verschieden [(113) Ebene bzw. (100) Ebene parallel Walzebene].

4. Bei kaltgewalztem Kupferblech, das vorher eine Warmbearbeitung erfahren hat, ist die gerichtete Rekristallisationslage bis zu den höchsten Glühtemperaturen beständig und die regellose Orientierung tritt nicht auf.

5. Bei der technologischen Untersuchung von Walzblechen hohen Walzgrades lassen sich im Verlauf des Rekristallisationsvorganges die gleichen Abschnitte unterscheiden wie bei der Röntgenuntersuchung. Der Übergang vom Zustand der Verfestigung in den Zustand der Er-

weichung vollzieht sich in einem ganz engen Temperaturbereich, wenn die Kristallite aus der gerichteten Walzlage in die gerichtete Rekristallisationslage übergehen. Während des Bestehens der Rekristallisationslage bleibt die Festigkeit praktisch konstant. Bei niedrigerem Walzgrad, wenn aus der Walzlage der Kristallite direkt die regellose Orientierung hervorgeht, erstreckt sich das Übergangsgebiet der teilweisen Erweichung über ein größeres Temperaturintervall.

6. Zwischenglühungen des Silbers beim Walzvorgang können unter Umständen trotz nachfolgender sehr starker Kaltbearbeitung (98 %) den Rekristallisationsablauf beeinflussen (Erniedrigung der unteren Rekristallisationsgrenztemperatur und Verbreiterung des Temperaturgebietes der teilweisen Erweichung).

7. Sehr kleine Verunreinigungen üben beim reinen Silber und Kupfer eine sehr starke Wirkung auf die untere Grenztemperatur der Rekristallisation aus, die kristallographische Einstellung der Kristallite in die beschriebene Rekristallisationslage bleibt dagegen die gleiche, abgesehen von der Streuung, die mit wachsender Verunreinigung größer wird.

8. Durch Zugabe von rekristallisationshemmenden Elementen, wie z. B. Cu bei Silberblechen, kann die Wirkung von rekristallisationsbeschleunigenden Verunreinigungen, z. B. Fe, aufgehoben werden.

Meinem hochverehrten Lehrer, Herrn Professor Dr. Glocker, möchte ich für die zahlreichen Anregungen und seine freundliche Unterstützung bei der Durchführung der Arbeit ergebenst danken.

Der Notgemeinschaft der Deutschen Wissenschaft und der Helmholtz-Gesellschaft habe ich für die Gewährung der Mittel zur Ausführung der Untersuchung Dank zu sagen.
