

# Geschichtlicher Beitrag zur Frage der Rekristallisation

Zusammenfassender Bericht über das bis Ende 1921 bekannt gewordene Schrifttum

Von J. Czochralski, Frankfurt a. M.

*Die vorliegende Arbeit stellt die unveränderte Handschrift des vom Verfasser am 19. Januar 1922 in der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde gehaltenen Vortrages dar. Während der Verfasser ursprünglich in anderer Weise über die Handschrift zu verfügen beabsichtigte, veröffentlichen wir sie nunmehr, da die Bekanntgabe einer solchen Zusammenfassung für die Weiterentwicklung auf dem Gebiete der Rekristallisation wesentlich erscheint. Im Anschluß daran bringen wir ebenfalls die längere Zeit zurückliegende Arbeit von M. v. Schwarz, München, zum Abdruck.*

## Einleitung

Sorby wird wohl mit Recht als der Begründer der neuzeitlichen Metallographie angesehen. Seine ersten grundlegenden Arbeiten <sup>(1)</sup> über Eisen und Stahl führte er 1864 aus. Diese sind jedoch fast 20 Jahre unbeachtet geblieben und wurden erst dann von den bekannten Forschern weiter entwickelt.

Unabhängig von diesen Arbeiten bildete sich ein anderer Zweig der Metallographie aus, dessen Geschichte bis jetzt wohl kaum beachtet worden ist. Er betrifft die Gefügewandlung der Metalle durch thermische Einflüsse, ohne Bezugnahme auf Phasenumwandlungen, polymorphe Umwandlungen und den Kristallisationsvorgang. Als augenfälliges Zeichen dieses Vorganges sei zunächst die Erscheinung der Grobkristallinität genannt, aus der heute wie früher vielfach noch die gewagtesten Schlußfolgerungen gezogen werden. Für jeden Technologen dürfte es also von Reiz sein, in das Wesen dieser Vorgänge Einblick zu erhalten. Die zeitliche Entwicklung dieses sehr bedeutenden Zweiges der Metallographie kann etwa auf nachstehende Weise gekennzeichnet werden.

## Das Phänomen der Wiederkristallisation

Noguès <sup>(2)</sup> berichtet bereits einige Jahre vor Sorby im Jahre 1858 in einer Sitzung der Pariser Akademie der Wissenschaften über einen bemerkenswerten Fall einer Gefügewandlung, sicher aber wohl nicht den ersten. Er beobachtete an einem Platinnetz von 2 bis 3 mm Drahtdicke, das dem mehrtägigen Einfluß einer reduzierenden Leuchtgasflamme ausgesetzt war, kristallinische Struktur. Daß die Metalle kristallinischen Charakter besitzen, war auch damals schon eine gut bekannte Tatsache; das Phänomen der scheinbaren Wiederkristallisation erschien aber doch rätselhaft genug, um die Aufmerksamkeit der Wissenschaft auf sich zu lenken. Noguès stellte bei dieser Gelegenheit fest, daß der Draht sowohl an der Oberfläche wie im gesamten Querschnitt kristallisiert sei und bemerkt, daß das Eintreten dieser Erscheinung unzweifelhaft sei. An Hand dieser Proben konnte er sogar das Kristallsystem bestimmen. Das Wichtigste ist, daß er aus dieser Beobachtung die Folgerung zieht, daß die hohe Temperatur auf die Molekularstruktur des Platins einen Einfluß ausübe, was nur be dingt richtig ist.

Seit dieser ersten Beobachtung sind scheinbar in den nächsten 20 Jahren keinerlei Fortschritte über das Wesen der Gefügewandlung erzielt worden. Erst 1881 berichtet Liebermann in der deutschen Chemischen Gesellschaft über Beobachtungen eines der metallographischen Wissenschaft damals noch fremden Forschers namens Kalischer <sup>(3)</sup>.

Kalischer tauchte zu anderen Zwecken einen Zinkstreifen, der einseitig mit Graphit bekleidet war, in eine Lösung von Kupfervitriol. Die Probe war vorher zwecks besserer Haftfähigkeit der Graphitmasse schwach erwärmt worden. Auf der graphit-

freien Seite des Streifens bemerkte er, daß dieser beim Ätzen kristallinisch geworden war. Er glaubte anfangs, daß diese Strukturänderung galvanischen Vorgängen zuzuschreiben sei. Erst als er den Verlust des Klanges feststellte, kam er auf den Gedanken, daß die Wärme, der die Proben bei den Versuchen ausgesetzt waren, die Ursache für diese Erscheinung sei. Er stellte darauf fest, daß bei Proben, die der Wärme vorher nicht ausgesetzt waren, keine Spur von Kristallisation auftrat.

Kalischer bestimmte alsdann an Zink die Temperatur, bei der die Umwandlung in den kristallinen Zustand erfolgt und stellte bereits fest, daß die Kristallisation sich innerhalb eines weiten Temperaturbereiches vollziehe. Als niedrigste Temperaturstufe bezeichnet er 150° C, doch seien zuweilen Wärmegrade von 160 bis 170° C erforderlich. Jedoch schließt er aus andern Beobachtungen (Schreien beim Biegen) darauf, daß die Kristallisation bereits beginne, bevor sie durch Veränderung der Oberfläche sichtbar wird. Als niedrigste Temperatur hierfür gibt er 130° C an. Spurenweise Kristallisation konnte er ferner noch bei Eisen wahrnehmen, während er bei Messing und Aluminium gleiches nicht beobachten konnte. Er hält aber seine Beobachtungen für unabgeschlossen.

Einige seiner Hinweise lassen vermuten, daß er auch eine Zunahme der Korngröße mit der Höhe der angewandten Temperatur beobachtete. Er sagt, daß von 150 bis 170° an die Kristallisation immer deutlicher werde und zwar bei allen darüber liegenden Temperaturen bis zum Schmelzpunkt hinauf und daß bei Anwendung höherer Temperaturen die Kristalle schärfer ausgebildet, gleichsam individualisiert erscheinen.

Diesen Einfluß hoher Temperaturen auf die Korngröße bestätigten 1893 auch Charpy <sup>(4)</sup>, 1893 Osmond <sup>(5)</sup> und 1900 Heyn <sup>(6)</sup>; dieser stellt 1902 <sup>(7)</sup> eine Steigerung der Korngröße bei Kupfer von 1 : 1000 fest.

Kalischer gelangt aber darüber hinaus noch zu einer weiteren grundlegenden Erkenntnis, indem er nämlich feststellt, daß dieses Phänomen nur bei gewalztem Zink eintritt. Wenn er diesen Umstand nicht als unbedingte Forderung aufstellt, so lassen die folgenden Hinweise unzweideutig darauf schließen, daß er bereits zu dieser Ansicht gelangt war. Er begnügt sich nämlich nicht wie Noguès mit der einfachen Feststellung der Tatsache, daß alle Änderungen eine Folge davon sind, daß das Zink unter dem Einfluß der Wärme seine Molekularstruktur ändert, daß es kristallinisch wird, sondern gibt auch gleichzeitig eine Erklärung für das Auftreten dieser Erscheinung. Er sagt, der Vorgang könne so gedacht werden, daß das Zink die kristallinische Struktur beim Erstarren durch das Walzen verliert, und daß es die kristallinische Struktur wiedergewinnt, wenn es auf eine Temperatur erwärmt wird, die diejenige, die es beim Walzen hatte, überschreitet. Ferner sagt er aus, daß die



Erscheinung der Wiederkristallisation nur bei Metallen auftritt, die beim Walzen ihre kristallinische Struktur verloren haben.

Danach gelangte schon Kalischer zu der grundlegenden Erkenntnis, daß das Zink innerhalb eines großen Temperaturbereiches zu kristallisieren vermag und daß die Kristalle um so schärfer (also offenbar größer) werden, je höher die angewandte Temperatur war.

### Verallgemeinerung

Mit der Feststellung dieser Tatsachen hat Kalischer seine Forschungen nicht eingestellt, wie dies seine Vorgänger taten, sondern bereits 1882 Ergebnisse weiterer Untersuchungen bekanntzugeben<sup>(8)</sup>. Er erweiterte die Beobachtungen auf fast alle technischen Metalle, nämlich Kadmium, Zinn, Eisen, Kupfer, Kupfer-Zinklegierungen, Kupfer-Zinnlegierungen, Blei, Silber, Gold, Platin, Neusilber, Nickel, Aluminium, Kobalt und Magnesium.

Ganz ähnliches Verhalten wie früher bei Zink stellte er bei Silber und Gold fest, während er bei den anderen Metallen zu keinen eindeutigen Ergebnissen gelangte. Er faßt seine Ergebnisse wie folgt zusammen:

„Der natürliche Zustand der Metalle ist der kristallinische, der ihnen durch mechanische Einwirkung, den einen leicht, den andern schwer, einigen vielleicht gar nicht genommen werden kann und in den viele durch Einfluß der Wärme wieder übergeführt werden können.“

Diese Arbeit bietet also gegenüber der ersten keine Fortschritte in theoretischer Hinsicht oder nur insofern, als die an Zink gewonnenen Ergebnisse auch auf andere Metalle erweitert werden. Alle grundsätzlichen Feststellungen nimmt die erste Arbeit aber bereits vorweg.

Beachtenswert sind darüber hinaus noch die außerordentlich genauen Angaben anderer Art, die sich in den beiden Arbeiten vorfinden. Er schließt, daß mit der Kristallisation auch eine allgemeine Änderung aller physikalischen Eigenschaften auftreten müsse und weist eine Zunahme des spezifischen Gewichts von 0,04% nach, ebenso eine Abnahme des elektrischen Leitungswiderstandes von rd. 3%. Genaue Angaben finden sich auch vor über das Ätzen unter Zuhilfenahme des elektrischen Stromes. Offenbar hat Kalischer dies Verfahren als erster angewandt. Er glaubt auch, daß in elektromotorischer und thermoelektrischer Hinsicht, sowie in bezug auf die Wärmeleitfähigkeit und die spezifische Wärme Änderungen zu erwarten seien, die er nachzuweisen sich vorbehält. Beachtenswert ist die zwingende Folgerichtigkeit der Ausführungen, durch die sich beide Arbeiten auszeichnen.

Ledebur<sup>(9)</sup> beobachtet 1883, daß die Korngröße weniger mit der Höhe der Temperatur steigt, als mit der Dauer der Einwirkung. Kalischer spricht nur von einer Kornvergrößerung mit steigender Temperatur (1881). Den Einfluß der Glühdauer stellt 1893 u. a. auch Sauveur<sup>(10)</sup> fest, ebenso 1898 Stead<sup>(11)</sup> und 1900 Heyn<sup>(6)</sup>. Stead sprach von 8 bis 10 facher Kornvergrößerung, Charpy<sup>(12)</sup> glaubt 1910, daß bei geeigneter Temperatur und genügender Dauer der Rekristallisation das Probestück schließlich nur noch aus einem einzigen Kristall bestehen müsse.

Ledebur<sup>(9)</sup> wie auch später, 1885, Braune<sup>(13)</sup> und Wedding<sup>(14)</sup> stellen das Eintreten der Kristallisation nach dem Ausglühen auch bei Eisen fest; die gleiche Beobachtung macht 1893 Charpy<sup>(4)</sup>

bei gewalztem Messing (Höhenabnahme 75%), was Kalischer nicht gelang.

Für seine Versuche verwandte Ledebur Schmiedeeisen von fadenartiger Struktur und stellt fest, daß das fadenartige Gefüge in ein ungleichmäßig grobkörniges umgewandelt werden kann, was nur so zu verstehen sei, daß die Kristalle ihre Streckung bei der Umwandlung verlieren; dies bestätigt 1893 auch Sauveur<sup>(10)</sup> und 1898 Stead<sup>(11)</sup> und an beweiskräftigen Abbildungen auch später (1913) v. Moellendorff und Czochralski<sup>(15)</sup>. Auch v. Kerpely<sup>(16)</sup> hat schon 1876 beobachtet, daß die Kristalle bei der Verformung eine Streckung erfahren. 1853 scheint dies schon Janoyer<sup>(17)</sup> am Bruchgefüge beobachtet zu haben, was auch 1885 Wedding<sup>(14)</sup>, 1898 Stead<sup>(11)</sup> an weitgehend entkohltem Eisen, sowie 1894 Behrens<sup>(18)</sup> an Messing und Kupfer und Heyn<sup>(6)</sup> 1900 an Kupfer bestätigen.

Wedding<sup>(14)</sup> stellt 1885 fest, daß ein Zerreißen der Kristalle bei schwachem Strecken nicht stattfindet, bei starken Streckungen müsse aber mit einem Zerfall der fadenartigen Kristalle gerechnet werden; die Ansicht vertreten auch 1894 Behrens<sup>(18)</sup> und besonders 1913 v. Moellendorff und Czochralski<sup>(15)</sup>.

Sorby<sup>(19)</sup> benutzt 1885 für die Gefügeumwandlung, die beim Strecken und Ausglühen eintritt, das Wort „Rekristallisation“, soweit aus der vorhandenen Literatur geschlossen werden kann, wohl zum erstenmal. Er glaubt, daß dieser Vorgang eine Hauptrolle bei der Eisenverarbeitung spiele. Sauveur<sup>(10)</sup> stellt 1893 fest, daß die Streckung der Körner um so größer sei, bei je niedrigerer Temperatur die Bearbeitung erfolge; er erkennt also die Wirkung des Warmstreckens auf das Gefüge.

Der Nachweis der Rekristallisation am Zinn gelang 1894 Behrens<sup>(18)</sup>. Außerdem macht er auch einige zahlenmäßige Angaben über die Temperaturgrenzen, innerhalb deren Rekristallisation beobachtet werden konnte. Die niedrigste Temperatur für Zinn beträgt nach seinen Feststellungen etwa 110°C. Ewing u. Rosenhain<sup>(20)</sup> geben 1900 diese Temperatur mit 150° an. Weitere Angaben über andere Metalle seien hier angeschlossen:

Bei Blei stellen Ewing u. Rosenhain 1902<sup>(21)</sup> fest, daß sich die Rekristallisation bereits bei gewöhnlicher Temperatur vollziehe, was 1903 Humfrey<sup>(22)</sup> bestätigt.

Bei Zink glaubt 1902 Campbell<sup>(23)</sup> ähnliches beobachtet zu haben. Die Rekristallisation soll bereits bei gewöhnlicher Temperatur eingesetzt haben, während 1881 Kalischer<sup>(3)</sup> 130°C, Behrens im Jahre 1894 220°<sup>(18)</sup> angeben. Weitere Bestimmungen sind 1914 von Timoféef<sup>(24)</sup> mit 66° und 1919 von Fraenkel<sup>(25)</sup> mit 100° gemacht worden.

Für Elektrolytkupfer gibt 1912 Heyn<sup>(26)</sup> als niedrigste Rekristallisationstemperatur 220°, für weniger reines 500°C an.

Bei Eisen gibt Stead<sup>(11)</sup> als die niedrigste Temperatur 600° an, Heyn 1900 616°<sup>(6)</sup>, Arnold 1894 750°<sup>(27)</sup>, Chappell 1915 350°<sup>(28)</sup>. Bei 400° können nach Stead noch keine Gefügeänderungen festgestellt werden, während bei 730 bis 750° ein Höchstwert der Korngröße auftrete, was Charpy 1910 bestätigt<sup>(12)</sup>.

Heyn<sup>(6)</sup> behandelt 1900, in Einklang mit bereits bekannten Beobachtungen, die Vorgänge bei der Rekristallisation in einer eingehenden Arbeit, deren Verdienst in der systematischen zahlenmäßigen Festlegung verschiedener Beziehungen liegt und deren wichtigste Ergebnisse bereits berücksichtigt worden sind.



1902 stellt Heyn<sup>(7)</sup> im Anschluß an seine erste Untersuchung wiederum zahlenmäßig einige weitere Vorgänge bei der Rekristallisation fest. Wichtig ist die Feststellung, daß die Geschwindigkeit des Abkühlens von der Glüh Temperatur im Gegensatz zu Eisen bei Kupfer ohne Einfluß ist.

Ewing und Rosenhain<sup>(20/21)</sup> stellen 1900 und 1902 fest, daß die Struktur des gegossenen Zinns bei allen Temperaturen bis hinauf zum Schmelzpunkt unverändert bleibt, während v. Moellendorff und Czochralski<sup>(15)</sup> noch 1913, wie die meisten andern Forscher, der Ansicht sind, daß auch die ungereckten Kristalle beim Glühen wachsen, d. h. „anschwellen“. 1916 bestätigt aber auch Czochralski<sup>(29)</sup> zahlenmäßig die Angaben Ewing und Rosenhains; das gleiche beobachtet 1919 auch Fraenkel<sup>(25)</sup> am Zink und später 1922<sup>(30)</sup> an Proben sehr reinen Goldes. Ferner stellten Ewing und Rosenhain in Einklang mit den früheren Beobachtungen Kalischers<sup>(8)</sup> von 1882 fest, daß eine vorhergehende Deformation notwendig sei, wenn die Metalle beim Ausglühen rekristallisieren sollen, was insbesondere auch 1915 Chappell<sup>(28)</sup> und 1916 Czochralski<sup>(29)</sup> hervorheben.

Campbell<sup>(31)</sup> (1907) und 1909 Portevin<sup>(32)</sup> gelangen ebenfalls (vergl. die Arbeit von Grand<sup>(33)</sup>) zu der Ansicht, daß vorangegangene Verformung Voraussetzung für das Eintreten der Rekristallisation sei. Campbell glaubt aber, wie auch 1913 Robin<sup>(37a)</sup>, daß ebenfalls die Dicke der Proben von Einfluß sei, während Portevin<sup>(32)</sup> die Anschauung vertritt, daß die Dicke ohne Einfluß sei, was 1916 Czochralski<sup>(29)</sup> experimentell bestätigt.

H. Le Chatelier<sup>(34)</sup> studiert 1911 die Erscheinung der Rekristallisation an Kugeleindrücken. Er spricht die Vermutung aus, daß bei Eisen die größten Kristalle an der Stelle entstehen, wo der größte Verformungsgrad herrsche.

Sauveur<sup>(35)</sup> wiederholt 1912 die von H. Le Chatelier<sup>(34)</sup> angestellten Rekristallisationsversuche an Kugeleindrücken. Weitere Versuche stellte er an Biege- und Torsionsproben an. Er gelangt zu dem Ergebnis, daß Kornwachstum nur in einem engen Beanspruchungsbereiche aufträte. Eine Beanspruchung von 35,15 kg/mm<sup>2</sup> soll gut ausgeprägtes Wachsen hervorrufen, während nur wenig geringere oder größere Beanspruchungen, nämlich 33,39 kg/mm<sup>2</sup> und 36,90 kg/mm<sup>2</sup> kein Wachsen hervorrufen. Er sieht diese Versuche als einen Beweis an für die enge Umgrenzung des erforderlichen kritischen Bereiches der Verformung. Eine progressive Abhängigkeit der Korngröße von der Verformung vermutet also Sauveur ebenso wenig wie H. Le Chatelier.

Nach Angaben (1910) von Cohen und Hasslinger<sup>(36)</sup> soll die Rekristallisation außerhalb der verformten Bereiche stattfinden, während 1914 Robin<sup>(37)</sup> und nach seinen Angaben auch Humfrey<sup>(22)</sup>, 1903, gegenteiliger Ansicht sind.

1912 stellt Heyn<sup>(26)</sup> fest, daß die Zeitdauer des Glühens nur anfänglich von besonders starkem Einfluß ist und daß ihr Einfluß nach und nach immer geringer wird, so daß die Kurven, die die Abhängigkeit der Korngröße von der Glühdauer darstellen, sich asymptotisch einem Grenzwert nähern. Ist dieser Zustand erreicht, so kann weitere Vergrößerung nur durch Erhöhung der Glüh Temperatur verursacht werden, während 1913 Robin<sup>(37a)</sup> an zahlreichem Material wie Zinn, Blei, Zink, Aluminium, Kupfer und Eisen Mindestwerte der Korngröße bei

bestimmten Temperaturen feststellt, was wohl auf fälschlicher Beobachtung beruhen dürfte.

Ferner vermutet Heyn, daß die Rekristallisation bei um so niedrigerer Temperatur einsetze, je höher der Verformungsgrad sei, was 1915 Chappell<sup>(28)</sup> und 1916 Czochralski<sup>(29)</sup> bestätigen.

Tammann<sup>(38)</sup> erblickt 1912 die Ursache der Rekristallisation in der Oberflächenspannung der gelängten Kristalle und glaubt, daß das Raumgitter der Kristalle bei der Verformung intakt bleibt.

Er nimmt an, daß der Vorgang der Rekristallisation einerseits von der Bildung sehr kleiner, nicht orientierter Kristalle begleitet wird, was schon viele Forscher beobachteten, andererseits in der Bildung grober Kristalle bestehe; diese gewissermaßen paradoxe Auffassung teilen bis 1916 fast alle Forscher.

v. Moellendorff und Czochralski<sup>(15)</sup> glauben 1913 im Gegensatz zu Tammann<sup>(38)</sup>, 1912, daß bei der Verformung eine Verlagerung der kleinsten Teilchen erfolge und daß die verlagerten kleinsten Teilchen bei genügender Wärmebewegung eine gesetzmäßige kristallographische Lage wiedergewinnen. Sie glauben, dies durch das Verschwinden bzw. Wiederauftreten der Lichtreflexe der einzelnen Körner und der Kristallfiguren-Ätzbarkeit nach der Verformung bzw. dem Ausglühen nachgewiesen zu haben.

Im übrigen bestätigt diese Arbeit, soweit es sich um Rekristallisationsvorgänge handelt, in instruktiver Weise bekannte Tatsachen und Beobachtungen.

1914 glaubt Robin<sup>(37)</sup>, daß der Vorgang der Rekristallisation an den Korngrenzen und Zwillingslamellen einsetze, was 1915 auch Chappell<sup>(28)</sup>, 1920 Rassow und Velde<sup>(39)</sup> und ebenso 1920 Carpenter und Elam<sup>(40)</sup> bestätigen.

M. v. Schwarz<sup>(41)</sup> beobachtet 1915 an Kupfer, daß auch kleine Kristalle häufig die großen aufzehren können, während man bisher entgegengesetzter Meinung war.

Im übrigen beschäftigt sich die Arbeit mit der Rekristallisation von Einkristallen in ganz ähnlicher Weise wie 1903 Humfrey in seiner Arbeit über Blei<sup>(22)</sup>.

#### Aufklärung der gesetzmäßigen Zusammenhänge

Chappell<sup>(28)</sup> berichtet Oktober/November 1915 in einer eingehenden Arbeit über die Rekristallisation des Eisens, die er Rückkristallisation nennt.

Die Bedeutung dieser Arbeit liegt darin, daß er folgerichtig die Progression erkennt, die nicht nur zwischen der Temperatur, der Glühdauer und der Korngröße besteht, sondern auch zwischen dem Grad der Verformung und der Korngröße des rekristallisierten Metalles.

Er stellt weiter fest, daß Rekristallisation in allen Bereichen des Probekörpers auftritt, die über die Streckgrenze beansprucht worden sind; dies bestätigt auch unmittelbar darauf Czochralski<sup>(29)</sup> allein und in einer weiteren Arbeit gemeinsam mit Deutsch<sup>(42)</sup>.

Auch Chappell beobachtet die Entwicklung der Kristalle von mikroskopischen Zentren, glaubt aber noch immer, daß der Vorgang der Rekristallisation die Resultierende zweier entgegengesetzt gerichteter Bestrebungen sei, nämlich von Kornzerfall und Kornwachstum.

Er lehnt die Oberflächenspannungstheorie ab und glaubt, daß die Ursache der Rekristallisation in einer hohen Verspannung der Elementarteilchen liege; den Zustand nennt er „metakristallin“, ohne damit eine feste Vorstellung zu verbinden.



Lfd. Nr.	Verfasser	Jahr der Veröffentlichung	Titel der Arbeit	Zeitschrift	Lfd. Nr.	Verfasser	Jahr der Veröffentlichung	Titel der Arbeit	Zeitschrift
1	Sorby ..	1864	On a new method of illustrating the structure of various kinds of steel by nature printing	Proc. Sheffield Lit. Phil. Soc. Brit. Assoc. Rep. II., S. 189	23	Campbell	1902	1. Crystallisation produced in solid metal by pressure. 2. structure of metals and binary alloys	Metallographist, V, S. 57 und S. 306
2	Noguès .	1858	Influence des hautes températures sur l'état moléculaire de certains corps	Comptes rendus Bd. 47, S. 832	24	Timoféeff	1914	Sur la récrystallisation du Zinc éroui	Revue de Mét. Bd. 11 S. 127
3	Kalischer	1881	Über den Einfluß der Wärme auf die Molekularstruktur des Zinks	Ber. d. Deutschen Chem. Ges. 14. Jahrgang, 2. Bd. S. 2747	25	Fraenkel	1919	Die Verfestigung der Metalle durch mechanische Beanspruchung	Buch S. 27
4	Charpy .	1893	Influence de la température de recuit sur les propriétés mécaniques et la structure du laiton	Comptes rendus S. 1131	26	Heyn ...	1912	—	Buch, Materialienkunde 2 A S. 213 ff.
5	Osmond	1893	Microscopic metallography	Trans. of the Am. Inst. of Mining. Eng. Bd. 22 S. 243	27	Arnold ..	1894	The physical influence of elements on iron	The Iron and Steel Inst. I, S. 107
6	Heyn ...	1900	Die Umwandlung des Kleingefüges bei Eisen und Kupfer durch Formänderung in kaltem Zustande und darauffolgendes Ausglühen	Z. d. V. D. I. Bd. 44, S. 433 u. 503	28	Chappell	1915/16	Die Rückkristallisation von deformiert. Eisen	Ferrum XIII, S. 6
7	Heyn ...	1902	Krankheitserscheinungen in Eisen und Kupfer	Z. d. V. D. I. Bd. 46. S. 1115	29	Czochralski ..	1916	Metallographische Untersuchungen am Zinn und ihre fundamentale Bedeutung für die Theorie der Formänderung bildsamer Metalle	Int. Z. f. Metallographie Bd. 8 S. 1
8	Kalischer	1882	Über die Molekularstruktur der Metalle	Ber. d. D. Chem. Ges. 15. Jahrg. S. 702	30	Fraenkel	1922	Zur Frage der Rekristallisation reinen, mechanisch unbeanspruchten, aus dem Schmelzfluß erstarrten Goldes	Z. anorg. Chemie Bd. 122, S. 295
9	Ledebur	1883	—	Freiberger Jahrbuch S. 19	31	Campbell	1907	Über die Gefüge der Metalle, deren Veränderungen durch Bearbeitung und Wärmebehandlung	Metallurgie Bd. 4 S. 801
10	Sauveur	1893	Microstructure of steel	Trans. of the Am. Inst. of Mining. Eng. Bd. 22, S. 546	32	Portevin	1909	Influence des traitements thermiques sur les alliages de cuivre	Rev. de Mét. Bd. 6 S. 814
11	Stead ..	1898	The crystalline structure of iron & steel	The Journ. of the Iron and Steel Inst. Bd. I S. 145	33	Grard ..	1909	Sur la maladie de l'écrouissage dans l'acier	Rev. de Mét. Bd. 6 S. 655
12	Charpy .	1910	Sur la maladie de l'écrouissage dans l'acier	Rev. de Mét. Bd. 7, S. 655	34	H. Le Chatelier ..	1911	Notes de métallographie Aciers de M. Charpy cristallisés par recuit après écrouissage	Rev. de Mét. Bd. 8 S. 367
13	Braune .	1885	Gefügeveränderungen von Eisen und Stahl	Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. S. 247	35	Sauveur	1912	Bemerkungen über das Wachsen der Ferritkristalle unterhalb ihres thermischen Umwandlungspunktes	Int. Verb. f. d. Materialprüfung der Techn. VI. Kongreß
14	Wedding	1885	Eigenschaften hämmerbaren Eisens auf der Basis seiner mikroskopischen Struktur	Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. S. 255	36	Cohen u. Hasslinger ..	1910	Physikalisch-chemische Studien am Zinn	Z. f. phys. Chemie Bd. 8 S. 214
15	v. Möllendorff u. Czochralski	1913	Technologische Schlüsse aus der Kristallographie der Metalle	Z. d. V. D. I. Bd. 57. S. 931	37	Robin ..	1914	Solidification, réaux cellulaires et croissance des grains dans les métaux	Rev. de Mét. Bd. 11 S. 489
16	v. Kerpely	1876	Die Textur des Eisens	Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. S. 351	37 a	Robin ..	1913	Recherches sur le développement des grains des métaux par recuit après écrouissage	Rev. de Mét. Bd. 10 S. 722
17	Janoyer	1853	—	Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. S. 53?	38	Tammann	1912	Über die Änderung der Eigenschaften bei der Bearbeitung von Metallen	Z. f. Elektrochemie Bd. 18 S. 584
18	Behrens	1894	Das mikroskopische Gefüge der Metalle und Legierungen	(Buch) S. 70, S. 106	39	Rassow u. Velde ..	1920	Das Rekristallisationsdiagramm des Kupfers	Z. f. Metallk. Bd. 12 S. 369
19	Sorby ..	1885	Mikroskopische Struktur von Eisen u. Stahl	Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. S. 255	40	Carpenter u. Elam	1921	Die Rekristallisation des Aluminiums beim Erhitzen	Engg. Bd. 111 S. 302
20	Ewing u. Rosenhain ...	1900	The crystalline structure of metals	Phil. Trans. 193 A S. 353	41	M. v. Schwarz	1915	Metallographische Studien	Int. Z. f. Metallogr. Bd. 7 S. 124
21	„	1902	The crystalline structure of metals	Metallographist, V, S. 81	42	Deutsch	1916	Die Mechanik des „Fließens“ und die Metallographie	Int. Z. f. Metallogr. Bd. 8 S. 44
22	Humfrey	1903	Effects of strain on the crystalline structure of lead	Phil. Trans. A 200, S. 225					



Lfd. Nr.	Verfasser	Jahr der Veröffent- lichung	Titel der Arbeit	Zeitschrift
43	Czoch- ralski ..	1917	Veränderung der Korn- größe und der Korn- gliederung in Metallen	Z. d. V. d. I. Bd. 61, S. 345
44	Tam- mann ..	1918	Über die Rekristallisa- tion in Metallen	Nachr. d. Kgl. Ges. d. Wissen- sch. Math. phys. Klasse, Göttg.
45	Ober- hoffer u. Oertel .	1919	Die Rekristallisation des Eisens	Stahl u. Eisen Bd. 39 S. 1061
46	Rassow u. Velde ..	1921	Das Rekristallisations- diagramm des Alu- miniums	Z. f. Metallk. Bd. 13, S. 557

Diese Arbeit bedeutet einen neuen Zeitabschnitt auf dem Gebiete der Metallographie.

Czochralski<sup>(29)</sup> bestätigt einen Monat später (Januar 1916) in einer unabhängigen Arbeit die Ergebnisse Chappells an Zinn und stellt das erste Rekristallisationsdiagramm auf. Der Hauptinhalt dieser Arbeit bezieht sich ebenfalls auf die Erkenntnis der Progression zwischen Korngröße und Verformungsgrad.

Er erklärt das Wesen der Rekristallisation für einen der Kristallisation völlig analogen Vorgang, wobei der Rekristallisationsgeschwindigkeit gleiche Bedeutung zukomme wie der Kristallisationsgeschwindigkeit beim Kristallisieren, ebenso der Rekristallisationskernzahl im Vergleich zur Kernzahl. In einer 1917 erschienenen Arbeit gibt Czochralski<sup>(43)</sup> ein weiteres Raumschaubild der Abhängigkeit der Rekristallisationsgeschwindigkeit von dem Grad der Verformung und der Temperatur, sowie ein weiteres über die Abhängigkeit der Kernzahl von den gleichen Faktoren.

Die Rekristallisation erfolgt nie auf einmal durch die ganze Masse der verlagerten Kristalle, sondern stets von einzelnen Zentren aus. Die gewissermaßen sich widersprechende Auffassung, daß das Wesen der Rekristallisation in Kornzerfall und Kornwachstum begründet sei, findet dadurch eine einfache Erklärung.

Stead<sup>(11)</sup> äußerte schon 1898 ähnliches; er sagt, daß die Reorganisation der Körner von einzelnen Zentren ausgehe, die allmählich bei den angegebenen Temperaturen wachsen; weitere Schlußfolgerungen zieht er aber nicht aus den Beobachtungen.

Tammann<sup>(44)</sup> bestätigt 1918 einige wesentliche Angaben über diese neue Auffassung des Rekristallisationsvorganges fast Wort für Wort, ohne aber die Ergebnisse der zwei Jahre früher erschienenen Arbeit von Czochralski<sup>(29)</sup> zu berücksichtigen.

In Anlehnung an das Rekristallisationsschaubild des Zinns stellt 1919 Oberhoffer<sup>(45)</sup> ein weiteres Schaubild für Elektrolyteisen auf und bestätigt im großen und ganzen die Gültigkeit des am Zinn gewonnenen Rekristallisationsschemas.

Bei Verwendung längerer Glühdauer erhält er aber Abweichungen, die technologisch von Bedeutung sind und noch der Klärung bedürfen.

Rassow und Velde<sup>(39, 46)</sup> stellen 1920 und 1921 weitere Rekristallisationsschaubilder für Kupfer und für technisches Aluminium auf, die die am Zinn gewonnenen Ergebnisse vollauf bestätigen.

### Rückblick

Überblickt man die angeführte ausgedehnte Literatur, so kann einerseits festgestellt werden, daß die Beziehungen, die zwischen der Korngröße und der Rekristallisationstemperatur und -dauer bestehen, schon sehr frühzeitig exakt erfaßt worden sind. An erster Stelle sind im Hinblick auf die Rekristallisationstemperatur die Namen zu nennen: Kalischer, Ledebur, Charpy, Heyn u. a., in bezug auf die Rekristallisationsdauer Ledebur, Sauveur, Stead, Heyn, Charpy u. a.

Dahingegen ist die Abhängigkeit der Korngröße von dem dritten, ebenso wichtigen Faktor, nämlich dem Verformungsgrad, von keiner Seite mit in Betracht gezogen worden. Wohl ist u. a. von Kalischer, Ewing und Rosenhain, H. Le Chatelier, Sauveur und Robin der Anlauf dazu gemacht worden; an eine progressive Abhängigkeit der Korngröße von dem Deformationsgrad wird aber von keinem dieser Forscher gedacht. Ewing und Rosenhain (1902) sagen sogar, daß es nicht möglich sei, eine genaue Abhängigkeit festzustellen. Die größte Annäherung an diese Möglichkeit bildet die Annahme eines ausgezeichneten Reckgrades (H. Le Chatelier, Sauveur, Robin).

Den ersten Vorstoß in der Erkenntnis der Bedeutung des Verformungsgrades als richtunggebenden Faktors machten aber fast gleichzeitig Chappell und Czochralski.

Erst durch diese Erkenntnis war es möglich, Ordnung in den Wirrwarr von Angaben zu bringen, die Mindest- bzw. Höchstwerte der Korngröße bald bei niedrigen, bald bei mittleren, bald bei hohen Temperaturen, bald bei ausgezeichneten Reckgraden, bald bei bestimmten Dicken der Proben feststellten, indes aber immer zu widersprechenden Ergebnissen führten. Dies wird ohne weiteres verständlich in Anbetracht des außer acht gelassenen richtunggebenden Faktors, des Verformungsgrades. Während also früher der Technologe kein Mittel an der Hand hatte, seine Erzeugnisse planmäßig im Hinblick auf die Korngröße zu beeinflussen, ist diese Möglichkeit durch die neue Erkenntnis erschlossen worden.

[RS 160]