

**Harald Christian Reschab**

**Thermophysikalische Daten von  
X2CrNiMo18-14-3 in der festen und  
flüssigen Phase**

**Diplomarbeit**

zur Erlangung des akademischen Grades  
Diplom-Ingenieur

durchgeführt am  
**Institut für Experimentalphysik**  
an der  
**Technischen Universität Graz**  
Petersgasse 16, 8010 Graz



Betreuer:

Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Pottlacher

mitbetreut durch:

Dipl.-Ing. Dr.techn. Boris Wilthan

Graz, Februar 2008

*Meinen Eltern gewidmet*

## Kurzfassung

Der Stahl X2CrNiMo18-14-3 ist ein nichtrostender, stabilaustenitischer Cr-Ni-Mo-Stahl ((17,5-14,5-2,7)Mass.-%), der vor allem eingesetzt wird, wenn Anwendungen eine hohe Gefügehomo­genität und/oder Säurebeständigkeit erfordern bzw. Hochglanzpolierfähigkeit ein Kriterium ist, z.B. in der chemischen Industrie.

Das Probenmaterial lag als Draht runden Querschnitts mit einem Durchmesser von ~ 0,65 mm vor und wurde mittels Ohmscher Pulsheizung bis weit in die flüssige Phase erhitzt. Aufgrund der hohen Heizrate von circa  $10^8$  K/s ist es der vertikal eingespannten Drahtprobe während des Experiments nicht möglich, sich in axialer Richtung auszudehnen, wodurch es lediglich zu einer radialen Expansion kommt und die zylindrische Probengeometrie auch in der flüssigen Phase erhalten bleibt. Es wurden der Spannungsabfall an der Probe, der Strom durch die Probe, die Oberflächentemperatur der Probe und die radiale Expansion der Probe zeitgleich gemessen und daraus die spezifische Enthalpie, die spezifische Wärmekapazität, der spezifische elektrische Widerstand und die Dichteänderung der Probe in Abhängigkeit von der Temperatur in einem Experiment bestimmt. In weiterer Folge berechnet sich daraus noch der anhand der Wärmeausdehnung korrigierte spezifische elektrische Widerstand. Unter der Annahme der Gültigkeit des "WIEDEMANN-FRANZ'schen" Gesetzes im betrachteten Temperaturbereich kann dann durch Kombinieren des spezifischen elektrischen Widerstands und der Temperatur die Wärmeleitfähigkeit und in Folge die Temperaturleitfähigkeit berechnet werden. Durch eine zusätzliche Messung von scheibchenförmigen Stahlproben mittels DSC können durch Vereinigung beider Datensätze für einen Bereich von 473 K - 2650 K thermophysikalische Daten für die untersuchte Stahlmarke angegeben werden.

Zusätzlich wurde ein weiteres Probenmaterial, von dem sowohl Drähte mit rundem als auch rechteckigem Querschnitt zur Verfügung standen, vermessen. Anhand eines Vergleichs der Pulsheiz-Messdaten von runden und rechteckigen Proben konnte eine optimierte Messmethode ausgewählt werden, mit deren Hilfe künftig auch die Bestimmung von spezifischer Enthalpie, spezifischer Wärmekapazität und spezifischem elektrischen Widerstand für rechteckige Drahtproben möglich wird, um Daten von Materialien, die nicht in runder Drahtform herstellbar sind, messen zu können.

## Abstract

X2CrNiMo18-14-3 is a stainless Cr-Ni-Mo-Steel ((17,5-14,5-2,7)mass.-%) with homogenous, stable austenite structure, mainly used in applications which require resistance to acids or capability of taking mirror finish, such as components in the chemical industry.

Steel samples were round wire shaped with a diameter of about 0,65 mm. Using ohmic pulse heating, such specimens have been heated into the liquid phase. Owing to the high heating rate of about  $10^8$  K/s the vertically clamped sample is not able to thermally expand axially but only radially and therefore retains its cylindrical shape even in the liquid state. By simultaneously measuring the voltage drop across the wire, the current through the specimen, the surface temperature and the expansion of the sample, one may calculate the specific enthalpy, the specific heat capacity, the specific electric resistivity and the expansion of the alloy as a function of temperature. Further, electrical resistivity considering the before-mentioned thermal expansion of the sample can be calculated thereof. Assuming the validity of the 'Wiedemann-Franz'-law for alloys, thermal conductivity and thermal diffusivity can also be determined. By combining data from pulse heating and DSC measurements, thermophysical properties for the investigated steel can be obtained in a wide temperature range from 473 K to 2650 K.

Additionally, another alloy available in two different specimen geometries with either square or circular cross-section has been measured to test and compare the data. This comparison helped to identify an optimized method for future enthalpy, resistivity and heat capacity measurements using samples with square cross-sections.

# Inhaltsangabe

1	Einleitung.....	1
1.1	Motivation.....	1
1.2	Ziel der Arbeit.....	2
2	Legierungen.....	4
2.1	Konstitutionslehre.....	4
2.2	Gefügestrukturen.....	11
2.3	Legieren mehrerer Materialien .....	17
2.4	Weitere Methoden zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften... 20	
2.4.1	Aufschmelzen und definiertes Erstarren .....	20
2.4.2	Umformung .....	21
2.4.3	Sintern.....	24
2.4.4	Wärmebehandlung.....	25
2.4.5	Duplexstahl .....	26
3	Die Messapparaturen .....	28
3.1	Überblick .....	28
3.2	Aufbau und Durchführung des Pulsheizexperiments.....	28
3.2.1	Funktionsweise des Entladungskreises .....	28
3.2.2	Praktischer Aufbau des Pulsheizexperiments .....	30
3.2.3	Veränderungen am Pulsheizexperiment .....	36
3.2.4	Versuchsdurchführung des Pulsheizexperiments .....	39
3.3	Aufbau und Durchführung der DSC-Messung .....	40
4	Auswertung der Daten .....	42
4.1	Berechnung des elektrischen Widerstands .....	43
4.2	Berechnung der spezifischen Enthalpie .....	43
4.3	Berechnung der Enthalpie am Schmelzen .....	44
4.4	Berechnung der Temperatur .....	45
4.5	Berechnung der Volumsänderung.....	46
4.6	Berechnung der Wärmeleitfähigkeit .....	47
4.7	Berechnung der Temperaturleitfähigkeit .....	48
5	Ergebnisse und Diskussion .....	49
5.1	Dichteänderung mit der Temperatur.....	50
5.2	Spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ und spezifische Enthalpie $H_S(T)$ aus DSC-Messungen .....	52
5.3	Widerstand $\rho(T)$ und spezifische Enthalpie $H_S(T)$ aus Pulsheizmessungen .....	54
5.4	Kombination von DSC- und Pulsheizdaten .....	58
5.5	Wärmeleitfähigkeit $\lambda$ und Temperaturleitfähigkeit $a$ .....	60

5.6	Vergleich von Drähten runden und rechteckigen Querschnitts .....	62
5.6.1	Vergleich der Messdaten Widerstand $\rho$ und spezifische Enthalpie $H_s$ von Drähten runden und rechteckigen Querschnitts .....	62
5.7	Vergleich mit Literaturdaten .....	66
6	Unsicherheitsanalyse.....	70
6.1	Widerstand .....	70
6.2	Enthalpie .....	71
6.3	Dichte .....	71
6.4	Wärmeleitfähigkeit.....	72
6.5	Temperaturleitfähigkeit.....	72
7	Zusammenfassung und Ausblick .....	73
8	Literaturverzeichnis .....	75

---

# 1 Einleitung

## 1.1 Motivation

Im Zuge eines Kooperationsprojekts der TU Graz mit der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG (TU Graz Projektnummer D-1511000024), gefördert von der Österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft mbH unter der Projektnummer 810999, wurden verschiedene metallische Legierungen hinsichtlich ihrer thermophysikalischen Eigenschaften untersucht. Die Messung, Auswertung und Interpretation der Daten einer dieser Legierungen diente als Grundlage für die Verfassung dieser Diplomarbeit.

Der Projektpartner, Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, ist weltweit im Sektor der Hochleistungswerkstoffe (Werkzeugstähle, Sonderwerkstoffe) tätig und legt größten Wert auf die gleichbleibend hohe Qualität seiner Erzeugnisse. Die im Rahmen dieses Projekts gemessenen thermophysikalischen Daten von hochlegierten Stählen und Legierungen finden Verwendung als Eingangsdaten für numerische Simulationen von Umformprozessen und Umschmelzvorgängen, deren Ergebnisse zur Prozessoptimierung eingesetzt werden.

Zur Datenbestimmung wurden zwei einander ergänzende Messverfahren angewandt. Im Temperaturbereich von 473 - 1473 K erfolgte die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität mit differentieller Wärmestromkalorimetrie (DSC). Für Widerstandsdaten über einen Bereich von 473 - 2673 K und temperaturabhängige Daten im Bereich der festen und flüssigen Phase ab ca. 1473 K kam die Methode der schnellen, ohmschen Pulsheizung zum Einsatz. Der Hauptgrund für den Einsatz dieser Methode soll hier kurz erwähnt werden. Die Pulsheizmethode bietet aufgrund ihrer hohen Aufheizrate die Möglichkeit, Metalle bis weit in die flüssige Phase ohne störende Umgebungseinflüsse, wie etwa chemische Reaktionen, Oberflächenspannungen oder Wärmeverluste durch umgebende Medien, zu untersuchen, was mit statischen Methoden nahezu unmöglich ist. Weiters ist es möglich, die Dichteänderung der Probe in Abhängigkeit von der Temperatur bis weit oberhalb der Schmelztemperatur zu bestimmen, weil die aufgeschmolzene Metallprobe aufgrund der kurzen Experimentdauer ihre zylindrische Form auch in der flüssigen Phase beibehält. Die Dichteänderung wird mittels schneller CCD-Kamera aus der Bestimmung des Durchmessers der Probe bei gleichzeitig gemessener Temperatur ermittelt.

## 1.2 Ziel der Arbeit

Ziele der Diplomarbeit waren die Bestimmung der thermophysikalischen Daten des Stahls X2CrNiMo18-14-3, eine Modifikation der zur Dichtemessung benutzten Kamera hinsichtlich der Bildfrequenz und schließlich ein Vergleich der Ergebnisse eines weiteren Materials, welches in zwei unterschiedlichen Probenquerschnitten vorlag. Dieser Vergleich von Daten ein und desselben Materials mit rundem und rechteckigem Probenquerschnitt ist von Interesse, weil die Herstellung von Drähten runden Querschnitts aufgrund von Materialeigenschaften wie hoher Sprödigkeit oder Härte nicht immer möglich ist. Manche Materialien können deshalb nur mittels Elektroerodieren hergestellt werden, was zu rechteckigen Probenquerschnitten führt. Um künftig bei Bedarf auch solche Materialien, allerdings ohne Dichteänderung, messen zu können, wurde anhand dieses Vergleichs eine Methode, welche am besten die Werte der Messungen anhand runder Proben wiedergibt, zur Bestimmung eines äquivalenten Durchmessers der Rechteckproben ausgewählt.

Die aus den Messungen erhaltenen thermophysikalischen Daten sind im Folgenden aufgeführt:

- spezifische Enthalpie  $H$
- spezifische Wärmekapazität  $c_p$
- spezifischer elektrischer Widerstand  $\rho$
- Dichteänderung  $D$
- Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$
- Temperaturleitfähigkeit  $a$
- Schmelzwärme  $\Delta H_s$

Beim Stahl X2CrNiMo18-14-3, welcher der AISI Norm 316L entspricht, handelt es sich um eine Legierung, die aufgrund ihrer Eigenschaften (nichtrostend, kaltumformbar, beständig gegen reduzierende Säuren, hochglanzpolierfähig usw.) für Teile in der Harnstoffindustrie, Pumpenköpfe, Ventilspindeln, Kondensatoren und Reaktoren, sowie in der chemischen, pharmazeutischen und Kunstfaserindustrie eingesetzt wird.

**Tabelle 1.1: Chemische Zusammensetzung der Legierung X2CrNiMo18-14-3 in Mass.-%.**  
Angaben vom Partner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG.

<b>Zusammensetzung der Legierung X2CrNiMo18-14-3</b>							
<b>Cr</b>	<b>Ni</b>	<b>Mo</b>	<b>Mn</b>	<b>Si</b>	<b>N</b>	<b>C</b>	<b>Fe</b>
17,50 %	14,50 %	2,70 %	1,70 %	0,30 %	0,07 %	max. 0,03 %	bal.

Da Literaturdaten für dieses Material bis zur Temperatur von 1673 K nach [1] bzw. 1873 K nach [2], also nur knapp in die flüssige Phase hinein vorhanden sind, stellt diese Arbeit eine erhebliche Erweiterung dieser Daten bis etwa 2273 K dar, insbesondere in Bezug auf die Dichteänderung in der flüssigen Phase.

**Tabelle 1.2: Materialspezifische Daten von X2CrNiMo18-14-3.  
Dichte aus eigener Messung,  $T_{Solidus}$  und  $T_{Liquidus}$  nach Angabe  
des Partners Böhler Edelstahl GmbH & Co KG.**

<b>Dichte bei Raumtemperatur 293 K</b>	<b><math>7986 \pm 6 \text{ kg/m}^3</math></b>
$T_{Solidus}$	<b><math>1701 \pm 3 \text{ K}</math></b>
$T_{Liquidus}$	<b><math>1762 \pm 3 \text{ K}</math></b>

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurde zusätzlich eine Verbesserung der Messapparatur hinsichtlich Effizienz und Messunsicherheit erreicht. Dazu wurde der bei der Expansionsmessung zur Hintergrundbeleuchtung benutzte Blitz hinsichtlich seines Strahlungsintensitätsverlaufs während des Experiments genau vermessen, und auf diese Weise ein Plateaubereich gefunden, in dem eine nahezu konstante Strahlungsintensität erzeugt wird. Mit Kenntnis dieses Bereichs ist es nun möglich, Temperatur, Expansion und elektrische Daten gleichzeitig zu messen, indem das Pyrometersignal um den zusätzlichen Beitrag durch den Hintergrundblitz korrigiert wird. Damit kann dem jeweiligen Bild die Temperatur nun direkt über die Zeit zugeordnet werden, und nicht, wie bisher, über den Umweg der Enthalpie eines zweiten Experiments.

## 2 Legierungen

Dieser Abschnitt basiert auf den Werken von Gottstein [3], Weißmantel [4] und Bargel/Schulze [5] und soll einen Überblick über die Zusammensetzung und die Eigenschaften von Legierungen geben.

### 2.1 Konstitutionslehre

Metalle können grundsätzlich, wie jedes andere Material, in den drei Aggregatzuständen vorliegen, nämlich fest, flüssig und gasförmig. Jedem Reinstoff sind zwei spezifische Temperaturen zugeordnet, einerseits die Schmelztemperatur  $T_m$ , die den Übergang vom festen zum flüssigen Zustand beschreibt, andererseits die Siedetemperatur  $T_b$ , welche flüssigen und gasförmigen Bereich trennt. Bei  $T_m$  und  $T_b$  stehen jeweils zwei Phasen im Gleichgewicht, wobei es bei Metallen eine, wenn auch sehr geringe, Abhängigkeit vom vorherrschenden Druck gibt, wodurch beide Temperaturen etwas verlagert werden können. Die genaue Abhängigkeit von Druck, Temperatur und Phase wird in einem Phasendiagramm dargestellt, siehe Abbildung 2.1, wobei längs der Linien jeweils zwei Phasen im Gleichgewicht stehen, also parallel existieren. Am Tripelpunkt befinden sich alle drei Aggregatzustände im Gleichgewicht, allerdings sind bei diesem Punkt damit sowohl Druck als auch Temperatur fest vorgegeben. Oberhalb des kritischen Punkts, welcher durch kritische Temperatur und kritischen Druck gekennzeichnet ist, verläuft der Übergang zwischen flüssiger und gasförmiger Phase kontinuierlich, es ist kein Unterschied zwischen den Phasen mehr feststellbar.

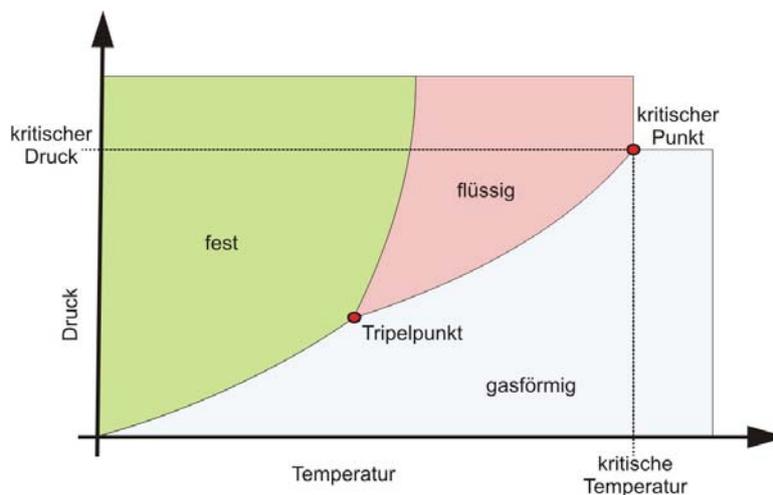


Abbildung 2.1: Zustandsdiagramm eines Reinstoffs

Für eine formelmäßige Beschreibung der möglichen Zustände benutzt man die Gibbs'sche Phasenregel (Gleichung (2.1))

$$f = n - P + 2 \quad (2.1),$$

bei der  $n$  die Zahl der Komponenten oder Legierungspartner beschreibt,  $P$  die Zahl der Phasen und  $f$  die Anzahl der Freiheitsgrade. Im einfachen Fall von Reinmetallen ergibt sich damit bei Vorliegen einer Phase, also  $n = 1$ ,  $P = 1$ , dass die Anzahl der Freiheitsgrade  $f$  gleich zwei ist und damit Temperatur und Druck frei wählbar sind. Weil Messungen bei Metallen aber meist unter Atmosphärendruck stattfinden und der Druck dadurch unverändert bleibt, gibt man einen isobaren<sup>1</sup> Schnitt an und verwendet die Gibbs'sche Phasenregel in der Form

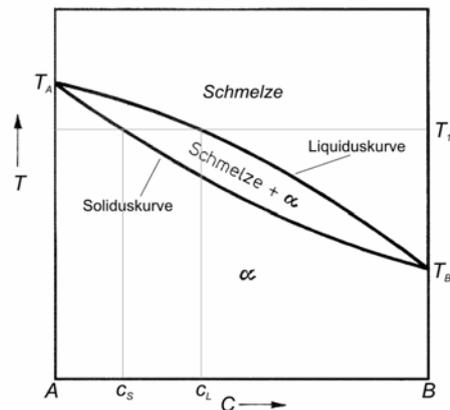
$$f = n - P + 1 \quad (p = \text{const}) \quad (2.2)$$

Geht man nun von reinen Metallen auf binäre Legierungen (Systeme aus zwei Stoffen) über, erhöht sich die Anzahl der möglichen Freiheitsgrade um eins, da  $n$  nun gleich zwei ist. Der zusätzliche Freiheitsgrad ist die Konzentration der beiden Stoffe. Diese kann als Massenkonzentration angegeben werden, meist in technischen Anwendungen, und wird als  $C_B$  [Massen-%] bezeichnet. Das ist der Anteil des Stoffes  $B$  an der Gesamtmasse. Eine weitere Möglichkeit ist die Angabe als Atomkonzentration, gebräuchlich in physikalischen Anwendungen. Sie wird als  $C_B$  [Atom%] oder  $C_B^a$  bezeichnet, wobei der Anteil an  $B$ -Atomen an der Anzahl aller Atome  $A+B$  beschrieben wird. Die grafische Darstellung von metallischen Zweiphasensystemen erfolgt dann in  $T$ - $C$ -Diagrammen, wobei sich diese grundsätzlich von denen der Reinmetalle unterscheiden. Bei festgehaltener Konzentration ergibt sich nun bei zwei Phasen, also  $P = 2$ , noch ein Freiheitsgrad. Das bedeutet, dass keine Schmelztemperatur mehr angegeben werden kann, sondern nur noch ein endlicher Schmelzbereich, siehe Abbildung 2.2. Daraus folgt natürlich auch, dass bei fester Temperatur Schmelze und feste Phase ( $\alpha$ ) unterschiedliche Konzentrationen aufweisen. In Abbildung 2.2 wird die Schmelztemperatur bei einer bestimmten Konzentration deshalb nicht mehr als eine Kurve dargestellt, sondern besteht nun aus zwei Kurven. Oberhalb des Mischbereichs liegt die Legierung komplett in flüssiger Form vor, sie wird deshalb Liquiduskurve genannt, unter der tiefer liegenden Kurve ist das Material komplett erstarrt, sie wird als Soliduskurve bezeichnet. Im Bereich zwischen Solidus- und Liquiduskurve herrscht ein Phasengemisch aus Schmelze und fester Phase  $\alpha$  vor, wobei diese beiden Phasen dann unterschiedliche Konzentrationen aufweisen ( $C_S$ ,  $C_L$ ).

Im Idealfall, dass beide Legierungspartner sowohl im flüssigen als auch im festen Zustand vollständig mischbar sind, was durchaus nicht immer der Fall ist, kommt es zu einem zigarrenförmigen Zustandsdiagramm, wobei Solidus- und Liquiduskurve jeweils von den Schmelzpunkten der Reinmetalle ausgehen, wie Abbildung 2.2 zeigt.

---

<sup>1</sup> Bereich, in dem der Druck konstant ist.



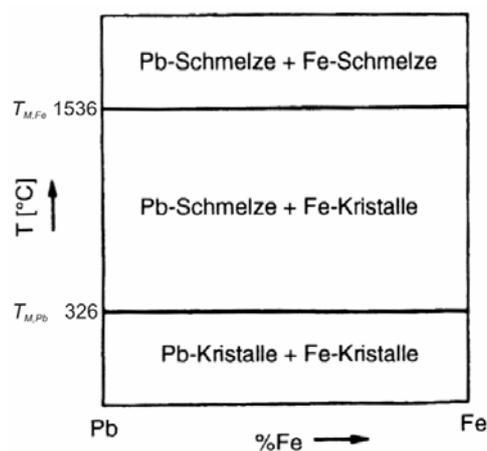
**Abbildung 2.2: Zustandsdiagramm einer binären Legierung bei vollständiger Mischbarkeit.**

**A, B ... Reinelemente**

**$T_A, T_B$  ... Schmelztemperatur der Reinelemente**

**$\alpha$  ... feste Phase**

Das andere Extrem, nämlich völlige Unmischbarkeit im flüssigen und festen Zustand, tritt beispielsweise beim Zustandsdiagramm von Pb-Fe, Abbildung 2.3, auf. Es gibt dabei drei Bereiche, unterteilt durch die beiden Schmelztemperaturen, wobei oberhalb von  $T_{M,Fe}$  beide Stoffe flüssig vorliegen. Zwischen  $T_{M,Fe}$  und  $T_{M,Pb}$  liegt dann ein Gemisch aus Eisen-Kristallen und Blei-Schmelze vor, unterhalb von  $T_{M,Pb}$  schließlich ein Gemisch aus Eisen- und Blei-Kristallen. Man nennt dieses Zustandsdiagramm auch monotektisch.

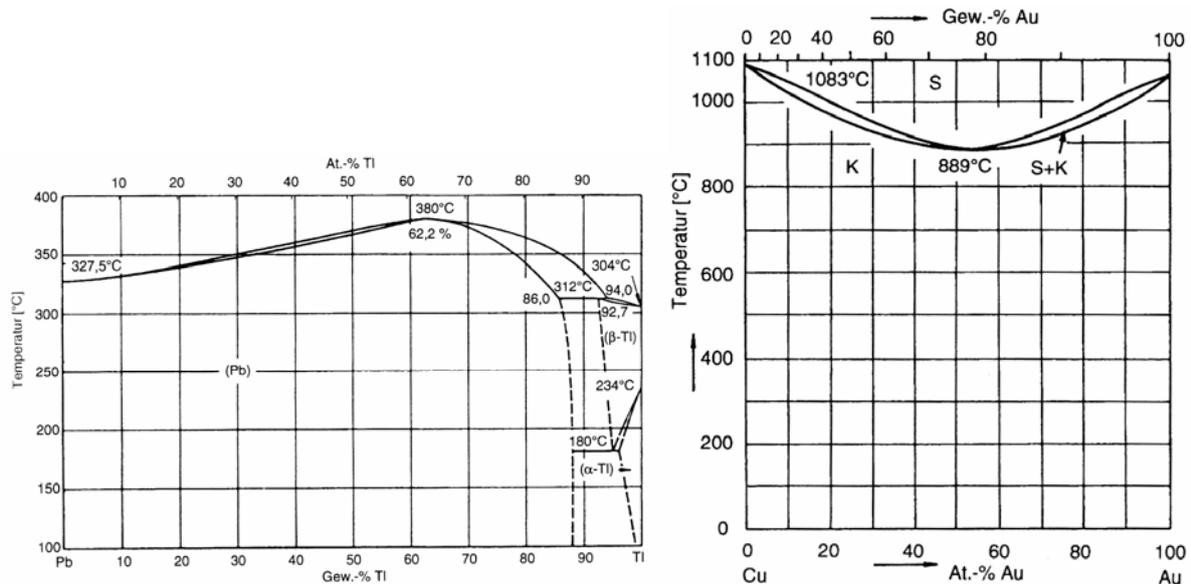


**Abbildung 2.3: Monotektisches Zustandsdiagramm bei Pb-Fe. Entnommen und verändert aus [3], S. 105.**

Der Großteil metallischer Legierungen liegt zwischen diesen beiden Extremen, sie sind im Flüssigen vollständig mischbar, hingegen tritt im Festen meist begrenzte Löslichkeit auf. Auch hier gibt es wieder mehrere Beispielfälle, aus denen sich dann alle möglichen Konstellationen zusammenstellen lassen.

## 2 Legierungen

Als Nummer eins ist der Fall mit beiderseits ansteigenden bzw. abfallenden Solidus- und Liquiduskurven zu nennen. Bei diesen Systemen kommt es zu einem Maximum oder Minimum, wobei einander Solidus- und Liquiduslinie in diesem Extrempunkt berühren. Das hat natürlich für ein bestimmtes Mischverhältnis einen fixen Schmelzpunkt zur Folge, welcher höher oder tiefer als jener der beiden Reismetalle liegen kann, siehe Abbildung 2.4.



**Abbildung 2.4: Zustandsdiagramme mit Maximum (Pb-Tl) und Minimum (Cu-Au).  
Entnommen aus [3], S 103, 104.**

Auslöser für die Erhöhung oder Erniedrigung des Schmelzpunktes ist die Schwächung bzw. Stärkung der Bindungskräfte durch die Wahl der Legierungspartner, wodurch in der festen Phase die Tendenz besteht, intermetallische Phasen zu bilden. Es kann jedoch auch zu Entmischungen oder Ausscheidungen kommen.

Die Wahl der Legierungspartner führt direkt zu Fall Nummer zwei, der Ausbildung einer Mischungslücke. Bei entsprechender Zusammensetzung gibt es einen Konzentrationsbereich, in dem sich die Komponenten nicht mehr vollständig mischen lassen. Es liegt dann ein Phasengemenge aus zwei oder mehr Phasen vor, wie in Abbildung 2.5 im Bereich von 5-10% Li ( $\alpha+\beta$ ) deutlich erkennbar ist.

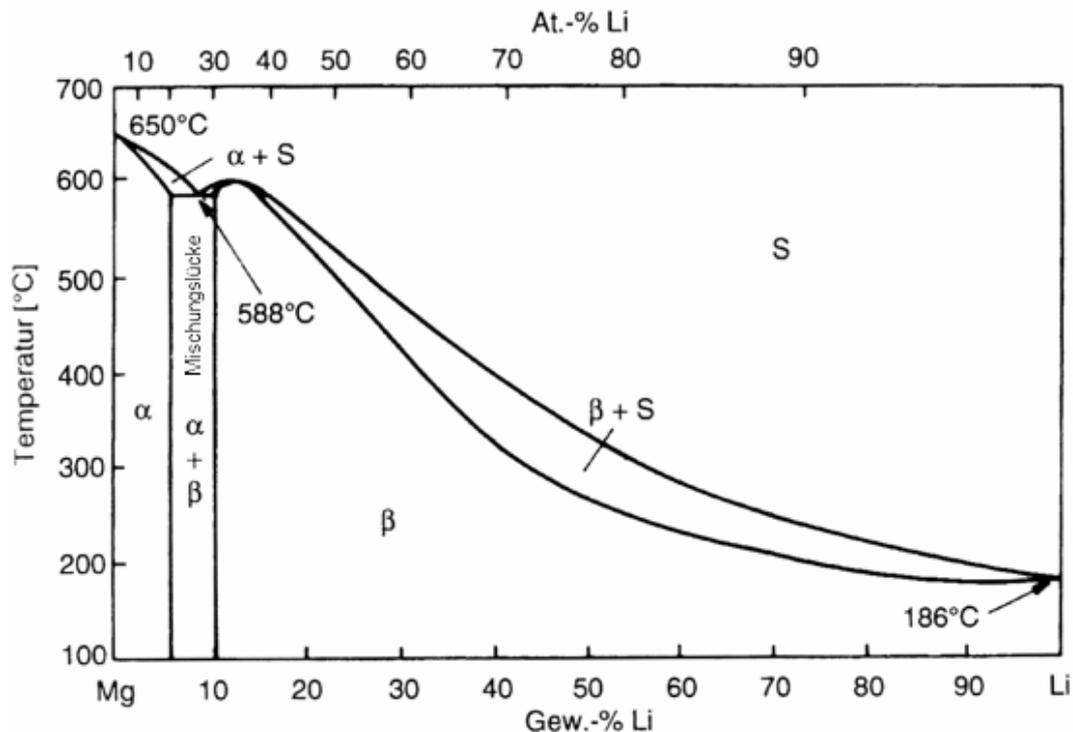
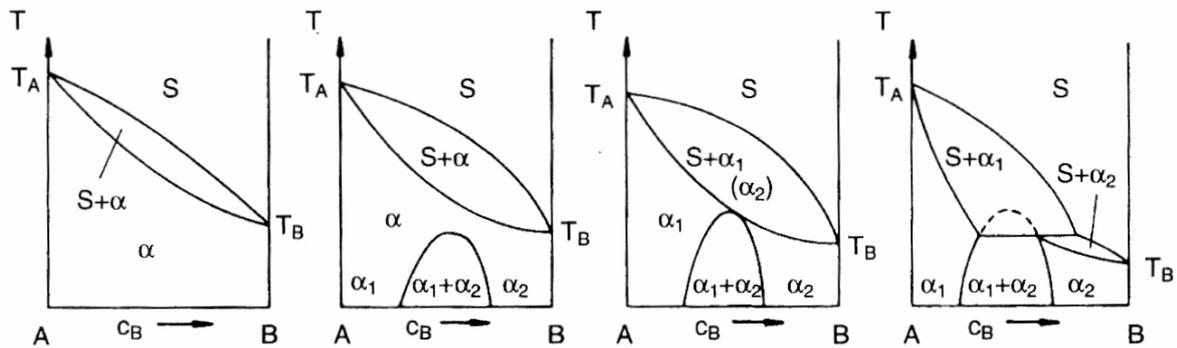


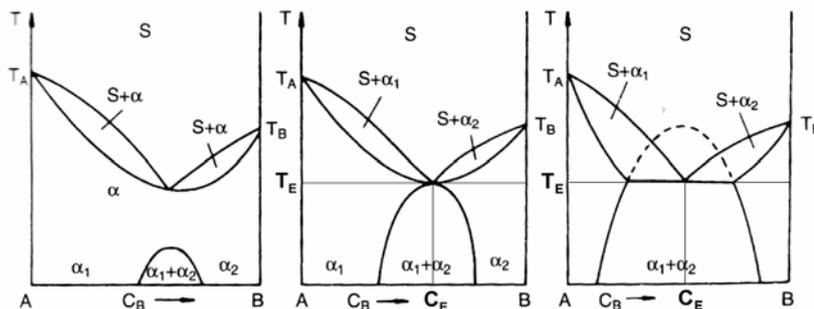
Abbildung 2.5: Zustandsdiagramm von Mg-Li mit Mischungslücke. Entnommen aus [3], S. 103.

Eine Mischungslücke kann aber nicht nur direkt beim Übergang fest - flüssig auftreten, wo zwei unterschiedliche Phasen parallel erstarren, sondern auch erst bei tieferen Temperaturen. In diesem Fall erstarrt die Schmelze anfangs als Mischkristall und erst bei weiterer Abkühlung zerfällt dieser in ein Phasengemenge, beispielsweise beim System Au-Ni. Ein Sonderfall liegt vor, wenn die Maximaltemperatur der Mischungslücke oberhalb der Soliduslinie liegt, dann nämlich kommt es zu einem Zustandsdiagramm, bei welchem drei Phasen im Gleichgewicht liegen. Nach Gleichung (2.1) wird die Zahl der Freiheitsgrade damit gleich Null, womit bei einer bestimmten Temperatur die Schmelze sofort vollständig erstarrt. Der Bereich im Zustandsdiagramm, für den diese Umwandlung zutrifft, wird durch die Schnittpunkte der Soliduslinie mit der Mischungslücke beschrieben. Im Falle eines einfachen, linsenförmigen Verlaufs von Solidus und Liquidus führt dies zu einem peritektischen Zustandsdiagramm, bei dem durch Reaktion einer festen Phase mit der Schmelze eine neue, peritektische Phase entsteht. Das Zustandekommen eines solchen Peritektikums wird in Abbildung 2.6 schrittweise graphisch erklärt. Peritektische Systeme bilden sich vor allem dann aus, wenn die beiden Legierungsstoffe sehr unterschiedliche Schmelztemperaturen aufweisen, wobei die peritektische Temperatur dann zwischen diesen liegt.



**Abbildung 2.6: Zustandekommen eines peritektischen Zustandsdiagramms durch eine zunehmende Mischungslücke im Festen.  $T_A$ ,  $T_B$  bezeichnen die Schmelzpunkte der Reinstoffe, S ist die Schmelze und  $\alpha$ ,  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  kennzeichnen die verschiedenen festen Phasen. Entnommen aus [3], S. 106.**

Fall Nummer drei ist schließlich das eutektische Zustandsdiagramm. Seine Entstehung ähnelt, wie in Abbildung 2.7 zu sehen, der des Peritektikums, allerdings mit dem großen Unterschied, dass die beiden festen Phasen  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  direkt aus der Schmelze entstehen.

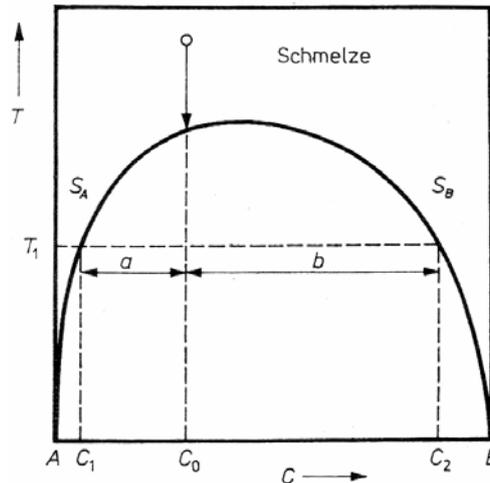


**Abbildung 2.7: Entstehung eines eutektischen Zustandsdiagramms durch eine zunehmende Mischungslücke im Festen. Entnommen und verändert aus [3], S. 107.**

Es ergibt sich wiederum ein Dreiphasengleichgewicht bei den Schnittpunkten der Mischungslücke mit der Soliduslinie, wodurch die Zahl der Freiheitsgrade erneut gleich null wird und damit die Temperatur festgelegt ist. Bei der eutektischen Temperatur  $T_E$  erstarrt also die Schmelze mit der eutektischen Konzentration  $C_E$  direkt in die zwei festen Phasen  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ .

Nach diesem groben Überblick über die verschiedenen Formen von Zustandsdiagrammen sowohl bei bedingter als auch vollständiger Löslichkeit im Festen kommen wir nun zur Bestimmung der jeweils vorherrschenden Konzentrationsverteilung von Schmelze und Festkörper beim Abkühlvorgang. Wird im Phasendiagramm eine isotherme Linie, also eine Gerade konstanter Temperatur, über den gesamten Konzentrationsbereich eingezeichnet, so ist sofort ersichtlich,

welche Phasen bei dieser Temperatur mit welcher Konzentration in welcher Mengenverteilung vorliegen. Diese Vorgehensweise funktioniert auch bei Mischungslücken im Festen oder Flüssigen und wird durch das sogenannte Hebelgesetz, Gleichung (2.6), beschrieben, welches die Mengenverhältnisse  $m_{SA}/m_{SB}$  der jeweiligen Phasen beschreibt und das im Anschluss unter Zuhilfenahme von Abbildung 2.8 hergeleitet werden soll.



**Abbildung 2.8: Graphische Veranschaulichung zur Verwendung des Hebelgesetzes.**  
**O** bezeichnet den Beginn der Abkühlkurve. Entnommen aus [4], S. 523.

Zuerst wird die Gesamtkonzentration  $C_0$  betrachtet, welche sich aus dem Mengenverhältnis  $m_{SA}$ ,  $m_{SB}$  der Konzentrationen  $C_1$ ,  $C_2$  berechnet,

$$m_{SA}C_1 + m_{SB}C_2 = C_0 \quad (2.3),$$

wobei

$$m_{SA} + m_{SB} = 1 \quad (2.4)$$

gilt. Die Berechnung von  $m_{SA}$ ,  $m_{SB}$  erfolgt dann nach

$$m_{SA} = \frac{C_2 - C_0}{C_2 - C_1} = \frac{b}{a + b}$$

$$m_{SB} = \frac{C_0 - C_1}{C_2 - C_1} = \frac{a}{a + b} \quad (2.5),$$

wodurch sich schließlich durch Kombination das Hebelgesetz

$$\frac{m_{SA}}{m_{SB}} = \frac{b}{a} \quad (2.6)$$

ergibt.

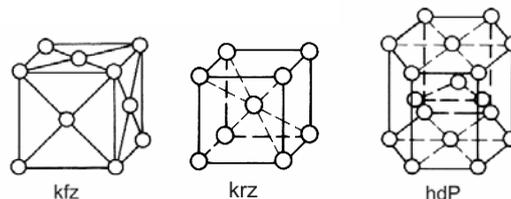
Nach dieser umfassenden Betrachtung von binären Legierungen soll nun noch kurz auf die Problematik bei Legierungen mit mehr als zwei Komponenten eingegangen

werden. So lassen sich bereits Dreistoffsysteme nur mehr unter Zuhilfenahme räumlicher Koordinaten darstellen. Aus Phasenflächen werden dabei Phasenräume, Phasengrenzlinien werden durch Phasengrenzflächen ersetzt und der eutektische Punkt der binären Legierungen wird zur binären eutektischen Kurve. Kommen noch mehr Legierungspartner ins Spiel, ist eine graphische Darstellung nur mehr unter Zuhilfenahme gewisser Einschränkungen, etwa dem Festhalten von Mischungsverhältnissen oder Vorgabe einer festen Temperatur, möglich.

### 2.2 Gefügestrukturen

Zum besseren Verständnis dieses Abschnitts müssen eingangs einige Begriffe kurz erklärt werden, da sonst ein Lesen aufgrund jeweils eingefügter Erklärungen deutlich erschwert wäre. In der vorliegenden Arbeit geht es ausschließlich um die Behandlung metallischer Legierungen, deshalb wird auf Analogien oder größere Unterschiede zu beispielsweise nichtmetallischen, anorganischen Verbindungen nicht eingegangen.

Metalle liegen im festen Zustand in Kristallform vor, das bedeutet, dass die Atome in einer räumlich regelmäßigen Gitterverteilung angeordnet sind. Es treten dabei vorwiegend drei Gittertypen auf, das kubisch flächenzentrierte (kfz), das kubisch raumzentrierte (krz) und das hexagonale Gitter dichtester Kugelpackung (hdP), siehe Abbildung 2.9.

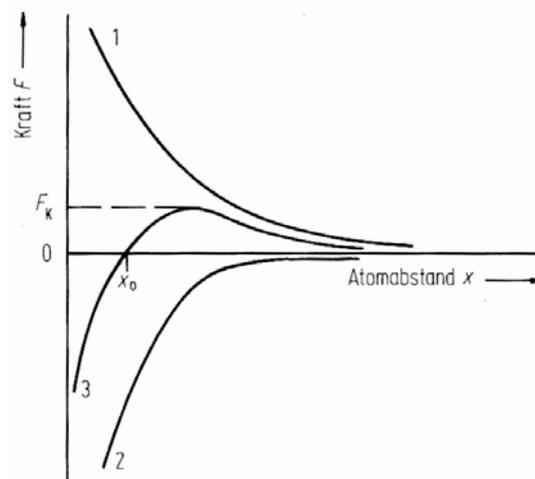


**Abbildung 2.9: Die drei häufigsten Gittertypen bei Metallen. Entnommen aus [5], S 5.**

Die Bindung der Atome untereinander erfolgt über die Abgabe von Valenzelektronen. Jedes Atom ist bestrebt, mit seiner äußersten Elektronenschale Edelgaskonfiguration zu erreichen, also sie vollständig mit Elektronen zu besetzen. Bei Metallen gibt jedes Atom zu diesem Zweck ein oder auch mehrere Elektronen, eben die Valenzelektronen, ab. Es entstehen positiv geladene Atomrümpfe und ein Elektronengas, welches zwischen diesen Rümpfen eingebettet ist. So ist es möglich, dass mehrere Atome dieselben Elektronen miteinander teilen und auf diese Weise praktisch Edelgaskonfiguration erreichen. Es entstehen dadurch elektrostatische Kräfte zwischen dem Elektronengas und den positiv geladenen Atomrümpfen, welche das Kennzeichen der metallischen Bindung sind. Die Valenzelektronen sind innerhalb des Metalls frei beweglich, worin die gute elektrische und thermische Leitfähigkeit der

Metalle begründet liegt, welche durch die Bewegung von Elektronen im Material erklärt wird. Betrachtet man ein absolut reines Metall, so sind alle Atomrümpfe untereinander gleichwertig, eine Verschiebung derselben kann also keine große Veränderung der Kräfte zwischen Rümpfen und Elektronengas bewirken, die metallische Bindung wird nur wenig beeinflusst. Eine Folge davon ist die gute plastische Verformbarkeit von Metallen, die ihren Einsatz in vielen technischen Bereichen erst ermöglicht.

Der Begriff Kristallgitter suggeriert bereits, dass sich Eigenschaften wie etwa Kräfteverhältnisse, Abstände usw. im Kristall immer wieder periodisch wiederholen, wodurch es für grundlegende Betrachtungen meist ausreicht, einen kleinen Ausschnitt des Gitters oder überhaupt nur eine Gitterzelle (Elementarzelle) zu betrachten. Bei der metallischen Bindung gibt es zwei konkurrierende Effekte, siehe Abbildung 2.10. Einerseits bestehen anziehende elektrostatische Kräfte zwischen Elektronen und Rümpfen, andererseits stoßen einander die gleichartig geladenen Rümpfe ab. Beide Kraftwirkungen nehmen mit zunehmender Entfernung  $x$  ab, folgen jedoch verschiedenen Gesetzmäßigkeiten. In einem bestimmten Abstand  $x_0$  zweier Atomrümpfe stehen allerdings beide Kraftwirkungen im Gleichgewicht, und dieser kleinstmögliche Abstand zweier Atome im Gleichgewichtszustand ist für jedes Metall eine charakteristische Größe.



**Abbildung 2.10: Kräfte bei metallischen Bindungen. Entnommen aus [5], S 4.**

**1 ... anziehende Kraft zwischen Rumpf und Elektronengas**

**2 ... abstoßende Kräfte zwischen den Rümpfen**

**3 ... resultierende Kraft;  $F_K$  = Kohäsionskraft**

**$x_0$  = Gleichgewichtsabstand zweier Rümpfe**

Aus dieser genau definierten Gleichgewichtslage resultiert dann die regelmäßige räumliche Anordnung der Atome, das bereits erwähnte Kristallgitter. Viele Eigenschaften der Metalle können nun bereits aus ihrer Elementarzelle abgeleitet

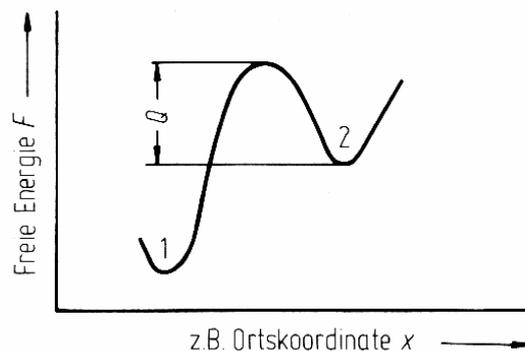
werden. So sind etwa die Abstände zwischen den Atomen im kfz-Gitter in Richtung der Raumdiagonalen am größten, während sie in Richtung der Flächendiagonale am kleinsten sind. Daraus folgt die Richtungsabhängigkeit einiger Eigenschaften von Metallen, genannt Isotropie. Als Beispiel sei die Richtungsabhängigkeit des Elastizitätsmoduls von Cu erwähnt: Er ändert sich von 190.000 N/mm<sup>2</sup> in Raumdiagonalenrichtung auf 66.600 N/mm<sup>2</sup> in Richtung der Flächendiagonale. In den meisten Legierungen kommen Isotropien aber nicht zum Tragen, da sie aus vielen Körnern aufgebaut sind und sich diese Effekte im Mittel aufheben.

Reinmetalle weisen in der Regel über den gesamten festen Bereich nur eine einzige Kristallstruktur auf. Vor allem Legierungen, aber auch einige Reinstoffe, können bei bestimmten Temperaturen umkristallisieren, weil sie in verschiedenen Temperaturbereichen nur in unterschiedlichen Modifikationen stabil sind. Diese Erscheinung wird als Polymorphie bezeichnet, wobei das wichtigste Beispiel hierfür sicher Eisen ist, welches aufgrund seines weiten Eigenschaftenspektrums als Hauptbestandteil in vielen Legierungen vorkommt. Zwischen 1184 - 1665 K liegt Eisen nämlich im kfz-Gitter vor, bei höheren bzw. tieferen Temperaturen jedoch im krz-Gitter.

Betrachtet man nun einen realen, makroskopischen Kristall, ist er in der Regel nicht perfekt aus Elementarzellen aufgebaut, sondern weist Gitterbaufehler und Verunreinigungen auf. Diese Abweichungen vom idealen Aufbau führen zu Spannungen im Gitter, wodurch der Kristall einen höheren Energieinhalt bekommt, weil sich nicht mehr alle Atome im kleinsten Gleichgewichtsabstand und somit auf einem höheren Energieniveau befinden. Dieses neue Energieniveau ist durch eine störungsabhängige Minimalbedingung festgelegt. Außer bei einer Temperatur von 0 K ergibt sich die innere Energie eines Systems aus der Bindungsenergie zusammen mit der kinetischen Energie, welche von der Wärmeschwingung der Atome herrührt. Bei Verminderung dieser inneren Energie um den Anteil der Entropie<sup>2</sup> ergibt sich die freie Energie, die bei jedem Zustand und jeder Reaktion einem Minimum zustrebt, siehe Abbildung 2.11. Befindet sich bei gegebener Temperatur ein Atom im tiefstmöglichen Zustand 1, so wird dies als thermodynamisches Gleichgewicht bezeichnet. Liegt jedoch der Fall vor, dass sich das Atom zwar in einem Minimum der freien Energie befindet, allerdings nicht im tiefsten, wie Zustand 2 zeigt, so liegt metastabiles Gleichgewicht vor, weil nur durch Energiezufuhr das Atom diesen Zustand verlassen kann. In der Umgebung von Gitterbaufehlern stehen somit immer einige Atome im metastabilen Gleichgewicht, wodurch sich der Energieaufwand für eine etwaige Verformung natürlich erhöht.

---

<sup>2</sup> Maß für den Unordnungszustand.  $U - T \cdot S = F$ ,  $U$  = innere Energie,  $T$  = Temperatur,  $S$  = Entropie,  $F$  = Freie Energie.



**Abbildung 2.11: Energiezustände, entnommen aus [5], S. 7.**

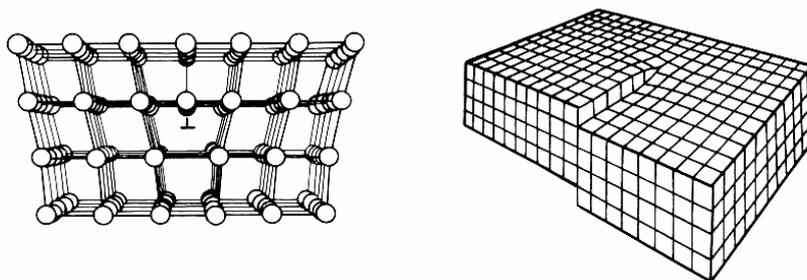
**1 ... stabiles Gleichgewicht**

**2 ... metastabiles Gleichgewicht; Q = Aktivierungsenergie**

Bis auf einige Sonderanwendungen ist die Erzeugung solcher Gitterbaufehler bei der Materialherstellung durchaus erwünscht, weil sich damit bestimmte Werkstoffeigenschaften sehr einfach verbessern lassen. Generell werden Baufehler in drei Gruppen eingeteilt: Punktfehler, linienförmige Fehler und flächenhafte Fehler.

Bei Punktfehlern ist entweder ein Gitterplatz unbesetzt, ein Zwischengitterplatz mit einem gleich- oder fremdartigen Atom besetzt oder ein Gitterplatz wird von einem Fremdatom eingenommen.

Unter linienförmigen Fehlern versteht man Schrauben- und Stufenversetzungen, siehe Abbildung 2.12, die entweder an der Oberfläche beginnen und enden müssen oder im Kristall geschlossene Ringe und Netzwerke bilden.



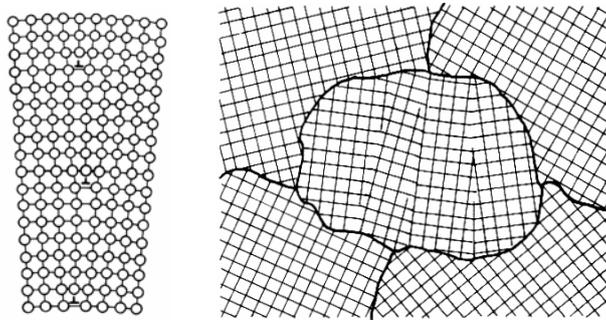
**Abbildung 2.12: Stufenversetzung und Schraubenversetzung. Entnommen aus [5], S. 8.**

Die Versetzungsdichte, also die Häufigkeit von Versetzungen, wird als Linienlänge pro Volumeneinheit angegeben und liegt bei weichgeglühten Metallen in der Größenordnung von  $10^6 / \text{cm}^2$ . Im Falle von kaltverformten Materialien kann diese Linienlänge aber durchaus Größen von  $10^{12} / \text{cm}^2$  erreichen. Versetzungen erhöhen die Gitterenergie beträchtlich (ca.  $10^{-12}$  Joule je mm Versetzungslänge) und befinden sich nie im thermodynamischen Gleichgewicht. Zum Bewegen von Versetzungen innerhalb des Kristallgitters ist nur ein relativ geringer Kraftaufwand nötig, ein

Umstand, der auch die gute plastische Verformbarkeit von Metallen begünstigt, da diese Plastizität hauptsächlich auf der Bewegung von Versetzungen beruht. Die Verfestigung durch Kaltverformung, die in Kapitel 2.4.2 noch genauer beschrieben werden wird, ist zwar auch auf die Bildung neuer Versetzungen zurückzuführen, allerdings sind diese für die plastische Verformung nicht mehr nutzbar, weil sie sich aufgrund ihrer großen Anzahl gegenseitig behindern und damit ihre Beweglichkeit einschränken.

Flächenhafte oder zweidimensionale Gitterbaufehler schließlich werden unterteilt in Klein- und Großwinkelkorngrenzen, Abbildung 2.13. Der Gleichgewichtsabstand  $x_0$  von Abbildung 2.10 gilt nur für die Betrachtung eines Atoms im Inneren eines Festkörpers, nicht jedoch für ein Atom an dessen Oberfläche, da bei diesem nach Außen keine Kräfte wirken. Aus diesem Grund hat die Oberfläche einen höheren Energieinhalt, der auch als Oberflächenenergie<sup>3</sup> bezeichnet wird. Bei Metallen ist diese Energie im Allgemeinen recht gering, weil das Elektronengas nicht an bestimmte Atomrümpfe gebunden ist und deshalb leicht umgeordnet werden kann.

Durch die Übereinanderreihung gleichartiger Stufenversetzungen, Abbildung 2.13 links, entstehen sogenannte Kleinwinkel- oder Subkorngrenzen, deren Energieinhalt großenteils bis zu  $0,3 \cdot 10^{-6} \text{ J/mm}^2$  betragen kann. Diese Energie verringert sich aber mit zunehmendem Abstand der Versetzungen, was einem kleineren Winkel entspricht.



**Abbildung 2.13: Kleinwinkelkorngrenze, Großwinkelkorngrenze. Entnommen aus [5], S. 9, 10.  
Das mittlere Korn der rechten Abbildung ist durch Subkorngrenzen unterteilt.**

Wenn ein Kristall während seines Wachstums bei Erstarrung aus der Schmelze oder bei Rekristallisationsprozessen auf einen anderen Kristall trifft, bilden sich meist (Großwinkel-) Korngrenzen, weil die Gitterebenen der beiden Kristalle in der Regel große Winkel untereinander einschließen. Ein Kennzeichen dieser Korngrenzen ist

---

<sup>3</sup> Entspricht der Arbeit, die nötig ist, um durch Zerteilung des Kristalls eine neue Oberfläche zu schaffen.

eine 2 bis 3 Atomabstände breite, amorphe<sup>4</sup> Zone, welche in Abbildung 2.13 rechts durch breite schwarze Linien dargestellt ist. Generell ist die Energie der Großwinkelkorngrenze höher als die der Subkorngrenze und beträgt bis zu 50 % der Energie der freien Oberfläche. Ein Sonderfall der Korngrenzenercheinungen soll auch noch erwähnt werden, nämlich die Zwillingsgrenze. Dabei stoßen zwei Kristalle derart zusammen, dass sie spiegelsymmetrisch zur Korngrenze angeordnet sind. Solche Zwillinge findet man vorwiegend innerhalb eines Korns, und sie besitzen einen sehr geringen Energieinhalt.

Nach der Abhandlung der theoretische Seite nun zur eher praxisbezogenen Betrachtung des Aufbaus von Reinmetallen und Legierungen. Sie liegen im Allgemeinen als Vielkristalle vor, von einigen Spezialfällen für Sonderanwendungen wie etwa den Whiskern<sup>5</sup> einmal abgesehen. Diese Vielkristalle bestehen aus einem Verband von Kristalliten (Körnern) und werden als Gefüge bezeichnet. Sehr deutlich ist dieser Aufbau an verzinkten Stahlteilen zu sehen, die einzelnen Körner sind mit dem freien Auge sichtbar. Es gibt zwei Begriffe zur Charakterisierung eines Gefüges, einerseits die Korngröße, andererseits die Kornform. Reinmetalle bilden ein homogenes Gefüge aus Kristalliten gleicher Struktur und Zusammensetzung, sie unterscheiden sich lediglich in der Lage ihrer Gitterebenen.

Bei vielkristallinen Werkstoffen liegen die Kristallachsen der Körner regellos verteilt vor, wodurch sich eventuelle Anisotropien einzelner Körner nicht auswirken können. Es ist aber durch spezielle Umform- oder Herstellungsprozesse wie etwa die gerichtete Erstarrung möglich, gewisse Texturen im Material zu erzeugen, was einer mehr oder weniger parallelen Ausrichtung der einzelnen Kristallachsen entspricht. Auf diese Weise können auch sehr feinkörnige Werkstoffe anisotrop hergestellt werden, was bei Anwendungen, die gewisse Anisotropien benötigen, etwa höhere Festigkeit in eine bevorzugte Richtung, entsprechend genutzt wird.

Zur Bestimmung der Korngröße werden Schliiffbilder des Materials betrachtet und der mittlere Korndurchmesser oder die mittlere Kornfläche ermittelt. Üblicherweise liegt der Korndurchmesser bei einigen  $\mu\text{m}$ , durch Umform-, Erstarrungs- oder Wärmebehandlungsprozesse kann er aber stark beeinflusst werden. Generell liegt eine Neigung zur Bildung großer Körner vor, da diese im Vergleich zu kleinen Körnern eine viel kürzere Gesamtkorngrenzfläche aufweisen, wodurch die Korngrenzenergie natürlich vermindert wird. Im Allgemeinen weisen feinkörnige Werkstoffe aber günstigere Eigenschaften auf, so haben sie etwa ein besseres

---

<sup>4</sup> Ohne Struktur

<sup>5</sup> Einkristalline Haarkristalle, einige  $\mu\text{m}$  breit, wenige mm lang und praktisch fehlerfrei im Aufbau. Sie finden aufgrund ihrer sehr hohen Festigkeit Verwendung als Verstärkungsfasern in Verbundwerkstoffen.

Festigkeitsverhalten und ihre Oberfläche bleibt bei Verformung erheblich glatter, wodurch sich auch schwerere Risse bilden können.

Die Körner haben das Bestreben, Kugelform anzunehmen, um den Energieaufwand möglichst gering zu halten. Dennoch gibt es viele verschiedene Kornformen, die durch unterschiedliche Parameter bestimmt werden. Für krz-Metalle ist ein Gefüge aus zwillingsfreien, rund begrenzten Körnern normal, kfz-Metalle haben typischerweise Zwillinge und eckige Körner. Neben der Gitterstruktur bestimmen aber auch Anisotropien das Korndesign, so führen etwa verschiedene Wachstumsgeschwindigkeiten in unterschiedliche Richtungen zur Bildung von Platten, Nadeln und lamellaren Gefügen aus dichter Folge von Platten und Nadeln. Auch bedingt die Mehrfachsymmetrie beim kfz-Gitter gleichartiges Wachstum in bestimmte Richtungen, wodurch sich beim freien Wachstum aus der Schmelze ein verzweigter Aufbau, Dendrit oder Tannenbaumkristall genannt, bilden kann. Dazu sind allerdings bestimmte Abkühlbedingungen vonnöten. Im Falle von Legierungen können diese Dendriten im Schliffbild nachgewiesen werden, da die Restschmelze, wie eingangs erwähnt, mit anderer Zusammensetzung erstarrt als der Dendrit. Es können auch bei Reinetallen Dendrite gebildet werden, etwa beim Wachsen aus der Gasphase im Vakuum.

### 2.3 Legieren mehrerer Materialien

Durch das Zusammenlegieren verschiedenster Elemente, hauptsächlich von Metallen, lassen sich Werkstoffeigenschaften generell und mechanische Eigenschaften im Besonderen sehr genau und über große Bereiche einstellen. Dabei bewirken nicht nur die Grundeigenschaften der Legierungselemente die Vorteile der Legierung, sondern ein komplexes Zusammenspiel vieler spezieller Eigenschaften, welche erst in Kombination entstehen. So ist es möglich, wie bereits in Abschnitt 2.1 erwähnt, dass die Mischung zweier Metalle einen höheren oder tieferen Schmelzpunkt hat als die beiden Reinstoffe.

Die wichtigsten Legierungselemente des im Zuge der Diplomarbeit untersuchten X2CrNiMo18-14-3-Stahls sind an der DIN-Bezeichnung ersichtlich und werden im Folgenden bezüglich ihrer Legierungseigenschaften betrachtet.

Der Legierungsname X2CrNiMo18-14-3 bedeutet:

- X als Kennbuchstabe für einen hochlegierten Stahl, bei dem mindestens ein Legierungselement mehr als 5 % Massengehalt hat.
- Die Zahl 2 bezeichnet das Hundertfache des mittleren Kohlenstoffgehalts.
- Die chemischen Symbole und die Zahlen im Anschluss kennzeichnen die Hauptlegierungsbestandteile und ihren Gehalt in Massenprozent.

**Chrom** bewirkt in Stählen, dass sie öl- und lufthärtbar werden. Es setzt die für die Martensitbildung<sup>6</sup> nötige kritische Abkühlgeschwindigkeit herab und erhöht damit die Härbarkeit. Die Vergütbarkeit wird dadurch verbessert, allerdings nimmt die Kerbschlagzähigkeit ab. Da Chrom ein Karbidbildner<sup>7</sup> ist, steigert es die Verschleißfestigkeit, auch Warmfestigkeit und Druckwasserstoffbeständigkeit werden begünstigt. Für die Korrosionsbeständigkeit von Stählen ist ein Mindestgehalt von ca. 13 % Cr vonnöten, gelöst in der Stahlmatrix. Außerdem bewirkt Cr eine Abnahme der elektrischen und der Wärmeleitfähigkeit, die Wärmeausdehnung wird zusätzlich gesenkt. Bei höherem Kohlenstoffanteil erhöht es des Weiteren (bis 3 %) Remanenz und Koerzitivkraft<sup>8</sup> der Legierung.

**Nickel** erhöht die Kerbschlagzähigkeit, auch bei tiefen Temperaturen, und wird zur Erhöhung der Zähigkeit in Einsatz-, Vergütungs- und kaltzähnen Stählen verwendet. Es ist kein Karbidbildner. Bei mehr als 7 % dient Ni hoch-chromhaltigen chemisch beständigen Stählen als Austenitstabilisator<sup>9</sup> bis weit unter Raumtemperatur. Auch in hohen Prozentsätzen macht Ni Stahl nur rostträge, allerdings ergibt sich in austenitischen Cr-Ni Stählen Widerstandsfähigkeit gegen reduzierende Chemikalien. Austenitische Stähle verfügen oberhalb 600°C über eine erhöhte Warmfestigkeit aufgrund ihrer hohen Rekristallisationstemperatur, außerdem sind sie praktisch nicht magnetisierbar. Auch Ni vermindert elektrische und Wärmeleitfähigkeit, bei hohem Ni-Gehalt in genau begrenzten Legierungen ergeben sich Stähle mit bestimmten physikalischen Eigenschaften wie etwa geringe Temperatursausdehnung (Invar Typen).

**Molybdän** verringert ebenfalls die kritische Abkühlgeschwindigkeit zur Verbesserung der Härbarkeit, fördert die Feinkornbildung und verringert die Anlasssprödigkeit. Sowohl Streckgrenze als auch Festigkeit werden durch Mo erhöht, es ist ein starker Karbidbildner und verbessert dadurch die Schneideeigenschaften von Schnellarbeitsstählen. Auch die Korrosionsbeständigkeit von Werkstoffen wird erhöht, weshalb Mo in Cr- und austenitischen Cr-Ni-Stählen eingesetzt wird. Neben der Verminderung der Lochfraßanfälligkeit erhöht Mo die Warmfestigkeit und senkt die Zunderbeständigkeit.

**Mangan** kann als Desoxidationsmittel wirken, bindet Schwefel als Mn-Sulfide, wodurch es dem ungünstigen Einfluss des Eisen-Sulfids entgegenwirkt, was große Bedeutung bei Automatenstählen hat. Zusätzlich verringert Mn die Rotbruchgefahr,

---

<sup>6</sup> Metastabiles Gefüge von Festkörpern, entsteht durch einen diffusionslosen Umklappvorgang vom kfz-Gitter des Austenits ins kfz-Gitter des Ferrits.

<sup>7</sup> Karbide sind mechanisch und thermisch hochstabile Verbindungen mit Kohlenstoff.

<sup>8</sup> Magnetische Felstärke, die nötig ist, um einen ferromagnetischen Stoff zu entmagnetisieren.

<sup>9</sup> Austenit bezeichnet den  $\gamma$ -Mischkristall des Eisens und wird als Name auch für andere kfz-Strukturen verwendet.

setzt die kritische Abkühlgeschwindigkeit herab und verbessert so die Härbarkeit, außerdem werden Streckgrenze und Festigkeit erhöht. Bei mehr als 4 % Mn bilden sich auch bei langsamer Abkühlung spröde, martensitische Gefüge, deshalb wird dieser Legierungsmengenanteil kaum genutzt. Über 12 % Mn mit hohem C-Anteil führt zu austenitischen Stählen, die bei schlagender Beanspruchung zu einer hohen Kaltverfestigung der Oberfläche neigen, wobei der Kern zäh bleibt. Stähle mit mehr als 18 % Mn sind auch nach starker Kaltverformung nicht magnetisierbar und werden als kaltzähe Stähle für Tieftemperaturanwendungen verwendet. Auch durch Mn werden elektrische und Wärmeleitfähigkeit verringert, allerdings erhöht sich der Wärmeausdehnungskoeffizient.

**Silizium** desoxidiert ebenfalls, begünstigt die Form der Graphitausscheidungen bei Gusseisen und erhöht Festigkeit und Verschleißfestigkeit von Si-Mn-Vergütungsstählen. Die Verwendung in Federstählen wird durch eine Erhöhung der Elastizitätsgrenze begründet, die Verbesserung der Zunderbeständigkeit erklärt das Zulegieren zu hitzebeständigen Stählen. Mögliche Gehalte sind aber aufgrund der beeinträchtigenden Wirkung auf Kalt- und Warmverformbarkeit limitiert. Mit 12 % Si erreicht man weitgehende Säurebeständigkeit, der Nachteil dieser Legierungen ist aber, dass sie nur als spröder Stahlformguß herstellbar sind und nur durch Schleifen bearbeitet werden können. Der Grund für die Verwendung als Elektroblech ist eine starke Herabsetzung der elektrischen Leitfähigkeit und der Koerzitivkraft, begleitet von hohen Leistungsverlusten.

**Stickstoff** tritt sowohl als Stahlschädling als auch als Legierungsmaterial auf. Er vermindert die Zähigkeit durch Ausscheidungsvorgänge, ruft Alterungsempfindlichkeit und Blausprödigkeit hervor, und ermöglicht die Auslösung von interkristalliner Spannungsrisskorrosion in un- und niederlegierten Stählen. Positive Eigenschaften sind Stabilisierung von austenitischen Gefügen, dadurch tritt eine Erhöhung der Festigkeit und der Streckgrenze nebst Verbesserung der mechanischen Eigenschaften bei Wärme ein. Auch bei der Oberflächenhärtung durch Nitridbildung (Nitrieren) wird er eingesetzt und bewirkt dadurch zusätzlich eine höhere Beständigkeit gegen Lochfraß.

**Kohlenstoff** ist für die meisten Stähle das wichtigste Element und beeinflusst deren Eigenschaften sehr stark. Durch Variation des Kohlenstoffgehalts von einigen 100stel bis zu 2 % können Stahleigenschaften mit zweckmäßiger Wärmebehandlung in weiten Bereichen variiert werden. Je größer der C-Gehalt ist, desto höher werden die Festigkeit und besser die Härbarkeit, allerdings verschlechtern sich Dehnung, Verformbarkeit, Schweißfähigkeit und Bearbeitbarkeit dadurch.

*Die Bedeutungen der Legierungselemente wurden dem Edelstahl-Handbuch 2005 des Projektpartners Böhler Edelstahl GmbH & Co KG entnommen und stellen keinen Anspruch auf Vollständigkeit.*

### 2.4 Weitere Methoden zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften

Um die mechanischen Eigenschaften eines metallischen Werkstoffs zu beeinflussen gibt es verschiedene Möglichkeiten, die am häufigsten verwendet werden im Anschluss behandelt.

#### 2.4.1 Aufschmelzen und definiertes Erstarren

Durch das Aufschmelzen eines Metalls wird die herstellungsbedingte Kornstruktur vollständig aufgelöst, das Mischungsverhältnis bei Legierungen bleibt jedoch größtenteils unberührt, solange nicht Legierungsanteile verdampfen oder aus dem umgebenden Medium Stoffe aufgenommen werden. Es bietet sich dann die Möglichkeit, durch verschiedene Erstarrungsvorgänge die Kornbildung zu beeinflussen und dadurch einen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften zu bewirken.

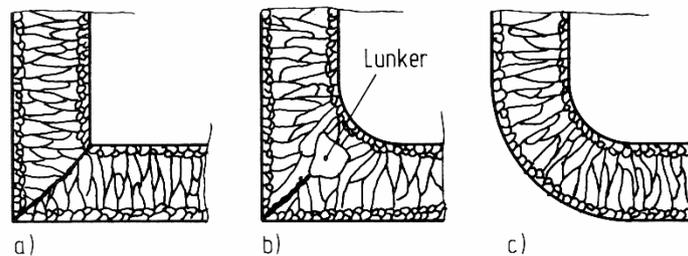
Bei der Erstarrung in einer kalten Kokille beginnt die Kristallisation an der Kokillenwand, wobei durch die gute Wärmeabfuhr über dieselbe eine Unterkühlung der Schmelze bewirkt wird. Diese Unterkühlung führt zur Bildung vieler Kristallisationskeime, welche wiederum eine sehr fein gekörnte Randzone, bestehend aus regellos orientierten Körnern, an der Kokillenwand bewirken. Im daran anschließenden Bereich kommt es zu einer Wachstumsselektion, bei der diejenigen Körner bestehen bleiben, welche in Erstarrungsrichtung die größte Wachstumsgeschwindigkeit haben, wodurch die Schmelze radial in Richtung Blockmitte erstarrt. Es entstehen lange, schmale Stengelkristalle, deren Anordnung in Richtung Blockmitte als Textur bezeichnet wird. In der Blockmitte schließlich bildet sich ein globulitisches, feinkörniges Gefüge aus, verursacht durch Verunreinigungskeime mit hohem Schmelzpunkt, die sich in der Schmelze angereichert haben. Diese innere Zone tritt allerdings nicht bei Reinformen auf. Die Mengenverhältnisse der Körner hängen entscheidend von den Temperaturverhältnissen zwischen Kokille und Schmelze ab, so bilden sich bei heißer Kokille viele lange Stengel, bei kalter Kokille kommt es zu einem großen Bereich an globulitischen Körnern in der Mitte.

Erfolgt die Erstarrung in einer Gusskonstruktion, ist auf eine geeignete Form hinsichtlich der Erstarrungsformen zu achten, da ansonsten unerwünschte Effekte wie Lunker<sup>10</sup> oder Risse entstehen können, wodurch die Festigkeit der Werkstoffe stark beeinträchtigt wird. Wie in Abbildung 2.14 sichtbar, bilden sich an den Kanten (a, b) leicht breitere Korngrenzen oder Risse, weil die Kornwachstumsrichtung an der

---

<sup>10</sup> Meist unerwünschte Hohlräume im Inneren von Werkstücken, vor allem bei Gußteilen, entstehen durch die Volumenabnahme beim Erstarren von flüssigem Metall.

Kante nicht beliebig angepasst werden kann. In b) ist deutlich auch ein Lunker in der Mitte des Gussformknicks erkennbar, bedingt durch ein größeres Volumen im Vergleich zur Umgebung und damit größere Schrumpfung, und schließlich in c) die optimalste Gussform für die gewünschte Form, da eine Anpassung der Kristallwuchsrichtung über einen langen Bereich möglich ist.



**Abbildung 2.14: Kristallisation von Schmelzen in unterschiedlichen Gussformen.  
Entnommen aus [5], S. 69.**

Bei der gerichteten Erstarrung schließlich werden die Eigenschaften einer Kristallstruktur in eine Vorzugsrichtung benutzt, wie etwa erhöhte Festigkeit, durch die annähernde Bildung von Einkristallen. Diese Fertigungsmethode ist allerdings sehr aufwendig, weshalb keine perfekten Einkristalle erzeugt werden, sondern gerichtet erstarrte Zellen, bei denen nur parallel zur Beanspruchungsrichtung Korngrenzen liegen, an denen nicht störende Ausscheidungen vorhanden sind. Außerdem sind derart erstarrte Werkstoffe praktisch seigerungsfrei<sup>11</sup>, was natürlich in Bezug auf gleichmäßige Belastbarkeit über das gesamte Werkstück von großem Vorteil ist. Gerichtet erstarrte Legierungen kommen vor allem bei Anwendungen zum Einsatz, bei denen hohe Ansprüche an die Warmfestigkeit gestellt werden, da dort vielkristalline oder dendritische Gefüge nicht geeignet sind. Diese vielkristallinen oder dendritischen Gefüge haben die Eigenschaft, dass bei erhöhten Temperaturen Versetzungen zu „kriechen“ beginnen, also sich in energetisch günstigere Positionen verteilen, wodurch es zu einer Abnahme der Festigkeit kommt.

### 2.4.2 Umformung

Umformen beschreibt eine spanlose Formgebung im festen Zustand durch Arbeitsgänge, die eine Querschnittsabnahme (mit Volumenkonstanz) zur Folge haben, und deren wichtigste Parameter der Verformungsgrad, die Verformungstemperatur und die Verformungsgeschwindigkeit sind. Der mittlere

---

<sup>11</sup> Eine Seigerung ist eine Entmischung bei Legierungen, die entsteht, wenn beim Abkühlen manche Stoffe sich in der Schmelze anreichern oder die Restschmelze verarmt an gewissen Elementen ist und sich deshalb die Konzentration der Schmelze von jener der erstarrten Kristalle unterscheidet.

Verformungsgrad  $\varphi$  kann beispielsweise durch die Längenänderung  $\Delta L$  bezogen auf die Anfangslänge  $L_0$  ausgedrückt werden, und wird üblicherweise in % angegeben:

$$\varphi = \frac{\Delta L}{L_0} \cdot 100\% = \frac{L_1 - L_2}{L_0} \cdot 100\% \quad (2.7)$$

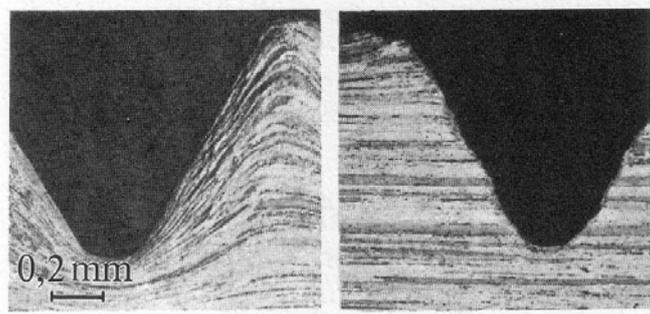
Je nach Umformtemperatur wird zwischen Warm- und Kaltformgebung unterschieden, wobei sich dabei warm und kalt auf die Rekristallisationstemperatur des Materials beziehen und nicht auf eine absolute Temperatur.

Die Umformtemperatur bei der Warmformgebung ist deutlich höher als die zur Rekristallisation nötige Mindesttemperatur und wird normalerweise so hoch gewählt, dass bereits bei geringen Verformungsgraden während der Verformung oder zwischen zwei Umformvorgängen Rekristallisation eintritt. Das ist nötig, damit bei zunehmendem Verformungsgrad die Formänderungsfestigkeit<sup>12</sup> nicht mehr ansteigt, um immer wieder vollständige Verformbarkeit des rekristallisierten Gefüges zu gewährleisten. Das Gefüge und die Eigenschaften eines warmverformten Materials hängen vom Ausgangsgefüge und dem Formgebungsverfahren ab. Typische Warmformgebungsverfahren sind Schmieden, Walzen, Pressen und Strangpressen. Diese Verfahren können sowohl für die Herstellung von Fertigteilen als auch für die Erzeugung von Halbzeugen verwendet werden. Beim Schmieden wird das Werkstück durch Schläge in mehreren Arbeitsgängen in seine endgültige Form gebracht, wobei es zusätzlich zu einer Härtung der oberflächennahen Zone kommt. Im Falle des Pressens wird in wenigen Arbeitsschritten große Verformung erzeugt, wobei der Werkstoff über den gesamten Querschnitt fließt. Es entsteht ein gleichmäßiges Gefüge, welches aber gröber ist als das durch Schmieden bei gleicher Temperatur und selbem Verformungsgrad Erhaltene. Beim Walzen kommt es vorwiegend zu einer Streckung des Werkstoffs in Walzrichtung. Durch die kontinuierliche Umformung wird die Umformgeschwindigkeit immer größer und erreicht in Walzstraßen am Ende oft einen größeren Wert als beim Schmieden. Aufgrund der dicht hintereinander liegenden, gleichsinnigen Umformungen kann es zu ausgeprägten Texturen kommen. Mit Hilfe des Strangpressens können Profile hergestellt werden, welche durch Walzen nicht möglich wären, da eine allseitige Druckbeanspruchung aufgebracht wird. Es wird dabei aus einem dickwandigen Rohr mit einem Stempel Material durch eine Matrize gepresst, wodurch sich alle möglichen Profile wie z.B. Rohre oder Kühlkörperprofile erzeugen lassen. Generell besteht also der Vorteil der Warmformgebung darin, dass vorhandene Materialtexturen und Gefüge nicht wie bei der spanabhebenden Bearbeitung zerstört

---

<sup>12</sup> Formänderungsfestigkeit wird beschrieben durch die auf den jeweiligen Querschnitt bezogene, benötigte Kraft für die Umformung.

und dadurch das Material geschwächt werden, sondern, wie in Abbildung 2.15 ersichtlich, nur unter Festigkeitsgewinn in die gewünschte Form gebracht werden.



**Abbildung 2.15: Günstiger und ungünstiger Faserverlauf, veranschaulicht an einem gerollten und einem geschnittenen Gewinde. Entnommen aus [5], S. 75.**

Bei der Kaltumformung liegt die Verformungstemperatur niedriger als die Rekristallisationstemperatur, dadurch nimmt die Formänderungsfestigkeit mit dem Verformungsgrad ständig zu, es kommt zur Kaltverfestigung. In einem Arbeitsschritt kann die endgültige Form dabei nicht erreicht werden, weil aufgrund der Kaltverfestigung das Werkstück bereits vorher brechen würde, was ein Zwischen- oder Weichglühen<sup>13</sup> zwischen zwei Umformvorgängen nötig macht. Das jeweilige Kristallgitter des Werkstoffs hat großen Einfluss auf die Verfestigungskurve. So sind kfz-Metalle wie etwa Al leichter formbar als hexagonal kristallisierte Stoffe wie beispielsweise Mg. Bei der Verformung werden einzelne Körner eines vielkristallinen Stoffes gedreht, es kommt zu einer vermehrten Ausrichtung der Kristallachsen der einzelnen Kristallite und schließlich zu einer Verformungstextur, die eine Anisotropie bestimmter Eigenschaften in eine Vorzugsrichtung bewirkt. Der Vorteil der Kaltumformung liegt darin, dass nicht nur Teile hoher Maßgenauigkeit und Oberflächengüte erzeugt werden können, sondern auch dünne Querschnitte mit hoher Festigkeit möglich sind. Zusätzlich kommt es bei dieser Umformungsart nicht zur Verzunderung oder Oxidation, wodurch die Oberflächen blank bleiben. Für die Fertigteilherstellung gebräuchliche Verfahren sind Prägen, Pressen und Tiefziehen<sup>14</sup>, Bleche, Bänder und Folien werden kaltgewalzt, Rohre, Stangen und Drähte werden gezogen. Derart hergestellte Halbzeuge sind in der Regel aber ohne Zwischenglühen nicht mehr spanlos umformbar, weil ihre Verformungsfähigkeit aufgrund der Herstellung erschöpft ist. Sie werden deshalb meist in geglühter Form weiterverarbeitet. Ein Vorteil der Kaltverformung ist, dass bei der Umformung keine

---

<sup>13</sup> Durch Erhitzen und anschließendes Glühen für einige Zeit wird die Härte eines Materials verringert, um die Gefahr einer Rissbildung bei Weiterverarbeitung zu minimieren.

<sup>14</sup> Eine Folie bzw. Platte wird entweder durch Stempeldruck oder Medien (Gase, Flüssigkeiten) unter Druck in eine Form gepresst, wobei die entstehende Blechdicke des Werkstückes homogen ist.

Werkstofffehler entstehen, es sei den, es werden durch zu große Verformung Risse erzeugt.

### 2.4.3 Sintern

Im Sinterprozess werden Halbzeuge unter Umgehung der flüssigen Phase erzeugt, um Materialien mit besonderen Eigenschaften zu erhalten, wie etwa poröse Stoffe mit geringer Dichte als Filter oder Lager mit eingelagerten Schmierstoffen, sowie Schneidstoffe besonders hoher Dichte mit hoher Druck- und Zugfestigkeit. Die Herstellung teilt sich in drei Phasen:

- Pulverherstellung
- Pressen eines Rohlings aus diesem Pulver
- anschließende Wärmebehandlung, das eigentliche Sintern.

Erfolgt die abschließende Wärmebehandlung unter Druck, nennt man das Verfahren Drucksintern, es gibt auch ein Verfahren, bei dem Punkt zwei und drei wiederholt werden, dies nennt man Doppelsintern.

Die Pulverherstellung erfolgt, abhängig vom Werkstoff, durch Verdünnungs- oder Zerstäubungsverfahren, mechanische Zerkleinerung, Reduktionsverfahren oder durch elektrolytische Pulverabscheidung. Auch die Pulverformen können unterschiedlich sein, von kugelförmig über schwammartig bis zu dentritisch. Der Sintervorgang selbst ist eine Reaktion von Festkörpern, solange nicht bei ein oder mehreren Komponenten eine flüssige Phase auftritt. Die treibende Kraft ist die sehr hohe Oberflächenenergie des Pulvers pro Mengeneinheit, wobei je nach Temperatur Adhäsionskräfte, Oberflächendiffusion und Volumsdiffusion wirken. Es ist allerdings zu beachten, ob eventuell Körner aus verschiedenen Stoffen ein Eutektikum bilden und damit die Liquidustemperatur herabsetzen, wodurch es zu einer unerwünschten Aufschmelzung von Körnern kommen würde. Die großen Vorteile von Sinterwerkstoffen sind die Verarbeitbarkeit unterhalb ihrer Schmelztemperatur, die Möglichkeit, nahezu seigerungsfreie Werkstücke herzustellen zu können und natürlich die damit verbundene völlige Homogenität der Werkstoffeigenschaften über das ganze Werkstück. Hauptanwendungsgebiete sind Werkstoffe mit sehr hohen Schmelztemperaturen, die durch Sintern gut und kostengünstig in Form gebracht werden können, Verbundwerkstoffe und Pseudo-Legierungen, bei denen nur durch Sintern die einzelnen Werkstoffeigenschaften kombiniert werden können, und schließlich die günstige Herstellung von Massenwerkteilen, da wertvolle Grundstoffe praktisch abfallfrei verarbeitet und mit hoher Maßgenauigkeit hergestellt werden können, wodurch keine Nachbearbeitung mehr nötig ist.

### 2.4.4 Wärmebehandlung

Es gibt noch eine Vielzahl weiterer Möglichkeiten, um mechanische Eigenschaften zu verändern, welche sich entweder nicht in obige Gruppen einordnen lassen oder zu mehreren gezählt werden können.

Eine der Wichtigsten ist das Härten eines Metalls, das durch Erwärmen und anschließendes schnelles Abkühlen (Abschrecken) erreicht wird. Der Hintergrund dabei ist die Umwandlung des bei Raumtemperatur vorherrschenden  $\alpha$ -Eisens (Ferrit) in  $\gamma$ -Eisen (Austenit), in dem mehr Kohlenstoff gelöst werden kann. Kühlt man diesen kohlenstoffreichen Austenit nun so schnell ab, dass der Kohlenstoff nicht aus dem Gitter entweichen kann, ist eine kubische Anordnung der Eisenatome nicht mehr möglich und der Kohlenstoff verspannt das Gitter in tetragonal verzerter Form, dem Martensit. Der bestimmende Parameter dabei ist die Abkühlrate, je schneller, desto mehr Martensit wird gebildet und desto härter wird das Material. Als Abkühlmedium werden vorwiegend Öl, Polymerbäder und Wasser verwendet, eine Grundvoraussetzung für das Härten von Stahl ist dabei ein Kohlenstoffgehalt von mindestens 0,2 %, durch Zusatz von Chrom kann eine Härtung des Werkstücks über den gesamten Querschnitt verbessert werden. Um einer übermäßigen Spröde des Materials nach der Härtung (Glashärte) entgegenzuwirken, wird es normalerweise nachträglich noch einmal auf niedrige Temperatur (200 - 700°C) erwärmt (Anlassen oder Tempern), und je nach Anlasstemperatur ein Gleichgewicht zwischen Zähigkeit und Härte eingestellt.

Bei der Kalthärtung werden durch Gleitvorgänge als Folge von Kaltumformprozessen Gefügestrukturen im Material durch das Aufstauen von Versetzungen an Korngrenzen verhärtet, wodurch weitere Gleitvorgänge zur plastischen Verformung erschwert werden und so eine Härtung des Materials bewirkt wird.

Soll nicht der gesamte Querschnitt des Materials gehärtet werden, sondern nur stark beanspruchte Flächen, werden verschiedene Verfahren der Oberflächenhärtung angewandt. Von diesen sind vor allem die Aufkohlung, bei der in die Außenschicht des Stahlprodukts bei hoher Temperatur Kohlenstoff aus einem Umgebungsmedium eindiffundiert wird, und das Nitrieren zu erwähnen. Nitrieren funktioniert ähnlich dem Aufkohlen, allerdings wird anstatt Kohlenstoff Stickstoff eindiffundiert, es bilden sich in einer Oberflächenschicht, die bis zu 30  $\mu\text{m}$  dick sein kann, sehr harte Eisennitride. Unter der oberflächlichen Verbindungsschicht befindet sich dann noch eine zweite Schicht, in der Stickstoff in die ferritische Metallmatrix eingelagert wird, was zu einer Erhöhung der Dauerschwingfestigkeit des Materials führt. Wenn zusätzlich diese Verbindungsschicht oxidiert wird, kann außerdem der Korrosionsschutz des Materials verbessert werden.

Eine letzte Methode, um nur stark beanspruchte Bereiche eines Werkstücks zu härten, ist das Induktionshärten. Dabei wird nur ein begrenzter Materialbereich induktiv auf Härtetemperatur erhitzt und anschließend abgeschreckt, wodurch ein Anpassen von Materialeigenschaften in verschiedenen Bereichen und so eine Anpassung des Endprodukts an die jeweilige Verwendung ermöglicht wird, beispielsweise bei Sägeblättern mit harten Zähnen, aber weichem Blatt.

Zwei Sonderfälle von Legierungsmetallen haben noch große technische Anwendungsgebiete erschlossen, einerseits metallische Gläser, andererseits superplastische Legierungen.

Metallische Gläser haben keine Kristall-, sondern amorphe Struktur, die höchstens eine Nahordnung aufweist. Sie werden aus Legierungen mit eutektischer Zusammensetzung unter sehr hohen Abkühlraten (bis zu  $10^6$  K/s) erzeugt, da sie bei langsamer Erstarrung ebenfalls kristallisieren würden. Bekannte Herstellverfahren sind etwa Melt-Spin (Aufspritzen der flüssigen Legierung auf eine sich drehende, gekühlte Kupferwalze) zur Erzeugung glasartiger Folien und das Klatschkokillenverfahren, bei dem ein flüssiger Tropfen zwischen zwei kalten Platten zu einer Folie gepresst wird. Technische Anwendungen liegen unter anderem in der Elektrotechnik, wo metallische Gläser aufgrund ihrer weichmagnetischen Eigenschaften eingesetzt werden, im Sport, wo Schläger (Golf, Baseball usw.) von der konkurrenzlosen Elastizität des Materials profitieren, und schließlich beim Militär, wo amorphe Metallbeschichtungen Härte und Korrosionsbeständigkeit leichter Metalle erhöhen.

Superplastische Legierungen hingegen lassen sich mit wenig Kraftaufwand über weite Bereiche verformen, so liegt der Weltrekord in Bezug auf Superplastizität derzeit bei einer Alu-Bronze-Legierung, die eine Dehnung um 8000 % erlaubt. Diese Werkstoffe sind sehr feinkörnig, womit auch phänomenologisch das physikalische Verhalten über die Korngrenzgleitung erklärt wird. Die Korngrößen liegen in der Regel unter  $10\ \mu\text{m}$ , die bei der Umformung vorherrschende Temperatur muss etwa die Hälfte der Schmelztemperatur betragen. Eingesetzt werden derartige Legierungen zur kostengünstigen Herstellung von Maschinenteilen, da Werkzeuge weniger schnell verschleifen, für sehr reißfeste Materialien in der Automobilindustrie oder als Grundmaterial für die Herstellung von Zahnpastatuben.

### **2.4.5 Duplexstahl**

Duplexstähle weisen ein zweiphasiges Gefüge aus einer Ferritmatrix und eingelagerten Austenitinseln auf. Diese Gefügestruktur wird durch Legieren von Austenitbildnern mit Ferritbildnern erreicht, wobei es auf das richtige Mischungsverhältnis ankommt, damit die zwei Phasen auch noch bei

Raumtemperatur stabil vorliegen. Der besondere Vorteil dieser Stähle liegt in der Kombination der Eigenschaften von ferritischen und austenitischen Stählen. Sie haben hohe Festigkeit bei großer Duktilität und weisen im Gegensatz zu reinen Austeniten noch Dauerschwingfestigkeit auf. Bei tiefen Temperaturen werden sie allerdings spröde. Weiters zählen Duplexstähle zu den rost- und säurebeständigen Stählen, sind aber anfällig für interkristalline Korrosion. Ein großer Vorteil der Zweiphasigkeit ist die Tatsache, dass bei der Spannungsrisskorrosion entstandene Risse insbesondere beim Übergang vom Ferrit auf den duktileren Austenit aus bruchmechanischen Gründen zum Stillstand kommen.

Die Erzeugung von Duplexstählen umfasst dieselben Schritte wie die Herstellung des untersuchten X2CrNiMo18-14-3.

Zuerst wird das Grundmaterial im Elektrolichtbogenofen erschmolzen. Darauf folgt aus Gründen der Wirtschaftlichkeit Sekundärmetallurgie im AOD-Konverter<sup>15</sup>. Nach dieser Aufbereitung der Schmelze erfolgt ein konventioneller Abguss als Elektrodenmaterial für das anschließende Umschmelzen mittels Elektroschlackenumschmelzen. Dabei werden offene (ESU<sup>16</sup>) oder geschlossene (DESU<sup>17</sup>) Anlagen verwendet. Abschließend werden die fertigen Stahlblöcke je nach gewünschtem Umformgrad und Blockabmessung durch Schmieden, Walzen oder einer Kombination aus beiden Techniken in die gewünschte Endform gebracht.

---

<sup>15</sup> AOD bedeutet Argon-Oxygen-Decarburization und ist ein Konverter-Frischverfahren zur Verringerung des Kohlenstoffgehalts der Schmelze. Durch das Zumischen von Rührgasen (Inertgase oder Stickstoff) zum Sauerstoff wird der CO-Partialdruck gesenkt und eine zu große Chromverschlackung der nichtrostenden Stähle verhindert.

<sup>16</sup> Beim Elektroschlack-Umschmelzverfahren wird ein fester Stahlblock in ein Schlackenbad eingetaucht, wobei der Block als stromführende Elektrode dient und abschmilzt. Beim Durchgang durch die Schlacke werden Schwefel und nichtmetallische Einschlüsse von dieser aufgenommen, der Stahl erstarrt unter der Schlacke.

<sup>17</sup> Das DESU-Verfahren ist gleich dem ESU, der Unterschied besteht nur darin, dass der Umschmelzvorgang zusätzlich in einer geschlossenen Umschmelzanlage unter Schutzgas stattfindet.

---

## 3 Die Messapparaturen

### 3.1 Überblick

Die experimentelle Durchführung der Datenakquisition zur Bestimmung der thermophysikalischen Daten von X2CrNiMo18-14-3 wird in zwei unabhängigen Verfahren durchgeführt. Zum Einen wird mittels schneller Ohm'scher Pulsheizung eine Drahtprobe mit einer Länge von ca. 70 mm und einem Durchmesser von 0,65 mm mit einer Heizrate von etwa  $10^8$  K/s bis weit in die flüssige Phase erhitzt und dabei der Strom durch die Probe, der Spannungsabfall an der Probe und die Temperatur der Probenoberfläche gemessen. Synchron werden mit einer schnellen CCD-Kamera im Abstand von jeweils  $5 \mu\text{s}$  Schattenbilder des Drahts aufgenommen, um die Wärmeausdehnung in Abhängigkeit von der Temperatur bestimmen zu können. Zum Anderen wird durch dynamische Wärmestromdifferenzkalorimetrie (DSC) von plättchenförmigen Proben mit den Maßen 5 mm Durchmesser und 1-2 mm Dicke die spezifische Wärmekapazität  $c_p$  in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen. Der Messablauf dabei ist das kontrollierte Aufheizen und Abkühlen der Probe mit einer Heiz- bzw. Abkühlrate von 20 K/min und die simultane Messung der aufgenommenen bzw. abgegebenen Wärmemenge im Vergleich zu einem Referenzmaterial, einem Saphirplättchen.

### 3.2 Aufbau und Durchführung des Pulsheizexperiments

#### 3.2.1 Funktionsweise des Entladungskreises

Beim Ohm'schen Pulsheizen wird eine elektrisch leitende, drahtförmige Probe aufgrund ihres elektrischen Widerstands erhitzt. Die Probe selbst ist dabei Teil eines Stromkreises, der in Abbildung 3.1 dargestellt ist.

Vor dem eigentlichen Experiment wird die Kondensatorbank C mit dem Hochspannungsgenerator HG auf bis zu 10 kV aufgeladen. Der Start des Experiments beginnt dann mit manuellem Drücken des Schalters S. Dieser Schalter löst über den TTL-Impulsgenerator PG eine Abfolge von fünf Impulsen aus, deren zeitlicher Abstand voneinander jeweils in  $1 \mu\text{s}$  Abständen eingestellt werden kann.

Durch den ersten Impuls wird die Datenerfassung gestartet und der Blitz gezündet.

Der zweite Impuls erfolgt nach  $230 \mu\text{s}$ , jenem Zeitpunkt, ab dem der Hintergrundblitz für ca.  $60 \mu\text{s}$  eine annähernd konstante Intensität abstrahlt. Er startet die Serienbildaufnahme der Kamera.

Der nächste Triggerzeitpunkt wird in einem Bereich von  $1-5 \mu\text{s}$  variiert, um die von der Kamera alle  $5 \mu\text{s}$  aufgenommenen Bilder jeweils um  $1-5 \mu\text{s}$  verschieben zu

können. Dieses Signal bewirkt nur einen Zeitversatz, leitet aber keine neue Aktion ein.

Triggersignal 4 startet die Zündbox, die einen schnellen Schalter, ein Krytron<sup>18</sup> (Typ KN-6, Fa. EG&G, Salem, MA, USA), enthält. Dieser Schalter entlädt einen auf 3 kV aufgeladenen Kondensator mit einer Kapazität von 0,25  $\mu\text{F}$ , wodurch ein Hochspannungsimpuls generiert wird. Dieser Hochspannungsimpuls schaltet über einen galvanisch getrennten Triggertransformator das Startignitron<sup>19</sup>  $\text{IG}_1$  ein, welches die Kondensatorbank über den Probendraht entlädt. Die Ladespannung der Kondensatorbank muss dabei nach [7], S. 4, mindestens 3 kV betragen, weil ansonsten die nötige Zündspannung für die verwendeten Ignitrons vom Typ BK508 der Firma EEV, England, nicht gegeben ist. Durch den Stromfluss aus den Kondensatoren über den Probendraht erhitzt sich die Probe mit bis zu  $10^8$  K/s bis weit in die flüssige Phase, bleibt aber aufgrund der vertikalen Einspannung und ihrer eigenen Trägheit auch im flüssigen Zustand für die Experimentdauer stabil im Raum stehen. Zusätzlich bedingt die hohe Heizrate, dass die Probe nicht axial expandieren kann und es nur zu einer Expansion in radialer Richtung kommt.

Das letzte Triggersignal beendet schließlich das Experiment vorzeitig. Zu diesem Zweck wird über ein weiteres Krytron das Löschnitron  $\text{IG}_2$  geschaltet, das eine Entladung der Restenergie über die Crowbar-Widerstände<sup>20</sup>  $R_{\text{CROW}}$  bewirkt. Würde die Kondensatorbank gänzlich über den Entladekreis ihre Energie abgeben, käme es im Anschluss an die flüssige Phase des Probenmaterials auch noch zur Gasphase desselben. Dies hätte eine Gasentladung zur Folge, bei der extreme Temperaturen und Drücke auftreten würden (Plasmaentladung). Der Triggerzeitpunkt des letzten Ignitrons muss je nach Material und Heizrate angepasst werden und hängt neben den Materialeigenschaften auch vom Zweck des Experiments ab.

Über den als  $R_V$  bezeichneten Vorwiderstand lässt sich die Charakteristik des stark gedämpften Entladekreises (ohne Vorwiderstand: Schwingkreis) anpassen bzw. die Heizrate verändern. Bei den der Diplomarbeit zugrundeliegenden Messungen wurde ein Vorwiderstand von  $\frac{1}{2} \Omega$  gewählt, weil sich dadurch die Heizrate verringert (für

---

<sup>18</sup> Schneller Schalter, basierend auf einer mit Ni-63 vorionisierten Entladungsstrecke. Ermöglicht das Schalten eines Ignitrons über einen zur galvanischen Trennung verwendeten Triggertransformator mit hoher Reproduzierbarkeit. Nach [7], S. 5.

<sup>19</sup> Ignitrons sind eine besondere Form von Quecksilbergleichrichtern, mit deren Hilfe innerhalb von 500 ns Ströme mit bis zu 100 kA geschaltet werden können und die eine Durchbruchsspannung von 50 kV besitzen.

<sup>20</sup> Eine Anordnung von seriell und parallel geschalteten Graphitstäben mit einem Gesamtwiderstand von 0,2  $\Omega$ , die der Vernichtung der Restenergie aus den Kondensatoren dient.

schnellere Heizrate:  $\frac{1}{4} \Omega$ ) und somit mehr Bilder in der flüssigen Phase aufgenommen werden konnten.

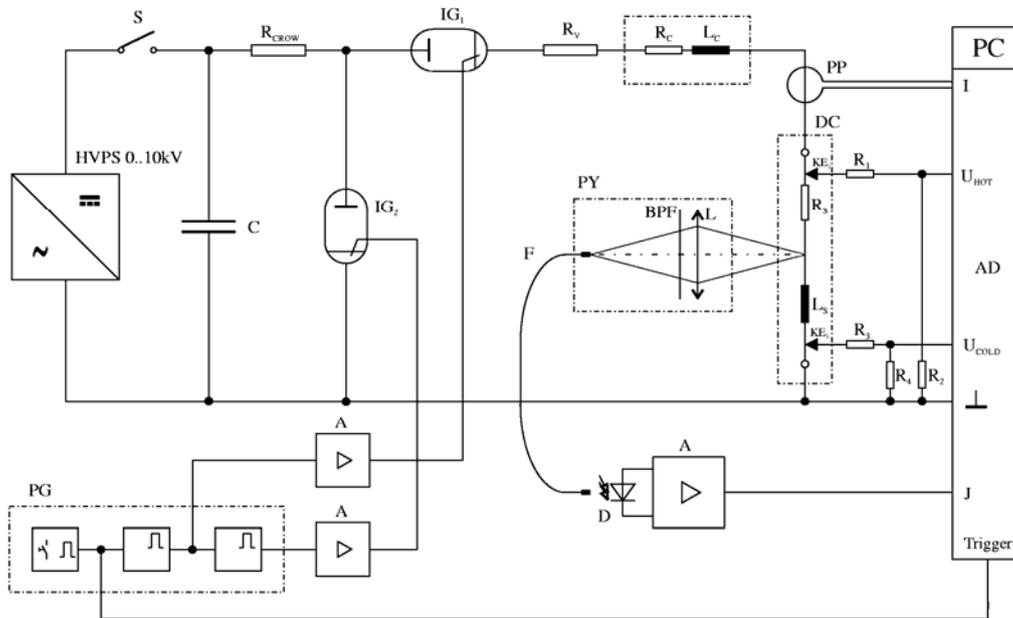


Abbildung 3.1: Aufbau des Pulsheizkreises als Schaltbild. Entnommen aus [6], S. 18.

**S:** Schalter; **R<sub>CROW</sub>:** Kurzschlusswiderstand; **IG<sub>1,2</sub>:** Start-, Löschignitron; **R<sub>V</sub>:** Vorschaltwiderstand; **R<sub>L</sub>, L<sub>L</sub>:** ohmscher, induktiver Lastwiderstand; **PP:** Strommesssonde (Pearson-Probe); **HG:** Hochspannungsgenerator; **C:** Kondensatorbank; **PY:** Pyrometer; **IF:** Interferenzfilter; **L:** Linse; **R<sub>1,2,3,4</sub>:** Spannungsteilerwiderstände; **R<sub>P</sub>, L<sub>P</sub>:** ohmscher, induktiver Widerstand der Probe; **PG:** Pulsgenerator; **A:** Verstärker; **F:** Lichtwellenleiter; **D:** Detektor; **I:** Strom; **U<sub>HOT</sub>, U<sub>COLD</sub>:** Spannungsabfall an der Probe; **J:** Pyrometersignal

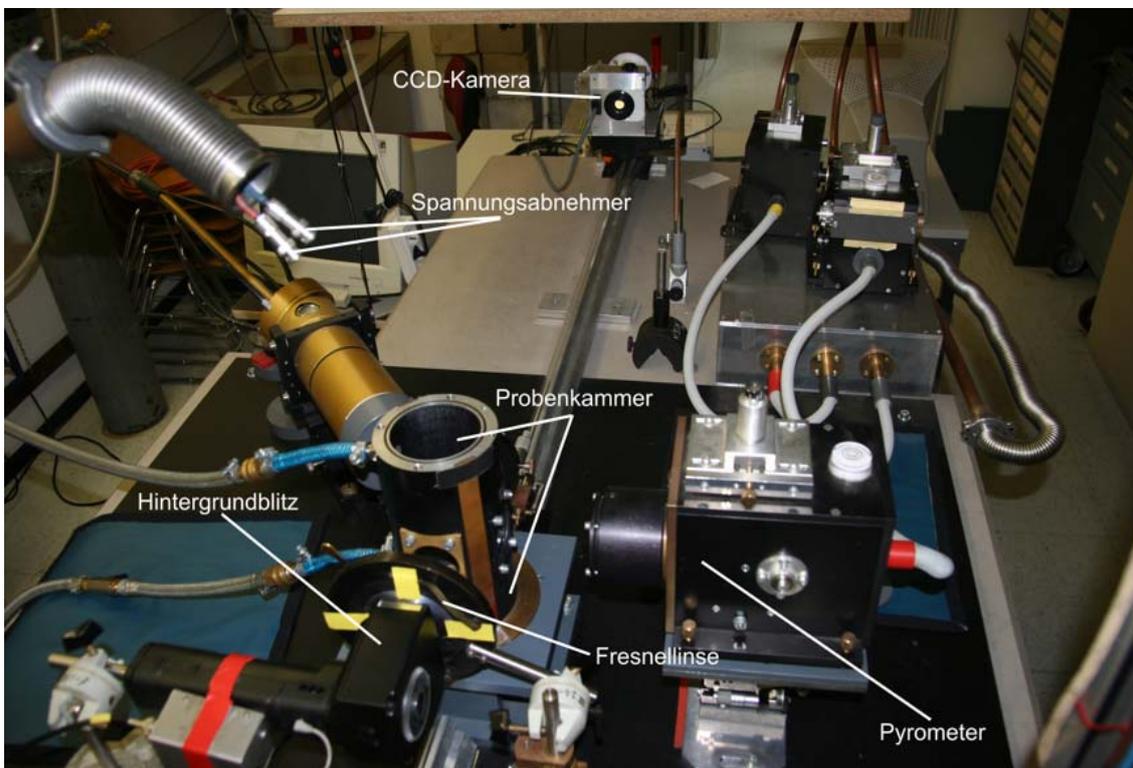
### 3.2.2 Praktischer Aufbau des Pulsheizexperiments

Der in 3.2.1 theoretisch beschriebene Aufbau des Experiments gliedert sich praktisch in vier Teilbereiche:

- Den Experimentiertisch, der die Probenkammer mit Probenhalter, die CCD-Kamera, den Blitz und das Pyrometer umfasst, siehe Abbildung 3.2.
- Die Kondensatorbank mit Crowbar- und Vorschaltwiderstand, die beiden Ignitrons, Krytrons, und die Pearson-Probe, siehe Abbildung 3.4.
- Die Schalttafel mit TTL-Impulsgenerator, die Kamerasteuerung und den Hochspannungsgenerator, siehe Abbildung 3.5.
- Den Faradayraum, in dem die vor elektromagnetischer Einstrahlung geschützte Messdatenerfassung bzw. -aufzeichnung stattfindet, siehe Abbildung 3.6.

### 3 Die Messapparaturen

Auf dem als massiver Betontisch ausgeführten Experimentiertisch ist mittig die Probenkammer (siehe Abbildung 3.2) montiert, welche den Probenhalter mit eingespannter Probe aufnimmt (Abbildung 3.3). Die Probenkammer ist als innen hohler Aluminiumzylinder mit drei Glasfenstern ausgeführt und wurde zur Vermeidung von Streulicht und zur elektrischen Isolation schwarz eloxiert. Durch eines dieser Glasfenster misst das optische Pyrometer die Temperatur der Probenoberfläche, die beiden anderen Fenster dienen dem Aufnehmen von Bildern der Durchmesseränderung der Probe. Dabei wird von einer Seite mittels Blitzlicht und anschließender Fresnellinse die Probe im Gefäßinneren mit annähernd parallelem Licht beleuchtet, auf der anderen Gefäßseite wird mit einer Sammellinse ein Schattenbild des Drahts auf die Eintrittsöffnung der Kamera abgebildet.

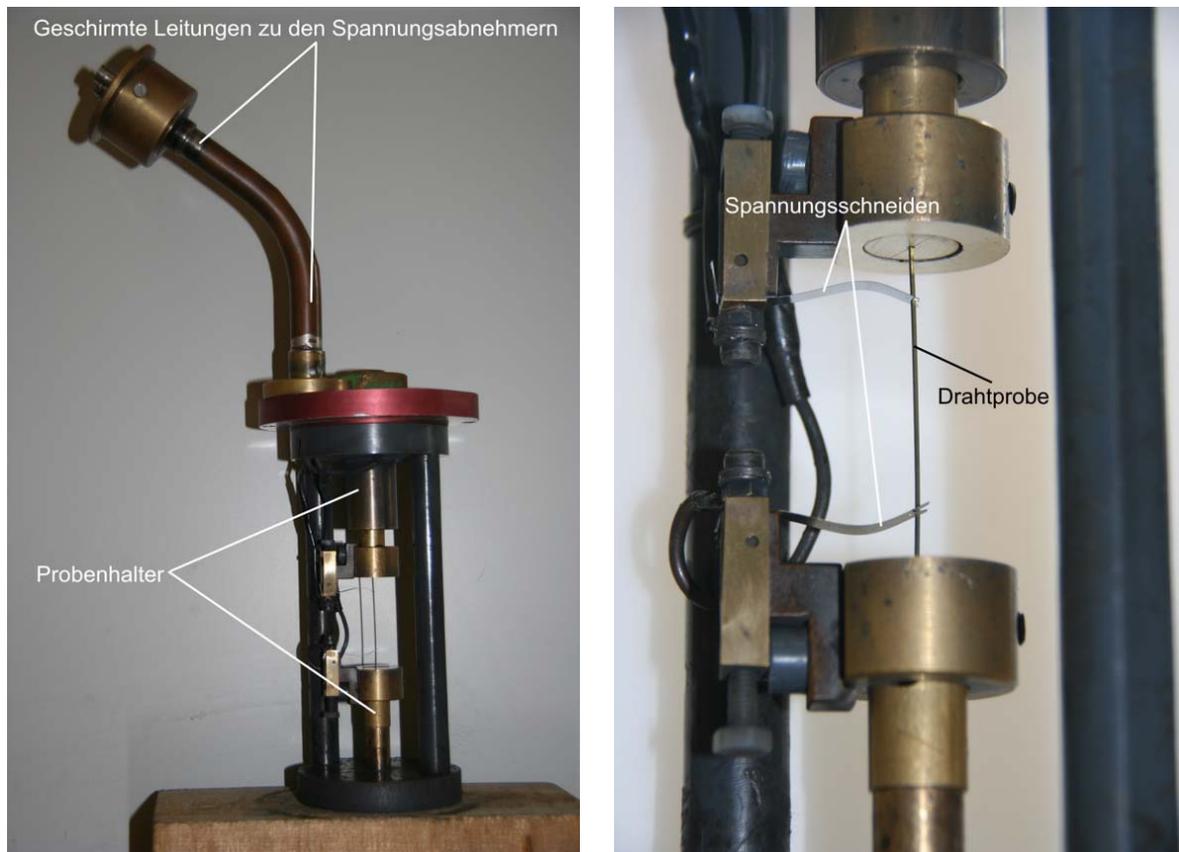


**Abbildung 3.2: Experimenteller Aufbau des Pulsheizexperiments.**

Wenn der Probenhalter in die Probenkammer eingesetzt wird, besteht rund um die Probe ein abgeschlossener Raum, welcher während des Experiments mit Stickstoff unter einem Überdruck von 1,3 bar gefüllt wird. Dieses Inertgas dient einerseits dazu, ein Verbrennen bzw. Oxidieren des Metalls während des Experiments zu verhindern, andererseits beugt es auch Entladungen zwischen Probendraht und Probenhalter vor. Nach erfolgtem Experiment wird die Probenkammer mit Stickstoff gespült, um die im Zuge des Experiments entstandenen Staubpartikel (Größe im Nanometerbereich) aus dem Gefäß auszuspülen und durch ein Wassergefäß zu filtern, um die Reinigung der Apparatur zu erleichtern. Die Stromzufuhr zur Probe

### 3 Die Messapparaturen

erfolgt von unten mit einer Leitung durch das Probengefäß in den Probenhalter, abgeleitet wird der Strom über die Außenwand der Probenkammer. Die in Abbildung 3.2 als Spannungsabnehmer bezeichneten Leitungen werden beim Experiment oben am Probenhalter angeschlossen und sind direkt mit den in Abbildung 3.3 als Spannungsschneiden bezeichneten Molybdänstreifen verbunden.



**Abbildung 3.3: Probenhalter komplett (links) bzw. Vergrößerung der eingespannten und kontaktierten Probe (rechts).**

Über diese Molybdänstreifen wird jeweils die Potentialdifferenz gegen Erde gemessen, woraus sich dann der Gesamtspannungsabfall an der Probe als Differenz errechnen lässt. Die Spannungsschneiden müssen vorgespannt werden, da Sie sonst beim Aufheizvorgang, im Speziellen am Schmelzpunkt, abspringen können und damit das aufgenommene Spannungssignal unbrauchbar wird. Für eine detailliertere Beschreibung und eine Schnittzeichnung von Probenkammer und Probenhalter siehe [6], S. 20.

Der zweite Teilbereich (Abbildung 3.4) des Aufbaus umfasst die Energieversorgung, die schnellen Aus- und Einschalter zum Starten und Beenden der Messung sowie die Strommessapparatur des Aufbaus. Die zum schnellen Aufheizen der Probe nötige elektrische Energie wird vor Experimentstart in der Kondensatorbank mit einer Gesamtkapazität von 500  $\mu\text{F}$  gespeichert, wobei beim untersuchten Material eine

### 3 Die Messapparaturen

durchschnittliche Ladespannung von ca. 5800 V verwendet wurde. Der bereits erwähnte Vorschaltwiderstand ist im verwendeten Aufbau als gewundener Widerstandsdraht mit einer Gesamtlänge von etwa 2 m und einem Durchmesser von 1,5 mm ausgeführt. Mit zwei Abgriffen versehen ist es somit möglich, den Widerstand entweder als  $\frac{1}{4} \Omega$  oder als  $\frac{1}{2} \Omega$  zu wählen.



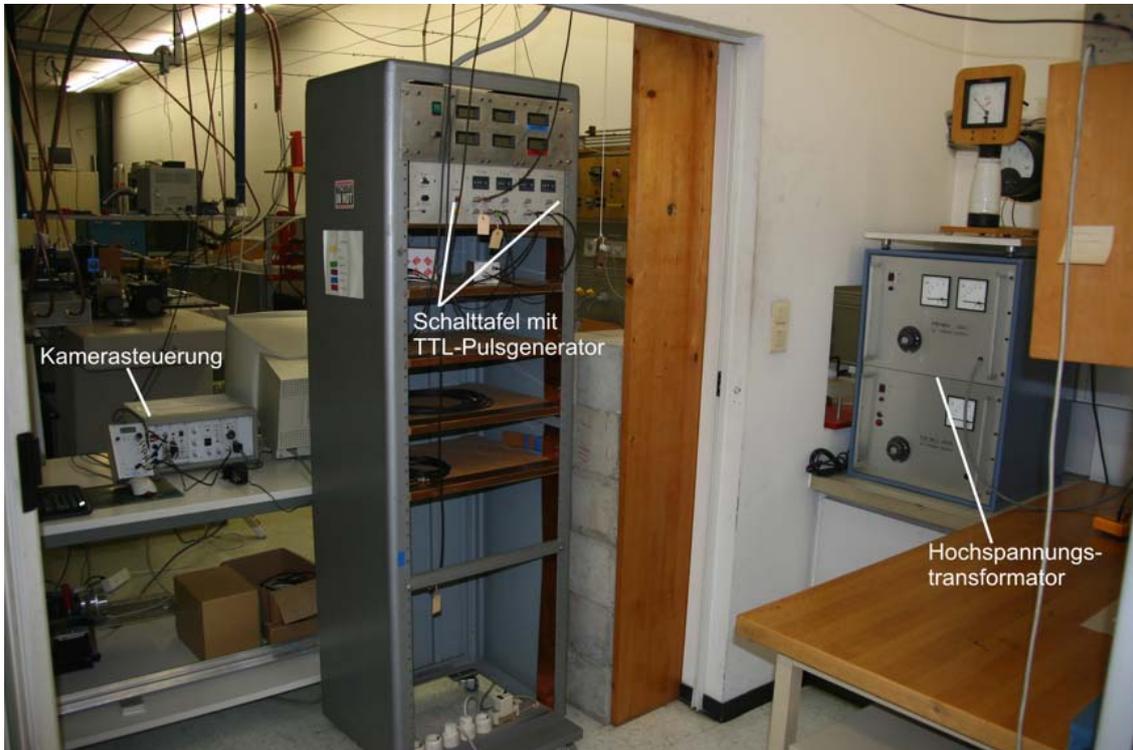
**Abbildung 3.4: Energieversorgung des Pulsheizexperiments.**

Die Strommessung während des Experiments erfolgt mit dem in Abbildung 3.4 als Pearson-Probe bezeichneten Bauteil, dessen Name sich von der Herstellerfirma *Pearson Electronics, Inc.* ableitet. „Dabei handelt es sich um einen auf dem Induktionsprinzip basierenden kalibrierten Stromwandler mit nachgeschaltetem Integrator und Spannungsteiler.“ (nach [8], S. 35)

Teilbereich Nummer Drei, die Steuerzentrale des Versuchsaufbaus, ist in Abbildung 3.5 dargestellt. Mithilfe des Hochspannungstransformators wird die Kondensatorbank

### 3 Die Messapparaturen

vor Experimentstart manuell auf die gewünschte Spannung aufgeladen, auf der Schalttafel werden die je nach Material anzupassenden Triggerzeitpunkte für Blitzstart, Datenaufzeichnungsbeginn, Kamerastart, Experimentstart und -ende eingestellt. Zusätzlich befindet sich darauf der als manueller Schalter ausgeführte Startknopf der Messung.



**Abbildung 3.5: Schalt- und Steuereinheit des Pulsheizexperiments.**

Die als Kamerasteuerung bezeichnete Einheit ist nicht nur für die Steuerung der Kamera bezüglich Belichtungszeit, Bildfrequenz und Verstärkungsfaktor der vorgeschalteten Multichannelplatte zuständig. Sie liest nach Versuche auch den Kamerachip aus und speichert die von der Kamera aufgenommenen Schattenbilder ab.

Der letzte Bereich schließlich ist der Faradayraum, in dem der Messcomputer zur Datenerfassung und Datenspeicherung untergebracht ist. Durch die hohen, veränderlichen Ströme während des Experiments ist es nötig, Vorkehrungen zur Abschirmung von elektromagnetischer Strahlung zu treffen. Aus diesem Grund findet nicht nur die Messdatenerfassung im Faradayraum statt, sondern es sind auch die Schirmungen der Messleitungen als Ausstülpungen desselben ausgeführt. In Abbildung 3.6 sind diese als Kupferrohr ausgeführten Schirmungen links oben am Faradayraum sehr gut zu erkennen, sie führen bis zur Messkammer bzw. bis zur Pearson-Probe, wo sie wieder an die Schirmung angeflanscht sind. Die Datenerfassung im Faradayraum erfolgt mit der Software *INSIGHT* der Firma

### 3 Die Messapparaturen

*Dewetron*, wobei gleichzeitig die Daten der Strommessung, die Spannungsabfälle an den beiden Spannungsschneiden und das linear verstärkte Signal des Pyrometers von zwei Messkarten mit jeweils zwei Kanälen gleichzeitig aufgezeichnet werden.



**Abbildung 3.6: Faradayraum zur Messdatenerfassung.**

Zusätzlich zu den synchron gemessenen Werten wird auch eine zeitliche Zuordnung derselben mitaufgezeichnet, weil die anschließende Auswertung über den Zeitpunkt der Messung erfolgt. Dies ist auch aufgrund der später noch ausführlicher behandelten Auswertung der Bilddaten zur Dichteänderung sehr wichtig. Die Zuordnung der Bilder zu einer Temperatur erfolgt ebenfalls über die Zeit, die Bilder werden aber an anderer Stelle aufgenommen und können deshalb nicht direkt zeitrichtig mitaufgezeichnet werden.

#### 3.2.3 Veränderungen am Pulsheizexperiment

Im Zuge der Diplomarbeit wurden einige Verbesserungen an der bisher am Institut für Experimentalphysik der TU Graz verwendeten Apparatur zur Pulsheizung vorgenommen. Durch sie können nun mehr Daten aus weniger Experimenten erhalten werden, was einerseits die Effektivität der Anlage erhöht, andererseits aber vor allem bei teuren Materialien die Materialkosten senkt.

Die erste Neuerung bezieht sich auf die gleichzeitige Messung von elektrischen Daten, Temperatur und Dichteänderung. Bislang war es nicht möglich, die Bilder des expandierenden Drahts gleichzeitig mit der Temperatur aufzuzeichnen, da die optische Temperaturmessung für dieses Material bei einer Wellenlänge von 1570 nm erfolgt. Bei den aufgenommenen Expansionsbildern handelt es sich um Schattenbilder, der zur Drahtbeleuchtung benutzte Hintergrundblitz emittiert auch im Wellenlängenbereich um 1570 nm eine gewisse, bisher nicht näher bestimmte Intensität. Das Problem ist, dass der an der Drahtoberfläche reflektierte Blitz das Messsignal des Pyrometers verschiebt. Darum wurde bisher in einer Messung die Temperatur nebst Spannungsabfall und Strom bestimmt, in einer zweiten die Durchmesseränderung der Drahtprobe und wiederum Spannungsabfall und Strom. Die Temperaturzuordnung zu den einzelnen Expansionsbildern erfolgte danach über die elektrischen Daten der beiden Experimente. Um nun Temperatur und Bilder gleichzeitig aufnehmen zu können gab es mehrere Lösungsansätze.

Als ersten Ansatz galt es, eine Möglichkeit zu finden, den störenden Signalanteil des Blitzes zu eliminieren oder zumindest so gering wie möglich zu halten.

Der erste Versuch, dieses Ziel zu erreichen, war mit Hilfe zweier Polarisationsfilter einerseits das vom Blitz kommende Licht zu polarisieren und das am Draht reflektierte, polarisierte Licht durch Platzieren eines um 90° gedrehten Polarisationsfilters vom Pyrometer abzuschirmen. Diese Methode brachte zwar eine Verminderung der Blitzintensität, welche vom Pyrometer detektiert wurde, ein komplettes Ausfiltern dieses Störeinflusses konnte jedoch nicht erreicht werden.

Versuch Zwei zum Eliminieren des ungewünschten Signalanteils war das Spiegeln des Blitzes an einem Si-Wafer. Da Silizium bekanntermaßen für einen Wellenlängenbereich um 1570 nm transparent ist, wurde versucht, diese Eigenschaft dazu zu nutzen, den Messwellenlängenbereich des Pyrometers aus dem vom Blitz emittierten Lichtspektrum zu entfernen. Zu diesem Zweck wurde der Versuchsaufbau derart modifiziert, dass der Blitz nicht direkt den Draht beleuchtete, sondern das am Si-Wafer gespiegelte Blitzlicht. Die Annahme war, dass der Wellenlängenbereich um 1570 nm mit geringem Strahlversatz aber ansonst geradlinig durch den Si-Wafer durchtreten würde, das restliche Wellenlängenspektrum aber mit ausreichender

Intensität auf den Draht gespiegelt werde. Leider war es aber mit vertretbarem Aufwand nicht möglich, den stark divergenten Lichtkegel des Blitzes mit Hilfe von Linsen derart parallel zu richten, dass genügend Intensität zur Erstellung eines Expansionsbildes des Drahts gespiegelt werden konnte. Deshalb wurde auch dieser Ansatz verworfen.

Der letzte Anlauf zur Problemlösung war eine Charakterisierung des Emissionsplateaus des Hintergrundblitzes, um daraus eine geeignete Routine zur Korrektur des Blitzanteils vom Pyrometersignal zu erstellen. Zu diesem Zweck wurde eine Messreihe zur Überprüfung der Konstanz der Lichtintensität im Plateaubereich des Blitzes durchgeführt, die aus fünf Messungen mit einer Ladezeit des Blitzes von 5 Minuten und drei Messungen bei einer Ladezeit von 3 Minuten bestand. Die Messanordnung war eine direkte Beleuchtung des Drahtes durch eine Linse ( $f = 60 \text{ mm}$ ) und die anschließende Detektion der am Draht um  $90^\circ$  reflektierten Lichtintensität mit dem Pyrometer (bei  $1570 \text{ nm}$ ). Die Auswertung ergab, dass der Blitz ein gut ausgeprägtes und hinreichend konstantes Plateau in einem Bereich von  $180 \mu\text{s}$  bis  $330 \mu\text{s}$  nach dem Auslösen zeigt, welches sich in einem Streubereich von  $\pm 0,02 \text{ V}$  um den Mittelwert  $1,696 \text{ V}$  des Pyrometersignals bewegt. Die Abschätzung des Einflusses dieser Schwankung erfolgte anhand einer bereits durchgeführten Messung an einem Draht X2CrNiMo18-14-3. Dabei ergab sich eine Verschiebung der mit dem Pyrometer anhand des Schmelzplateaus errechneten Temperatur des Drahts um  $\pm 4 \text{ K}$  bei einer Plateauverschiebung der Rohdaten um  $\pm 0,02 \text{ V}$ . Mit diesem Wissen über den Intensitätsverlauf des Hintergrundblitzes konnte die Auswerterroutine im Programm HOTWIRE<sup>21</sup> derart angepasst werden, dass die Ermittlung der Nulllinie der Messgrößen in einem Bereich von  $180 \mu\text{s}$  bis  $230 \mu\text{s}$  vor Experimentstart erfolgt. In diesem Bereich emittiert der Blitz bereits mit konstanter Intensität, es wird also unter der Voraussetzung, dass sich das Reflexionsverhalten des Drahts über den gemessenen Temperaturbereich nicht stark ändert, ein konstanter Wert als Blitzanteil vom Pyrometersignal subtrahiert. Durch die simultane Messung von Expansionsdaten und Temperatur kann künftig dieselbe Datenmenge in halb so vielen Experimenten gemessen werden, zusätzlich wird durch die direkte Zuordnung der Temperatur zu den Expansionsbildern auch die Messunsicherheit verringert.

Die zweite an der Anlage durchgeführte Veränderung betraf die schnelle CCD-Kamera direkt. Bisher wurde, wie in [6], S. 28ff ausführlicher beschrieben, etwa alle  $10 \mu\text{s}$  ein Bild vom expandierenden Draht aufgenommen, wobei die ersten 32 Zeilen

---

<sup>21</sup> HOTWIRE ist das zur Datenauswertung beim Pulsheizexperiment verwendete Programm, welches im Zuge der Diplomarbeit von Sachsenhofer [9] entwickelt wurde.

des 576 x 384 Pixel großen Chips belichtet wurden. In der neuen Kamerakonfiguration werden nun nur mehr die ersten 16 Zeilen belichtet, der restliche Chipbereich wird wie bisher als schneller Speicher verwendet. Durch diese Halbierung des zu speichernden Bereichs konnte die Bildfolge auf etwa ein Bild in 5  $\mu$ s verkürzt werden, allerdings mit einer Verringerung des Kontrasts zwischen Hintergrund und Draht im Schattenbild. Annähernd doppelt so viele Bilder des expandierenden Drahts bei selbem experimentellen Aufwand sind aber vor allem bei teuren Reinmetallen oder Legierungen mit großer Streuung der Messwerte ein Umstand, für den die etwas schwierigere Auswertung gerne in Kauf genommen wird.

Der letzte im Rahmen der Diplomarbeit abgehandelte Punkt war die Nutzbarmachung der Apparatur für sehr spröde oder harte Materialien. Bei diesen besteht in der Regel keine Möglichkeit, sie in konventioneller Form durch Drahtziehen mit rundem Querschnitt herzustellen. Aus diesem Grund wurden vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG mittels Elektroerodieren aus ca. 0,5 mm dicken Probenplatten eines Materials Drahtproben mit rechteckigem Querschnitt und einer Kantenlänge von etwa 0,5 mm hergestellt.

Ein wichtiger Punkt, der vorab recherchiert wurde, bezieht sich auf die geänderten Versuchsbedingungen beim Aufheizen rechteckiger Drähte, weil durch das aus der Geometrie resultierende, inhomogene elektrische Feld in Rechteckproben ein Einfluss auf die Temperaturmessung zu erwarten ist. In der theoretischen Arbeit von Lohöfer [10] wurde dieser Einfluss bereits behandelt, mit dem Ergebnis, dass signifikante Abweichungen nur während der ersten  $\mu$ s des Experiments zu erwarten sind und es dadurch bei Messungen mit veränderter Geometrie zu keinen falschen Ergebnissen kommt. Um theoretische Überlegungen zur Vergleichbarkeit von Experimenten mit rechteckigem und rundem Draht experimentell zu belegen und künftig auch, so nicht anders möglich, nur rechteckig herstellbare Materialien messen zu können, wurde anhand der Legierung, von der sowohl runde wie auch rechteckige Proben vorlagen, ein Vergleich der Messwerte beider Geometrien durchgeführt. Besonderes Augenmerk wurde bei dem Vergleich auf die Bestimmung der Querschnittsfläche der rechteckigen Proben gelegt. Die Bestimmung des Probenquerschnitts stellte sich nach ersten Vorversuchen wider Erwarten problematisch dar, weil die erodierten Proben Grate an den Kanten aufwiesen und die Diagonalenlänge an verschiedenen Messpunkten stark schwankte. Aus diesem Grund wurde vor weiteren Messungen die Drahtprobe jeweils mit sehr feinem Schleifpapier (Körnung 1200) einmal abgezogen und erst dann vermessen.

Schließlich wurden vier unterschiedliche Ansätze zur Bestimmung eines äquivalenten Durchmessers verglichen:

- Zuerst wurden vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH die beiden Kantenlängen jeder Probe mit einem Lichtmikroskop bestimmt und mir die Werte zum jeweiligen Probenstück übermittelt.
- Infolge wurde an der TU Graz die Länge jedes Probenstücks mittels Schiebelehre bestimmt und anschließend das Gewicht gemessen. Aufgrund der bekannten Dichte lässt sich dann ein korrespondierender Durchmesser errechnen.
- Weiters wurden die Proben noch mit dem Lasermikrometer vermessen und zwar einerseits die Längen der beiden Diagonalen durch Auffinden eines Maximalwerts, anschließendes Drehen um  $90^\circ$  und erneutes Messen des Maximums,
- andererseits durch Messen der Kantenlängen mit Hilfe der wiederum um  $90^\circ$  verkippten Minima der Anzeigenwerte.

Aus den gemessenen Diagonalen bzw. Seitenlängen wurde jeweils, unter der Annahme eines rechteckigen Querschnitts, eine Querschnittsfläche und daraus ein korrespondierender Durchmesser für eine rund Drahtprobe errechnet.

#### **3.2.4 Versuchsdurchführung des Pulsheizexperiments**

Vor dem Einspannen der Probe in den Probenhalter wurde die Probe mit Schleifpapier der Körnung 1200 abgezogen, anschließend mit Aceton entfettet und schließlich mittels Lasermikrometer (Keyence LS - 7001) der minimale sowie der maximale Durchmesser an vier Stellen der Drahtprobe gemessen. Aus diesen acht Messwerten wurde bei der Auswertung ein Mittelwert für den Drahtquerschnitt bestimmt. Anschließend wurde die Probe eingespannt, die Molybdänschneiden unter leichtem Druck aufgesetzt und der Schneidenabstand mit einem Meßkathetometer (Teilung Skalenteiler 2/100 mm) bestimmt. Daraufhin wurde der Probenhalter mit eingespannter Probe in die Probenkammer eingesetzt, die Probenkammer mit Stickstoff gespült und unter einem Überdruck von 1,3 bar belassen. Im nächsten Schritt kam zur Abschwächung der auf das Pyrometer treffenden Intensität ein Neutraldichtefilter Stärke 1,0 OD vor das in Richtung Pyrometer weisende Probenkammerfenster und die Feinjustage des Pyrometers bezüglich des Probendrahts erfolgte. Bei abgeschalteter Laborbeleuchtung wurde schließlich die Abbildung des Drahtschattenbilds auf die Multichannelplate scharf eingestellt und ein Kaltbild des Drahts aufgenommen. Dieses dient bei der Auswertung der Durchmesseränderung als Vergleichswert des Drahtdurchmessers bei Raumtemperatur.

Als letzter Schritt vor dem Starten des Experiments mussten nun nur noch die Kondensatorbank auf 5796 V geladen und mit einem letzten Blick die Einstellungen der Schalttafel kontrolliert werden. Die eigentliche Messung vom manuellen Start bis zum Beenden des Experiments durch das Löschnitron dauert nur etwa 300  $\mu\text{s}$ , in dieser Zeit wird die Probe bis weit in die flüssige Phase erhitzt und simultan der Spannungsabfall an der Probe, der Strom, die Temperatur und die Expansion gemessen. Nach Experimentende werden die von den Messkarten und der Kamera aufgezeichneten Daten noch manuell gespeichert, bevor die Apparatur von den Überresten des Versuchs gereinigt wird und eine neue Messung beginnt.

Für eine detailliertere Beschreibung des Ablaufs der Datenaufzeichnung, Schnittbilder des verwendeten Pyrometers und der Probenkammer sowie eine umfassende Beschreibung des Kameraaufbaus sei auf [8] bzw. [6] verwiesen, wo diese Dinge sehr umfassend abgehandelt wurden.

### 3.3 Aufbau und Durchführung der DSC-Messung

Die zur Temperaturzuordnung unter 1100 K beim Pulsheizexperiment nötige Messung der spezifischen Wärmekapazität  $c_p$  in Abhängigkeit von der Temperatur wurde mit einer Hochtemperatur DSC der Firma Netzsch, Model DSC-404, durchgeführt (siehe Abbildung 2.1).

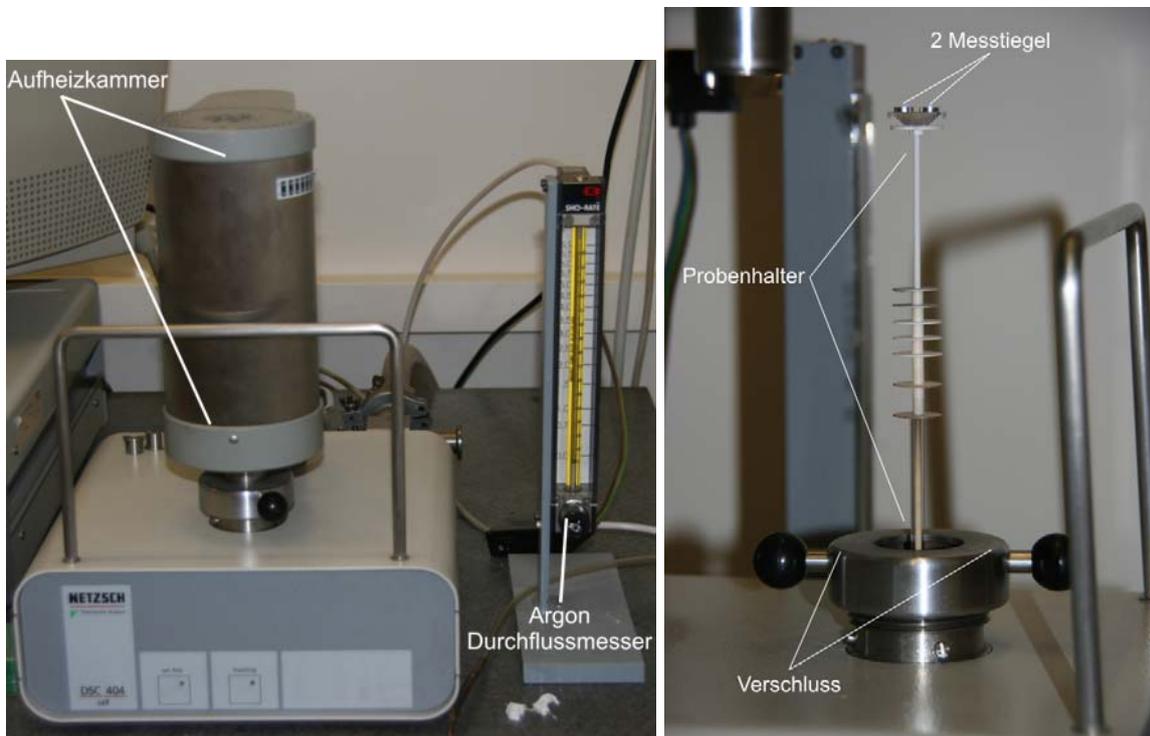


Abbildung 3.7: Geschlossene DSC (links) und der innenliegende Probenhalter (rechts).

Die Temperaturzuordnung zwischen den beiden Experimenten erfolgt über die Enthalpie, wodurch schließlich eine temperaturabhängige Angabe der gemessenen elektrischen Daten des Probenmaterials von 473 - 2650 K möglich wird.

Zum Vermessen einer Probe benötigt man im Vergleich zur Pulsheizung sehr viel länger, ungefähr eineinhalb Tage. Dies hat zwei Gründe. Zum Einen beträgt die gewählte Heizrate 20 K/min, zum Anderen gliedert sich die Messung in drei Aufheiz- und drei Abkühlvorgänge. Im Inneren der Aufheizkammer (siehe Abbildung 3.7) befindet sich der Probenhalter, bestehend aus einem Keramikröhrchen, in dem die Messleitungen verlaufen und auf dem der Probenteller befestigt ist. Die Scheiben in der Mitte des Röhrchens dienen als Hitzeschild, um eine homogene Temperaturverteilung in der Kammer zu gewährleisten. Auf dem Probenteller befindet sich ein Tischchen mit zwei integrierten Thermoelementen, wobei über jedem dieser Thermoelemente ein Messtiegel aus Platin steht. In diese Tiegel mit Deckel werden zylinderförmige Proben mittig platziert, die Aufheizkammer über den Probenhalter abgesenkt, dann die Heizkammer mit Argon gespült und schließlich ohne Überdruck mit einer Durchflussmenge von ca. 6 l/h den ganzen Heizzyklus hindurch durchflutet. Das gemessene Signal entspricht einer Temperaturdifferenz zwischen einem leeren Tiegel und dem Signal der Probe, wobei drei verschieden bestückte Heizzyklen gemessen werden. Der erste Aufheizzyklus wird mit zwei leeren Messtiegeln aus Platin zum Aufnehmen einer Nulllinie durchgeführt, um aus verschiedenen Massen der Tiegel oder exzentrischer Platzierung derselben resultierende Abweichungen zu vermeiden. Vor jeder Messung mit einer Probe wird dieselbe mit einer Feinwaage (Mettler Toledo, AB104-S-A) abgewogen. Beim zweiten Aufheizen wird einer der beiden Tiegel mit einer Probe aus Saphir bestückt. Zuletzt wird im selben Tiegel wie zuvor der Saphir die unbekannte Probe aufgeheizt, im vorliegenden Fall einer Legierung sogar zweimal hintereinander, da im Falle einer Wärmebehandlung des Rohmaterials der Probe beim ersten und zweiten Aufheizen ein unterschiedlicher  $c_p$ -Verlauf zu erwarten ist. Aus je drei Messdurchläufen (leer, mit Standard, mit Probe) wird schließlich nach Gleichung (3.1) die spezifische Wärmekapazität  $c_p$  der Probe in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet.

$$c_{p,Probe} = \frac{m_{Standard}}{m_{Probe}} \cdot \frac{\Phi_{Probe} - \Phi_{leer}}{\Phi_{Standard} - \Phi_{leer}} \cdot c_{p,Standard} \quad (3.1)$$

$c_{p,Probe}$ ,  $c_{p,Standard}$ : Wärmekapazität der Probe bzw. des Standards.

$m_{Probe}$ ,  $m_{Standard}$ : Masse der Probe bzw. des Standards.

$\Phi_{leer}$ ,  $\Phi_{Probe}$ ,  $\Phi_{Standard}$ : Signal bei leerem, mit Probe bzw. Saphir gefülltem Tiegel.

Eine genauere Beschreibung der DSC-Messung kann in der Diplomarbeit von Wilthan [11] nachgelesen werden, der die verwendete Versuchsanordnung in Betrieb genommen hat.

## 4 Auswertung der Daten

In diesem Kapitel werden die Auswertung der direkt gemessenen Daten und deren Kombination zu abhängigen Größen näher erläutert. Zur Veranschaulichung der Zusammenhänge ist in Abbildung 4.1 der Ablauf der Datenberechnung als Flussdiagramm dargestellt.

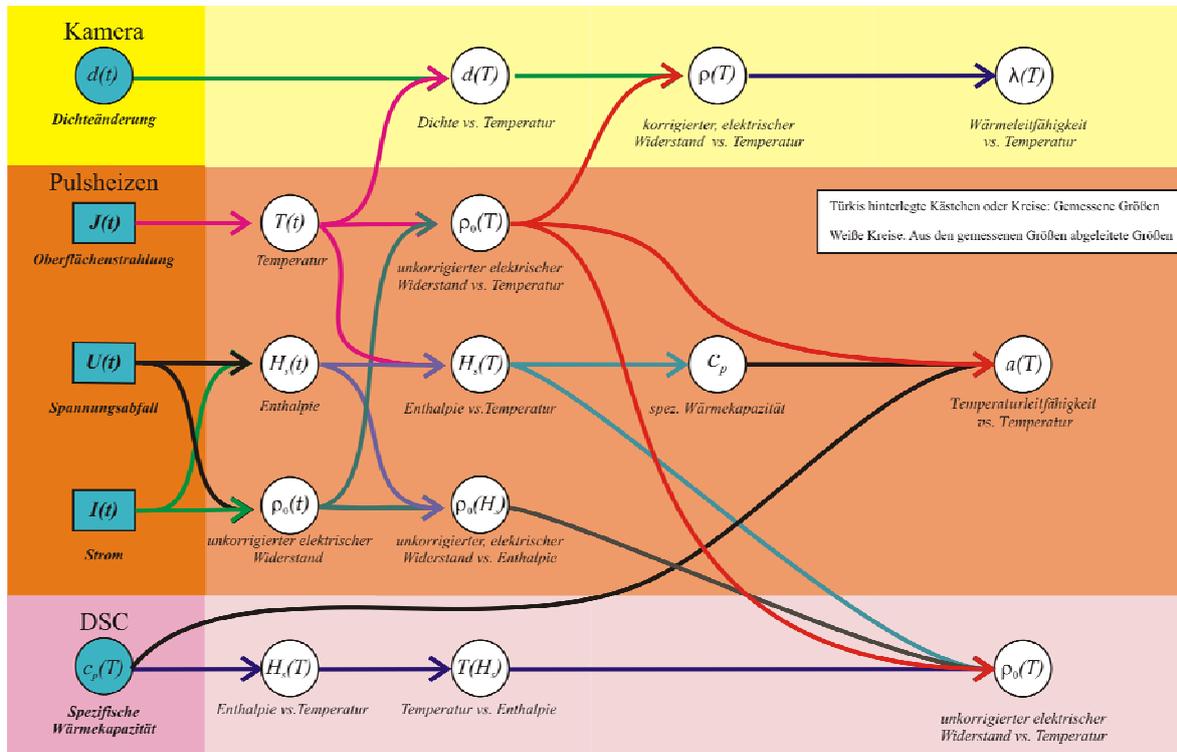


Abbildung 4.1: Grafische Darstellung der Zusammenhänge zwischen gemessenen und berechneten Größen. Entnommen und verändert aus [6], S. 36.

Die vor den Experimenten gemessenen Größen Drahtlänge und -durchmesser, Schneidenabstand, Probengewicht und Dichte des Materials, wurden aus Gründen der Übersichtlichkeit in Abbildung 2.1 ausgespart.

Direkt gemessene Daten Spannungsabfall, Strom und Oberflächenstrahlung der Probe werden mit dem bereits erwähnten Programm HOTWIRE zur weiteren Verarbeitung aufbereitet. HOTWIRE korrigiert einen eventuell vorhandenen Offset, skaliert die Messgrößen, berücksichtigt den induktiven Anteil am Spannungssignal und wandelt die relative Temperaturänderung der Probe, gemessen anhand der Oberflächenstrahlung, in eine absolute Temperatur um. Die Berechnung der absoluten Temperatur geschieht durch Skalieren an einem Temperaturfixpunkt, dem Schmelzpunkt. Weil im vorliegenden Fall einer Legierung kein Schmelzpunkt, sondern nur ein Schmelzbereich vorhanden ist, wurde der Mittelwert zwischen Solidus- und Liquidustemperatur als Zahlenwert für die Auswertung herangezogen.

### 4.1 Berechnung des elektrischen Widerstands

Aus der Differenz der Spannungsabfälle gegen Erdpotential an den beiden Spannungsschneiden wird der Spannungsabfall  $U$  am Drahtstück zwischen diesen Schneiden berechnet. Diese Vorgehensweise minimiert den Einfluss der Übergangswiderstände zwischen Abgriffen und Probe auf den Messwert und verringert somit die Messunsicherheit. Mit dem Strom  $I$  durch die Probe, gemessen mittels Pearson-Probe, errechnet sich nach dem Ohmschen Gesetz (Gleichung (4.1)) der Widerstand der Probe zu

$$R = \frac{U}{I} \quad (4.1).$$

Der spezifische elektrische Widerstand der Probe  $\rho$  für den vorliegenden zylinderförmigen Draht ergibt sich zu

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \frac{r^2 \pi}{l} \quad (4.2)$$

mit dem Radius  $r$  und der Länge  $l$  des Probenstücks. Während des Experiments wird der unkorrigierte, spezifische Widerstand  $\rho_0(T)$  in Abhängigkeit von der Temperatur der Probe gemessen. Das bedeutet, die mit der Temperaturänderung einhergehende Volumsänderung der Probe bleibt unberücksichtigt, der zur Berechnung verwendete Faktor  $r_0$  bezeichnet den Probenradius bei Raumtemperatur.

$$\rho_0(T) = \frac{U(T)}{I(T)} \cdot \frac{r_0^2 \pi}{l} \quad (4.3)$$

Berücksichtigt man außerdem die in Abhängigkeit von der Temperatur gemessene Querschnittsänderung der Probe  $(d(T)/d_0)^2$ , kann man zusätzlich den korrigierten, spezifischen elektrischen Widerstand  $\rho_{\text{kor}}(T)$  in Abhängigkeit von der Temperatur angeben.

$$\rho_{\text{kor}}(T) = \rho_0(T) \cdot \left( \frac{d(T)}{d_0} \right)^2 \quad (4.4)$$

### 4.2 Berechnung der spezifischen Enthalpie

Während des Experiments wird die Probe aufgrund ihres elektrischen Widerstands und durch den sie durchfließenden Strom erhitzt. Die dabei aufgenommene spezifische Energie  $Q(t)$  als Funktion der Zeit erhält man, wenn man das Integral über die elektrische Leistung  $UI$  in Bezug auf die Masse  $m$  der Probe bildet.

$$Q(T) = \frac{1}{m} \cdot \int_0^t U(t') \cdot I(t') dt' \quad (4.5)$$

Die Masse  $m$  der Probe wird dabei aus ihrer geometrischen Form ( $V = l \cdot r^2 \cdot \pi$ ) mal der spezifischen Dichte  $D$  des Probenmaterials berechnet.

$$m = D \cdot l \cdot r^2 \cdot \pi \quad (4.6)$$

Das Pulsheizexperiment entspricht in guter Näherung einem isobaren Vorgang, wodurch die von der Probe aufgenommene Energie der Zunahme der spezifischen Enthalpie  $\Delta H$  entspricht. Es gilt demnach

$$Q(T) = H(t) - H_0 = \Delta H \quad (4.7)$$

mit  $H_0$  als der Enthalpie bei Raumtemperatur und Umgebungsdruck.

Um die spezifische Wärmekapazität  $c_p$  bei konstantem Druck zu berechnen, differenziert man die spezifische Enthalpie partiell nach der Temperatur.

$$c_p = \left( \frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (4.8)$$

Dies entspricht der Steigung der temperaturabhängigen Enthalpiedarstellung. Anhand dieses Zusammenhangs erfolgt die Temperaturzuordnung zu den Messwerten des Pulsheizexperiments unter 1100 K aufgrund der DSC-Messwerte. Bei der DSC-Messung erhält man nach Gleichung (3.1) ein  $c_p$ , die spezifische Enthalpie ergibt sich damit als Integral über den gemessenen Temperaturbereich. Der erste bei der DSC-Messung aufgenommene Punkt liegt bei 473 K, die spezifische Wärmekapazität wird deshalb im Temperaturbereich von 298 K bis 473 K als konstant angenommen. Damit ergibt sich die spezifische Enthalpie zu

$$H(T) = \int_{298}^T c_p \cdot (T') dT' = \int_{T_{\min}}^T c_p \cdot (T') dT' + c_{p,T_{\min}} \cdot (T_{\min} - 298) \quad (4.9),$$

womit letztlich die Temperaturzuordnung geschieht.

### 4.3 Berechnung der Enthalpie am Schmelzen

Die Umwandlungsenthalpie  $\Delta H_s$  am Schmelzen wird bestimmt, indem die Enthalpie als Funktion der Temperatur aufgetragen wird. Dann werden die beiden Teilkurven im Festen und Flüssigen gefittet, wobei im Flüssigen nur das lineare Modell zur Anwendung kommt. Anschließend werden im Falle einer Legierung vertikale Geraden bei der Solidus- bzw. Liquidustemperatur durch die Fitkurven gelegt und die Differenz der Enthalpiewerte der beiden Schnittpunkte gebildet. Dieser Differenzwert wird dann als Umwandlungsenthalpie  $\Delta H_s$  angegeben.

#### 4.4 Berechnung der Temperatur

Die Oberflächentemperatur bei der Pulsheizung wird mit optischer Pyrometrie bestimmt, das verwendete Interferenzfilter wurde von der Firma Spectrogon hergestellt. Seine Beobachtungswellenlänge liegt bei  $\lambda_0 = (1569,5 \pm 83,6)$  nm, was einem abgeschätzten Einsatzbereich von etwa 1100 - 2500 K entspricht. Die optische Pyrometrie fußt auf dem PLANCK'schen Strahlungsgesetz für schwarze Körper (Gleichung (4.10)),

$$L_{\lambda,S}(\lambda,T) = \frac{c_1}{\lambda^5 \cdot \pi} \left( e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1 \right)^{-1} \quad (4.10),$$

wobei  $L_{\lambda,S}$  die spektrale Strahldichte eines schwarzen Körpers bezeichnet,  $\lambda$  die Wellenlänge,  $T$  die Temperatur und  $c_1, c_2$  die erste und zweite Planck'sche Konstante. Bei der gemessenen, emittierten Strahldichte der Probe muss aber noch ein Korrekturfaktor hinzugezogen werden, weil es sich nicht um einen idealisierten schwarzen Strahler handelt. Das bedeutet, es wird bei gegebener Wellenlänge eine geringere Strahldichte emittiert, weshalb der als  $\varepsilon(\lambda,T)$  bezeichnete, spektrale Emissionskoeffizient stets kleiner als 1 sein muss. Die Gleichung für die spektrale Strahldichte der Probe  $L_{\lambda,P}$  lautet demnach

$$L_{\lambda,P}(\lambda,T) = \varepsilon(\lambda,T) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda,T) \quad (4.11).$$

Die Strahlleistung pro Flächeneinheit der Probe ergibt sich, wenn die Strahldichte über alle Wellenlängen und den gesamten Raumwinkel integriert wird. Vom Pyrometer kann aber nur die emittierte Strahlung eines sehr kleinen Raumwinkels über der Probenoberfläche eingefangen werden, und auch der detektierte Wellenlängenbereich wird durch das Interferenzfilter des Pyrometers auf einen schmalen Bereich um 1569,5 nm eingeschränkt. Für diesen schmalen Bereich wird ein rechteckigen Verlauf angenommen, damit ergibt sich die vom Pyrometer detektierte, von der Probe emittierte Intensität  $I_P(T)$  zu

$$I_P(T) = G \cdot \varepsilon(\lambda_0,T) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda_0,T) \cdot T_S \cdot S(\lambda_0) \cdot \Delta\lambda_0 \quad (4.12).$$

$I_P(T)$ : Pyrometersignal;  $G$ : Geometriefaktor des Pyrometers;  $T_S$ : Transmissionskoeffizient der Medien zwischen Probenoberfläche und Detektor des Pyrometers;  $S(\lambda_0)$ : Empfindlichkeit des Detektors bei zentraler Wellenlänge;  $\Delta\lambda_0$ : durchlässiger Bereich des Interferenzfilters.

Werden nun alle näherungsweise temperaturunabhängigen Größen zur Pyrometerkonstante  $K$  zusammengefasst,

$$K = G \cdot T_S \cdot S(\lambda_0) \cdot \Delta\lambda_0 \cdot \frac{c_1}{\lambda_0^5 \cdot \pi} \quad (4.13),$$

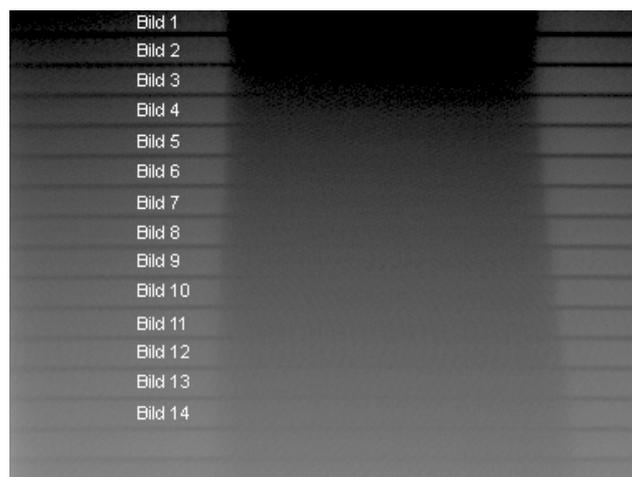
Gleichung (4.10) in Gleichung (4.12) eingesetzt und nach der Temperatur aufgelöst, ergibt sich die Gleichung (4.14),

$$T(\lambda) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{\varepsilon(\lambda_0, T) \cdot K}{I_p(T)} + 1\right)} \quad (4.14),$$

mit deren Hilfe aus dem Pyrometersignal die Temperatur bestimmt werden kann. Dazu ist aber die Kenntnis der Pyrometerkonstante  $K$  nötig, die entweder durch Kalibration des Pyrometers am Schwarzkörper oder wie im vorliegenden Fall durch indirekte Kalibration am Schmelzplateau bestimmt werden muss. Die indirekte Kalibration und daraus die Bestimmung der Temperatur werden, wie bereits erwähnt, im Programm HOTWIRE durchgeführt.

### 4.5 Berechnung der Volumsänderung

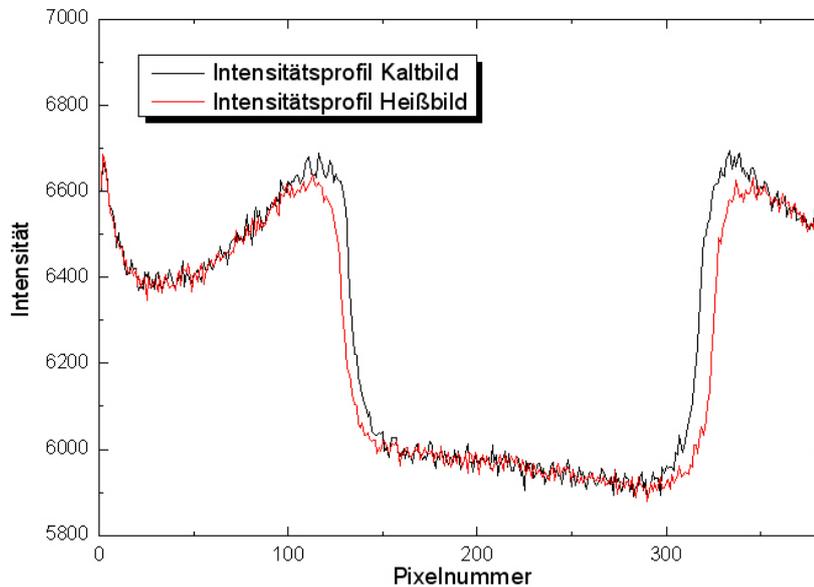
Die mittels schneller CCD-Kamera während des Experiments aufgenommenen Bilder des expandierenden Drahts werden nach Experimentende als ein Bild gespeichert. Ein solches Bild ist in Abbildung 4.2 dargestellt.



**Abbildung 4.2: Gesamtbild der Drahtexpansion während des Experiments.  
Einzelbildabstand jeweils ca. 5  $\mu$ s.**

Jedes Gesamtbild wird mit dem im Rahmen der Diplomarbeit erstellten Programm DENSITY in jeweils 16 x 384 Pixel große Einzelbilder zerlegt. Diese 16 übereinander liegenden Zeilen pro Bild werden summiert, somit ergibt sich für jedes Einzelbild einen Datensatz aus 384 Intensitätswerten. Aus den als Profil graphisch dargestellten Intensitätswerten (siehe Abbildung 4.3) wird die Breite des Profils auf halber Höhe zwischen Maximum und Minimum bestimmt. Es wird jeweils ein Kaltbild vor Experimentstart aufgenommen und aus dem Vergleich zwischen der Breite des Bilds vom kalten und vom heißen Draht eine relative Querschnittsänderung  $d(T)^2/d_0^2$  in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet.  $d_0$  bezeichnet dabei den

Durchmesser bei Raumtemperatur,  $d(T)$  den Durchmesser bei der Temperatur  $T$ . Die Zuordnung eines Temperaturwerts zu einem Bild erfolgt dabei über die Zeit.



**Abbildung 4.3: Auswertepprofile zur Bestimmung der relativen Durchmesseränderung.**

Mit der bekannten Dichte des Probenmaterials bei Raumtemperatur kann über Gleichung (4.15) die Dichte  $D$  in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet werden. Diese Abhängigkeit wird zur Korrektur des spezifischen elektrischen Widerstands benutzt.

$$D(T) = D_0 \cdot \left( \frac{d_0}{d(T)} \right)^2 \quad (4.15)$$

Diese Bestimmung der Dichteänderung mit der Temperatur wird durch die Annahme ermöglicht, dass der Draht aufgrund seiner Trägheit in der kurzen Experimentdauer nicht in der Lage ist, axial zu expandieren. Wird die Heizrate beim Experiment zu langsam gewählt, ist ein Wegknicken des Drahts beim Aufheizen erkennbar und eine Bestimmung der Ausdehnung ist nicht mehr möglich.

### 4.6 Berechnung der Wärmeleitfähigkeit

Die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  in Festkörpern setzt sich prinzipiell aus zwei Beiträgen zusammen: den Gitterschwingungen, auch Phononen genannt, und der Elektronenleitung. „Die Wärmeleitfähigkeit in Metallen ist in der Regel um den Faktor 5 bis 10 größer als die nichtmetallischer Festkörper. Da sich die Faktoren, welche die Dynamik der Phononen bestimmen, in Metallen nicht wesentlich von denen in

nichtleitenden Festkörpern unterscheiden, muss ein zusätzlicher Beitrag in den Metallen eine Rolle spielen.“ [12], S. 1252. Während bei Reinetallen, welche in der festen Phase keine Phasenübergänge aufweisen, die Elektronenleitung dominant ist, kann es bei Legierungen durchaus zu erheblichen Beiträgen von Phononen zur Wärmeleitfähigkeit kommen. Bis zur genaueren Untersuchung des Zusammenhangs der Wärmeleitfähigkeit mit der elektrischen Leitfähigkeit im Rahmen einer geplanten Dissertation im künftigen Kooperationsprojekt betreffend die „Lorenz-Zahl und Temperaturleitfähigkeit von hochlegierten Stählen“ zwischen Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, dem FFG und der TU Graz wird aber angenommen, dass bei elektrisch gut leitenden Materialien der Anteil der Elektronenleitung überwiegt. Unter dieser Annahme kann für Metalle die Wärmeleitfähigkeit nach dem Wiedemann-Franz-Gesetz Gleichung (4.16) aus dem korrigierten elektrischen Widerstand  $\rho_{corr}$  bestimmt werden.

$$\lambda = \frac{L \cdot T}{\rho_{corr}} \quad (4.16)$$

Die Konstante  $L$  bezeichnet die Lorenz-Zahl und hat nach [4], S. 324, für alle Metalle den theoretisch errechneten Wert  $2,45 \times 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$ . Allerdings kann dieser Wert je nach Literatur etwas variieren, so gibt etwa [13] für reines Kupfer einen Bereich der Lorenz-Zahl von  $(2,23 - 2,60) \times 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$  an. Im Zuge dieser Arbeit wurde nur der elektronische Anteil gemessen, der Wert für den exakten Gitterbeitrag ist nicht bekannt. Nach [15] ist der Wert für ein chemisch ähnliches Material aber  $4,9 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ . Die berechnete Wärmeleitfähigkeit ist bei Kenntnis einer für das Material spezifisch bestimmten Lorenz-Zahl oder eines Phononenbeitrags anzupassen.

### 4.7 Berechnung der Temperaturleitfähigkeit

Wenn die Wärmeleitfähigkeit bekannt ist, ergibt sich die Temperaturleitfähigkeit  $a$  nach Gleichung (4.17) zu:

$$a = \frac{\lambda}{c_p \cdot D} = \frac{L \cdot T}{\rho_0 \cdot c_p \cdot D_0} \quad (4.17)$$

Aus Gründen der Unterscheidbarkeit wird die Dichte des Probenmaterials als  $D$  und die Dichte bei Raumtemperatur als  $D_0$  bezeichnet. In Gleichung (4.17) fällt auf, dass  $a$  keine Funktion der Volumszunahme ist.

---

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Die Messungen an der Legierung X2CrNiMo18-14-3 wurden bei Raumtemperatur von 20°C in Stickstoff unter 1,3 bar Überdruck durchgeführt. Als Versuchsparameter beim Pulsheizexperiment wurden eine Ladespannung von 5796 V, ein Schneidenabstand von 30 - 34 mm, ein Vorwiderstand von  $\frac{1}{2} \Omega$  und ein Neutraldichtefilter 1,0 OD verwendet. Der mittlere Durchmesser der Proben betrug 0,648 mm, sie wurden vor dem Experiment mit Schleifpapier der Körnung 1200 abgezogen und anschließend mit Aceton gereinigt. Die Temperaturmessung erfolgte bei einer Wellenlänge von 1570 nm, die Dichte bei Raumtemperatur von  $7986,2 \pm 6,1 \text{ kg/m}^3$  wurde anhand einer zylinderförmigen Probe mit einem Durchmesser von 50,00 mm, einer Höhe von 50,04 mm und einer Masse von 785,923 g als Mittelwert von je vier Einzelmessungen bestimmt.

Die DSC-Messungen erfolgten in Argonatmosphäre ohne Überdruck bei einer Heizrate von 20 K/min, es wurden drei unterschiedliche Proben vermessen.

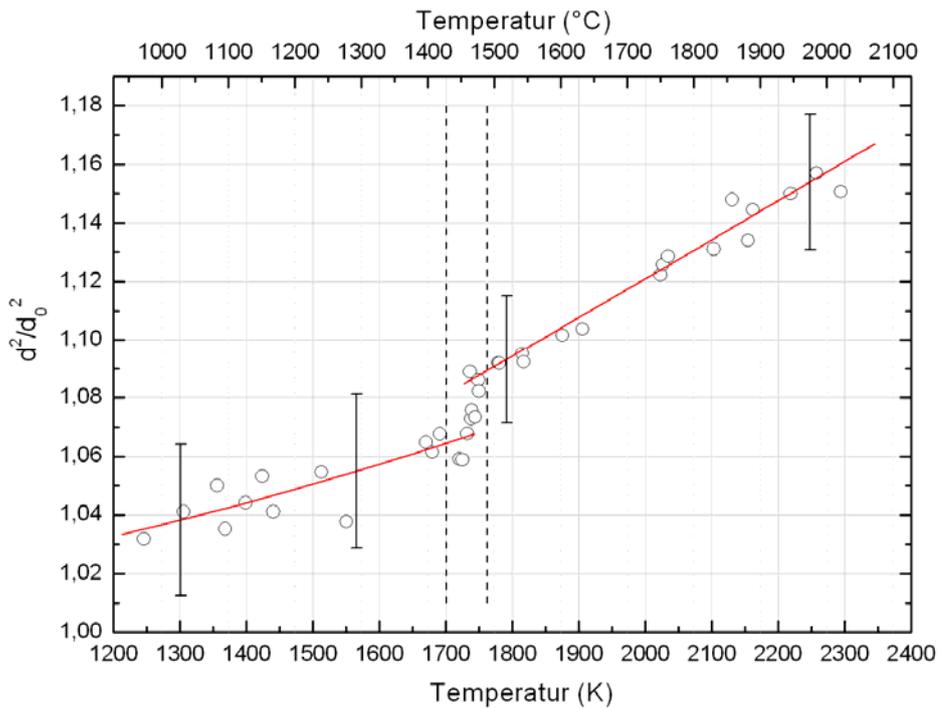
Zur Vergleichsmessung von runden und rechteckigen Drähten wurden vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG zwei Sätze von jeweils runden und rechteckigen Drähten nicht näher benannten Probenmaterials bereitgestellt.

Die nachfolgenden Ergebnisse decken den Temperaturbereich von 473 - 2650 K ab, die Solidustemperatur von X2CrNiMo18-14-3 wurde vom Projektpartner mit 1701 K angegeben, die Liquidustemperatur mit 1762 K. Damit ergab sich eine Plateaustemperatur zur Kalibration des Pyrometers in HOTWIRE von 1732 K.

Aufgrund ihrer technischen Anwendung beim Projektpartner werden alle Größen in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt, obwohl sich durch eine Darstellung in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie die Messunsicherheit verringern würde.

## 5.1 Dichteänderung mit der Temperatur

Für die Berechnung der temperaturabhängigen Dichteänderung wurden 13 Einzelmessungen herangezogen. In Abbildung 5.1 stellt jeder Kreis einen Messpunkt respektive die Daten eines Bilds dar.



**Abbildung 5.1: Änderung der Querschnittsfläche in Abhängigkeit von der Temperatur. Kreise markieren aus Einzelbildern bestimmte Messwerte, die Ausgleichskurven sind rot eingezeichnet. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und Schmelzende.**

Für die feste Phase in Abbildung 5.1 kann ein quadratischer Fit (Gleichung (5.1)) für die Änderung der Querschnittsfläche angegeben werden. Die Messung liefert den ersten Messpunkt bei ca. 1200 K, deshalb wurde der Wert 1 für  $\frac{d^2}{d_0^2}$  (293 K) bei Raumtemperatur als Randbedingung zusätzlich berücksichtigt.

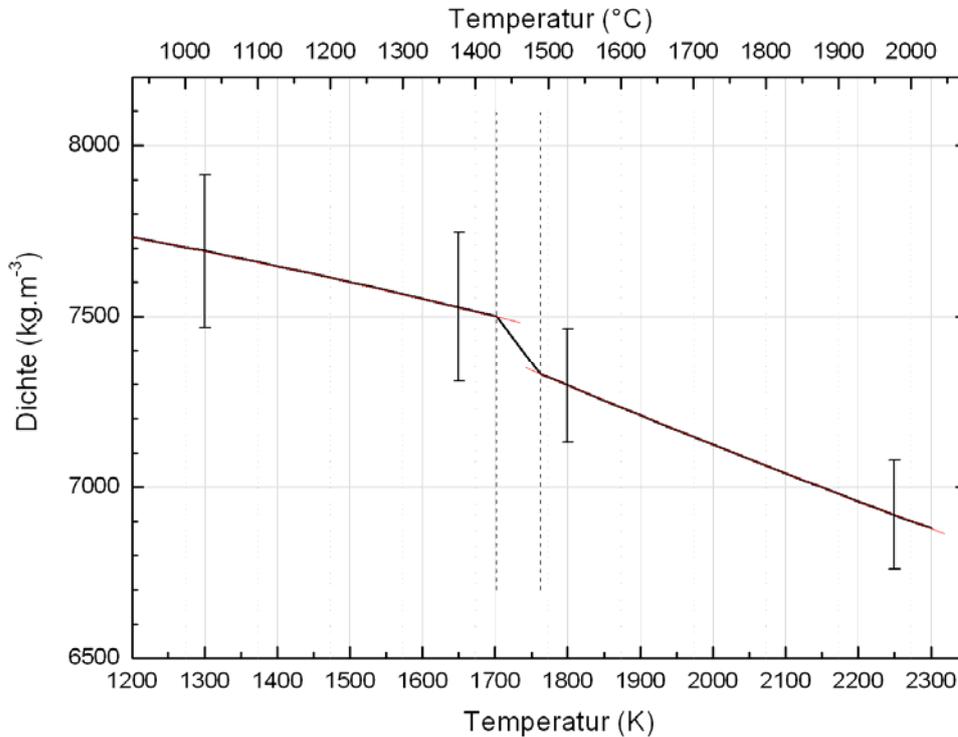
In der flüssigen Phase kann die beobachtete Querschnittsflächenänderung mit einer linearen Funktion (Gleichung (5.2)) beschrieben werden.

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 0,997 + 5,7 \times 10^{-6} \cdot T + 2,0 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.1)$$

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 0,855 + 1,33 \times 10^{-4} \cdot T \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2300 \text{ K}) \quad (5.2)$$

## 5 Ergebnisse und Diskussion

Mit Hilfe dieser beiden Polynome kann nach Gleichung (4.15) direkt die Dichteänderung in Abhängigkeit von der Temperatur (Abbildung 5.2) berechnet werden.



**Abbildung 5.2: Änderung der Dichte in Abhängigkeit von der Temperatur.**  
Die Ausgleichskurven sind rot eingezeichnet. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und Schmelzende.

Gleichung (5.3) beschreibt den quadratischen Verlauf der Dichte  $D$  in der festen, Gleichung (5.4) den quadratischen Dichteverlauf in der flüssigen Phase.

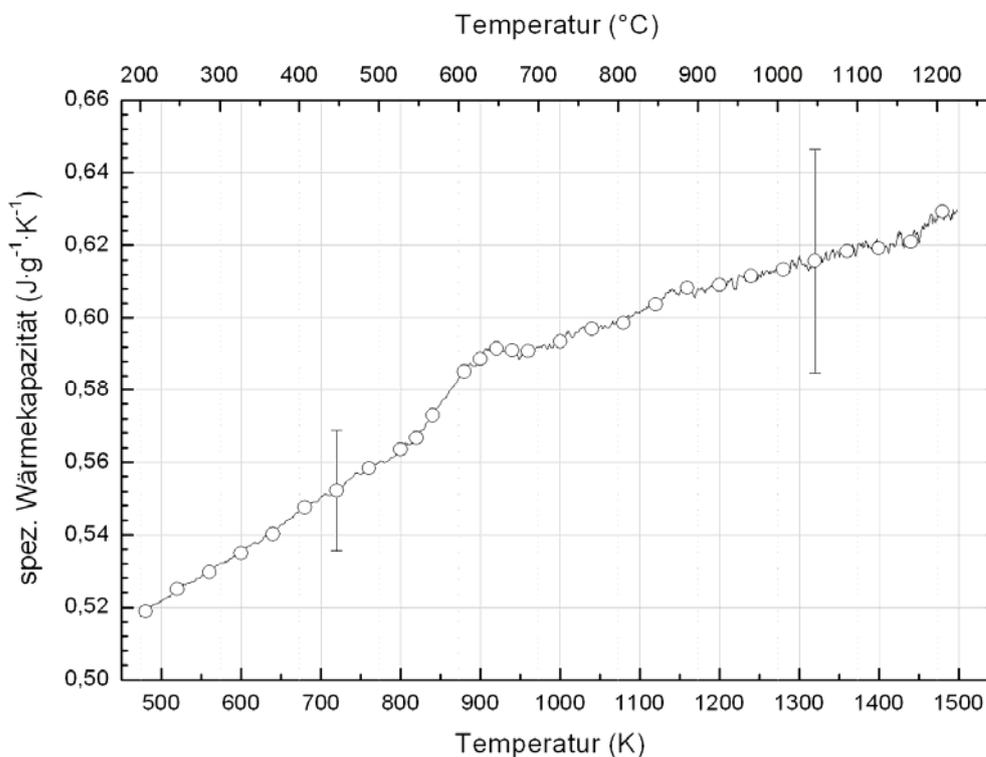
$$D(T) = 8050 - 0,124 \cdot T - 1,17 \times 10^{-4} \cdot T^2 \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.3)$$

$$D(T) = 9213 - 1,243 \cdot T + 9,9 \times 10^{-5} \cdot T^2 \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2300 \text{ K}) \quad (5.4)$$

Beim Schmelzen kommt es durch den Sprung der Querschnittsfläche zu einer Dichteänderung  $\Delta D$  von  $169,6 \text{ kg/m}^3$ , Daten unter  $1200 \text{ K}$  können mit geringer Genauigkeit aus den Gleichungen (5.1) und (5.3) extrapoliert werden.

## 5.2 Spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$ und spezifische Enthalpie $H_s(T)$ aus DSC-Messungen

Bei der temperaturabhängigen Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität mittels DSC wurden drei unterschiedliche Proben des untersuchten Materials gemessen. Es wurden jeweils zwei Aufheiz- und Abkühlvorgänge untersucht. Die Daten der Einzelmessungen sind bezüglich ihrer Messunsicherheit als ident zu betrachten, der Kurvenverlauf zwischen erstem und zweitem Aufheizen zeigte keinen Unterschied. Deshalb wird als Messwert der Mittelwert von dreimal zwei Aufheizvorgängen angegeben.



**Abbildung 5.3: Temperaturabhängige spezifische Wärmekapazität aus DSC-Messung.**  
 ○ ... Messdaten, angegeben in Tabelle 5.1.

Das untersuchte Material behält nach Angaben des Projektpartners über den gesamten vermessenen, festen Bereich seine kfz-Struktur bei, die exotherme Reaktion im Bereich von 900 K wird einem Auflösungsprozess von Ausscheidungen zugeordnet.

Durch Integrieren des Verlaufs der spezifischen Wärmekapazität über die Temperatur, siehe Gleichung (4.9), ergibt sich die spezifische Enthalpie in Temperaturabhängigkeit. Die spezifische Wärmekapazität von Raumtemperatur bis

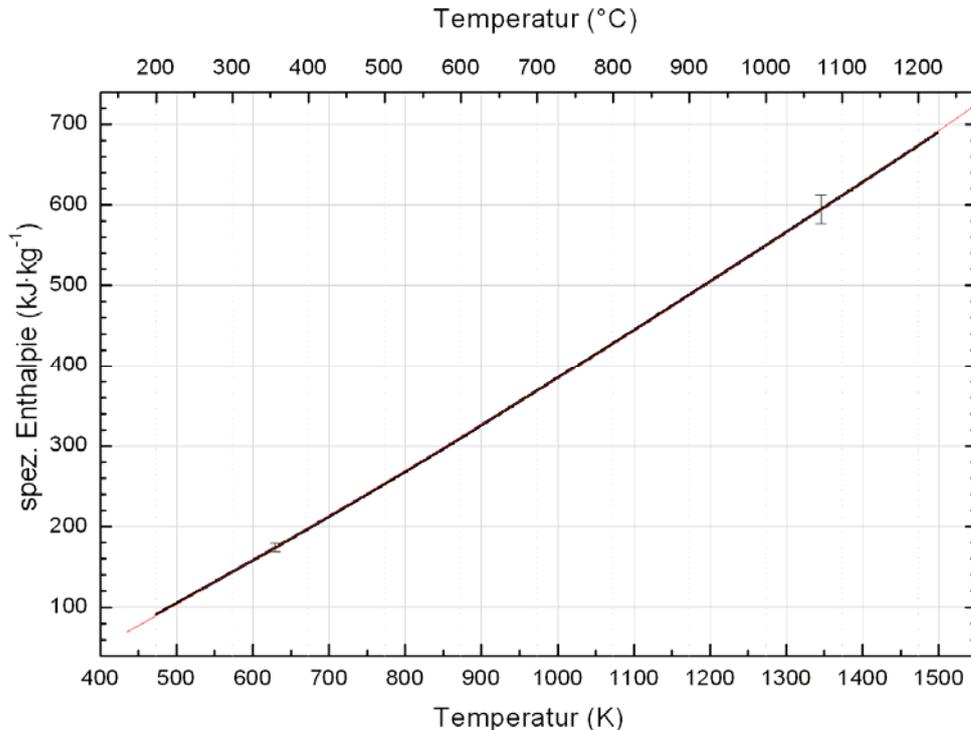
zum ersten Messpunkt bei 473 K wurde dabei als konstant angenommen. Der in Abbildung 5.4 dargestellte Verlauf der spezifischen Enthalpie kann hinreichend mit einem quadratischen Fit beschrieben werden:

$$H(T) = -149,5 + 0,4798 \cdot T + 5,41 \times 10^{-5} \cdot T^2 \quad (298 \text{ K} < T \text{ in K} < 1500 \text{ K}) \quad (5.5)$$

In Abbildung 5.4 sind der Verlauf und der Fit der spezifischen Enthalpie graphisch dargestellt.

**Tabelle 5.1: Spezifische Wärmekapazität beim Aufheizen der Probe mittels DSC.**

Messwerte beim Aufheizen					
T (K)	$c_p$ (J/g·K)	T (K)	$c_p$ (J/g·K)	T (K)	$c_p$ (J/g·K)
480	0,51883	840	0,57283	1160	0,60833
520	0,52500	880	0,58517	1200	0,60900
560	0,52967	900	0,58867	1240	0,61150
600	0,53500	920	0,59150	1280	0,61333
640	0,54017	940	0,59100	1320	0,61567
680	0,54750	960	0,59083	1360	0,61833
720	0,55217	1000	0,59350	1400	0,61917
760	0,55833	1040	0,59700	1440	0,62100
800	0,56350	1080	0,59850	1480	0,62933
820	0,56667	1120	0,60367		



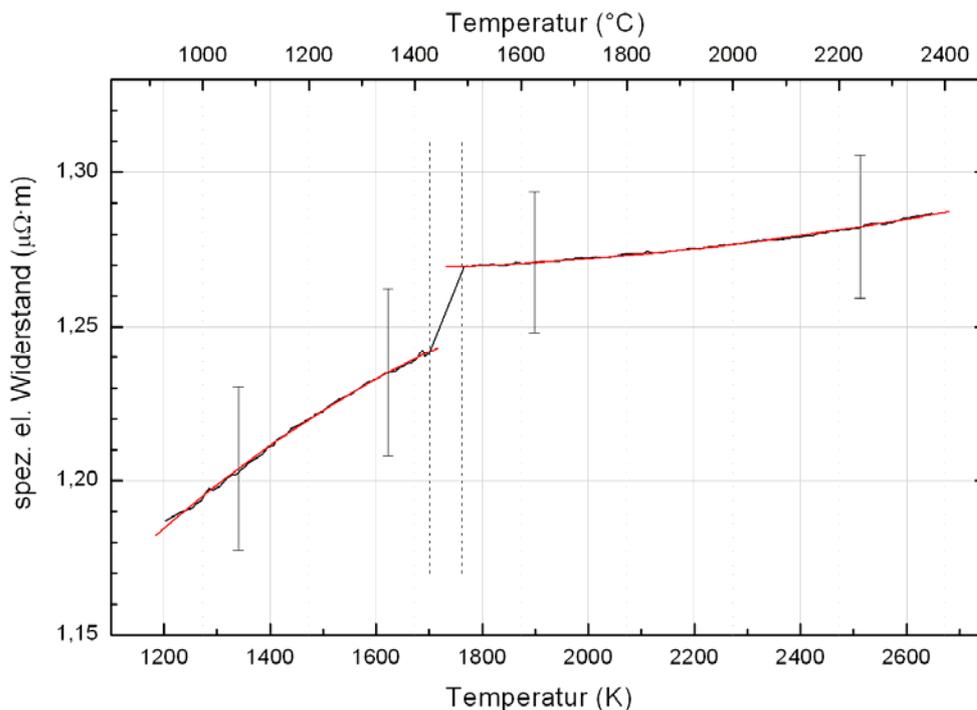
**Abbildung 5.4: Temperaturabhängige, spezifische Enthalpie aus DSC-Messungen. Die rote Kurve stellt den quadratischen Fit dar.**

### 5.3 Widerstand $\rho(T)$ und spezifische Enthalpie $H_s(T)$ aus Pulsheizmessungen

Für die angegebenen Daten wurden 11 unabhängige Messungen durchgeführt und deren Mittelwert gebildet. Der in Abbildung 5.5 abgebildete Verlauf des unkorrigierten, spezifischen elektrischen Widerstands  $\rho_0(T)$  kann sowohl in der festen Phase (Gleichung (5.6)) als auch in der flüssigen Phase (Gleichung (5.7)) mit einem quadratischen Fit beschrieben werden.

$$\rho_0(T) = 0,919 + 2,97 \times 10^{-4} \cdot T - 6,3 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.6)$$

$$\rho_0(T) = 1,2967 - 3,81 \times 10^{-5} \cdot T + 1,29 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2650 \text{ K}) \quad (5.7)$$



**Abbildung 5.5: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Temperaturabhängigkeit. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und -ende. Die Fitfunktionen sind rot dargestellt.**

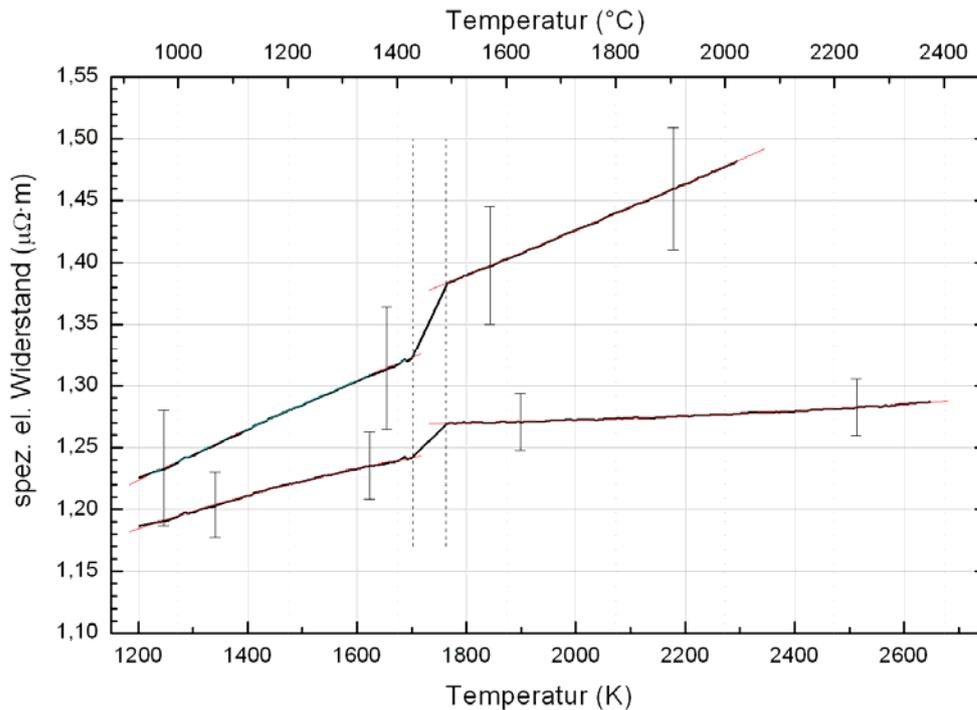
Mit Hilfe der temperaturabhängigen Volumsänderung wird der Verlauf des unkorrigierten, spezifischen elektrischen Widerstands nach Gleichung (4.4) korrigiert, es ergibt sich der in Abbildung 5.6 durch die oberen beiden Kurven dargestellte, korrigierte spezifische elektrische Widerstand. Dieser kann wiederum durch einen Polynomfit zweiten Grades für die feste (Gleichung (5.8)) und flüssige Phase (Gleichung (5.9)) beschrieben werden.

Im Schmelzen ändert sich der unkorrigierte spezifische elektrische Widerstand um  $0,03 \mu\Omega\text{-m}$  von  $1,24 \mu\Omega\text{-m}$  bei  $T_{\text{sol}} = 1701 \text{ K}$  auf  $1,27 \mu\Omega\text{-m}$  bei  $T_{\text{liq}} = 1762 \text{ K}$ .

Der korrigierte spezifische elektrische Widerstand ändert sich im Schmelzverlauf um  $0,06 \mu\Omega\text{-m}$  von  $1,32 \mu\Omega\text{-m}$  auf  $1,38 \mu\Omega\text{-m}$ .

$$\rho(T)_{\text{korr}} = 0,916 + 2,97 \times 10^{-4} \cdot T - 3,4 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.8)$$

$$\rho(T)_{\text{korr}} = 1,1269 + 1,148 \times 10^{-4} \cdot T + 1,74 \times 10^{-8} \cdot T^2 \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2650 \text{ K}) \quad (5.9)$$

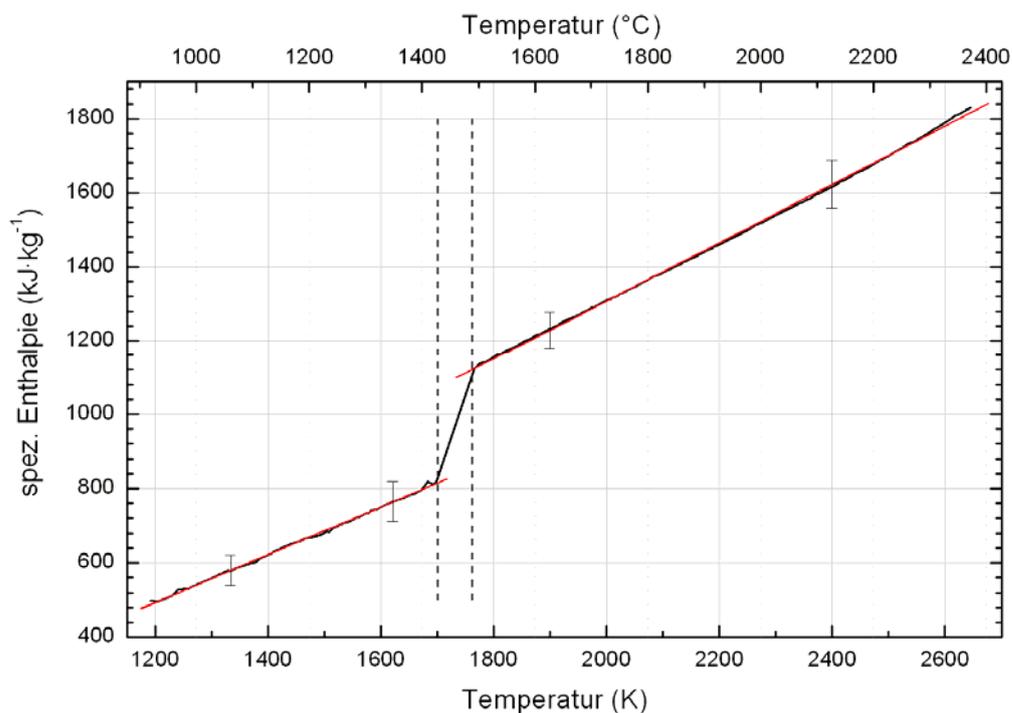


**Abbildung 5.6: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.**  
 Die obere Kurve gibt die mittels Dichteänderung korrigierten Daten des Widerstands an, die untere Kurve entspricht den Daten aus Abbildung 5.5.  
 Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzbeginn und -ende.  
 Die Fitfunktionen sind rot dargestellt.

Die spezifische Enthalpie wird für die feste Phase durch den linearen Fit in Gleichung (5.10) beschrieben, für die flüssige Phase durch den linearen Fit in Gleichung (5.11). Diese in Abbildung 5.7 dargestellte spezifische Enthalpie weist am Schmelzen eine Umwandlungsenthalpie  $\Delta H_s$  von  $304 \text{ kJ/kg}$  auf, resultierend aus der Differenz von  $816 \text{ kJ/kg}$  am Schmelzbeginn und  $1120 \text{ kJ/kg}$  am Schmelzende.

$$H_s(T) = -277,2 + 0,6425 \cdot T \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.10)$$

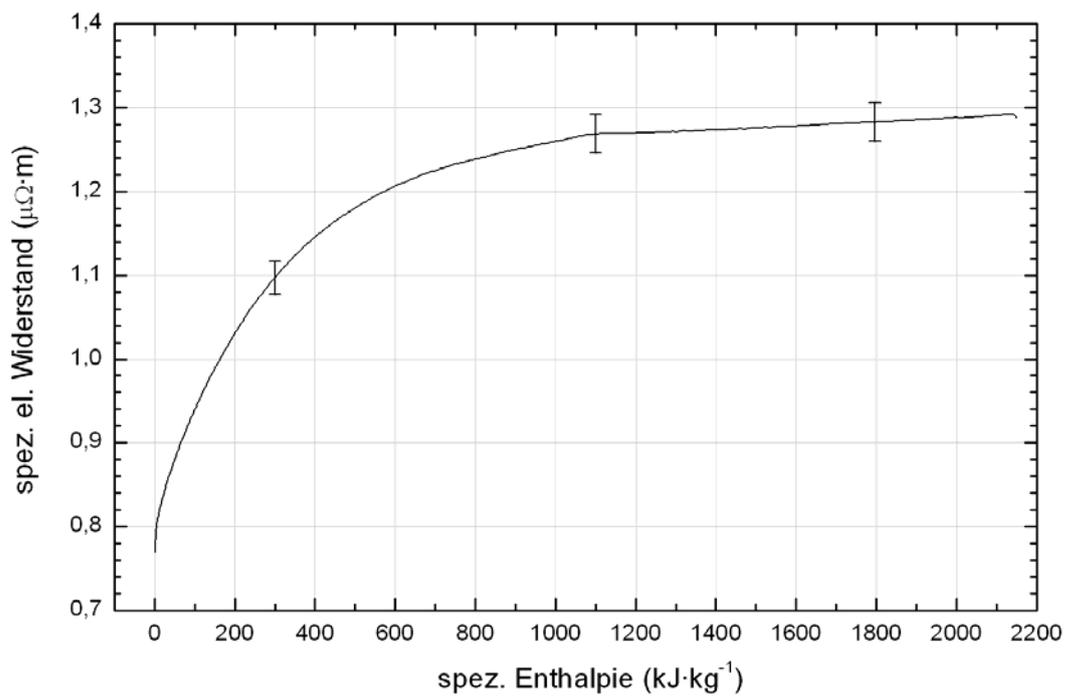
$$H_s(T) = -266,3 + 0,7870 \cdot T \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2650 \text{ K}) \quad (5.11)$$



**Abbildung 5.7: Spezifische Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur.**  
Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und -ende. Die Fitfunktionen sind rot dargestellt.

Aus den Gleichungen (5.10), (5.11) ist zu entnehmen, dass die spezifische Wärmekapazität als Steigung der Enthalpie im festen Bereich mit 643 J/kg·K und mit 787 J/kg·K in der flüssigen Phase bestimmt wurde.

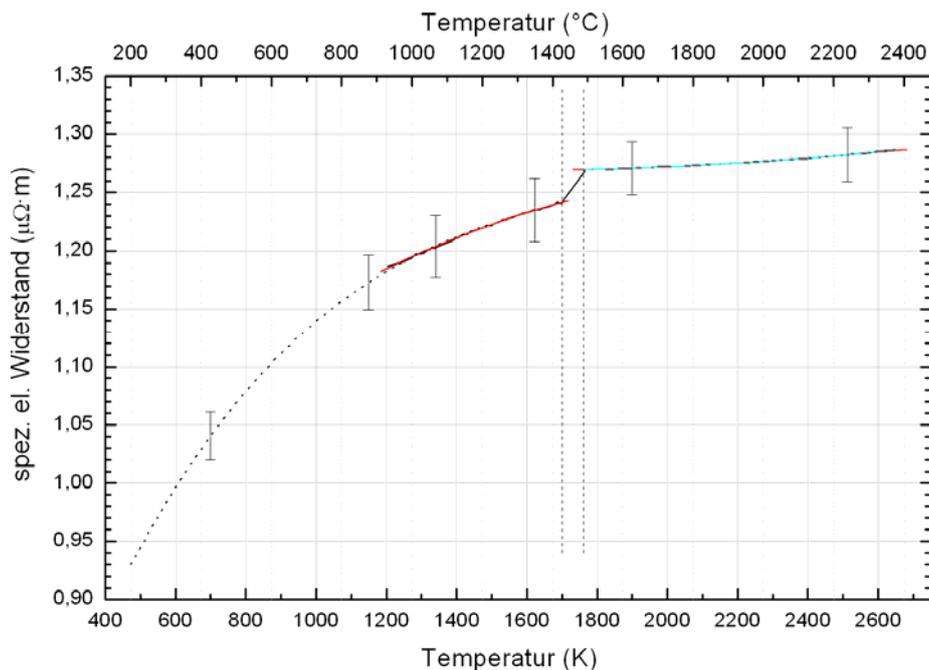
Der Vollständigkeit halber wird in Abbildung 5.8 noch der spezifische elektrische Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt, weil für Temperaturen unter 1200 K die Temperaturzuordnung zu den Widerstandswerten über die Enthalpiewerte von DSC und Pulsheizung erfolgt.



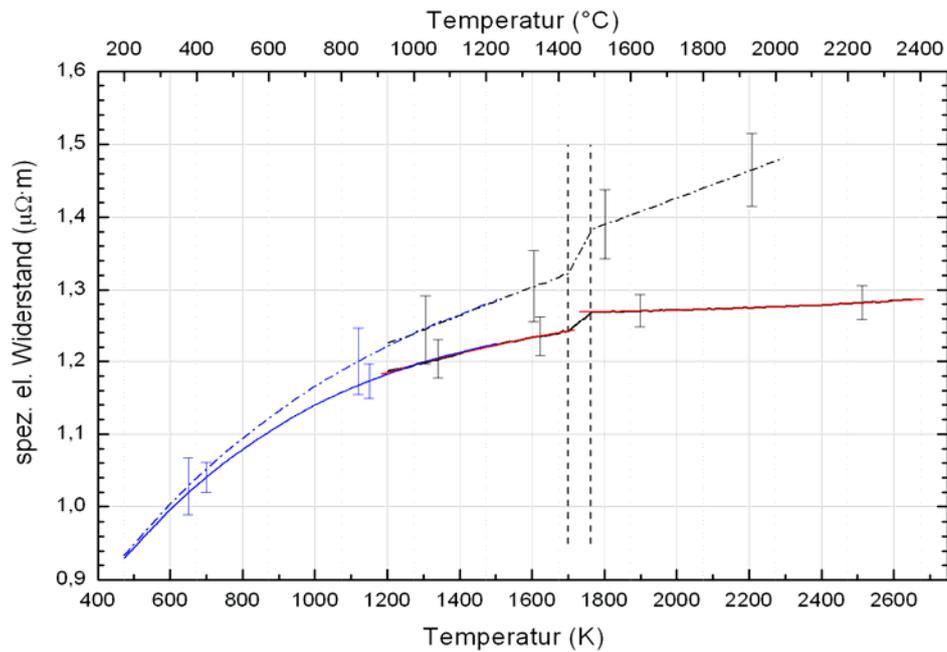
**Abbildung 5.8: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der spezifischen Enthalpie.**

## 5.4 Kombination von DSC- und Pulsheizdaten

Obwohl beim Pulsheizverfahren die aus elektrischen Signalen erhaltenen Daten Widerstand und Enthalpie theoretisch bereits ab Raumtemperatur zur Verfügung stehen, kann ihnen aufgrund der Einsatztemperatur des optischen Pyrometers unter 1200 K keine Temperatur zugeordnet werden. Es ist aber möglich, bei den DSC-Messungen zu Enthalpiewerten gehörende Temperaturwerte abzulesen. Durch Kombination der Datensätze kann somit den elektrischen Widerstandsdaten vom Pulsheizen bereits ab der Einsatztemperatur der DSC, also ab 473 K, eine Temperatur über die vorhandenen Enthalpiedaten zugeordnet werden. Abbildung 5.9 stellt eine derart berechnete Kurve für den spezifischen elektrischen Widerstand dar. Zusätzlich kann auch, wie in Abbildung 5.10 dargestellt, der korrigierte spezifische elektrische Widerstand berechnet werden.



**Abbildung 5.9:** Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur. Die punktierte Kurve zeigt jene Werte, denen mit DSC-Messung eine Temperatur zugeordnet wurde. Bei der vollen Kurve wurde die Temperatur direkt mit dem Pyrometer gemessen. Die Widerstandsdaten sind in beiden Fällen mit dem Pulsheizexperiment gemessen worden. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und -ende. Die Fitfunktionen sind rot dargestellt.



**Abbildung 5.10: Spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur.** Bei den blauen Kurven wurde mit Hilfe der DSC-Daten der Enthalpie aus dem Pulsheizversuch eine Temperatur zugeordnet. Volle Kurven zeigen den unkorrigierten Widerstand, unterbrochene Linien den korrigierten spezifischen Widerstand. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und -ende. Die Fitfunktionen sind rot dargestellt.

Treten im untersuchten Material im Festen Phasenumwandlungen auf, was bei X2CrNiMo18-14-3 nicht der Fall ist, dann sind diese beim Pulsheizexperiment durch die hohe Heizrate meist nicht auflösbar. Die gemessenen Enthalpiewerte können dadurch im Vergleich zu statischen Methoden etwas zu niedrig sein. Bei Erreichen der Liquidustemperatur ist dieser Unterschied nicht mehr existent. Dadurch kann auch die dem Widerstand über die Enthalpie zugeordnete Temperatur etwas verschoben werden. Für den in Abbildung 5.9 und Abbildung 5.10 dargestellten unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstand, berechnet über die Datenkombination von DSC- und Pulsheizdaten, ergibt sich zur Beschreibung ein Polynomfit dritten Grades (Gleichung (5.12)). Der in Abbildung 5.10 dargestellte, auf dieselbe Weise berechnete, korrigierte spezifische elektrische Widerstand lässt sich ebenfalls durch einen Polynomfit dritten Grades beschreiben (Gleichung (5.13)). Beide Fits gelten jeweils für den Temperaturbereich von 473 - 1500 K.

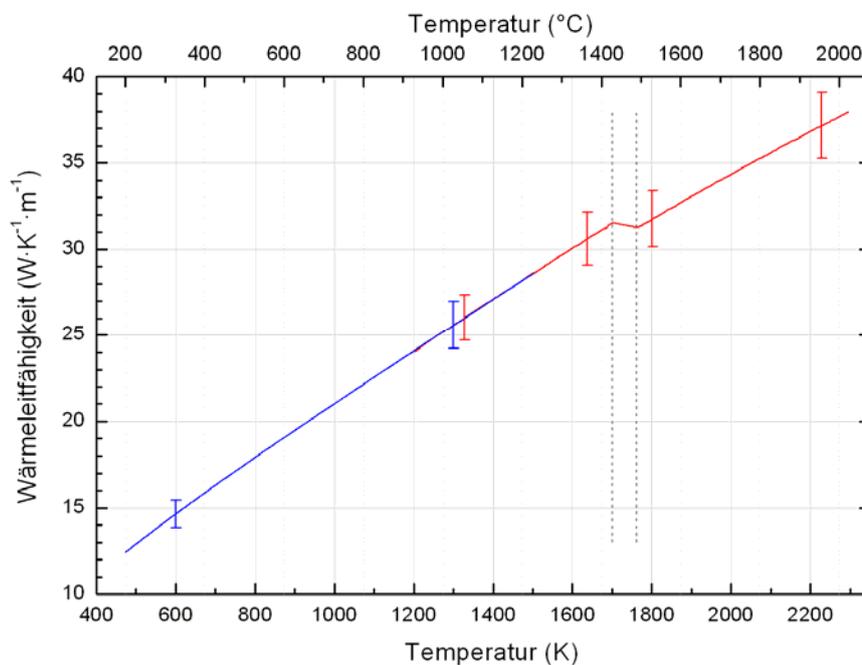
$$\rho(T) = 0,567 + 9,87 \times 10^{-4} \cdot T - 5,11 \times 10^{-7} \cdot T^2 + 9,67 \times 10^{-11} \cdot T^3 \quad (5.12)$$

$$\rho(T)_{\text{korr}} = 0,566 + 9,79 \times 10^{-4} \cdot T - 4,75 \times 10^{-7} \cdot T^2 + 9,5 \times 10^{-11} \cdot T^3 \quad (5.13)$$

für (473 K < T in K < 1500 K)

## 5.5 Wärmeleitfähigkeit $\lambda$ und Temperaturleitfähigkeit $a$

Die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit  $\lambda$  erfolgt nach dem Gesetz von WIEDEMANN-FRANZ (Gleichung (4.16)) mit einem Wert für die Lorenz-Zahl von  $2,45 \times 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$ . In Abbildung 5.11 werden die berechneten Werte in zwei Kurven dargestellt, deren Fits für die verschiedenen Temperaturbereiche in den Gleichungen (5.14), (5.15), (5.16) angegeben sind. Im niedrigsten Temperaturbereich wurden für die Berechnung jene Widerstandswerte herangezogen, denen unter Zuhilfenahme der DSC-Daten eine Temperatur für die bekannte Enthalpie zugeordnet wurde, siehe Abbildung 5.10.



**Abbildung 5.11: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur.**

Die blaue Kurve zeigt die aus den kombinierten Pulsheiz- und DSC-Daten errechneten Werte, die rote Kurve wurde nur aus Pulsheizdaten bestimmt. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und -ende.

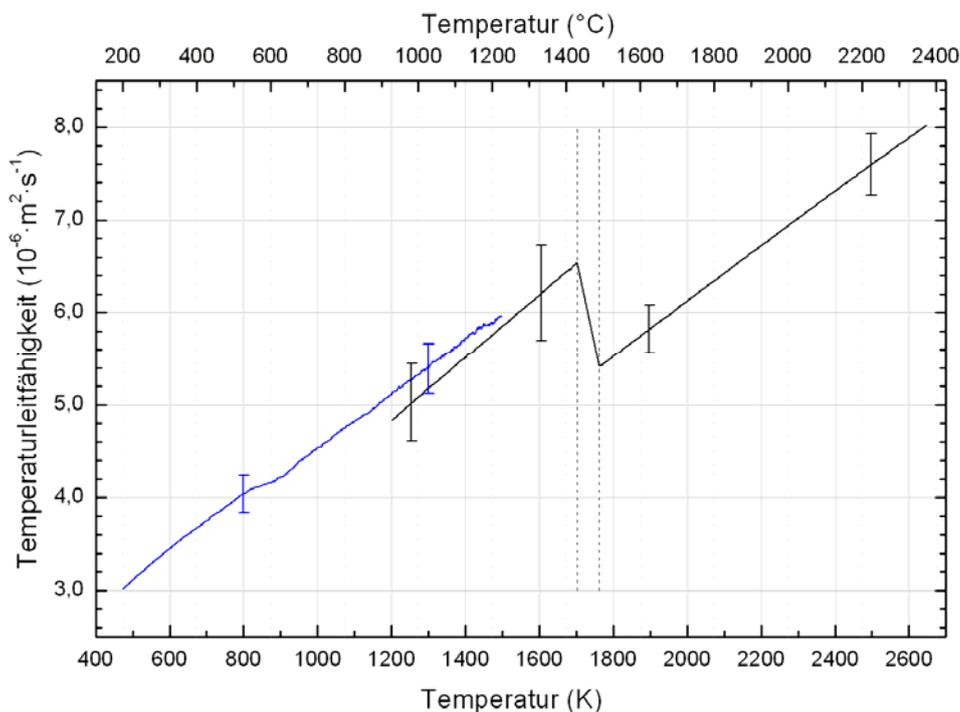
$$\lambda(T) = 4,35 + 1,782 \times 10^{-2} \cdot T - 1,13 \times 10^{-6} \cdot T^2 \quad (500 \text{ K} < T \text{ in K} < 1200 \text{ K}) \quad (5.14)$$

$$\lambda(T) = 6,26 + 1,489 \times 10^{-2} \cdot T \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.15)$$

$$\lambda(T) = 9,04 + 1,263 \times 10^{-2} \cdot T \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2300 \text{ K}) \quad (5.16)$$

Die Berechnung der Temperaturleitfähigkeit  $a$  wurde nach Gleichung (4.17) durchgeführt. In Abbildung 5.12 wurden für die Temperaturleitfähigkeitsberechnung der punktierten Kurve die  $c_p$ -Werte der DSC-Messung eingesetzt. Auch dabei wird die geringfügige Abweichung vom linearen Verhalten der spezifischen

Wärmekapazität in die Temperaturleitfähigkeit abgebildet. Bei Messung durch ein direktes Verfahren, wie etwa der Laser-Flash-Methode, ist zu erwarten, dass diese Änderung nicht zu beobachten ist. Es wird daher für die Daten ein linearer Fit angegeben (Gleichung (5.17)), der die Werte mit hinreichender Genauigkeit beschreibt. Für die Werte der Pulsheizmethode (durchgezogene Kurve) wurden die Steigungen der linearen Fits (5.10) und (5.11) als Werte für die spezifische Wärmekapazität in der festen und flüssigen Phase gewählt. Daraus resultieren als Werte für Daten aus dem Pulsheizexperiment die Gleichungen (5.18) und (5.19), welche die Temperaturleitfähigkeit für die feste und flüssige Phase beschreiben.



**Abbildung 5.12: Temperaturleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur.**

Die blaue Kurve zeigt die aus den kombinierten Pulsheiz- und DSC-Daten errechneten Werte, die schwarze Kurve stellt aus Pulsheizdaten berechnete Werte dar. Die senkrechten, strichlierten Linien markieren Schmelzanfang und -ende.

Die Fits für die in Abbildung 5.12 dargestellten Kurven lauten:

$$a(T) = 1,74 + 2,82 \times 10^{-3} \cdot T \quad (500 \text{ K} < T \text{ in K} < 1200 \text{ K}) \quad (5.17)$$

$$a(T) = 0,77 + 3,39 \times 10^{-3} \cdot T \quad (1200 \text{ K} < T \text{ in K} < 1701 \text{ K}) \quad (5.18)$$

$$a(T) = 0,22 + 2,95 \times 10^{-3} \cdot T \quad (1762 \text{ K} < T \text{ in K} < 2650 \text{ K}) \quad (5.19)$$

## 5.6 Vergleich von Drähten runden und rechteckigen Querschnitts

Anfangs wurden, wie in 3.2.3 bereits erwähnt, bei den rechteckigen Drahtproben den runden Proben äquivalente Drahtdurchmesser auf vier verschiedene Arten bestimmt.

Einen grafischen Vergleich der auf die verschiedenen Arten berechneten Durchmesser zeigt Abbildung 5.13.

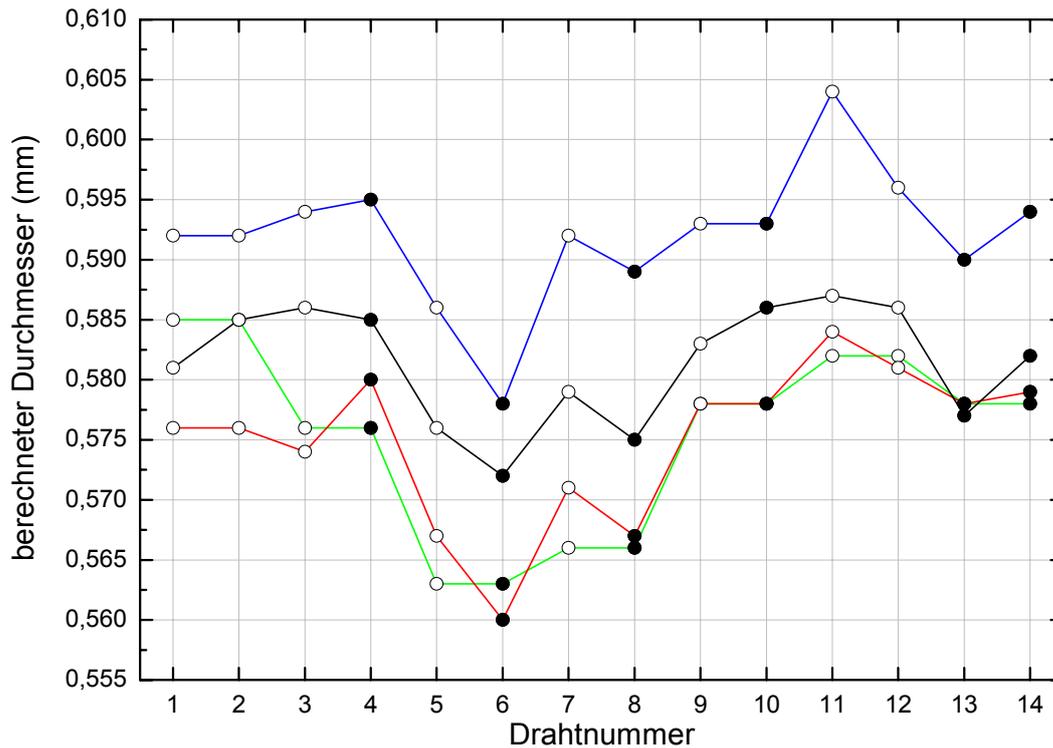


Abbildung 5.13: Nach vier verschiedenen Messmethoden berechneter Probendurchmesser  $d$ .

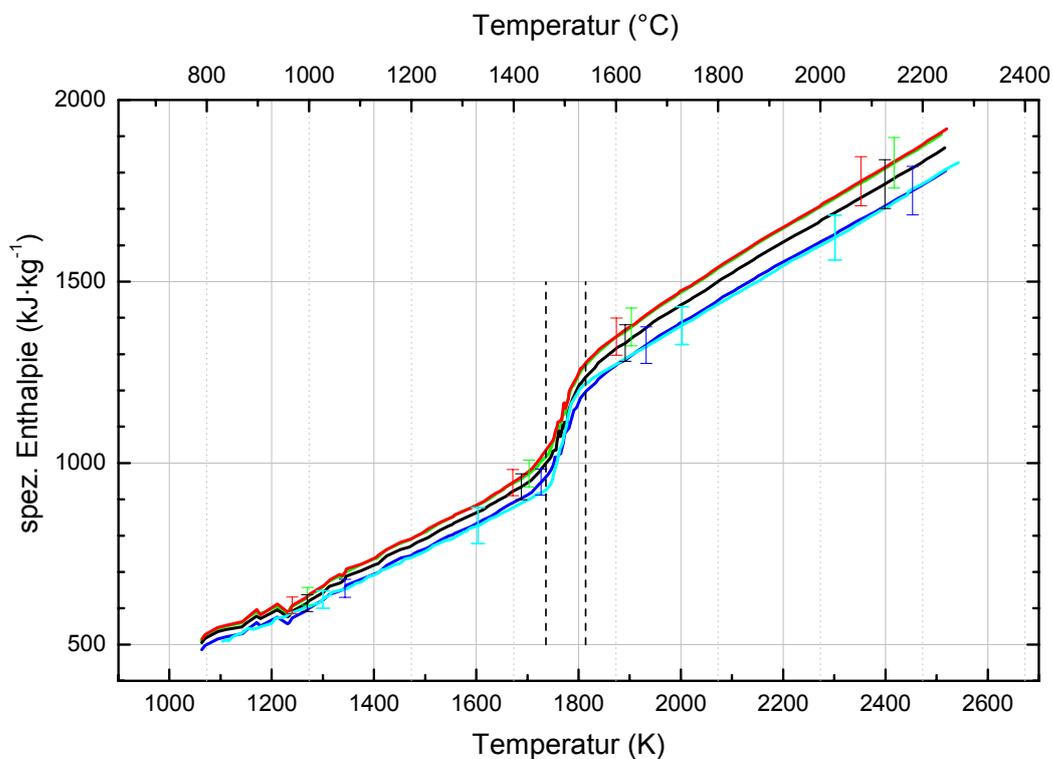
- Grün ...  $d$  berechnet aus Lichtmikroskopmessungen
- Blau ...  $d$  berechnet aus den Kantenlängen gemessen mittels Lasermikrometer
- Rot ...  $d$  berechnet aus den Diagonalenlängen gemessen mittels Lasermikrometer
- Schwarz ...  $d$  berechnet aus Längenmessung und Wägung der Proben bei bekannter Dichte
- ... komplett ausgewertete rechteckige Proben
- ° ... Experimente für diese rechteckigen Proben nicht auswertbar

### 5.6.1 Vergleich der Messdaten Widerstand $\rho$ und spezifische Enthalpie $H_s$ von Drähten runden und rechteckigen Querschnitts

Mit den vier auf verschiedene Weise bestimmten Drahtdurchmessern konnten, jeweils separat, vier Auswertungen der Widerstands- und Temperaturdaten eines Experiments gemacht werden. Diese vier Sets von Widerstands- und Enthalpiedaten wurden anschließend verglichen mit den Daten, welche sich aus den Experimenten mit runden Drähten ergeben hatten. In Abbildung 5.14 und Abbildung 5.15 werden

die Mittelwerte von jeweils 6 unabhängig gemessenen, rechteckigen Proben dargestellt.

In Abbildung 5.14 wird die temperaturabhängige spezifische Enthalpie  $H_s$  für die vier verschiedenen Bestimmungsmethoden des korrespondierenden Durchmessers den Daten aus Messungen von runden Drähten gegenübergestellt. Es ist gut zu erkennen, dass bei Bestimmung des Durchmessers von eckigen Proben mithilfe der Messung der Kantenlängen (Minimummethode) die zugehörige spezifische Enthalpie sehr nahe an den Werten der mittels runder Drahtproben bestimmten Enthalpie liegt. Dies lässt eine erste Einschätzung der Verwendbarkeit der verschiedenen Methoden zur Bestimmung der korrespondierenden Durchmesser zu, wobei die Minimummethode zu bevorzugen wäre.



**Abbildung 5.14: Spezifische Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur im Vergleich von runden und rechteckigen Probenquerschnitten. Die senkrechten Striche markieren Schmelzanfang und –ende.**

**Grün** ... Mittelwert der Enthalpie,  $d$  berechnet aus Lichtmikroskopmessungen

**Blau** ... Mittelwert der Enthalpie,  $d$  berechnet aus den Kantenlängen gemessen mittels Lasermikrometer

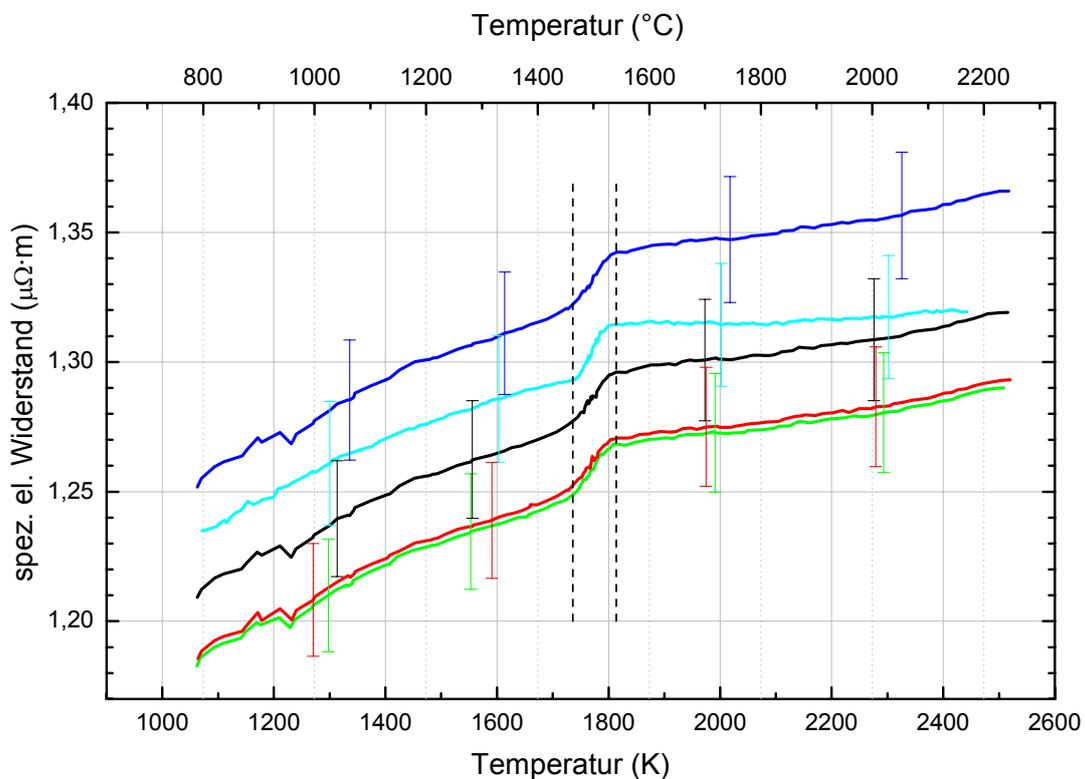
**Rot** ... Mittelwert der Enthalpie,  $d$  berechnet aus den Diagonalenlängen gemessen mittels Lasermikrometer

**Schwarz** ... Mittelwert der Enthalpie,  $d$  berechnet aus Längenmessung und Wägung der Proben bei bekannter Dichte

**Cyan** ... Mittelwert der Enthalpie, aus Messungen runder Proben

Es kann generell eine sehr gute Übereinstimmung der Steigung der Enthalpiekurven festgestellt werden.

Betrachtet man nun zusätzlich den Vergleich der Methoden anhand des mittels verschiedenen Durchmessern der eckigen Drähte bestimmten, unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands  $\rho_0$  in Abhängigkeit von der Temperatur, verschiebt sich dieser Trend etwas in Richtung der Methode, bei der der Durchmesser aus der Masse bestimmt wird. Zusätzlich fällt in Abbildung 5.15 auf, dass die Widerstandskurve der runden Drähte im flüssigen Bereich eine etwas geringere Steigung aufweist als die übrigen.



**Abbildung 5.15: Unkorrigierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur im Vergleich von runden und rechteckigen Probenquerschnitten. Die senkrechten Striche markieren Schmelzanfang und –ende.**

**Grün ...** Mittelwert des spez. el. Widerstands,  $d$  berechnet aus Lichtmikroskopmessungen

**Blau ...** Mittelwert des spez. el. Widerstands,  $d$  berechnet aus den Kantenlängen gemessen mittels Lasermikrometer

**Rot ...** Mittelwert des spez. el. Widerstands,  $d$  berechnet aus den Diagonalenlängen gemessen mittels Lasermikrometer

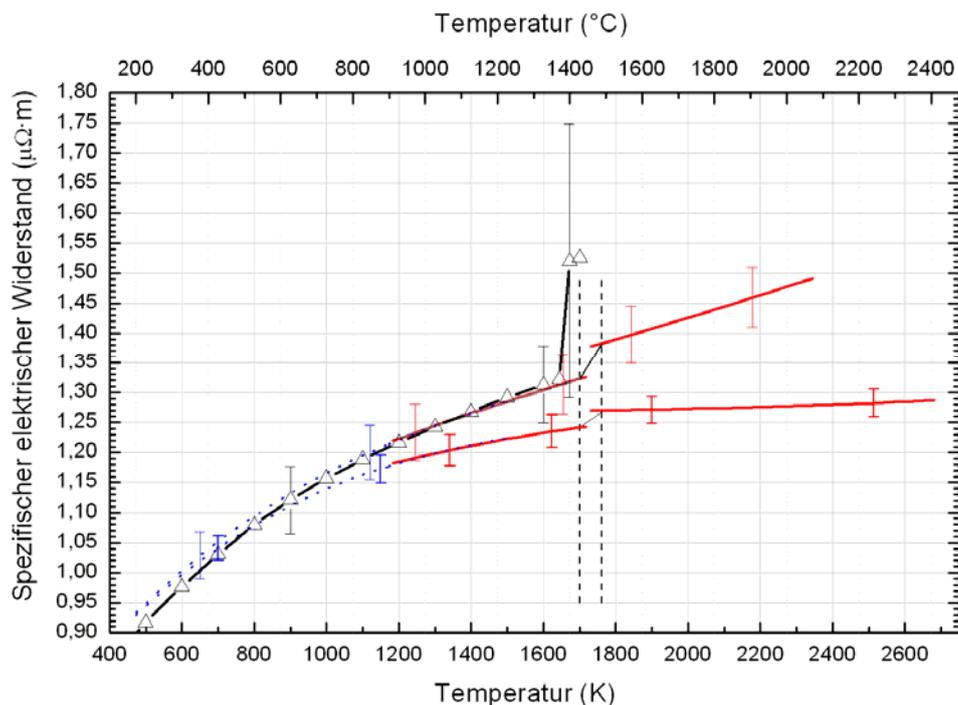
**Schwarz ...** Mittelwert des spez. el. Widerstands,  $d$  berechnet aus Längenmessung und Wägung der Proben bei bekannter Dichte

**Cyan ...** Mittelwert des spez. el. Widerstands, aus Messungen runder Proben

Im Allgemeinen scheint aber die Methode, bei der zur Bestimmung des korrespondierenden Durchmessers von eckigen Drahtproben die Länge der beiden Seiten, bestimmt aus den Minima der Lasermikrometeranzeige, herangezogen werden, die zumindest für das untersuchte Material passendere zu sein. Bei der Bestimmung des Durchmessers über die Diagonalenlängen spielt wahrscheinlich das Entgraten mittels Schleifpapier eine nicht unwichtige Rolle, weil offensichtlich zu viel Material an den feinen Kanten weggenommen wird. Eine Messung ohne Entgraten liefert aber keine reproduzierbaren Werte, wodurch diese Methode für zukünftige Experimente mit Sicherheit ausgeschlossen werden kann. Die Methode zur Durchmesserbestimmung mit dem Lichtmikroskop scheidet aufgrund einer noch größeren Abweichung der Messwerte ebenfalls aus. Einzig die Durchmesserbestimmung über die Probenlänge und die Probenmasse sollte als Option noch an anderen Materialien überprüft werden.

## 5.7 Vergleich mit Literaturdaten

Bei der Literaturrecherche ergaben sich einige Vergleichswerte für den AISI-Normstahl 316L, welcher von der chemischen Zusammensetzung her in etwa dem untersuchten X2CrNiMo18-14-3 entspricht. Die in Chu [1] angegebenen, empfohlenen Widerstandswerte stimmen in der festen Phase sehr gut mit den beim Pulsheizen erhaltenen Werten überein, ein direkter Vergleich ist in Abbildung 5.16 dargestellt. Für die flüssige Phase ist aber eine sehr große Unsicherheit angegeben, sodass eine Interpretation der von den eigenen Messwerten sehr stark abweichenden Literaturwerte nicht möglich ist.

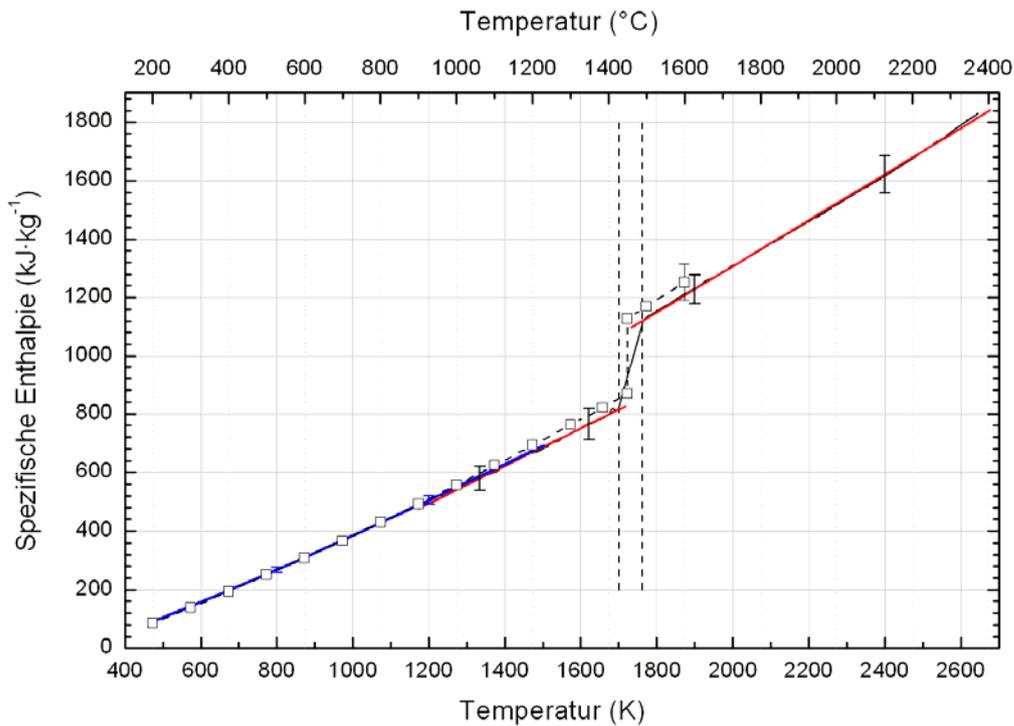


**Abbildung 5.16:** Vergleich der eigenen Messwerte des spezifischen elektrischen Widerstands mit Literaturwerten von Chu [1].

$\Delta$  ... Literaturwerte von Chu.

Alle anderen Kurven entsprechen den in Abbildung 5.10 dargestellten, selbst bestimmten Messwerten.

Mills [2] gibt für den AISI-Stahl 316 Werte für die spezifische Enthalpie an, die sich in der festen Phase mit den gemessenen Werten decken und in der flüssigen Phase ebenfalls gut übereinstimmen. Dieser Vergleich zwischen eigenen und Literaturdaten ist in Abbildung 5.17 dargestellt.



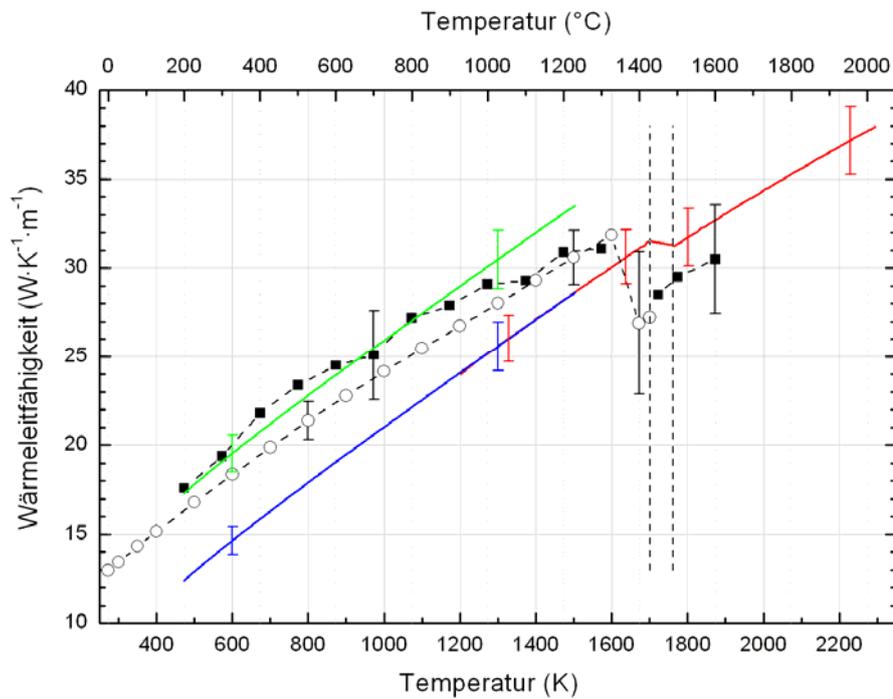
**Abbildung 5.17: Vergleich der eigenen Messwerte der spezifischen Enthalpie mit Literaturwerten von Mills [2].**

□ ... Literaturwerte von Mills.

**Alle anderen Kurven entsprechen den in Abbildung 5.7 dargestellten, selbst bestimmten Messwerten.**

Bezüglich des Vergleichs mit Literaturwerten von Mills [2] und Pehlke [14] betreffend die Wärmeleitfähigkeit bzw. mit Mills in Bezug auf die Temperaturleitfähigkeit ist in Betracht zu ziehen, dass die jeweils untersuchten Materialien nicht exakt dieselbe chemische Zusammensetzung haben. Außerdem ist nach Klemens [15] bei Legierungen zusätzlich in der festen Phase ein konstanter Beitrag des Phononenanteils an der Wärmeleitfähigkeit zu berücksichtigen, wodurch die Abweichungen von den Literaturwerten bei Wärmeleitfähigkeit in Abbildung 5.18 und Temperaturleitfähigkeit in Abbildung 5.19 erklärt werden können. Durch Verschiebung der Wärmeleitfähigkeitskurve in der festen Phase um den von Klemens für ein chemisch ähnliches Material angegebenen Phononenanteil von 4,9 W/m·K kommt es zu einer besseren Übereinstimmung der Graphen. Wird auch die Temperaturleitfähigkeitskurve mit diesem Phononenanteil korrigiert, ergibt sich auch hier bessere Übereinstimmung. Nähere Untersuchungen zu diesem Thema werden im künftigen Kooperationsprojekt betreffend die „Lorenz-Zahl und

Temperaturleitfähigkeit von hochlegierten Stählen“ zwischen Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, dem FFG und der TU Graz durchgeführt werden.

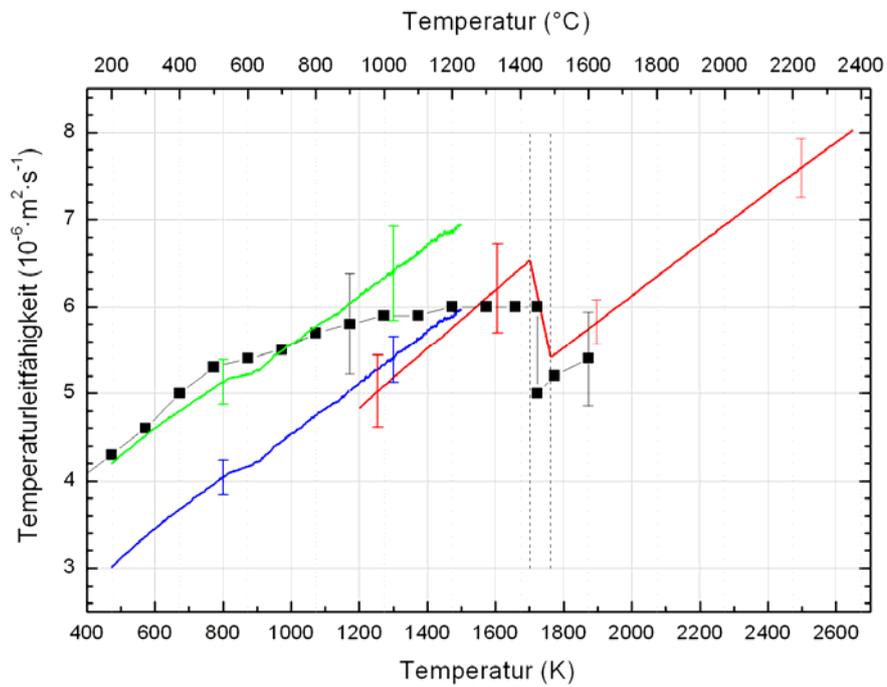


**Abbildung 5.18: Vergleich der eigenen Messwerte der Wärmeleitfähigkeit mit Literaturwerten von Mills [2] und Pehlke [14].**

■ ... Literaturwerte von Mills.

○ ... Literaturwerte von Pehlke.

Die grüne Kurve stellt die um den Phononenanteil nach [15] korrigierte Wärmeleitfähigkeit dar. Alle anderen Kurven entsprechen den in Abbildung 5.11 dargestellten, selbst bestimmten Messwerten.

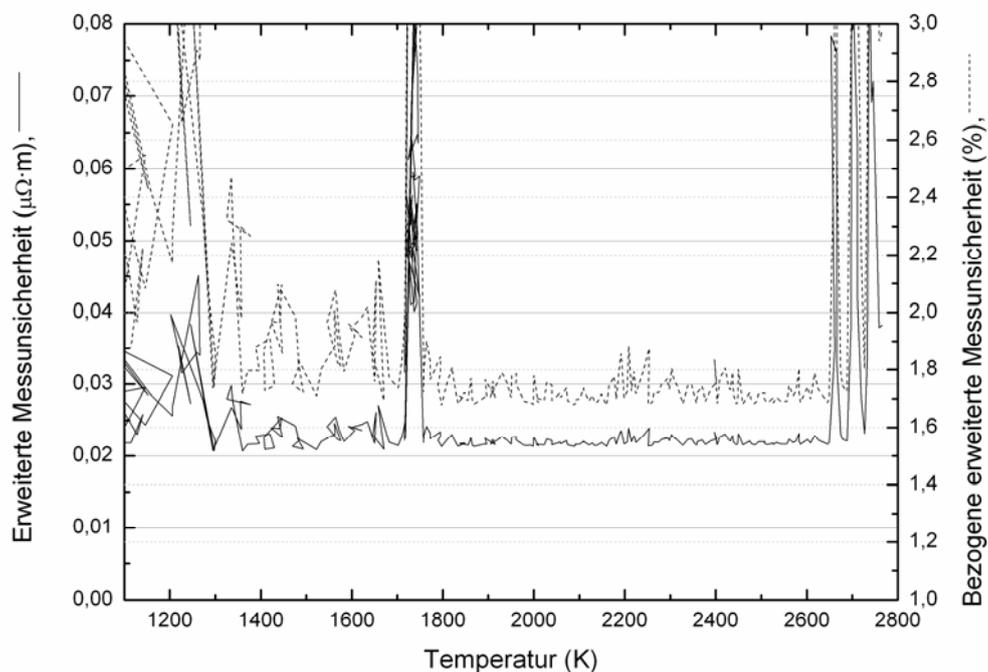


**Abbildung 5.19: Vergleich der eigenen Messwerte der Temperaturleitfähigkeit mit Literaturwerten von Mills [2].**  
■ ... Literaturwerte von Mills.  
Die grüne Kurve stellt die um den Phononenanteil nach [15] korrigierte Wärmeleitfähigkeit dar. Alle anderen Kurven entsprechen den in Abbildung 5.12 dargestellten, selbst bestimmten Messwerten.

## 6 Unsicherheitsanalyse

Die Grundlage der Unsicherheitsbetrachtung der Messapparatur ist die Dissertation von Wilthan [7], in der eine umfassende Analyse der Messunsicherheit des gesamten Aufbaus angegeben ist. Wilthan ging dabei nach der GUM-Norm<sup>22</sup> aus [16] vor, welche auch in der vorliegenden Arbeit Verwendung fand. Die berechneten Unsicherheiten gelten jeweils für einzelne Messwerte, eine Verringerung dieser Unsicherheiten aufgrund der Tatsache, dass jeweils Mittelwerte als Messwerte angegeben wurden, ist möglich, wurde aber nicht näher betrachtet. In [7] war die im gegenwärtigen Messaufbau integrierte Bestimmung der Dichteänderung in Temperaturabhängigkeit noch nicht betrachtet worden. Deshalb wurde die Unsicherheit der Durchmesseränderung nach [17] und die Unsicherheiten der davon abhängigen Größen nach GUM im Programm GUM-Workbench bestimmt. Für die angegebenen Unsicherheiten gilt jeweils ein Erweiterungsfaktor von  $k = 2$ .

### 6.1 Widerstand



**Abbildung 6.1: Unsicherheit des unkorrigierten spezifischen elektrischen Widerstands in Abhängigkeit von der Temperatur beim Pulsheizen mit einem Erweiterungsfaktor  $k = 2$ .**

Aus Abbildung 6.1 ergibt sich eine bezogene erweiterte Messunsicherheit des unkorrigierten elektrischen Widerstands von  $\pm 2,2 \%$  in der festen Phase und  $\pm 1,8 \%$

<sup>22</sup> Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

in der flüssigen Phase. Für die Temperaturzuordnung zu den Widerstandswerten unter 1200 K wurden die Enthalpiedaten von DSC- und Pulsheizmessungen kombiniert, die zugehörigen Unsicherheiten sind in Tabelle 6.1 angeführt. Die Unsicherheit des unkorrigierten elektrischen Widerstands in Abhängigkeit von der Enthalpie und die Unsicherheiten des korrigierten spezifischen elektrischen Widerstands in der festen und flüssigen Phase sind ebenfalls in Tabelle 6.1 angegeben.

**Tabelle 6.1: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten.**

Gemessene Werte	Unsicherheit /% für k = 2
$\rho_0(T)$ Temperatur über DSC	± 2
$\rho_0(H_S)$	± 2
$\rho_{korr}(T)$ in der festen Phase	± 3,8
$\rho_{korr}(T)$ in der flüssigen Phase	± 3,4

## 6.2 Enthalpie

Die bezogene erweiterte Unsicherheit der spezifischen Enthalpie in Abhängigkeit von der Temperatur ergibt sich beim Pulsheizen für die feste Phase zu ± 7 %, für die flüssige Phase zu ± 4 %. Werte für bezogene erweiterte Unsicherheiten von Daten, die sich aus der Enthalpie ableiten oder von der DSC-Messung stammen, sind in Tabelle 6.2 zusammengefasst. Die Werte für bezogene erweiterte Unsicherheiten der  $c_p$ -Werte von der DSC wurden in [11] zu ± 3 % für  $T < 1200$  K und ± 5 % für  $T > 1200$  K bestimmt.

**Tabelle 6.2: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten.**

Gemessene Werte	Unsicherheit /% für k = 2
$c_p(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	± 6,5
$c_p(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	± 2,5
$\Delta H_S$	± 28
$H_S(T)$ aus DSC-Messungen	± 5

## 6.3 Dichte

Im Fall der Volumsänderung war die Anzahl der Messpunkte zu gering, um einen Fehler nach statistischen Maßstäben abzuschätzen, für eine Berechnung in GUM-Workbench aber zu groß. Es wurde daher die Unsicherheit eines einzelnen Messpunkts nach GUM zu ± 1,6 % in der festen und ± 1,5 % in der flüssigen Phase bestimmt. Daraus berechnet sich nach [17] der Fehler der Ausgleichskurve. Es ergab sich ein Wert von ± 2,5 % in der festen und ± 2 % in der flüssigen Phase mit einem

Erweiterungsfaktor von  $k = 2$ . Die Werte für die bezogene erweiterte Unsicherheit der Dichte sind in Tabelle 6.3 angeführt.

**Tabelle 6.3: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Dichtemessdaten.**

Gemessene Werte	Unsicherheit /% für $k = 2$
$D(293\text{ K})$	$\pm 0,1$
$D(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	$\pm 2,9$
$D(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	$\pm 2,3$

## 6.4 Wärmeleitfähigkeit

In der Unsicherheitsanalyse wurde die Lorenz-Zahl als Konstante betrachtet, die erweiterten Messunsicherheiten der Wärmeleitfähigkeit sind in Tabelle 6.4 angegeben.

**Tabelle 6.4: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten.**

Gemessene Werte	Unsicherheit /% für $k = 2$
$\lambda(T)$ in der festen Phase	$\pm 5,4$
$\lambda(T)$ in der flüssigen Phase	$\pm 5,1$

## 6.5 Temperaturleitfähigkeit

Die erweiterte Messunsicherheit der Temperaturleitfähigkeit ist in Tabelle 6.5 angeführt. Die erweiterte Messunsicherheit für mittels DSC ermittelter Temperaturleitfähigkeit ergibt sich zu  $\pm 5\%$  für  $T < 1200\text{ K}$  und zu  $\pm 8,5\%$  für  $T > 1200\text{ K}$ .

**Tabelle 6.5: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten.**

Gemessene Werte	Unsicherheit /% für $k = 2$
$a(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	$\pm 8,3$
$a(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	$\pm 4,4$

---

## 7 Zusammenfassung und Ausblick

Die in der vorliegenden Arbeit in Abschnitt 5 aufgeführten Daten der untersuchten Legierung X2CrNiMo18-14-3 wurden bereits mit der im Rahmen der Diplomarbeit hinsichtlich Effizienz und Genauigkeit verbesserten Apparatur gemessen. Diese in Abschnitt 3.2.3 genauer beschriebenen Veränderungen bildeten den experimentellen Schwerpunkt der Arbeit.

Eine tabellarische Zusammenfassung der Messdaten über den Temperaturbereich von 473 K bis 2650 K beinhaltet Tabelle 7.1.

Im bereits erwähnten Folgeprojekt soll anhand der Messdaten mehrerer unterschiedlicher Legierungen versucht werden, aus dem Vergleich zwischen direkt gemessener Wärmeleitfähigkeit und berechneter Wärmeleitfähigkeit eine angepasste Lorenzzahl für bestimmte Legierungsgruppen zu erhalten. Die direkte Bestimmung wird anhand von Laserflash-Messungen durchgeführt werden, die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit wird wiederum mit der in dieser Arbeit beschriebenen Methode erfolgen.

Tabelle 7.1: Zusammenfassung der gemessenen und berechneten Daten für X2CrNiMo18-14-3.

$T$ (K)	$H$ (kJ/kg)	$\rho_0$ ( $\mu\Omega\cdot\text{m}$ )	$\rho_{Korr}$ ( $\mu\Omega\cdot\text{m}$ )	$D$ ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	$\lambda$ (W/K·m)	$a$ ( $10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$ )	$c_p$ (J/g·K)
473	89,5	0,93	0,93	7965	12,50	3,07	0,517
550	130,8	0,97	0,98	7946	13,80	3,29	0,529
600	157,9	1,00	1,00	7933	14,60	3,43	0,535
650	185,2	1,02	1,03	7920	15,50	3,57	0,543
700	212,9	1,04	1,05	7906	16,30	3,71	0,550
750	240,8	1,06	1,07	7891	17,10	3,86	0,557
800	269,0	1,08	1,09	7876	17,90	4,00	0,564
850	297,4	1,10	1,11	7860	18,70	4,14	0,576
900	326,1	1,11	1,13	7844	19,50	4,28	0,589
950	355,1	1,13	1,15	7827	20,30	4,42	0,589
1000	384,4	1,14	1,17	7809	21,00	4,56	0,594
1050	413,9	1,15	1,18	7791	21,80	4,70	0,598
1100	443,7	1,16	1,19	7772	22,60	4,84	0,601
1150	473,8	1,17	1,21	7753	23,30	4,98	0,607
1200	504,2	1,18	1,22	7733	24,10	5,12	0,609
1250	525,9	1,19	1,23	7712	24,90	5,01	0,612
1300	558,1	1,20	1,24	7691	25,60	5,18	0,617
1350	590,2	1,21	1,25	7669	26,40	5,35	0,617
1400	622,3	1,21	1,27	7647	27,10	5,52	0,619
1450	654,4	1,22	1,28	7624	27,90	5,69	0,620
1500	686,6	1,22	1,29	7601	28,60	5,86	0,629
1550	718,7	1,23	1,29	7577	29,30	6,02	0,643
1600	750,8	1,23	1,30	7552	30,10	6,19	0,643
1650	782,9	1,24	1,31	7527	30,80	6,36	0,643
1700	815,1	1,24	1,32	7501	31,60	6,53	0,643
<b>Schmelzbereich von 1701 K bis 1762 K</b>							
1800	1150,3	1,27	1,39	7296	31,80	5,53	0,787
1850	1189,7	1,27	1,40	7252	32,40	5,68	0,787
1900	1229,0	1,27	1,41	7209	33,00	5,83	0,787
1950	1268,4	1,27	1,42	7166	33,70	5,97	0,787
2000	1307,7	1,27	1,43	7123	34,30	6,12	0,787
2050	1347,1	1,27	1,44	7081	34,90	6,27	0,787
2100	1386,4	1,27	1,44	7039	35,60	6,42	0,787
2150	1425,8	1,27	1,45	6998	36,20	6,56	0,787
2200	1465,1	1,28	1,46	6958	36,80	6,71	0,787
2250	1504,5	1,28	1,47	6917	37,50	6,86	0,787
2300	1543,8	1,28	1,48	6878	38,10	7,01	0,787
2350	1583,2	1,28	1,49	6839	38,70	7,15	0,787
2400	1622,5	1,28	1,50	6800	39,40	7,30	0,787
2450	1661,9	1,28	1,51	6762	40,00	7,45	0,787
2500	1701,2	1,28	1,52	6724	40,60	7,60	0,787
2550	1740,6	1,28	1,53	6687	41,20	7,74	0,787
2600	1779,9	1,28	1,54	6650	41,90	7,89	0,787
2650	1819,3	1,29	1,55	6614	42,50	8,04	0,787

---

## 8 Literaturverzeichnis

- [1] Chu T. K. and Ho C. Y., 1978: Thermal Conductivity and Electrical Resistivity of Eight Selected AISI Stainless Steels, 15th International Conference on Thermal Conductivity, Ottawa, Canada (Plenum Press, New York)
- [2] Mills K. C., 2002: Recommended Values of Thermophysical Properties for Selected Commercial Alloys, ASM Int., Materials Park, Ohio, ISBN:0871707535
- [3] Gottstein G., 2001: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, 2. Auflage, Springer Berlin
- [4] Weißmantel Ch., Hamann C., 1980: Grundlagen der Festkörperphysik, Springer Berlin
- [5] Bargel/Schulze, 1988: Werkstoffkunde, 5. Auflage, VDI-Verlag, Düsseldorf
- [6] Preis K. H. M., 2006: Thermophysikalische Daten von Nimonic 80A in der festen und flüssigen Phase, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- [7] Wilthan B., 2005: Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Messgrößen, Dissertation, Technische Universität Graz, Graz
- [8] Cagran C., 2004: Untersuchung des Emissionsverhaltens flüssiger Metalle mittels Photopolarimetrie und Mehrwellenlängenpyrometrie, Dissertation, Technische Universität Graz, Graz
- [9] Sachsenhofer F., 2000: Data evaluation for pulse heating experiments combined with emissivity measurements using a division-of-amplitude photopolarimeter, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- [10] Lohöfer G., Pottlacher G., 2005: Rectangular wires in Pulse-heating experiments, International Journal of Thermophysics 26, Nr. 4, S. 1239-1254
- [11] Wilthan B., 2002: Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Stoffen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie, Diplomarbeit, Technische Universität Graz, Graz
- [12] Bergman L, Schaefer C, 1998: Lehrbuch der Experimentalphysik, Band I, 11. Auflage, Walther de Gruyter, New York
- [13] Tye R. P., Hayden R. W., 1979: The thermal conductivity and electric resistivity of copper and copper alloys in the molten state, High Temperatures - High Pressures, 11:597-605
- [14] Pehlke R. D., Jeyarajan A., Wada H., 1982: Summary of Thermal Properties for Casting Alloys and Mold Materials, University of Michigan, National Technical Information Service (STI)
- [15] Klemens P. G., Williams R. K., 1986: International Metals Reviews 31, No. 5: S. 197
- [16] DIN, Deutsches Institut für Normung e. V., 1995: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Beuth Verlag GmbH, 1.edition, original: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO (Genf, Schweiz, 1993)
- [17] Matus M., 2005: Technisches Messen 72: 584-591, ISSN: 0171-8096

---

Die vorliegende Diplomarbeit wurde am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz unter der Leitung von Herrn Ao.Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Gernot Pottlacher durchgeführt. Bei Ihm möchte ich mich nicht nur für die exzellente Betreuung während der Diplomarbeit und die Bereitstellung der Apparaturen bedanken, sondern auch für das ausgezeichnete Arbeitsklima in unserer Arbeitsgruppe, zu dem er einen guten Teil beiträgt.

Besonderer Dank gebührt Dipl.-Ing. Dr.techn. Boris Wilthan, der mich in der Bedienung der Apparaturen unterwies und sich immer wieder mit Tricks und Kniffen bei der Lösung diverser Probleme einbrachte. Er ist ein Vorbild für mich.

Für die Beantwortung vieler Fragen und die Bereitstellung des Probenmaterials bedanke ich mich bei Dipl.-Ing. Dr. Wolfgang Schützenhöfer, Dipl.-Ing. Robert Tanzer und Dipl.-Ing. Andreas Graf vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG.

Meinen Kollegen Dipl.-Ing. Dr.techn. Claus Cagran, Dipl.-Ing. Thomas Hüpf, Peter Kerschenbauer und Dipl.-Ing. Karl Preis möchte ich für die angenehme Atmosphäre im Labor danken. Die Zusammenarbeit mit Ihnen löste nicht nur viele Probleme, sie hat einfach Spaß gemacht.

Weiters bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für Experimentalphysik unter der Leitung von Herrn Univ.-Prof. Mag. Dr. Wolfgang Ernst, die mir während der Diplomarbeit mit Rat und Tat zur Seite standen.

Meinen Studienkolleginnen und Studienkollegen danke ich für viele schöne Stunden während des Studiums und die gute Zusammenarbeit vor Prüfungen, viele Fragen wären ohne Sie unbeantwortet geblieben.

Zu guter Letzt möchte ich mich noch ganz besonders bei meinen Eltern bedanken, die mir mein Studium ermöglicht haben. Ohne Ihre Unterstützung wäre mir Vieles während meiner Studienzeit schwerer gefallen oder gar nicht möglich gewesen.

Diese Arbeit wurde finanziell vom FFG unterstützt (Projekt: 810999).

*Ein herzliches Danke*

*Harald Reschab*