

den elektronenoptischen Aufnahmen geht diese breitere Streuung deutlich hervor. Aus Abweichungen von der Symmetrie der $A(T)$ -Kurven lassen sich aus Aussagen über die Verteilungskurven machen, wenn man einen linearen Zusammenhang zwischen T_N und der spezifischen Oberfläche zugrunde legt.

Bei einer ersten Deutung der gefundenen Teilchengrößeabhängigkeit der Néel-Temperatur gehen wir davon aus, daß mit abnehmendem Durchmesser der Kristallite eine der Chromionenzahl im Kristallinnern vergleichbare Zahl von Ionen in der Oberflächenschicht eingelagert ist. Es tritt dadurch eine Abnahme der mittleren Anzahl von Cr—Cr- und Cr—O—Cr-Bindungen pro Chromion ein. Damit nimmt für die Randzone der Wert des Austauschintegrals J ab, und das mittlere Austauschintegral im Ausdruck für die Néel-Tempe-

ratur¹⁵

$$T_N \sim A = \frac{2 J z S(S+1)}{3 k}$$

wird kleiner (A = Weißsche Konstante, S = Gesamtspinquantenzahl, k = Boltzmann-Konstante, z = Zahl der nächstbenachbarten Metallionen).

Dieser Einfluß auf das Austauschintegral wird mit abnehmender Teilchengröße ausgeprägter. Inwieweit auch eine Zunahme von Gitterfehlstellen für die Abnahme der Néel-Temperatur mitverantwortlich gemacht werden muß, kann nach den vorliegenden Untersuchungen nicht entschieden werden.

Herrn cand. chem. E. SCHAUHMANN haben wir für die Herstellung der Proben sowie für seine Mithilfe bei den ESR-Messungen zu danken. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sind wir für die Bereitstellung von Sachmitteln zu Dank verpflichtet.

¹⁵ M. M. SCHIEBER, Experimental Magnetochemistry, Amsterdam 1967, S. 43.

Über die Temperaturleitfähigkeit des Eisens und eines austenitischen Stahles im Bereich hoher Temperaturen

HORST GONSKA, WERNER KIERSPE und RUDOLF KOHLHAAS

Institut für Theoretische Physik der Universität Köln,
Abteilung für Metallphysik

(Z. Naturforsch. 23 a, 783—785 [1968]; eingegangen am 19. März 1968)

Im Rahmen der Ermittlung thermophysikalischer Eigenschaften von Metallen und metallischen Werkstoffen im Bereich hoher Temperaturen konnte ein Meßverfahren zur genauen Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit mit Erfolg erprobt werden.

Zunächst wurde die *Wärmeleitungsgleichung* unter Berücksichtigung der Wärmeverluste an der Oberfläche einer sehr langen zylindrischen Probe formuliert und unter der Bedingung gelöst, daß ein Probenende *sinusförmigen* Temperaturschwankungen der Frequenz ω unterliegt. Wird nun an zwei Stellen auf der Probe, deren Entfernung voneinander x betrage, die Temperaturwelle verfolgt, so ergibt sich aus dem Amplitudenverhältnis q und der Phasenverschiebung φ zwischen den Meßstellen die Temperaturleitfähigkeit $a = \lambda / \rho c_p$ zu

$$a = x^2 \frac{\omega}{2 \varphi \ln q} \quad (1)$$

Es bedeuten ferner: λ = Wärmeleitfähigkeit, ρ = Dichte und c_p = spezifische Wärme bei konstantem Druck.

Während der Messung befindet sich die etwa 20 cm lange und 0,5 cm dicke Probe in einem 60 cm langen elektrisch beheizten Röhrenofen, der als äußeres Temperaturbad betrachtet werden kann. Die sinusförmigen

Temperaturwellen werden durch elektrische Beheizung einer kleinen Heizwicklung mit Hilfe geeigneter elektronischer Hilfsmittel auf dem einen Ende der Probe erzeugt. Die mit einem speziellen Generator erzeugte stufenförmige Heizspannungsfunktion approximiert die Funktion $U = |U_0 \cdot \sin(\omega/2)t|$. Dadurch ergeben sich gute Form-, Amplituden- und Frequenzkonstanz und gleichzeitig schnelle Einstellbarkeit der Temperaturwelle.

Die an den Meßstellen abgegriffenen Temperaturdifferenzen Proben temperatur-Badtemperatur, die weitgehend von der Badtemperatur unabhängig und somit drifffrei sind, werden verstärkt und der X- bzw. Y-Achse eines Zwei-Koordinatenschreibers zugeführt. Während einer Schwingungsdauer registriert der Schreiber somit eine Lissajousche Figur — im vorliegenden Fall eine Ellipse —, aus der in bekannter Weise Phasenverschiebung und Amplitudenverhältnis der Temperaturwelle ermittelt werden kann. GONSKA¹ gibt auch ein Korrekturverfahren an, das bei langsamen Temperaturdriften eine Auswertung der dann nicht mehr geschlossenen Figuren ermöglicht.

Das hier angedeutete Verfahren stellt die Abwandlung einer von ÅNGSTRÖM² vorgeschlagenen Methode dar. Über ein ähnliches Verfahren haben in jüngster Zeit unabhängig von der eigenen Arbeit SHANKS, KLEIN und DANIELSON³ berichtet. Eine ausführliche Darstellung des eigenen Meßverfahrens werden GONSKA und KIERSPE⁴ zu einem späteren Zeitpunkt an anderer Stelle geben.

In einer Fehlerbetrachtung zeigt GONSKA¹, daß bei diesem und ähnlichen Verfahren die Genauigkeit der Messung stark von der Wahl der geeigneten Frequenz und Amplitude der Temperaturwelle abhängt. Es ergeben sich folgende grundsätzliche Regeln:

¹ H. GONSKA, Diplomarbeit, Univ. Köln 1968.

² A. J. ÅNGSTRÖM, Ann. Phys. 114, 513 [1861].

³ H. R. SHANKS, A. H. KLEIN u. G. C. DANIELSON, J. Appl. Phys. 38, 2885 [1967].

⁴ H. GONSKA u. W. KIERSPE, Z. Angew. Phys., demnächst.



1. Die Amplitude der Temperaturwelle soll an keiner Stelle 3°C überschreiten und $0,3^\circ\text{C}$ nicht unterschreiten.
2. Das Amplitudenverhältnis soll bei etwa 2,7 liegen.
3. Der Abstand der Thermoelemente soll etwa ein Sechstel der gesamten Probenlänge betragen.
4. Die optimale Schwingungsdauer τ (in sec) ist gegeben durch

$$\tau = 0,07 \cdot l^2/a. \quad (2)$$

In dieser Gleichung ist l die Gesamtlänge der Probe in cm und a die Temperaturleitfähigkeit in cm^2/sec .

Messungen wurden bisher an reinem Eisen und an einem austenitischen Stahl von Raumtemperatur bis nahezu 1000°C durchgeführt. Die Eisenprobe hat die folgende chemische Zusammensetzung in Gew.-Proz.: 0,0027 C, 0,001 Si, 0,001 Mn, 0,002 S, Spuren von Cr, 0,064 O₂ und 0,001 N₂. In Abb. 1 a ist die Tempera-

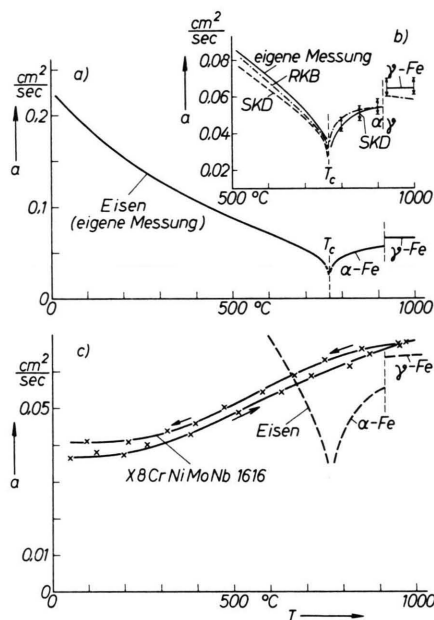


Abb. 1. Temperaturleitfähigkeit von Eisen und dem austenitischen Stahl X8CrNiMoNb 16 16 zwischen Raumtemperatur und 1000°C . SKD = SHANKS, KLEIN u. DANIELSON³; RKB = RICHTER u. KOHLHAAS⁶ sowie BRAUN u. KOHLHAAS⁷.

tureitfähigkeit gegenüber der Temperatur aufgetragen; Abb. 1 b bringt einen Ausschnitt mit Literaturvergleich in der Umgebung der Curie-Temperatur T_c des Eisens. Zwischen 0 und 650°C läßt sich die Temperaturleitfähigkeit recht gut durch die Funktion

$$a = 0,228 \cdot \exp(-T/520) \quad (3)$$

annähern. Dabei ist die Temperatur in $^\circ\text{C}$ einzusetzen; die Konstante hat die Dimension cm^2/sec .

Die eigenen Meßergebnisse stimmen innerhalb der Meßunsicherheit von etwa 2% mit den von ABELES, CODY und BEERS⁵ veröffentlichten Daten überein. Die im gleichen Temperaturbereich gewonnenen Meßergebnisse von SHANKS, KLEIN und DANIELSON³ (in Abb. 1 b mit SKD bezeichnet) sowie die aus Messungen der Wärmeleitfähigkeit von RICHTER und KOHLHAAS⁶ und aus Messungen der spezifischen Wärme von BRAUN und KOHLHAAS⁷ berechneten Werte der Temperaturleitfähigkeit (in Abb. 1 b mit RKB bezeichnet) sind in dem Bildausschnitt mit den eigenen verglichen. Die Balken zwischen T_c und der α - γ -Umwandlung des Eisens geben die durch unterschiedliche Wärmebehandlung von SHANKS, KLEIN und DANIELSON³ an Armco-Eisen gefundene Streubreite an. — In Tab. 1 sind die aus den eigenen Messungen nach Gl. (1) gewonnenen Werte für die Temperaturleitfähigkeit aufgeführt, ferner die Werte für die Wärmeleitfähigkeit nach RICHTER und KOHLHAAS⁶ und die Werte für die spezifische Wärme nach BRAUN und KOHLHAAS⁷, aus denen sich in Verbindung mit der Dichte⁸ die Temperaturleitfähigkeit berechnen läßt. Die Übereinstimmung aller in jüngster Zeit bekannt gewordenen Daten für die Temperaturleitfähigkeit des Eisens kann in Anbetracht der Schwierig-

Temp. in $^\circ\text{C}$	$a_{\text{gem.}}$ in cm^2/sec	λ in $\text{W}/\text{cm} \cdot \text{grad}$	c_p in $\text{J}/\text{g} \cdot \text{grad}$	ρ in g/cm^3	$a_{\text{ber.}}$ in cm^2/sec
0	0,228 *	0,822	0,431	7,86	0,243
20	0,219	0,810	0,427	7,86	0,241
50	0,206	0,777	0,455	7,85	0,218
100	0,187	0,731	0,479	7,84	0,195
150	0,171	0,685	0,501	7,83	0,175
200	0,155	0,640	0,522	7,82	0,157
250	0,141	0,595	0,540	7,81	0,141
300	0,128	0,561	0,560	7,80	0,128
350	0,116	0,530	0,581	7,79	0,117
400	0,107	0,500	0,603	7,78	0,108
450	0,097	0,469	0,626	7,77	0,096 ₅
500	0,088	0,440	0,656	7,76	0,086 ₅
550	0,080	0,412	0,693	7,75	0,077
600	0,071 ₅	0,387	0,737	7,74	0,068
650	0,063 ₀	0,366	0,800	7,73	0,059 ₂
700	0,052 ₅	0,347	0,890	7,72	0,050 ₅
725	0,047 ₁	0,339	0,962	7,72	0,045 ₆
750	0,040 ₀ *	0,331	1,101	7,71	0,039 ₀
775	0,035 ₂	0,331	0,969	7,71	0,044 ₃
800	0,044 ₅	0,320	0,847	7,70	0,049
825	0,049	0,315	0,788	7,70	0,051 ₉
850	0,051 ₅	0,310	0,760	7,69	0,053
900	0,054 ₂	0,301	0,724	7,68	0,054
916	0,055 *	0,300	0,718	7,68	0,054 ₅
916	0,064 ₅	0,280	0,595	7,60	0,062
950	0,064 ₅	0,274	0,598	7,59	0,060 ₅
1000	0,065	0,271	0,604	7,58	0,059 ₂

Tab. 1. Temperaturleitfähigkeit a , Wärmeleitfähigkeit λ , spezifische Wärme c_p und Dichte ρ von Eisen zwischen 0 und 1000°C (* extrapolierter Wert).

⁵ B. ABELES, G. D. CODY u. D. S. BEERS, J. Appl. Phys. **25**, 58 [1954].

⁶ F. RICHTER u. R. KOHLHAAS, Arch. Eisenhüttenwes. **36**, 827 [1965].

⁷ M. BRAUN u. R. KOHLHAAS, Phys. Stat. Sol. **12**, 429 [1965]; s. a.: O. VOLLMER, R. KOHLHAAS u. M. BRAUN, Z. Naturforsch. **21 a**, 183 [1966].

⁸ Literaturwerte.

keiten, im Bereich hoher Temperaturen solche Messungen auszuführen, als zufriedenstellend angesehen werden.

Der hochwarmfeste austenitische Turbinenstahl X8CrNiMoNb 16 16 hat die folgende chemische Zusammensetzung: 0,05 C, 0,67 Si, 1,3 Mn, 15,8 Cr, 1,39 Mo, 15,8 Ni, 0,84 Nb und 0,001 N₂; Wärmebehandlung: 15 Min. bei 1100 °C gegläht, dann an Luft abgekühlt. KOHLHAAS und Mitarbeiter⁹ haben an diesem Stahl auch Messungen der magnetischen Suszeptibilität bis herab zur Siedetemperatur des flüssigen Heliums ausgeführt und bei 18 °K ein Maximum im Suszeptibilitätsverlauf gefunden, das einen Hinweis auf antiferromagnetisches Verhalten dieses Stahles bei tiefen Temperaturen gibt. Die an diesem Stahl für die Temperaturleitfähigkeit gewonnenen Ergebnisse sind in Abb. 1 c eingezeichnet. Da das Aufheizen während der Messung eine Wärmebehandlung bedeutet, ist es verständlich, daß die beim Aufheizen und beim Abkühlen gefundenen Kurven nicht vollständig zusammenfallen. Ein Literaturvergleich ist bei diesem Stahl nur indirekt möglich, wenn man überhaupt die für einen rostfreien 18/8-Stahl in einem Sammelband¹⁰ (es handelt sich dort um den Stahl Nr. 19) angeführten Abschätzungen zum Vergleich heranziehen will; die Größenordnung

wird hierbei zahlenmäßig richtig getroffen. Bei diesem Stahl fällt auf, daß die Temperaturleitfähigkeit gegenüber reinem Eisen oberhalb 680 °C höher liegt, da eine Anomalie der spezifischen Wärme in der Umgebung der Curie-Temperatur wie beim reinen Eisen fortfällt. Das Verhalten der Temperaturleitfähigkeit des Eisens sowie ferritischer Eisenwerkstoffe in der Umgebung der Curie-Temperatur sollte ein Hinweis sein, beim Wärmen von Stahlblöcken in Zukunft dem Bereich um die Curie-Temperatur stärkere Beachtung zu schenken.

— Bei den eigenen Untersuchungen zeigte sich somit, daß das hier skizzierte Verfahren zur Ermittlung der Temperaturleitfähigkeit auch bei schlecht temperaturleitenden hochlegierten Eisenwerkstoffen einsetzbar ist. Die Berichtersteller halten es durchaus für möglich, dieses Verfahren auch oberhalb von 1000 °C anwenden zu können.

Herrn Prof. Dr. HEINRICH LANGE danken wir für die Förderung dieser Arbeit. Das reine Eisen wurde uns von Herrn Dr. G. NÄESER, Mannesmann-Forschungsinstitut GmbH, Duisburg-Huckingen, und das Probenmaterial für die Untersuchungen an dem austenitischen Stahl von Herrn Dr. H. FABRITIUS, August Thyssen Röhrenwerke AG, Metallurgische Abteilung in Düsseldorf, zur Verfügung gestellt. Den genannten Herren sei für ihre Unterstützung recht herzlich gedankt.

⁹ R. KOHLHAAS, A. A. RAIBLE, W. ROCKER u. W. D. WEISS, Z. Naturforsch. **23 a**, 611 [1968].

¹⁰ Physical constants of some commercial steels at elevated temperatures, Butterworths Scientific Publications, London 1953.