

KfK 3397

Mai 1985

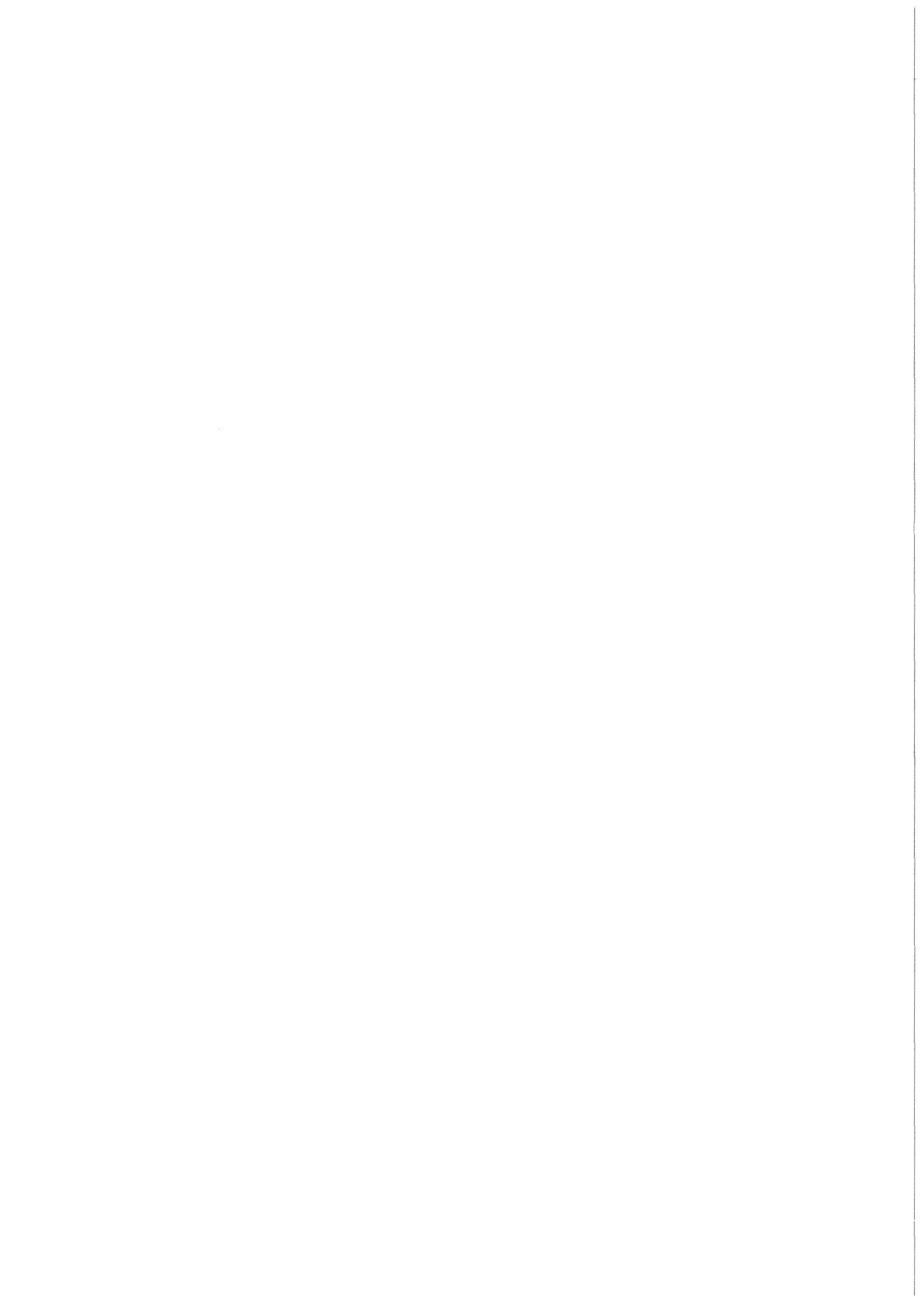
**Zeitstand- und
Strukturuntersuchungen am
SNR-Strukturwerkstoff
X6CrNi 1811 (1.4948)
im Rahmen des
Extrapolationsprogrammes**

Abschlußbericht

**M. Schirra, K. Ehrlich, R. Groß, B. Seith
Institut für Material- und Festkörperforschung**

**R. R. Solano, M. de las Rivas, S. Barroso
Junta de Energia Nuclear (JEN)**

Kernforschungszentrum Karlsruhe



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 3397

"Zeitstand- und Strukturuntersuchungen am SNR-Strukturwerkstoff
X6CrNi 1811 (1.4948) im Rahmen des Extrapolationsprogrammes"
(Abschlußbericht)

M. Schirra

R.R. Solano^{x)}

K. Ehrlich

B. Seith

M. de las Rivas^{x)}

R. Groß

S. Barroso^{x)}

Diese Arbeit wurde im Rahmen der Zusammenarbeit
auf dem Gebiet der friedlichen Nutzung der Kern-
energie zwischen dem Kernforschungszentrum
Karlsruhe (KfK) und der Junta Energia Nuclear (JEN)
durchgeführt.

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

^{x)} Junta de Energia Nuclear, Madrid, Spanien

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

Kurzfassung

Am Grundwerkstoff und an Schweissverbindungen des SNR-Strukturmaterials X6CrNi 18 11 (DIN 1.4948) wurden im Temperaturbereich 550° C bis 750° C Zeitstandversuche bis zu Standzeiten von $\geq 30\ 000$ Stunden durchgeführt. Die Ergebnisse zum Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten stützen experimentell die der Auslegung zugrunde liegenden Werkstoffkennwerte ab und erlauben eine Extrapolation auf anlagenrelevante Einsatzzeiten.

Die Struktur im Grundwerkstoff der gebrochenen Zeitstandproben wurde licht- und transmissionselektronenmikroskopisch untersucht und teilweise quantitativ ausgewertet. Die an den Korngrenzen und im Korn gefundenen Ausscheidungen gehören alle dem Typ $M_{23}C_6$ an. Ihre an Gitterfehlstellen gebundene Nukleation ist abhängig von der Versetzungskonfiguration und -bewegung. Es besteht daher eine Wechselwirkung zwischen Kriechvorgang und Ausscheidungsbildung, welche die Abweichung des Verlaufs von $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$ vs. $\log \dot{\epsilon}_0$ von einer Geraden erklärt und sich im Verlauf der Duktilitätskennwerte nachweisen lässt. Die sich in Konkurrenz zu den Matrixausscheidungen bildenden Korngrenzenausscheidungen begünstigen den interkristallinen Bruch.

Abstract

Creep-rupture-tests and microstructure-investigations on the SNR-300 structural-material X6CrNi1811 (DIN 1.4948) in the frame of the "Extrapolation-Program" (Final report)

The austenitic stainless steel X6CrNi 1811 (DIN 1.4948) which is used as a structural material for the German Fast Breeder Reactor SNR 300 was creep-tested in a temperature range of 550-750^o under base material condition as well as welded material. The results of the creep-rupture-strength and creep-behaviour up to $\geq 30\ 000$ hrs support experimentally the extrapolation up to operating times $\geq 10^5$ hours.

The microstructure in the basic material of the broken test-specimens was studied by light and transmission electron microscopy and partly evaluated in a quantitative form. All precipitates found at the grain boundaries and inside the grains belong to the type $M_{23}C_6$. Their nucleation is bound to the defects of the cristal lattice and hence depends on the configuration and movement of the dislocations. Therefore a mutual correlation between the creep-process and the nucleation of precipitates exists. This explains the divergence of the plot $\log \dot{\epsilon}_{\min}$ vs. $\log \sigma_0$ from a straight line and influences the ductility values. The precipitates at the grain boundaries, which nucleate in competition with the matrix precipitates favour the intercrystalline rupture.

Resumen

Comportamiento a la fluencia lenta y estudios microestructurales del acero X6CrNi1811.DIN 1.4948 (material de estructura para el reactor SNR-300) en el "Programa de Extrapolación" (Informe - final)

Se han llevado a cabo ensayos de larga duración en el material de estructura del reactor rápido alemán SNR 300, X6CrNi 1811 (DIN 1.4948) tanto en el material base como en el material soldado. El rango de temperaturas de ensayo fue 550-750^o C alcanzandose tiempos de rotura superiores a 30 000 horas. Los resultados de resistencia a la rotura y el comportamiento bajo fluencia lenta apoyan los valores que fueron base en el diseno y permiten una extrapolación a tiempos reales de servicio.

La microestructura del material base de todas las probetas fracturadas ha sido estudiada por microscopia optica y electronica realizandose estudios cuantitativos. Los precipitados encontrados tanto en matriz como en bordes de grano corresponden al tipo $M_{23}C_6$. La nucleación de estos precipitados en la red distorsionada depende del movimiento y de la configuración de las dislocaciones. Existe una interacción entre el proceso de fluencia y el de formación de precipitados, la cual explica la desviación de la relación lineal existente entre $\log \dot{\epsilon}_{\min}$ $\log \sigma_0$. Este interacción se acusa tambien en los valores de ductilidad observados. La formación de precipitados en bordes de grano, que se encuentra en competencia con la formación de los mismos en matriz, fovorece la rotura intercrystalina.

<u>Gliederung</u>	<u>Seite</u>
1. Einleitung	9
2. Versuchsmaterial	10
3. Versuchsdurchführung	13
Teil A 4. Versuchsergebnisse Zeitstandversuche	14
4.1 Stand des Versuchsprogrammes	14
4.2 Belastungsdehnung	15
4.3 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen	16
4.4 Bruchverhalten der geschweissten Proben	18
4.5 Vergleich Grundwerkstoff-Schweissverbindung	18
4.6 Bruchdehnung und Brucheinschnürung	19
4.7 Kriechverhalten	21
4.8 Extrapolation	27
Teil B 5. Strukturuntersuchungen des Grundwerkstoffes	33
5.1 Lichtmikroskopische Strukturuntersuchungen	33
5.1.1 Allgemeine Gefügebetrachtung, Korngrösse und Korndeformation	33
5.1.2 Rissbildung und Bruchverhalten	36
5.2 Elektronenmikroskopische Strukturuntersuchungen	41
5.2.1 Art und Morphologie der Ausscheidungen	41
5.2.2 Quantitative Erfassung der Ausscheidungen	43
5.2.3 ZTA-Schaubild	48
5.3 Verlauf der Härte im Einspannkopf mit der Standzeit	49
5.4 Die Beziehungen der Werkstoffstruktur zur Duktilität	51
6. Diskussion	53
7. Zusammenfassung	62
8. Literatur	65
Tabellen	71
Abbildungen	91



Verzeichnis der Abbildungen

Teila

- Bild 1 : Ausgangsgefüge Grundwerkstoff
- 2 : Probenlage und Probenformen
 - 3 : Schweissnaht und Probenlage
 - 4 : Härteverlauf in der Schweissnaht
 - 5 : Zugfestigkeitseigenschaften, GW und SV
 - 6 : Zeitstandprüflabor, KfK und JEN
 - 7 : Teststrecke
 - 8 : Programmschema
 - 9 : Zeitstandfestigkeitsschaubild GW und SV
 - 10 : Belastungsdehnung ϵ_0 vs. σ_0
 - 11 : Zeit-Dehngrenzen vs. σ_0 für 550⁰, GW
 - 12 : " " 600⁰, "
 - 13 : " " 650⁰, "
 - 14 : " " 650⁰, "
 - 15 : " " 700⁰, "
 - 16 : " " 750⁰, "
 - 17 : " " 550⁰, SV
 - 18 : " " 600⁰, "
 - 19 : " " 650⁰, "
 - 20 : Bruchlage der geschweissten Proben
 - 21 : Vergleich Standzeit und $t_{1\%}$ der GW und SV-Proben
 - 22 : Bruchdehnung vs. Standzeit
 - 23 : Brucheinschnürung vs. Standzeit
 - 24 : Kriechdehnung ϵ_f vs. Standzeit
 - 25 : Kriechkurven-Typen
 - 26 : Min. Kriechgeschwindigkeit vs. Spannung (GW)
 - 27 : Min. Kriechgeschwindigkeit vs. Spannung (SV)
 - 28 : Mittlere Kriechgeschwindigkeit vs. Spannung (GW)

- 29 : Standzeit vs. min. Kriechgeschwindigkeit (GW)
- 30 : Standzeit vs. min. Kriechgeschwindigkeit (SV)
- 31 : Anteil der verschiedenen Kriechbereiche (GW)
- 32 : Larson-Miller-Zeitstand Hauptkurve (GW)
- 33 : Larson-Miller-Zeitstand Hauptkurve (SV)
- 34 : Larson-Miller-Zeit-Dehngrenzen Hauptkurve (GW + SV)

Teil B

- Bild 35 : Ungeätzte Längsschliffe von Bruchzonen einiger Zeitstandproben; Prüft. 550° C und 750° C
- 36 : Geätzte Längsschliffe aus der Bruchzone einiger Zeitstandproben; Prüft. 550° C und 600° C
- 37 : Geätzte Längsschliffe aus der Bruchzone einiger Zeitstandproben; Prüft. 650° C, 700° C und 750° C
- 38 : Längsschliff aus der Bruchzone der Zeitstandprobe ZS 2000 mit verfestigender Oberflächenverformung
- 39 : Geätzte Längsschliffe von Zeitstandproben; Prüft. 550° C.
Vergleich von Einspannkopf und Messlänge
- 40 : Geätzte Längsschliffe aus dem Einspannkopf einiger Zeitstandproben; Prüft. 600° C und 650° C
- 41 : Geätzte Längsschliffe aus dem Einspannkopf einiger Zeitstandproben; Prüft. 700° C und 750° C
- 42 : Geätzte Längsschliffe einiger Zeitstandproben aus dem Einspannkopf und der Probenmesslänge; Prüft. 750° C; Kornverformung
- 43 : REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben; Prüft. 550° C
- 44 : REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben; Prüft. 600° C
- 45 : REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben; Prüft. 650° C

- 46 : REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben;
X6CrNi18 11; 1.4948; GW 206; Prüft. 700° C
- 47 : REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben;
X6CrNi18 11; 1.4948; GW 206; Prüft. 750° C
- 48 : Zeit-Temperatur-Schaubild der Bruchformen
- 49 : Liniendichte der Dimpel in Abhängigkeit von der Standzeit;
Prüft. 550° C und 750° C
- 50 : Das Oktaeder als Grundform der Ausscheidungen vom Typ $M_{23}C_6$
- 51 : Die kristallographische Orientierung der Ausscheidungen vom
Typ $M_{23}C_6$
- 52 : Der mittlere Durchmesser der Matrixausscheidungen in Abhängigkeit
von der Standzeit; Prüft. 550° C und 750° C
- 53 : Die Flächendichte der Matrixausscheidungen als Mass für die
Konzentration in Abhängigkeit von der Standzeit; Prüft.
550° C und 750° C
- 54 : Die prozentuale Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen als
Mass für die Menge in Abhängigkeit von der Standzeit;
Prüft. 550° C und 750° C
- 55 : Grössenverteilung der Matrixausscheidungen im Einspannkopf nach
zwei verschiedenen Standzeiten; Prüft. 750° C
- 56 : Verteilung der Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen im
Einspannkopf nach zwei verschiedenen Standzeiten; Prüft. 750° C
- 57 : Die Breite der Korngrenzenausscheidungen in Abhängigkeit von
der Standzeit; Prüft. 550° C und 750° C
- 58 : Zeit-Temperatur-Ausscheidungsschaubild
- 59 : Abweichung der Kriechcharakteristik von einer Geraden
 $\log \dot{\epsilon}_{\text{pmin}} = n \log \sigma_0 + B$ als Folge der spannungs-
und standzeitbedingten Strukturänderungen des Werkstoffs
- 60 : Die Zeit $t_{\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}}$ in Abhängigkeit von der Prüfspannung und der
Prüftemperatur
- 61 : Die Härte HV 30 im Einspannkopf in Abhängigkeit von der

- Standzeit; Prüft. 550° C und 750° C
- 62 : Die Kriechdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit; Prüft. 550° C und 750° C
- 63 : Die Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit; Prüft. 550° C und 750° C
- 64 : Die Monkman-Grant-Beziehung für $m = 1$ in Abhängigkeit von der Standzeit; Prüft. 550° C und 750° C
- 65 : TEM-Aufnahmen aus der Messlänge; Prüft. 550° C; Nennspannung 270 MPa; Standzeit 146 h; beginnende Zellbildung (Zellgrösse ca. 340 nm)
- 66 : TEM-Aufnahmen aus der Messlänge; Prüft. 550° C; Nennspannung 250 MPa; Standzeit 1002 h; breite Zellwände mit Ausscheidungen besetzt (Zellgrösse ca. 430 nm)
- 67 : TEM-Aufnahmen aus der Messlänge a) und der Bruchzone b); Prüft. 550° C; Nennspannung 220 MPa; Standzeit 4084 h; Zellwände sind dichter (Zellgrösse ca. 520 bzw. 550 nm)
- 68 : TEM-Aufnahmen aus der Messlänge; Prüft. 550° C; Nennspannung 190 bzw. 200 MPa; Standzeit 7410 bzw. 6900 h; Zellwände werden zu Subkorngrenzen und sind nicht mit Ausscheidungen belegt
- 69 : Abweichung der Zeitbruchlinie von einer Geraden $\log t_m = n' \log \sigma_0 + B'$ als Folge der spannungs- und standzeitbedingten Strukturänderungen des Werkstoffs.

1. Einleitung

Der unstabilisierte austenitische Stahl X6CrNi 1811 ist seit Ende der sechziger Jahre in Deutschland im Kesselbau auch für höhere Temperaturen zugelassen. Aufgrund seiner besseren Schweissbarkeit bei dickwandigeren Teilen ist er bis zu bestimmten Einsatztemperaturen u.a. eine Alternative zu den stabilisierten austenitischen Stählen.

Die verschiedenen Eigenschaften sowie das Kurz- und Langzeitfestigkeitsverhalten des unter der Werkstoffnummer 1.4948 bekannten Stahles sind durch die Schriften der Hersteller /1/ und DIN-Norm /2/ bekannt und für konventionelle Anwendungsfälle durch positive Erfahrungen bestätigt /3/.

Für den z.Zt. im Bau befindlichen Schnellen Natriumgekühlten Reaktor SNR 300 wurde dieser Stahl als Anlagenstrukturwerkstoff (Tank, Rohrleitungen usw.) gewählt. Die Verwendung im Reaktorbau erfordert weitere Untersuchungen in bezug auf spezielle Fragenstellungen, insbesondere dann, wenn im Hochtemperaturbereich amerikanische Auslegungsvorschriften übernommen werden /4/. Die Auslegung der temperaturbeanspruchten Strukturteile des Schnellen Brütters beruht wesentlich auf den Kennwerten aus Zeitstandversuchen. Unabhängig von der Datenbasis der Stahlhersteller zu dem Stahltyp 1.4948 war es notwendig, entsprechende Versuche an dem speziellen Material durchzuführen, welches beim Bau des SNR 300 verwendet wird. Diese Versuche decken in der Regel den Zeitraum bis zu 10^4 h ab. Gemessen an der Anlagenlebensdauer von $\cong 10^5$ h reichten die experimentell abgedeckten Zeiträume für eine sichere Extrapolation bzw. eine ökonomische Auslegung nicht aus. Nun ist es experimentell nicht möglich, vorlaufend oder baubegleitend Versuche durchzuführen, die der Anlagenlebensdauer entsprechen. Allerdings ist es in begrenztem Rahmen möglich, mit Ergebnissen, die bei etwas höheren Temperaturen ermittelt wurden, auf das Verhalten bei etwas niedrigeren Temperaturen (Betriebstemperatur) zu extrapolieren.

Für Versuche am Grundwerkstoff und seine Schweissverbindung wurde deshalb ein Versuchsprogramm konzipiert, das im Temperaturbereich 550–650° C, Versuche bis 30000 std vorsah ("Extrapolationsprogramm").

Dieses Programm wurde im Rahmen der deutsch-spanischen Zusammenarbeit in den Anlagen der Division de Metalurgia bei der Junta de Energia Nuclear (JEN) in Madrid im Zeitraum Oktober 1975 bis August 1982 durchgeführt. Ergänzt wurde das Programm durch Versuche bei 550–650° C und 650–750° C an Material gleicher Charge des Grundwerkstoffes bei KfK/IMF II.

Zwischenberichte /5/6/7/ gaben Aufschluss über den jeweiligen Stand des Versuchsprogrammes. Der vorliegende Bericht umfasst abschliessend im Teil A die Ergebnisse der Zeitstandversuche (Autoren Schirra-Solano-Rivas-Seith) und im Teil B die Ergebnisse der licht- und elektronenmikroskopischen Nachuntersuchungen (Autoren Gross-Ehrlich-Barroso).

2. Versuchsmaterial

Das Versuchsmaterial wurde vom Stahlwerk Südwestfalen in Blechen der Abmessung 500 x 1000 x 20 mm mit der Chargen-Nr.231861 (IA-Bez.: GW 206) geliefert. Laut Werkszeugnis erfolgte die Erschmelzung im Elektroofen unter der Markenbezeichnung Vacc. 6-12, Verfahren Ic. Die chemische Zusammensetzung geht aus Tabelle I hervor. Die Werksanalyse und Kontrollanalyse von IA sind der SNR-Spezifikation und der allgemeinen Richtanalyse des VDEH (Verein Deutscher Eisenhüttenleute) gegenübergestellt.

Die Endwärmebehandlung wurde vom Lieferanten unter Betriebsbedingungen ausgeführt und umfasste ein Lösungsglügen zwischen 1000–1080° C mit nachfolgendem Abschrecken. Das Mikrogefüge ist in Bild la-c dargestellt und ist repräsentativ für die im weiteren Verlauf benutzte Bezeichnung

Grundwerkstoff-Anlieferungszustand.

Die Korngrösse nach ASTM liegt zwischen 3-5. Die Härte liegt bei der Querprobe zwischen 147-157 und bei der Längsprobe zwischen 134-140 (HV30).

Von den Blechen wurden Streifen der Abmessung 20 x 20 x 200 mm abgeschnitten, aus denen die Proben herausgearbeitet wurden. Als Probenform kamen Gewindekopfproben $\varnothing 8 \times 50 \text{ mm}$ ($d_o \times L_o$) wie im Bild 2-A dargestellt, zum Einsatz.

Für die Prüfung der Schweissverbindung wurden mit 30° - Flanken versehene Bleche der Abmessung 1000 x 350 x 20 mm durch WIG- und E-Handschiessung in 7 Lagen (X-Naht) miteinander verbunden. Das Schweißprotokoll ist als Tabelle 2 beigegeben. Von den geschweissten Blechen wurden ebenfalls Streifen der Abmessung 20 x 20 x 200 mm abgeschnitten, aus denen die gleiche Probenform wie beim Grundwerkstoff (Bild 2A) herausgearbeitet wurde. Aus dem Bereich des Grundwerkstoffes links und rechts der Schweissverbindung wurden Proben der Form B ($d_o \times L_o = \varnothing 5 \times 25 \text{ mm}$) herausgearbeitet.

Bild 2 zeigt unter C und D noch zwei weitere Probenformen. Form C ist eine Stundenglas-Probe, wie sie für low-cycle-fatigue-Versuche verwendet wird. Es liegen auch Zeitstandversuchsergebnisse der gleichen Charge mit dieser Probenform vor, auf die Bezug genommen wird. Ebenso wird Bezug genommen auf Ergebnisse an geschweissten Proben der Form D, die für Zeitstandversuche unter strömendem Natrium speziell ausgeführt ist /10/.

Ein Vergleich der Versuchsergebnisse verschiedener Probenformen beim Grundwerkstoff ist unproblematisch. Bei den geschweissten Proben jedoch ist der Anteil der Schweisszone in der Messlänge bzw. am Probendurchmesser sehr unterschiedlich.

Im Bild 3 ist masstabgerecht die Lage der Probenformen ins Ausgangsmaterial projiziert und zeigt den Anteil der Schweisse in der Messlänge. Bei der Probe \varnothing 8 x 50 mm (JEN-Versuche) besteht der grösste Teil der Messlänge aus Grundwerkstoff und in der Mitte aus Schmelzgut der WIG-geschweissten Wurzellage (Gefüge c) mit Schweissgut der Füllagen (Gefüge b). Zu beiden Seiten der Schweissnaht ist eine wärmebeeinflusste Zone von ca. 0.7 mm Breite mit grobem Korn erkennbar (Gefüge e).

Ähnlich im Durchmesser ist der Anteil des Schweissgefüges bei der Probe \varnothing 8.8 x 21 mm (GRIM-Probe), jedoch, und das ist der wesentliche Unterschied, liegt die Schweisse im Bereich des kleinsten Durchmessers und hat somit einen wirksameren und auch grösseren Anteil an der Messlänge. Bei der Probenform D mit nur 4 mm Durchmesser besteht die Schweissnaht nur aus Schmelzgut der Wurzellage (Gefüge c) + wärmebeeinflusste Zone (Gefüge e).

Der Härteverlauf längs und quer in der Schweissnaht ist im Bild 4 dargestellt. Gegenüber dem Grundwerkstoff liegen die Härtewerte in der Schweissnaht und insbesondere in der Mittelzone mit dem Schmelzgut der Wurzellage, höher.

Die Bestimmung des δ -Ferrit-Gehaltes in der Schweissverbindung ergab je nach Untersuchungsmethode und Labor Werte zwischen 1.5 - 6.6 % /8/.

Die gefertigten Zeitstandproben (Form A) mit der Schweisse in der Messlänge wurden bei der JEN vor dem Einsatz röntgenografisch untersucht. Nach ASTM-E 142-72 Norm können Fehler von 0.4 mm Durchmesser und 0.2 mm Tiefe bestimmt werden. 2 Proben wiesen Fehler auf und wurden ausgesondert.

Zur Charakterisierung des Grundwerkstoffes und der Schweissverbindung sind im Bild 5 die Zugfestigkeitseigenschaften der Charge GW 206 für den Temperaturbereich RT-900° C dargestellt, wie sie von der Firma Interatom ermittelt und in /8/ publiziert wurden. Insbesondere im Hinblick auf die

Streckgrenze $\sigma_{0.2}$ ($R_{p0.2}$) decken sich die Werte sehr gut mit den Ergebnissen des VDEH an diesem Stahl /5/ und eigenen Werten an anderen SNR-Chargen.

3. Versuchsdurchführung

Die Versuche im Extrapolationsprogramm wurden an Gewindekopfproben durchgeführt, die über eine Hebelübersetzung (1:15) durch Gewichte belastet werden. Die Proben sind, als Messlängenbegrenzung, mit umlaufenden Messkragen versehen, an denen das Messgestänge der induktiven Wegaufnehmer befestigt wird. Diese Wegaufnehmer erlauben eine kontinuierliche Registrierung des Kriechverlaufes mit einer Auflösung von $2\mu\text{m}$ (= 0.004%). Als Heizquelle dient ein 3-Zonen-Heizofen, dessen einzelne Zonen separat regelbar sind. Dadurch ist die Versuchstemperatur über die Probenlänge konstant. Die Schwankung über die Versuchszeit liegt bei $\pm 2^\circ\text{C}$. Die Kontrolle der Versuchstemperatur erfolgt durch drei über die Probenlänge verteilte Pt/Rh-Pt-Thermoelemente. Die Anlagen bei KfK/IMF und JEN/Div. de Met. sind von gleicher technischer Ausstattung (Bild 6). Der Aufbau der Teststrecke geht aus Bild 7 hervor.

Das Programm wurde so konzipiert, dass bei den verschiedenen Prüftemperaturen die Versuchsspannungen sich genügend weit überlappen und max. Standzeiten von etwa 30 000 h erreicht werden (Bild 8). Die Versuche bei 550°C sind eine Ergänzung der zahlreichen, bisher im SNR-Konsortium durchgeführten Zeitstandversuche /4/8/9 und eine Erweiterung des bisher experimentell abgedeckten Standzeitbereiches.

In einer ersten Phase wurden die Versuche bis zu 5000 h Standzeit durchgeführt, um anhand dieser Ergebnisse die Versuchsspannungen für die Langzeitversuche festzulegen.

Teil A

4. Versuchsergebnisse-Zeitstandversuche

4.1. Stand des Versuchsprogrammes

Die an der Charge GW 206 bis Juni 1984 an Proben des Grundwerkstoffes und der Schweissverbindung ermittelten Standzeiten sind im Bild 9 in Abhängigkeit von der Versuchsspannung aufgetragen. Im oberen Teildiagramm für den Grundwerkstoff sind neben den Werten der JEN-Versuche an $\varnothing 8 \times 50$ mm-Proben ($d_0 \times L_0$) noch die Werte der KfK-Versuche an $\varnothing 5 \times 25$ mm-Proben und $\varnothing 8.8 \times 21$ mm GRIM-Proben eingezeichnet. Ferner das bisher im SNR-Konsortium erarbeitete Streuband für diese Charge. Diese übersichtliche Darstellung zeigt, dass das angestrebte Ziel des Extrapolationsprogrammes für den Temperaturbereich $550-700^\circ \text{C}$ erreicht bzw. sogar überschritten wurde, nämlich den Standzeitbereich bis 30 000 h (ca. 3.5 Jahre) experimentell abzudecken. Ersichtlich ist auch, dass in bezug auf die Standzeit kein signifikanter Einfluss der Probenform erkennbar ist. Die bei 550° , 600° und 650°C noch laufenden Versuche bei kleineren Versuchsspannungen werden weitergeführt und zusammen mit Langzeitversuchen anderer Chargen des Stahles 1.4948 unter einem anderen Programmtitel in Zukunft weiter verfolgt. Das untere Teildiagramm enthält die Standzeiten der geschweissten Proben. Hier wurde bei 550°C das Ziel mit 30 000 h Standzeit erreicht. Bei 600° und 650°C , insbesondere wegen der beiden "Ausreisser" bei 650° mit 11 und 6 kp/mm^2 , nur knapp. Mit eingezeichnet sind Standzeitwerte bei 550°C von geschweissten Proben der Abmessung $\varnothing 4 \times 20$ mm (Form D-Bild 2), wie sie in Natriumkreisläufen untersucht werden /10/. Die Standzeiten dieser in Normalatmosphäre gefahrenen Proben liegen unter denen der Proben mit $\varnothing 8$ mm Durchmesser. Dies wird aus Bild 3 verständlich, besteht doch bei $\varnothing 4$ mm die Schweisse nur aus dem zentralen Schmelzgefüge, wohingegen die $\varnothing 8$ mm-Proben noch weiteres Material der Füllagen aufweist. Daher ist auch verständlich, dass der Wert der GRIM-Proben $\varnothing 8,8$ mm bei 18 kp/mm^2 im Bereich der JEN-Proben mit $\varnothing 8$ mm

liegt.

Die Tabellen IV-X enthalten alle bisher erzielten Versuchswerte einschliesslich der GRIM- und NaZ-Proben des KfK zu dieser Charge.

4.2 Belastungsdehnung

Hier sei zunächst auf ein typisches Merkmal der austenitischen Stähle im nur thermisch behandelten Zustand hingewiesen, nämlich auf die relativ niedrige Streckgrenze $R_{p0.2}$. Im Falle des hier betrachteten Stahles X6CrNi1811 liegen die Werte für $R_{p0.2}$ im Temperaturbereich 500–750° C zwischen 110–80 MPa für den Grundwerkstoff. D.h., die im Extrapolationsprogramm angewendeten Versuchsspannungen führen bei 550° C und 600° C und teilweise auch bei 650–750° C bei Versuchsbeginn zu plastischen Verformungen $> 0.2\%$ und damit zu einer Verfestigung des Werkstoffes. Dies geht deutlich aus Bild 10 hervor, in dem die Werte für die Belastungsdehnung ϵ_0 in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung aufgetragen sind.

Proben des Grundwerkstoffes erfahren bei Versuchsspannungen > 100 MPa bei Versuchsbeginn plastische Verformungen $> 0.2\%$, die bei 280 MPa bis zu 10% betragen. Die geschweissten Proben zeigen aufgrund des Schweissnahtanteils mit höherer Festigkeit bei gleichen Versuchsspannungen etwas niedrigere plastische Verformungsbeträge. Hier macht sich allerdings sehr stark die Probenform bemerkbar mit ihren unterschiedlichen Anteilen von Schweissgut in der Messlänge. So liegen die GRIM-Proben (Form C), deren kleinster Querschnitt nur aus Schweisse besteht, mit ihren Belastungsdehnwerten erheblich unter den Werten der geschweissten $\varnothing 8 \times 50$ mm-Proben (Form A). Die Na-Vergleichsprobe mit $\varnothing 4 \times 20$ (Form D) liegt dazwischen. Als Bezugspunkt für den jeweils elastischen Anteil sind nach dem Hook'schen Gesetz $\epsilon = \sigma/E$ zwei Gerade eingezeichnet für E-Module von 200 und 150 kN/mm² (RT bis 750° C).

4.3 Zeitstandfestigkeit und Zeit-Dehngrenzen

In den Diagrammen 11-19 sind für jede Prüftemperatur die Zeit-Dehngrenzen (0.1-5%) und die Standzeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung eingezeichnet. Bei den angegebenen Zeit-Dehngrenzen handelt es sich um reine Kriechbeträge ohne die Belastungsdehnung, die im Bild 10 und in den Wertetabellen IV-X separat aufgeführt ist. In diesen Tabellen ist zusätzlich zu den Bildern 11-19 noch der Wert für 10% Kriechdehnung angegeben, soweit er gemessen wurde.

Für 550° C Prüftemperatur und Proben des Grundwerkstoffes sind die Werte im Bild 11 zusammengestellt. Wie schon erwähnt, sind die im Rahmen des Extrapolationsprogrammes durchgeführten Versuche bei 550° C eine Ergänzung zu Versuchen aus anderen Programmteilen. So enthält das Bild 11 neben den JEN-Versuchen an Ø 8 mm-Proben auch die Werte der KfK-Versuche an Ø 5 mm- und Ø 8.8 mm-Proben. Der besseren Übersicht wegen sind neben den Standzeiten nur die Werte für 0.2-1-2% Dehnung eingetragen. Unabhängig von der Probenform ordnen sich die Werte in einer geringen Streubreite gut um jeweils eine Mittelwertkurve ein.

Bei 600° C wurden nur Versuche mit Ø 8 mm-Proben bei der JEN gefahren (Bild 12). Hier und bei den nächsten, höheren Prüftemperaturen zeigt sich, dass mit zunehmender Standzeit die Zeitstandfestigkeitskurven einen stärkeren Abfall aufweisen als die Zeit-Dehngrenzen-Kurven. Die Ursache ist eine Abnahme der Duktilität und somit eine Verkürzung des tertiären Kriechbereiches, wie in dem Kapitel 4.6 noch gezeigt wird.

Die noch laufenden Versuche bei 550° C (13-12-10 kp/mm²) und 600° C (6-7-8 kp/mm²) decken experimentell den Zeitbereich bis $\geq 10^5$ std ab.

In Bild 13 und 14 sind für 650° zur besseren Übersicht die Werte für

Ø 8 mm-(JEN) und Ø 5 mm-Proben (KfK) getrennt dargestellt. Für Zeiten $> 10^2$ h sind die Mittelwertkurven praktisch deckungsgleich. Bei 700°C und 750°C wurden nur beim KfK Versuche mit Ø 5 mm-Proben gefahren (Bild 15 und 16). Diese Versuche zielten vor allem darauf ab, Aussagen zur Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{p_{\min}}$ machen zu können für einen Temperaturbereich, der über den des ursprünglich konzipierten Extrapolationsprogrammes hinausgeht. Daher rührt auch die dichte Belegung des Spannungsintervalls. Dies wiederum vermittelt einen guten Eindruck von der Streubreite der Messergebnisse innerhalb einer Charge.

Ein stärkerer Abfall der Zeitstandfestigkeitskurven gegenüber den Zeit-Dehngrenzkurven verändert auch das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis $R_{p\epsilon} / R_m$ (bei vorgegebener Standzeit) bzw. das Zeitverhältnis $t_{p\epsilon} / t_m$ (bei vorgegebener Spannung). Das Zeit-Dehngrenzen-Verhältnis gibt den technisch nutzbaren Anteil der Zeitstandfestigkeit bzw. der Bruchzeit an und ist gleichzeitig ein Mass für den "Sicherheitsabstand" zwischen einer tolerierbaren Deformation und dem Bruch. Die folgende Tabelle gibt für den Grundwerkstoff die Verhältnismerte $R_{p1\%} / R_m$ bei 10^3 h und 10^4 h für den Temperaturbereich $550^\circ\text{C} - 750^\circ\text{C}$ an.

	$R_{p1\%} / R_m$ (10^3 h)	$R_{p1\%} / R_m$ (10^4 h)
550°C	0.70	0.68
600°C	0.64	0.74
650°C	0.67	0.76
700°C	0.67	0.78
750°C	0.70	0.81

Entsprechende Werte an 3 anderen SNR-Chargen, die noch nicht veröffentlicht wurden, zeigen für 10^4 h durchweg höhere Werte als für 10^3 h, jedoch mit steigender Prüftemperatur abnehmende Werte, die im Temperaturbereich $500-800^\circ\text{C}$

zwischen 0.87-0.59 liegen.

Versuche an geschweissten Proben wurden im Rahmen des EP-Programmes nur bei der JEN bei 550-600-650° C an \varnothing 8 mm-Proben durchgeführt. Die Werte für Standzeit und Zeit-Dehngrenzen sind in den Bildern 17-19 dargestellt. Hier macht sich schon der stärkere Abfall der Zeitstandfestigkeitskurve gegenüber den Zeit-Dehngrenzen-Kurven als Folge des früher einsetzenden Duktilitätsabfalles ab 550° C bemerkbar. Das führt u.a. dazu, dass die 30000 std-Marke bei 600° C und 650° C nicht wie erwartet bei der vorgegebenen Spannung erreicht wurde. Ferner ist der Versuch 650° C-11 kp/mm² als "Ausreisser" zu betrachten.

4.4 Bruchverhalten der geschweissten Proben

Die Darstellung im Bild 20 verdeutlicht die Lage des Bruches bei den Proben mit Schweissnaht. Bei 550° brachen alle Proben und bei 600° die Probe mit der kürzesten Standzeit (194 h) in der Schweissnaht bzw. im Übergang Schweisse-Grundwerkstoff. Bei Standzeiten $\geq 10^3$ std und bei 650° brachen alle Proben im Grundwerkstoff, teilweise mit einer 2. Einschnürung. Lediglich der Versuch 650° - 6 kp/mm² - 12000 h, der auch in seinen übrigen Kennwerten als "Ausreisser" anzusehen ist, weist wieder den Bruch in der Schweisszone auf. Eine genauere Betrachtung des Bruchverhaltens mittels licht- und rasterelektronenmikroskopischer (REM) Untersuchungsmethoden, unter Einbeziehung von geschweissten Proben des ZSMO- und AUSOL-Programmes wird Gegenstand einer weiteren Arbeit sein.

4.5 Vergleich Grundwerkstoff-Schweissverbindung

Als Vergleich Grundwerkstoff zu geschweissten Proben sind im Bild 21 die auslegungsrelevanten Kenngrößen 1%-Zeit-Dehngrenze und Standzeit einander gegenübergestellt. Bei 550° C (Teilbild a) liegt die Zeitstandfestigkeit des

Grundwerkstoffes durchweg 10 MPa über der der geschweissten Proben. Dagegen liegt die 1% Zeit-Dehngrenzen-Kurve der geschweissten Proben 20–30 MPa über der Kurve für den Grundwerkstoff.

Bei 600° C und 650° C ergeben sich gleiche Zeitstandfestigkeitswerte für Grundwerkstoff und Schweissverbindung, jedoch weiterhin um 15–25 MPa bessere Werte der Schweissverbindung für 1% Dehnung. (Teilbilder b+c).

4.6 Bruchdehnung und Brucheinschnürung

Die Duktilitätskennwerte Bruchdehnung A_u (δ) und Brucheinschnürung Z_u (ψ) sind in den Bildern 22 und 23 in Abhängigkeit von der Standzeit aufgetragen.

Ergänzend für den Grundwerkstoff ist im Bild 24 die reine Kriechdehnung

$$\mathcal{E}_f = A_u - \mathcal{E}_0 \text{ dargestellt.}$$

Bisher war der Kenntnisstand der, dass die Duktilität der Proben des Grundwerkstoffes bei 550° bis 10^4 h ziemlich standzeitunabhängig war. Mit steigender Prüftemperatur wird das Material zwar duktiler, jedoch setzt zu immer früheren Zeiten ein Abfall ein, sodass die Werte für 600° – 700° C Prüftemperatur bei längeren Standzeiten noch unter den 550° – Werten liegen.

Durch die in der Zwischenzeit angefallenen Langzeitwerte ($t_m > 15000$ h), unter Einbeziehung der GRIM-Proben ($\varnothing 8.8 \times 21$ mm), zeigt sich, dass auch bei 550° C eine Abnahme der Duktilität zu beobachten ist. So fallen die Bruchdehnungswerte von 20–29% auf rd. 17% bei 20000 h und auf 13% bei 48000 h ab. In gleicher Weise nimmt die Brucheinschnürung bei 550° C von rd. 25% auf 15% ab. Zwar wurden die Werte für 48000 h an einer GRIM-Probe mit einem Messlängenverhältnis von $2.5 \times d_0$ ermittelt, jedoch liegen auch im Standzeitbereich $10^2 - 10^4$ h die Werte dieser Probenform im Bereich der Werte mit $\varnothing 8$ und $\varnothing 5$ mm Durchmesser, die ein Messlängenverhältnis von $6 \times d_0$ bzw. $5 \times d_0$ aufweisen. Die Bilder 22a und

23a zeigen beim Grundwerkstoff die Tendenz, dass sich die Duktilitätskennwerte im Temperaturbereich $550-750^{\circ}\text{C}$ für Zeiten $> 10^4$ h im Bereich 10-15% einpendeln.

Nicht wesentlich anders ist die Aussage, wenn man die reine Kriechdehnung ϵ_f betrachtet, (Bild 24) also ohne die Belastungsdehnung ϵ_o , die ja in dem Wert für die Bruchdehnung A_u enthalten ist. Die Belastungsdehnung erreicht merkliche Beträge ($\cong 10\%$) bei den hohen Versuchsspannungen, also kurzen Standzeiten. Dies führt dazu, dass in den Bereichen, wo die Bruchdehnung weitgehend standzeitunabhängig ist (s. Bild 22a) die Kriechdehnung leicht zunehmend ist. Bei den jeweils längeren Standzeiten, also kleineren Versuchsspannungen, liegen die Werte für ϵ_o unter 1%, sodass für Zeiten $> 10^4$ h die Darstellungen in Bild 22 und 24 deckungsgleich sind.

Bei den geschweissten Proben zeichnet sich ein ähnliches Bild ab, obwohl die Ergebnisse nicht so zahlreich sind. Die Bruchdehnungswerte liegen absolut unter denen des Grundwerkstoffes. Allerdings kann man diese Dehnung nicht allein der Schweißse zurechnen, weil die Messlänge der Proben (50 mm) zum grössten Teil aus Grundwerkstoff besteht. Die Voruntersuchung der Schweißprobe ergab ferner eine wesentlich höhere Härte für die Schweißzone, sodass die geringeren Bruchdehnungswerte der Schweißproben auf den Anteil der Schweißse mit ihrem geringeren Verformungsvermögen zurückzuführen ist. Auch bei den geschweissten Proben besteht die Tendenz, dass die Bruchdehnungswerte bei $t_m > 10^4$ h sich im Bereich 4-8% einpendeln, wobei allerdings bei geschweissten Proben eher mit einem verformungsarmen Bruch gerechnet werden muss, wie der Versuch $650^{\circ}\text{C}-12000$ h zeigt.

Die Brucheinschnürungswerte liegen in einem breiteren Bereich. Das hängt davon ab, ob der Bruch in der Schweißzone oder im Grundwerkstoff erfolgte. Bei 550° und 600°C $< 10^3$ h erfolgt der Bruch in der Schweißnaht mit entsprechend geringerer Einschnürung.

Bei 600°C , $> 10^3$ h und 650°C liegt der Bruch im Grundwerkstoff und es werden grössere Z_u -Werte gemessen. Lediglich der Versuch 650°C -12000 h wiederum zeigt einen Bruch in der Scheweisse und demzufolge einen extrem kleinen Brucheinschnürungswert (Bild 23b).

4.7 Kriechverhalten

Die Verwendung von induktiven Wegaufnehmern direkt an der Probe erlaubt eine exakte Erfassung des Kriechverlaufes bis weit in den tertiären Kriechbereich bzw. bis zum Bruch.

Bei Anwendung der Norton'schen Kriechbeziehung /11/ der Form $\dot{\epsilon} = k \times \sigma^n$ ist die Spannungsabhängigkeit der sekundären bzw. minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ von Bedeutung. Wenn von sekundärer Kriechgeschwindigkeit gesprochen wird, geht man davon aus, dass bei Versuchen mit konstanter Last ein Bereich mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit vorliegt. Bei einfachen Legierungen und geringerer Auflösung des Kriechverlaufes liegt dann die sogenannte klassische Kriechkurve vor, die sich in drei Kriechbereiche unterteilen lässt. (Bild 25).

Tatsächlich zeigt sich aber bei den komplex aufgebauten hochwarmfesten Stählen und bei Verwendung entsprechend empfindlicher Mess-Systeme und Anwendung verbesserter Auswerteverfahren, dass verschiedene Ausbildungsformen von Kriechkurven auftreten, wie sie im Bild 25 von A-D schematisch dargestellt sind. Kriechkurven vom Typ A und B treten in der Regel bei den höheren Versuchsspannungen auf, also wenn die Belastungsdehnung mehrere % beträgt und somit eine merkliche Matrixverfestigung bei Versuchsbeginn vorliegt. Bei mittleren Spannungen ($=R_{p0.2}$) und höheren Temperaturen ($= 650^{\circ}\text{C}$) überwiegen die Kurven vom Typ C. Der Typ D, mit einer zeitabhängigen Kriechgeschwindigkeitserhöhung, wird bei den jeweils mittleren bis niedrigeren Versuchsspannungen und Temperaturen $\geq 600^{\circ}\text{C}$ beobachtet und ist eine Folge von

Ausscheidungsvorgängen, wie die Beschreibung der Strukturuntersuchungen noch zeigen wird. Die Kriechgeschwindigkeit ist in der Regel in dem ersten stationären Bereich (vor der Unstetigkeit) kleiner als im zweiten stationären Bereich.

Die einzelnen Kriechkurven wurden mit Hilfe eines Kurvendigitalisierers in Verbindung mit einem Kleinrechner analysiert. Auf diese Weise wird u.a. im Kriechverlauf in kleinen Schritten die jeweilige Kriechgeschwindigkeit ausgedrückt. Mit dem Erreichen des kleinsten Wertes ($= \dot{\epsilon}_{pmin}$) ist auch das Ende des Primärbereiches gegeben. Soweit aus den Kriechkurven grafisch $\dot{\epsilon}_{pmin}$ bzw. $\dot{\epsilon}_{sek}$ bestimmt wurde, stimmen diese Werte gut mit dem ausgedruckten Wert des Rechners für $\dot{\epsilon}_{pmin}$ überein. Diesem Wert und den daraus empirisch abgeleiteten Abhängigkeiten ist aber mehr technische als physikalische Bedeutung beizumessen, wie Ilschner /12/ zu diesem Punkt klar dargelegt hat. Denn dieser Bereich des minimalen bzw. stationären Kriechens kann nicht einem einfachen dynamischen Gleichgewicht zugeordnet werden, wie bei gefügemässig homogenen Proben, sondern ist das Resultat von mehreren, physikalisch völlig unterschiedlichen Grundvorgängen. Vor diesem Hintergrund sollte auch die Darlegung der folgenden Daten zum Kriechverhalten gesehen werden.

Im Bild 26 ist für den Grundwerkstoff in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung (σ_0) die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{pmin}$ aufgetragen. In dieser doppellogarithmischen Auftragung lassen sich die Wertepaare für jede Prüftemperatur durch eine Gerade verbinden, deren Neigung über $\Delta \log \dot{\epsilon}_{pmin} / \Delta \log \sigma_0$ den Spannungsexponenten n (nach Norton) ergibt.

Bei den Prüftemperaturen 600–650–700–750° C überdecken die vorliegenden Versuchsergebnisse einen breiten Spannungsbereich oberhalb und unterhalb der jeweiligen Warmstreckgrenze $\sigma_{0.2}$ ($R_{p0.2}$).

Dies ist deshalb bemerkenswert, weil bei Versuchsspannungen $\sigma_0 > R_{p0.2}$ bei

Versuchsbeginn eine mehr oder weniger starke plastische Verformung auftritt (s. Bild 10) und somit die Kriechrate per Definition nicht mehr einem rein lösungsgeglühten Zustand zuzuordnen ist. Auf den Punkt, dass bei dieser Charge die Abknickung mit der jeweiligen Warmstreckgrenze zusammenfällt, wird bei der Beschreibung und Diskussion der Strukturuntersuchungen noch eingegangen.

Bei 650°C - 700°C - 750°C ist in dem untersuchten Spannungsbereich eine Abknickung in der Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit feststellbar. D.h. im oberen Spannungsbereich ergeben sich kleinere Werte für den Spannungsexponenten n als im unteren Spannungsbereich. Dieser Übergang zur geänderten Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ muss nicht immer so scharf ausgeprägt sein, weil mit abnehmender Belastungsdehnung bei niedrigeren Spannungen zeitabhängige Ausscheidungsvorgänge, die zu einer kriechfesteren Struktur führen, an Einfluss gewinnen. Dies führt zu kleineren Werten für $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ als für den nur lösungsgeglühten Zustand zu erwarten gewesen wäre. Daraus ergeben sich für den unteren Spannungsbereich grössere n -Werte, was im Hinblick auf die Auslegung und Extrapolation auf Betriebsspannungen als positiv anzusehen ist. Bei 550°C Versuchstemperatur ist experimentell die Abknickung von $\log \dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ gegen $\log \sigma_0$ noch nicht festgestellt worden. Dazu wären Versuche mit Spannungen $> 100\text{ MPa}$ notwendig, die Versuchszeiten $> 10^5$ std (> 11 Jahre!) haben müssten, um den Wert für $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ sicher bestimmen zu können. (siehe auch Bild 31).

Die an den geschweissten Proben gemessenen Werte für $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ sind im Bild 27 in Abhängigkeit von der jeweiligen Versuchsspannung aufgetragen. In diesem Fall müssen jedoch gleich zwei wesentliche Einschränkungen gemacht werden. Einmal besteht die Messlänge aus Grundwerkstoff und Schweisse, also aus zwei verschiedenen Werkstoffen mit unterschiedlichem Kriechverhalten. Zweitens ist der Schweissnahtanteil an der Messlänge bei den drei verschiedenen Probenformen, für die Werte angegeben sind, sehr unterschiedlich. So ist es verständlich, dass die Stundenglasprobe mit $\varnothing 8.8\text{ mm}$ Durchmesser z.T. erheblich niedrigere

Kriechraten zeigt als die zylindrischen Proben.

Daher ist die Darstellung in Bild 27 als Mittelwert in erster Näherung für Schweissverbindungen anzusehen. Für die Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ ergeben sich n-Werte von 10 für die drei Prüftemperaturen von 500–600 und 650° C. Absolut liegen die Kriechraten bei 600 und 650° C durchweg um 1 Dekade unter denen des Grundwerkstoffes.

Die folgende Tabelle enthält die Werte für den Spannungsexponenten n und den Wert für die daraus resultierende Konstante k in der Norton'schen Kriechbeziehung, für die experimentell abgedeckten Spannungsbereiche.

	Temperatur	Spannungs- Bereich	n	k ^{x)}
Grundwerkstoff	550° C	280–120 MPa	10	1.10 ⁻²⁸
GW	600° C	220–110 MPa	9	3.10 ⁻²⁴
		110– 60 MPa	11.5	2.10 ⁻²⁹
	650° C	190– 95 MPa	7.3	3.10 ⁻¹⁹
		95– 50 MPa	10	1.10 ⁻²⁴
	700° C	140– 90 MPa	5.7	9.10 ⁻¹⁵
		90– 30 MPa	8.5	3.10 ⁻²⁰
750° C	120– 80 MPa	5.5	2.10 ⁻¹³	
	80– 30 MPa	6.5	3.10 ⁻¹⁵	
Schweissverbindung	550° C		10	1.10 ⁻²⁸
SV	600° C		10	5.10 ⁻²⁷
	650° C		10	3.10 ⁻²⁵

x) bezogen auf MPa

Umrechnungsfaktor für k (bei σ in MPa) in k* (für σ in kp/mm²)

$$k^* = k \cdot 9,81^n$$

Von grösserem technischen Interesse dürfte die Darstellung im Bild 28 sein. Die angegebenen Bereiche umfassen für jede Versuchsspannung die mittlere Kriechgeschwindigkeit für die Zeit-Dehngrenzen von 0.1% bis 10% Dehnung (ϵ_f / t). Die linke Begrenzung der Bereiche entspricht jeweils der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{pmin}$ entsprechend Bild 26. Die rechte Begrenzung entspricht der mittleren Kriechgeschwindigkeit für 0.1 und 0.2% Kriechdehnung. Als Beispiele sind für 550° C, 23 kp/mm² und 700° C, 7 kp/mm² die Einzelwerte eingetragen. Bei allen Versuchen am Grundwerkstoff von X6CrNi1811 kommen die Werte der mittleren Kriechgeschwindigkeit für 5% und 10% Kriechdehnung dem Wert für $\dot{\epsilon}_{pmin}$ am nächsten.

Die Bereiche für die mittleren Kriechgeschwindigkeiten zeigen in gleicher Weise die Abknickung wie im Bild 26. Diese Art der Darstellung erlaubt auch einen Vergleich bzw. eine Einbindung von Versuchen, bei denen der Kriechverlauf nicht kontinuierlich registriert wird, sondern lediglich einzelne Zeit-Dehngrenzen-Werte vorliegen. Die am Grundwerkstoff ermittelten Werte in bezug auf Kriechgeschwindigkeit und deren Spannungsabhängigkeit stimmen gut mit amerikanischen Befunden am Stahl AISI 304 überein /13/.

Ein von Monkman und Grant /14/ rein empirisch gefundener Zusammenhang zwischen Bruchzeit und minimaler bzw. sekundärer Kriechgeschwindigkeit in der Form $\log t_m + m \times \log \dot{\epsilon}_{pmin} = K$ kann auch aus den Versuchsergebnissen am Grundwerkstoff abgeleitet werden. Die doppellogarithmische Auftragung der Wertepaare $\dot{\epsilon}_{pmin}$ gegen t_m erlaubt die grafische Bestimmung bzw. Berechnung der Grössen m und K .

Aus Bild 29 ersieht man, dass sich die Wertepaare der 550° C-Versuche am Grundwerkstoff auf einer Geraden einordnen, deren Neigung einem Wert $m=0.98$ entspricht. ($m = \Delta \log t_m / \Delta \log \dot{\epsilon}_{pmin}$). Die Wertepaare der Prüftemperaturen 600-750° C ordnen sich auf einer parallel zu höheren

Kriechgeschwindigkeiten verschobenen Geraden ein, die ebenfalls einem $m=0.98$ entspricht, mit allerdings höherem K-Wert. Ab ca. 5000 h Standzeit für 600–700° C verändert sich die Abhängigkeit, sodass oberhalb 10^4 h die Neigung einem m-Wert von etwa 0.4 entspricht.

Nimmt man in erster Näherung eine Proportionalität zwischen $t_m \times \dot{\epsilon}_{pmin}$ und der Gesamtdehnung ϵ_t an, so sollte bei $m=1$ die Bruchdehnung standzeitunabhängig sein, bei $m < 1$ sollte die Bruchdehnung mit zunehmender Standzeit abnehmen und bei $m > 1$ zunehmen. Diese Aussage deckt sich weitgehend mit dem Bild 22a, in dem die Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit eingezeichnet ist. Wie schon in Kapitel 4.6 beschrieben, ist bei 550° C tatsächlich die Bruchdehnung bis 10^4 h annähernd standzeitunabhängig und bei den höheren Prüftemperaturen wird nach zunächst standzeitunabhängigen Werten eine Abnahme der Bruchdehnung mit zunehmender Standzeit festgestellt.

Diese Änderung in der Zeitabhängigkeit ist auch in Bild 29 erkennbar. Bei den geschweissten Proben (Bild 30) ordnen sich die 550° C-Versuche der \varnothing 8.8 mm Proben und der \varnothing 4 mm Proben auf einer Geraden ein. Die Versuchswerte der \varnothing 8 mm Proben aus dem EP-Programm bei 550–600–650° C liegen bei 10^4 h ebenfalls im Bereich einer Geraden, allerdings zu höheren $\dot{\epsilon}_{pmin}$ -Werten verschoben.

Auch bei den geschweissten Proben äußert sich die stärkere Abnahme der Bruchdehnung mit zunehmender Standzeit (s. Bild 22b) in wesentlich kleineren m-Werten.

Im Hinblick auf die Diskussion der strukturellen Änderungen und deren Einfluss auf das Kriechverhalten ist es von entscheidender Bedeutung, welchen zeitlichen Anteil die verschiedenen Kriechbereiche an der Gesamtstandzeit haben. Wenn man sich nochmals die schematische Darstellung in Bild 25 vergegenwärtigt, ist eine Bestimmung der Zeitanteile für das primäre (I), sekundäre (II) und tertiäre (III) Kriechen kein Problem, wenn Kriechkurven vom Typ A vorliegen. Für die

anderen Ausbildungsformen der Kriechkurven wird das Ende des sekundären Kriechabschnittes nach der offset-Methode bestimmt /13/. Danach wird am Punkt der minimalen Kriechgeschwindigkeit eine Tangente angelegt. Im Schnittpunkt der Ordinate ($\dot{\epsilon}$) wird eine um 0.2% nach oben verschobene Parallele gezogen, die die Kriechkurve zu einem Zeitpunkt $> t_{\min}$ schneidet. Es ist verständlich, dass diese Bestimmung vom Ende des sekundären Kriechbereichs bei Vorliegen verschiedener Kriechkurven-Typen zu erheblichen Streuungen führt, wohingegen die Bestimmung vom Ende des primären Kriechbereiches unproblematisch ist, weil über die digitale Kurvenauswertung mit Erreichen von $\dot{\epsilon}_{\min}$ per Definition auch das Ende des primären Kriechbereiches gegeben ist.

Das Bild 31 umfasst in 5 Teildiagrammen für jede Prüftemperatur den experimentell abgedeckten Spannungsbereich und, durch 3 Kurvenzüge getrennt, den zeitlichen Anteil des Primär-, Sekundär- und Tertiärkriechens. Dieses Bild veranschaulicht auch, dass es bei 550° C experimentell kaum möglich ist, Werte zur minimalen Kriechgeschwindigkeit für Versuchsspannungen < 100 MPa zu erhalten, weil in diesem Spannungsbereich bis $\approx 10^5$ h Primärkriechen vorherrscht.

4.8 Extrapolation

Ausgangspunkt für die Durchführung des Extrapolationsprogrammes war, in einem Temperaturbereich $\geq 550^\circ$ C Zeitstandfestigkeitsdaten bis ca. 30000 h zu ermitteln, um mit diesen Werten auf reale Betriebs- bzw. Einsatzzeiten von 10^5 bis 2×10^5 h zu extrapolieren. Mit diesen experimentellen Daten wird die Basis für alle Extrapolationsverfahren geschaffen, die auf der Austauschbarkeit von Zeit und Temperatur aufgebaut sind.

Im Rahmen dieses Kapitels soll als Beispiel nach dem Verfahren von Larson-Miller /15/ auf 10^5 h Standzeit bzw. 1% Zeit-Dehngrenze extrapoliert werden. Nach Larson-Miller ist die Zeit und Temperatur als Parameter in der Form

$P = T_K (c + \log t_m)$ zusammengefasst, wobei c eine werkstoffabhängige Grösse ist, für die von Larson-Miller Werte zwischen 15-20 vorgeschlagen wurden. Anhand der verfügbaren experimentellen Daten lässt sich c optimieren, sodass sich die Streubreite der extrapolierten Werte erheblich verringert /16,17,18/. So ergibt sich ein Wert von 18 für die Versuchsdaten, die vom VDEH im Auftrag des KfK an mehreren Betriebschargen des Stahles 1.4948 ermittelt wurden. Diese Daten werden als Vergleich in dieser Arbeit mit herangezogen und fliessen auch in die Berechnungskennwerte der Ausleger ein /19,20/. Die Ergebnisse der hier untersuchten Charge GW 206 und auch anderer SNR-spezifizierter Chargen ergaben einen Wert für $c = 20$.

Von der Auslegerseite wird für eine verfeinerte Extrapolation u.a. das TEXPO-Rechenprogramm nach Granacher /21/ angewendet. Für dieses Programm gelten 3 Randbedingungen, die durch die Ergebnisse des Extrapolationsprogrammes erfüllt sind:

- 1) Es müssen Messwerte bei mindestens drei verschiedenen Temperaturen vorliegen.
- 2) Eine Extrapolation über den durch Messergebnisse belegten Temperaturbereich hinaus ist nicht möglich.
- 3) Das TEXPO-Programm sollte nach Möglichkeit nur auf Daten einer Schmelze angewandt werden.

Für die Auftragung der Zeitstandergebnisse in der Larson-Miller-Darstellung wird der zu jedem Messwert gehörende P -Wert berechnet ($P = T (c + \log t_m)$) und gegen die Versuchsspannung aufgetragen, woraus eine sog. Zeitstand-Hauptkurve (master-curve) resultiert.

Die am Grundwerkstoff im Temperaturbereich 550-750° C erzielten Standzeiten sind im Bild 32 dargestellt. Sie ordnen sich mit einer verhältnismässig geringen

Streubreite auf der Zeitstand-Hauptkurve ein. Im Parameterfeld 17-21 ist als schmales Streuband der Bereich angegeben, der mit Proben der Abmessung $\varnothing 8.8 \times 21$ mm bei Prüftemperaturen 550 und 600⁰ C abgedeckt wurde /4,9/. In einem wesentlich breiteren Streuband liegen die Werte des VDEH an mehreren handelsüblichen Chargen des Stahles 1.4948 (Tabelle III), die für die Prüftemperaturen 500 bis 800⁰ C z.Zt. den Standzeibereich bis rund 10⁵ h experimentell abgedeckt haben. Die Werte der SNR-Charge GW 206 liegen im unteren Drittel des VDEH-Streubandes. Allerdings bildet die Charge GW 206 auch die untere Begrenzung des Zeitstandfertigkeitstreubandes aller untersuchten SNR-Chargen, das nur die halbe Spannungsbreite des VDEH-Streubandes aufweist und in dessen Mitte liegt.

In gleicher Weise gibt Bild 33 für die geschweissten Proben den Endstand des Extrapolationsprogrammes wieder, ergänzt durch frühere Ergebnisse im Rahmen des Konsortiums und des aktuellen Standes der VDEH-Versuche.

Mit Hilfe des angegebenen Auflösungsnetzes lässt sich nun sehr einfach, ohne dass einer verfeinerten Extrapolation für Auslegungszwecke vorgegriffen wird /21/ /22/, auf Standzeiten extrapolieren, die vorläufig experimentell noch nicht abgedeckt sind; z.B. auf 100000 h (≈ 11.5 Jahre) bei den SNR relevanten Temperaturen 500-600⁰ C. Für GW 206 ergeben sich aus der Mittelwertkurve für 10⁵ h folgende Spannungen:

Grundwerkstoff	500° C	$R_m/10^5 h$	= 210 MPa
	550° C		= 135 MPa
	600° C		= 85 MPa
Schweissverbindung	500° C		= 205 MPa
	550° C		= 135 MPa
	600° C		= 85 MPa

Eine Extrapolation auf 10^5 oder 2×10^5 h ist noch als vertretbar anzusehen, da sie um weniger als 1 Zehnerpotenz in der Zeit über den experimentell erfassten Bereich hinausgeht.

In den Darstellungen mit eingezeichnet ist auch, wie sich die experimentellen Bereiche bei den verschiedenen Prüftemperaturen überlappen, was bei der Anwendung der verschiedenen Extrapolationsverfahren von wesentlicher Bedeutung ist. Für die geschweissten Proben ist das Parameterfeld nicht so dicht belegt und die Streuung ist etwas stärker. Im Vergleich zu den VDEH-Versuchen liegen die Werte der Charge GW 206-SV innerhalb bzw. im unteren Bereich des Streubandes. Deutlich ausserhalb liegen die Messpunkte der Versuche $650^\circ \text{C}-11 \text{ kp/mm}^2$ und $650^\circ \text{C}-6 \text{ kp/mm}^2$, die wesentlich kürzere Standzeiten als erwartet erreicht haben.

Eine relativ gute Übereinstimmung ergibt sich auch mit experimentellen und extrapolierten Daten des amerikanischen Stahles AISI 304 /23/, sowie mit von TNO an einer Betriebscharge ermittelten Werten /24/. Im Vergleich zu den Auswertungen deutscher Versuchsunterlagen des VDEH zu diesem Stahltyp sowie Untersuchungen von H. Fabritius /25/ liegen die Werte der Charge GW 206 bei 550°C bis zu 30 MPa niedriger. Bei 600°C und 650°C liegt der Unterschied nur noch etwa bei 10 MPa.

Auch im Vergleich zu den Ergebnissen anderer SNR-Chargen, die bisher noch nicht publiziert wurden, liegen die Zeitstandfestigkeitswerte der hier untersuchten

Charge durchweg 20–30 MPa niedriger, bilden also die untere Begrenzung eines Zeitstandfestigkeitsstreubandes des Stahles 1.4948 für SNR-spezifizierte Chargen.

Für die Zeit-Dehngrenzen (0.2%–5%) wurde in Bild 34 die gleiche Darstellung gewählt, jedoch wegen der besseren Übersichtlichkeit mit versetzten Parameterskalen für jede Dehngrenze. Bei den niedrigen Dehngrenzen 0.2% und 0.5% ist die Streubreite allgemein etwas grösser, obwohl insgesamt die Streuung durch eine Optimierung von c noch verkleinert werden kann. Der nach oben gekrümmte Verlauf der Mittelwert-Geraden bei 0.2% und 0.5% im Bereich der 550° Versuche ist auf den Einfluss der plastischen Verformung bei Versuchsbeginn bei diesen hohen Spannungen zurückzuführen. Wie aus Bild 10 hervorgeht, liegt die Belastungsdehnung für $\sigma_0 > 180$ MPa zwischen 4 und 10%. Dies bewirkt eine erhebliche Verfestigung des Werkstoffs.

Die Vertrauenswürdigkeit einer Extrapolation auf lange Zeiten ($\geq 10^5$ h), z.B. nach dem Ansatz von Larson-Miller, soll anhand der Ergebnisse des Extrapolationsprogrammes gezeigt werden. In Tabelle XI sind die Zeitstandfestigkeitswerte und 1% Zeit-Dehngrenzen für 10^3 h und 10^4 h angegeben, wie sie sich aus den Versuchswerten der Diagramme 11–19 ergeben, den Werten aus den Larson-Miller-Diagrammen 32–34 gegenübergestellt. In zahlreichen Fällen sind die experimentellen und extrapolierten Werte deckungsgleich. Wenn Abweichungen auftreten, betragen sie max. 10 MPa. In diesen Fällen liegen die extrapolierten Werte unter den gemessenen, sind also konservativ. Lediglich für die 1% Zeit-Dehngrenze der Schweissverbindung bei 650° C ergab sich ein um 5 MPa grösserer Wert für 10^3 und 10^4 h. Die letzte Spalte enthält die extrapolierten Werte für 10^5 h der Zeitstandfestigkeit R_m und 1% Zeitdehngrenze $R_{p1\%}$ für Spannungsbereiche, wie sie durch die nächst höhere Prüftemperatur mit abgedeckt wurden.

N.S

In den Diagrammen und Tabellen sind noch zum Teil die alten Bezeichnungen und Masseinheiten angegeben, mit denen die Versuche 1975 ja begonnen wurden. Die seit Januar 1982 geltenden neuen Normbezeichnungen sind in der Tabelle XII zusammengestellt und den alten Bezeichnungen gegenübergestellt.

Teil B

5. Strukturuntersuchungen des Grundwerkstoffes

Begleitend zu den Zeitstandprüfungen wurden Untersuchungen des Werkstoffgefüges durchgeführt. Die Strukturuntersuchungen dienen dem Verständnis der Ausscheidungs Vorgänge während der Zeitstandbeanspruchung und deren Einfluss auf die Kriechdaten. Ausserdem sollen sie die Erstellung eines Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramms ermöglichen.

Mit den Mitteln der klassischen Lichtmikroskopie und der Transmission-Elektronenmikroskopie (TEM) wurde insbesondere das Ausscheidungsverhalten beobachtet, quantitativ ausgewertet und versucht zu den Ergebnissen der Zeitstandprüfung in Beziehung zu setzen. Während die lichtmikroskopischen Abbildungen der metallographischen Schlitze Informationen über die Kornverformung, Erholung und Rekristallisation sowie über die Verteilung der grösseren Ausscheidungen liefern, erhält man aus den rasterelektronenmikroskopischen (REM) Abbildungen der Bruchflächen Aufschluss über den Bruchcharakter. Aus den TEM-Untersuchungen werden Ergebnisse über die Art, Grösse und kristallographische Orientierung der Ausscheidungen zur Matrix gewonnen und über ihre Beziehungen zu den Versetzungen. Ergänzende Hinweise geben die Änderung der Härte.

5.1 Lichtmikroskopische Strukturuntersuchungen

5.1.1 Allgemeine Gefügebetrachtung, Korngrösse und Korndeformation

Die lichtmikroskopisch beobachtbaren Gefügeänderungen mit der Standzeit bzw. der Prüfspannung und der Temperatur umfassen u.a. die Änderungen der Korngrösse und -form, die Ausbildung und Markierung von Gleitbändern, bzw. -linien, das Auftreten von sichtbaren Ausscheidungen und, in der Messlänge, von Anrissen

(Bild 35 bis 42).

a) Einspannköpfe

In den Einspannköpfen der Proben wurde bei keinem eine merkliche Änderung der Korngrösse und -form während der Zeitstandbehandlung festgestellt. Auch die Art, Häufigkeit und Grösse der Zwillingkörner scheint sich während der Zeitstandversuche nicht wesentlich geändert zu haben. Deutliche Änderungen gab es dagegen an den Korngrenzen. Mit zunehmender Standzeit haben sich sowohl an den Grosswinkelkorngrenzen als auch an den inkohärenten und kohärenten Zwillingsgrenzen Ausscheidungen in zunehmender Menge gebildet. An den kohärenten Zwillingsgrenzen erfolgte die Ausscheidungsbildung offenbar später und/oder in geringerer Menge als an den anderen Korngrenzen. Ausserhalb der Korngrenzen gibt es bereits im Ausgangszustand (Lösungsgelüht) einzelne Primärkarbide (Bild 1). Die grössten unter ihnen erstrecken sich in Walzrichtung des Blechs, bzw. sind in Zeilen parallel der Walzrichtung angeordnet. Sie sind während des Herstellungsprozesses des Halbzeugs entstanden und konnten durch die Lösungsglühung nicht ganz beseitigt werden.

Bei 550° C Versuchstemperatur ziehen sich von den Korngrenzen feine gerade Linien in die Körner hinein (Bild 39b). Sie laufen zum Teil parallel den sichtbaren kohärenten Zwillingsgrenzen. Ihre Stärke und Häufigkeit nimmt mit zunehmender Standzeit zu. Wie die elektronenmikroskopische Untersuchung (Kap. 5.2) später gezeigt hat, handelt es sich um feine Ausscheidungen mit bevorzugten Wachstumsrichtungen im Matrixkristall, die in $\{111\}$ -Ebenen angeordnet sind.

Bei 600° C Prüftemperatur sind neben den Ausscheidungen an den Korngrenzen und den bereits im Ausgangszustand vorhandenen Primärkarbiden im Korn feine Ausscheidungen nach einer bestimmten Standzeit als kleine dunkle Punkte zu erkennen (Bild 40 und b). Sie treten auf bevor von den Korngrenzen her Ausscheidungen weitreichend in das Korn hineinwachsen. Eine so ausgeprägte Linienbildung wie

bei 550° C Prüftemperatur gibt es nicht.

In ähnlicher Weise stellen sich die Ausscheidungs Vorgänge im Probenkopf bei den Prüftemperaturen 650° C , 700° C und 750° C dar. Je höher die Prüftemperatur ist um so schneller wachsen die einzelnen Ausscheidungen. In den Proben aller Prüftemperaturen werden die Matrixausscheidungen innerhalb der Seigerungs zonen zuerst sichtbar. Sie werden dort, ebenso wie die Korngrenzenausscheidungen, auch grösser als in den dazwischen liegenden Zonen (Bild 40 und 41).

b) Probenmesslängen

In den Probenmesslängen beobachteten wir bei kurzen bis mittleren Standzeiten, d.h. bei schneller Verformung, starke Veränderungen der Kornform. Die Körner haben eine in Zugrichtung langgestreckte Gestalt. Sie weisen eine starke innere Verformung auf, die an der Verbiegung der Gleitlinien zu erkennen ist (Bild 42 c und d). Mit den Körnern wurden auch die annähernd parallel der Zugrichtung verlaufenden Korngrenzen gestreckt. Ihre Belegung mit Ausscheidungen ist daher weniger dicht als an den annähernd senkrecht zur Zugrichtung verlaufenden. Bei mittleren bis langen Standzeiten, d.h. langsamer Verformung, unterlagen die Körner keiner gravierenden Gestaltveränderung.

Beim Vergleich der lichtmikroskopischen Schliffbilder (Bild 36a, 36c und 37a) fällt auf, dass die Kornverformung bei 550° C nach 139 Stunden Standzeit, bei der es nach den TEM-Untersuchungen (Kapitel 5.2.2) noch keine Matrixausscheidungen gibt, wesentlich geringer ist als bei 600° C nach 66 Stunden und bei 650° C nach 16 Stunden Standzeit, bei der jeweils Matrixausscheidungen nachgewiesen wurden. Diese, zunächst als widersprüchlich empfundene, Beobachtung ist mit der Verfestigung der Matrix durch ein dichtes Versetzungsnetzwerk zu erklären. Denn die Belastungsdehnung ϵ_0 der Probe mit $\vartheta = 550^\circ \text{ C}$ und $\sigma_0 = 280 \text{ MPa}$ (Bild 36a) beträgt 9,8% (Tab. X, Bild 10). σ_0 liegt wesentlich über $R_{p0,2}$ (ca. 120 MPa), sodass schon bei Beginn des Kriechversuchs eine beträchtliche plastische Verformung stattfand. Dagegen

betrug ϵ_0 bei $\vartheta = 600^\circ \text{C}$, $\sigma_0 = 220 \text{ MPa}$ und $R_{p0,2}$ ca. 100 MPa (Bild 36c) nur $5,92\%$ (Tab. IV, Bild 10); und bei $\vartheta = 650^\circ \text{C}$, $\sigma_0 = 190 \text{ MPa}$ und $R_{p0,2}$ ca. 95 MPa (Bild 37a) nur $4,56\%$ (Tab. VII, Bild 10).

Die grosse plastische Verformung zu Beginn der Zeitstandprüfung bei 550°C durch die grosse Nennspannung führt offenbar auch im Endstadium, dem tertiären Kriechbereich, zu weitgehend homogener Versetzungsverteilung in Bruchnähe (Bild 65). Proben mit geringerer Anfangsverformung bilden im tertiären Kriechbereich Versetzungszellen und Subkörner [26]. Die starke Korndeformation solcher Proben in Bruchnähe (Bild 36c und 37a) in Verbindung mit der Orientierungsabweichung des Kristallgitters zwischen den Versetzungszellen eines Kornes weisen darauf hin, dass die Zell- und Subkornbildung ein Effekt der dynamischen Erholung ist [26]. Grössere Nennspannungen mit zwangsläufig grösserer plastischer Verformung zu Beginn der Zeitstandprüfung und kürzerer Standzeit, sowie niedrigerer Prüftemperatur lassen eine so weitgehende Erholung nicht zu, weil der Erholungsbetrag mit abnehmender Temperatur und steigender Formänderung fällt. Daher sind die Kristallite bei eintretendem Bruch noch stark verfestigt und werden weniger verformt. Die mittlere Breite der Korngrenzenausscheidungen kann im Bereich kurzer Standzeiten keinen nennenswerten Einfluss auf die Kornverformung haben, weil sie sich bei den drei Prüftemperaturen nur wenig unterscheidet.

5.1.2 Rissbildung und Bruchverhalten

Metallographische Längsschliffe aus der Messlänge der Proben wurden zunächst im ungeätzten Zustand betrachtet, um einen Überblick über die Verteilung der Anrisse, besonders in der Bruchzone, zu bekommen. Ziemlich unabhängig von der Prüftemperatur und der Standzeit treten beim Grundwerkstoff in der Bruchzone zahlreiche - wie die Bilder der geätzten Schliffe zeigen - interkristalline Anrisse auf. Sie sind zum Teil bis in weit von der Bruchzone entfernte Bereiche

der Messlänge zu beobachten (Bild 35). In den Bildern höherer Vergrößerung, in denen das Gefüge durch Ätzen sichtbar gemacht wurde, ist die interkristalline Ausbreitung der Anrisse mit teilweise transkristalliner Verästelung zu erkennen (Bild 36 und 37). Die dichteste Folge von Anrissen wurde an den Probenoberflächen beobachtet. Bei genauem Hinsehen entdeckt man, dass ihr Verlauf immer unter einem Winkel von ungefähr 45° zur Probenachse beginnt. Das beweist, dass sie durch Abgleitvorgänge initiiert werden, ehe sie sich längs einer Korngrenze weiter ausbreiten.

Eine Ausnahme von dieser Reglerscheinung stellt die Probe ZS 2000 ($T = 700^\circ \text{C}$, $\sigma_0 = 40 \text{ MPa}$, $t_m = 19948 \text{ h}$, Bild 38) dar. Sie zeigt eine atypische Anrissbildung, die durch verfestigende Verformung der zylindrischen Probenoberfläche bei der Probenherstellung verursacht wurde. Im ungeätzten Schliffbild ist im Gegensatz zu den anderen Proben die Häufigkeit der inneren und äusseren (von der Probenoberfläche ausgehenden) Anrissen als etwa gleich gross auszumachen. Die Abnahme der Anzahl der Anrisse mit der Entfernung vom Bruch ist weitaus geringer als bei den anderen Proben. Das geätzte Schliffbild zeigt eine sehr feinkörnige, rekristallisierte Zone an der Probenoberfläche von 40 bis 60 μm Tiefe. Das sehr feine Korn lässt auf eine starke Kaltverformung schliessen. Dadurch stand eine zylindrische Oberflächenzone der Probe zu Beginn des Kriechversuchs unter Druckspannung, die der Bildung äusserer Anrisse entgegenwirkte. Die oberflächennahen Anrisse gehen folgerichtig von dem direkt an die rekristallisierte Zone anschliessenden Bereich aus, der zahlreiche - wahrscheinlich nicht mit Ausscheidungen besetzte - Gleitbänder enthält. Die atypische Anrissbildung findet auch ihren Niederschlag in den mechanischen Daten des Kriechversuchs: die Bruchdehnung ist etwas zu gross; sie enthält einen Anteil "leere Dehnung", der von den zahlreichen inneren Anrissen über fast die ganze Messlänge herrührt; die Standzeit t_m ist etwas länger als sie sein sollte, und die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\text{min}}$ ist zu klein. Wegen des geringen Volumenanteils der kaltverformten Zone (ca. 4%) sind die mechanischen Effekte gering aber nachweisbar.

Die lichtmikroskopischen Abbildungen von angeätzten Längsschliffen aus der Bruchzone (Bild 36, 37 u. 38) zeigen bei allen Prüftemperaturen und Standzeiten innere Anrisse an solchen Korngrenzen, deren Hauptkomponenten etwa senkrecht zur Zugrichtung der Probe verlaufen. Gemäss ihrer Form dürften sie in den Proben mit kurzer Standzeit, d.h. hoher Prüfspannung und grosser Verformungsgeschwindigkeit, an den Tripelpunkten der Korngrenzen entstanden sein. Ob in den Proben mit langer Standzeit, die mit entsprechend niedriger Prüfspannung belastet waren und daher mit geringer Verformungsgeschwindigkeit zu Bruch gingen, die meisten inneren Anrisse aus dem Zusammenwachsen von Korngrenzenporen resultieren, ist nicht nachweisbar. Unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit scheinen alle Anrisse im Probeninnern von Korngrenzen auszugehen.

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen haben unter anderem ergeben, dass die Korngrenzenausscheidungen bis auf wenige Ausnahmen dem Typ $M_{23}C_6$ angehören und in Teilkohärenz zu dem Matrixkorn stehen, auf dem sie aufgewachsen sind. Die komplizierte Struktur ihrer Elementarzelle [27] lässt es unmöglich erscheinen, dass in ihnen Gleitvorgänge ablaufen. Daher können sie die Verformung der Matrixkristalle, insbesondere während des tertiären Kriechens nicht mitmachen. An echten Korngrenzen besteht meist eine Verzahnung dieser Korngrenzenausscheidungen, die auf den beiden benachbarten Kristalliten aufgewachsen sind, also völlig verschiedene kristallographische Orientierung haben. Es ist vorstellbar, dass sie bei der Kornverformung mit Aufstau von Versetzungen an der Korngrenze oder Korngrenzenausscheidung abscheren, und die Korngrenze an der betreffenden Stelle aufreisst. Die Korngrenzenausscheidungen begünstigen also die Bildung und Ausbreitung von Korngrenzenanrissen. Nur bei $550^{\circ}C$ Prüftemperatur und einer Standzeit länger als 10^4 h wurde Korngrenzengleiten beobachtet (Bild 39d). An kohärenten Zwillingsgrenzen gibt es Ausscheidungen nur einer kristallographischen Orientierung. An inkohärenten

Zwillingsgrenzen treten Ausscheidungen der selben Orientierung aber verzwillingt auf. Aufgrund der guten kristallinen Einformung der Ausscheidungen an den Zwillingsgrenzen geben sie im Austenit keinen Anlass zu Anrissbildung.

Die entstandenen Bruchformen sind nach ihrem Überwiegenden Aussehen in den REM-Abbildungen (Bild 43 bis 47) in drei Gruppen einteilbar (Bild 48).

- Der Wabenbruch entsteht bei grosser Verformungsgeschwindigkeit, d.h. nach kurzen Standzeiten. Wie auch die Bilder 36 bis 38 erkennen lassen, besteht die Bruchfläche zum grössten Teil aus transgranularen Abgleitungen, auch wenn die auslösende Materialtrennung intergranular war. Auf den Bruchflächen sind zahlreiche trichterförmige Grübchen (Dimpel) verschiedener Grösse zu erkennen. Den Trichterwänden entsprechen die transgranularen Abgleitungen und bei den grösseren ($\geq 30\mu\text{m}$) der, meist nicht sichtbare, Trichtergrund den Anrissen entlang der Korngrenzen. Die kleinen Grübchen dagegen gehen von Materialtrennungen zwischen Matrix und Matrixausscheidungen oder Einschlüssen aus.
- Der interkristalline Bruch entsteht bei geringer Verformungsgeschwindigkeit, d.h. nach langen Standzeiten. Die Bruchfläche hat ein kristallines Aussehen und die Materialtrennung findet fast ausschliesslich entlang der Korngrenzen statt.
- Der Übergang zwischen diesen beiden Bruchformen erfolgt allmählich, so dass man nach mittleren Standzeiten eine Mischbruchform findet. Die in Bild 48 eingezeichneten Begrenzungen der drei Bruchformbereiche dürfen daher auch nicht als schroffe Änderungen des Bruchaussehens betrachtet werden.

Wir haben versucht, die Bruchformen quantitativ mit der REM-Bestimmung^{+) der Liniendichte, Grösse und Grössenverteilung der Grübchen - 30 μm (entspricht dem Zeilenabstand des "line-scan") zu erfassen. Aus der ermittelten Grössenverteilung ergab sich, dass die häufigste Weite und häufigste Tiefe der Grübchen bei 50 μm liegt und sich nur geringfügig mit der Prüftemperatur ändert. Da die Korngrösse des Ausgangsmaterials mit 50 μm bis 120 μm angegeben wird, und die Grübchen in der gleichen Grösse bleiben, kann man sagen, dass a) die Grübchengrösse stärker durch die mittlere Korngrösse bestimmt wird als durch andere Einflüsse, und b) die interkristallinen Anrisse sich nur über ein Korn erstrecken solange noch eine Wabenstruktur der Bruchfläche vorliegt. Die kleinen Grübchen, die möglicherweise mit den Matrixausscheidungen in Verbindung zu bringen wären, haben wir nicht vermessen.}

^{+) Über REM-Bilder mit der Standardvergrösserung 800:1 wurden 72 line-scans (Topographieschnitte) von je 18 cm Länge gelegt, die annähernd senkrecht zur Bruchfläche liegenden interkristallinen Risse manuell ausgefiltert und die Dimpel nach Weite und Tiefe ausgemessen. Die Grössenverteilung wurde in 10 μm -Intervallen, beginnend bei 30 μm , ermittelt. Die Gesamtzahl der vermessenen Dimpel je Probe ist aber für eine extensive Auswertung zu gering.}

In Bild 49 ist die Liniendichte (Dimpelzahl pro cm) der Grübchen $\cong 30\mu\text{m}$ als Mass für ihre Konzentration in Abhängigkeit von der Standzeit graphisch dargestellt. Das Verlaufsprinzip ist unabhängig von der Prüftemperatur folgendes:

- grösste Liniendichte im Bereich des Wabenbruchs;
- zum Mischbruchbereich hin fällt die Liniendichte ab und bleibt dort annähernd konstant;
- im Bereich mit vorwiegend kristallinem Bruchbild fällt die Liniendichte weiter ab.

Mindestens qualitativ lässt sich also das Bruchverhalten dem Verlauf der Liniendichte der Dimpel zuordnen, aber auch der Breite der Korngrenzenausscheidungen. Im Mischbruchbereich, wo die Liniendichte beginnt annähernd konstant zu bleiben und im Bruchbild bedeutende interkristalline Bruchanteile bemerkbar sind, haben die Korngrenzenausscheidungen eine bestimmte Breite erreicht. Bei den Prüftemperaturen 550°C bis 650°C beträgt sie ca. 350 nm und bei 700°C und 750°C ca. 400 nm . Da wo die Liniendichte weiter zu niedrigsten Werten abfällt, beginnt die Breite der Korngrenzenausscheidungen verstärkt anzusteigen. Diese Beobachtungen sprechen dafür, dass die starke Belegung der Korngrenzen mit M_{23}C_6 - Ausscheidungen den intergranularen Anrissen nur noch geringe Chancen lässt durch Abgleitvorgänge in das Korn hineinzuwachsen.

5.2 Elektronenmikroskopische Strukturuntersuchungen

5.2.1 Art und Morphologie der Ausscheidungen

Die Korngrenzen- und Matrixausscheidungen zeigen sich in den TEM-Abbildungen in

verschiedener Gestalt. Als Rhomben und Rhombenketten, Stäbchen und spitze Nadeln in der Matrix; an den Korngrenzen als drei- oder sechseckige Plättchen und in bizarrer Form; an den kohärenten und inkohärenten Zwillingsgrenzen als Stäbchen oder längliche Plättchen, deren Längsrichtung parallel der kohärenten Zwillingsgrenze verläuft. Durch die Auswertung zahlreicher Elektronenbeugungsbilder und ihrer Zuordnung zu den TEM-Abbildungen konnten die Ausscheidungen dem Typ $M_{23}C_6$ zugewiesen und ihre kristallographische Anordnung im Matrixgitter bestimmt werden. Sie sind teilkohärent zum kubisch flächenzentrierten Austenit, d.h. jede dritte Atomlage des Austenits ist kohärent mit einer entsprechenden Atomlage der Ausscheidungen. Ihre Gitterkonstante ist etwa dreimal so gross wie die der Matrixkristalle. Bis auf die bizarren konnten alle Erscheinungsformen der $M_{23}C_6$ - Ausscheidungen auf das Oktaeder als Grundform zurückgeführt werden (Bild 50 und 51). Ein reguläres Oktaeder stellt sich im Schattenriss, dem die TEM-Abbildung weitgehend entspricht, je nach Blickrichtung als ein mehr oder weniger verzerrter Rhombus oder als Rechteck dar. Die Ketten werden durch Aneinanderreihen von Oktaedern in einer der drei gleichwertigen $\langle 100 \rangle$ -Richtungen gebildet. Dabei können sich zwei benachbarte Oktaeder teilweise durchdringen, und ein endständiges Oktaeder kann in einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung als kurzes Stäbchen weiter wachsen. Im kubisch flächenzentrierten Kristallsystem, zu dem die $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen in diesem Zusammenhang, trotz der komplizierteren Struktur ihrer Elementarzelle, zu rechnen sind, wachsen die Kristalle durch Anlagerung von Atomen an die $\{111\}$ -Flächen. Die bevorzugte Wachstumsrichtung aber ist die $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Wegen dieser elementaren Bedingungen entstehen Stäbchen mit der Längsrichtung in einer der sechs gleichwertigen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen (Bild 50 und 51). Werden solche Stäbchen im spitzen Winkel zu ihrer Längsachse von der Präparatoberfläche geschnitten, so erscheinen sie in der TEM-Abbildung als Nadeln. An Zwillingsgrenzen können die Stäbchen zu dünnen Plättchen werden, die sich parallel der Zwillingssebene, einer $\{111\}$ -Ebene, anordnen. Man kann sie als in Längsrichtung, parallel einer $\{111\}$ -Fläche, von einem Stäbchen abgetrennte Scheibe auffassen. Die drei- oder sechseckigen Plättchen an den Korngrenzen

sind als dünne, von einem Oktaeder abgeschnittene Scheiben anzusehen. Ihr Wachstum ist, ebenso wie das der Plättchen an den Zwillingsgrenzen, auf die drei $\langle 110 \rangle$ -Richtungen beschränkt, die in derselben $\{111\}$ -Ebene liegen. Dendritische Formen von $M_{23}C_6$ -Korngrenzenausscheidungen sind aus vielen solcher Plättchen zusammengesetzt. Die Korngrenzenausscheidungen haben die kristallographische Orientierung des Korns, auf dem sie aufgewachsen sind.

Neben den dominierenden $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen konnten geringe Mengen σ -Phase im Isolat einer Probe, die bei 700°C geprüft wurde und eine Standzeit von 19948 Stunden hatte, röntgenographisch nachgewiesen werden. Mittels Elektronenbeugung wurde die σ -Phase nicht gefunden. Es bleibt daher offen, wo sich diese Phase im Gefüge gebildet hat. Im Isolat einer Probe mit der Prüftemperatur 550°C und einer Standzeit von 18414 Stunden konnte nur $M_{23}C_6$ nachgewiesen werden. In Verbindung mit den quantitativen Auswertungen der TEM-Abbildungen lässt sich daraus schliessen, dass nach Ausschöpfung des Ausscheidungspotentials für $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen u.a. die σ -Phase auftritt. Diese Untersuchung hat einen Schönheitsfehler: um eine genügend grosse Menge Isolat für die röntgenographische Untersuchung zu erhalten, konnten wir nicht nach Probenmesslänge und Einspannkopf unterscheiden.

5.2.2 Quantitative Erfassung der Ausscheidungen.

Der erwartete Einfluss des Ausscheidungsverhaltens auf die Duktilität des Werkstoffs hängt wesentlich von der Grösse und der räumlichen Verteilung der Ausscheidungen ab. Darum war eine quantitative Auswertung der TEM-Abbildungen wichtig. Die Änderungen des Ausscheidungsvorkommens mit der Standzeit im Korn und an den Korngrenzen sind in Tabelle XIII aufgeführt. Die Daten stammen von gebrochenen Zeitstandproben und sind nach Einspannkopf und Probenmesslänge unterschieden. Es wurden folgende Messgrössen in Abhängigkeit von der Standzeit ermittelt:

- mittlerer Durchmesser der Matrixausscheidungen,
- Flächendichte der Matrixausscheidungen als Mass für die Konzentration,
- prozentuale Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen als Mass für die ausgeschiedene Menge,
- Breite der Korngrenzenausscheidungen, die sowohl als Mass für ihre Grösse als auch als Mass für ihre Menge dienen muss.

In den Bildern 52, 53, 54 und 55 sind diese Grössen für die höchste und niedrigste der verwendeten Prüftemperaturen graphisch dargestellt.

Die Auswertung der TEM-Bilder erfolgte mit einem halbautomatischen Bildanalysegerät, MOP, der Fa. KONTRON. Der mittlere Ausscheidungsdurchmesser der Matrixausscheidungen wurde bestimmt in dem der Fläche, die jede Ausscheidung im TEM-Bild einnimmt, eine gleich grosse Kreisfläche zugeordnet und deren Durchmesser als Ausscheidungsdurchmesser angenommen wurde. Der arithmetische Mittelwert aus allen in der Probe vermessenen Ausscheidungen ist der mittlere Ausscheidungsdurchmesser. Die Flächendichte der Matrixausscheidungen ist um so geringer je höher die Prüftemperatur liegt. Der mittlere Durchmesser der Matrixausscheidungen steigt dagegen mit der Prüftemperatur an. Die gleiche Tendenz hat die mittlere Breite der Korngrenzenausscheidungen. Sie liegt um etwa eine Grössenordnung über den mittleren Durchmessern der Matrixausscheidungen.

Der Schlüssel zum Verständnis des Verlaufs der Matrixausscheidungsdaten mit der Standzeit ist die jeweilige Grössenverteilung der Ausscheidungsdurchmesser. In Bild 55 sind Grössenverteilungen der Matrixausscheidungen im Probenkopf für zwei Standzeiten bei 750^o C Prüftemperatur dargestellt. Sie unterscheiden sich erheblich. Damit ist dargelegt, dass sich der Typ der Grössenverteilung mit der Standzeit ändert und sicher auch während des Kriechversuchs an der einzelnen Probe. Zum gleichen Zeitpunkt, bei gleicher Temperatur dürften sie im Probenkopf und in der Probenmesslänge unterschiedlich aussehen.

Im Verlauf der mittleren Durchmesser der Matrixausscheidungen mit der Standzeit gibt es bei kurzen Standzeiten kleine Werte mit minimalem Unterschied zwischen Probenmesslänge und Einspannkopf, die in einem begrenzten Standzeitbereich nahezu standzeitunabhängig sind. Im gleichen Standzeitbereich steigt die Flächendichte an und erreicht ihr Maximum, das bei den niedrigeren Prüftemperaturen dieser Untersuchung im Einspannkopf kleiner ausfällt als in der Probenmesslänge. Die prozentuale Flächenbelegung steigt an. Diese Beobachtung deutet darauf hin, dass sich diese Matrixausscheidungen zur Zeit des Probenbruchs überwiegend noch in der Nukleationsphase befunden haben und dass die Fremdkeimstellen für die Nukleation in der Probenmesslänge zahlreicher waren als im Einspannkopf.

Bei mittleren Standzeiten steigen die Durchmesserwerte an. Sie werden bei den niedrigeren Prüftemperaturen im Einspannkopf grösser als in der Messlänge, bei den höheren Temperaturen teilweise kleiner bei geringen Unterschieden und höheren Werten (Bild 52). Die Flächendichte hat bei diesen Standzeiten ihr Maximum überschritten und fällt im Einspannkopf steil ab; in der Probenmesslänge dagegen wird der steile Abfall durch ein in die Flanke des Maximums eingefügtes Zwischenmaximum zu längeren Standzeiten verschoben und abgemildert (Bild 53). Der grösste Teil dieser Matrixausscheidungen befand sich bei eintretendem Probenbruch also bereits in einer Vergrößerungsphase, bedingt durch Ostwaldreifung und Wachstum, denn die prozentuale Flächenbelegung erreicht bei diesen Standzeiten ein relatives Maximum (Bild 54).

Die Flächendichten (Konzentrationen) der Matrixausscheidungen durchlaufen bei längeren Standzeiten ein, meist flaches, Minimum. Die mittleren Ausscheidungsdurchmesser steigen im Mittel weiter an, nachdem sie ein Minimum durchlaufen haben. Sie beeinflussen den Verlauf der prozentualen Flächenbelegung stärker als die Flächendichte.

Nach der längsten bei 750° C Prüftemperatur ermittelten Standzeit (5268 h) fällt der mittlere Ausscheidungsdurchmesser wieder ab, die Flächendichte steigt an, so dass eine ansteigende prozentuale Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen resultiert. Die entsprechenden TEM-Abbildungen zeigen so gut wie keine Matrixausscheidungen in Gestalt von Oktaederketten und Stäbchen. Die Verteilungsfunktion der Ausscheidungsdurchmesser aus dem Einspannkopf (Bild 55) zeigt deutlich zwei Ausscheidungspopulationen mit unterschiedlichem mittleren Durchmesser. Die mit dem grösseren stellt auch den grösseren Anteil der prozentualen Flächenbelegung (Bild 56). Der Vergleich mit einer Verteilungsfunktion aus dem Einspannkopf nach wesentlich kürzerer Standzeit (201 h) zeigt, dass neben der Vergrößerung vorhandener Matrixausscheidungen immer eine ständige Neubildung stattfindet. Im Falle der langen Standzeit von 5268 h geht die Neubildung auf Kosten des Wachstums. Die Ostwaldreifung scheint, wenn überhaupt, nur einen geringen Effekt zu bewirken. Es gibt keine Anzeichen dafür, dass es sich bei den kleineren Matrixausscheidungen um eine gänzlich andere Ausscheidungsart handelt.

Die prozentuale Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen erreicht innerhalb des untersuchten Standzeitbereichs in den Probenmesslängen Höchstwerte von 3% bis 4%. In den Einspannköpfen steigt sie nach langen Standzeiten zu höheren Werten an. Ihr Verlauf ist aber nicht einheitlich. Bei 550° C und 600° C Prüftemperatur ist sie nach kurzen Standzeiten im Einspannkopf geringer, nach mittleren und langen Standzeiten grösser als in der Probenmesslänge; bei 650° C und 700° C ist sie nach mittleren Standzeiten im Einspannkopf kleiner und nach langen Standzeiten grösser. Bei 750° C Prüftemperatur gibt es mehrfache Überschneidungen des Verlaufs mit der Standzeit mit geringen Unterschieden der Werte.

In allen elektronenmikroskopisch untersuchten Proben wurden sowohl in der Messlänge als auch im Einspannkopf Korngrenzenausscheidungen gefunden. Nach dem Zeitstandbruch war ihre Breite jeweils homogen genug für eine quantitative

Auswertung. Das Ergebnis, der Verlauf der mittleren Breite der Korngrenzenausscheidungen mit der Standzeit, ist in Bild 57 für die höchste und die niedrigste Prüftemperatur dargestellt. Der Verlauf entspricht etwa dem der mittleren Ausscheidungsdurchmesser der Matrixausscheidungen. Die Korngrenzenausscheidungen sind im allgemeinen im Einspannkopf breiter als in der Probenmesslänge. Die verglichenen Korngrenzenbreiten wurden an TEM-Proben ermittelt, die aus Scheiben senkrecht zur Probenachse entnommen worden waren. Es wurden also nur solche Korngrenzen erfasst, die sich annähern parallel zur Probenachse erstrecken. Werte von Korngrenzen, die annähernd senkrecht zur Probenachse und damit senkrecht zur Zugrichtung liegen, sind in diese Messungen nicht eingegangen. Ob diese Korngrenzen in der Probenmesslänge vielleicht breiter sind als die gemessenen bleibt der Spekulation überlassen. Leider geben die lichtmikroskopischen Bilder der metallographischen Längsschliffe keinen Hinweis, weil die Größenordnung der Unterschiede höchstens bei einigen 100 nm liegen können und deshalb lichtmikroskopisch nicht sichtbar sind.

Bei der Betrachtung und Interpretation der in diesem Kapitel beschriebenen Abhängigkeiten muss man beachten, dass jeder Messpunkt nur den Endzustand des Gefüges nach dem Bruch der Kriechprobe charakterisiert. Jeder Messpunkt für sich genommen, sagt nichts über die während des Kriechprozesses durchlaufenen Gefügestände, insbesondere den Beginn der Ausscheidungsbildung, aus. Der Ausscheidungsvorgang während des Kriechens ist komplexer Natur und nicht mit dem zu vergleichen, den das gleiche Material während einer rein thermischen Auslagerung erfährt. Allerdings zeigt der ähnliche Verlauf der Ausscheidungskonzentration (Flächendichte) mit der Standzeit in Einspannkopf und Probenmesslänge, insbesondere das erste Auftreten von Matrixausscheidungen nach dem Bruch bei 550^o C Prüftemperatur, dass die unterschiedlichen Spannungszustände im Einspannkopf und der Probenmesslänge weniger den Ablauf von Nukleation und Wachstum beeinflussen als vielmehr die Anzahl der Nukleationskeime. Lediglich das Konzentrations-Zwischenmaximum der Matrixausscheidungen in der Probenmesslänge ist ein Indiz für einen zusätzlichen

Nukleationsschub von Matrixausscheidungen, der möglicherweise seine Entsprechung im spannungsabhängigen Verlauf der minimalen Kriechgeschwindigkeit findet und bei der Diskussion beachtet werden muss.

5.2.3 ZTA-Schaubild

Wir hofften, dass es mit Hilfe der Transmissions-Elektronenmikroskopie möglich wäre, das zeitlich erste Auftreten von Matrixausscheidungen feststellen zu können. Aber auch in den Proben mit der kürzesten Standzeit jeder Prüftemperatur fanden wir neben Korngrenzenausscheidungen bereits Matrixausscheidungen vor, mit einer Ausnahme bei 550^o C, wo nur Korngrenzenausscheidungen gefunden wurden. Die entsprechenden Punkte sind in Bild 58 eingezeichnet. Nach diesen und allen längeren Standzeiten wurden Korngrenzen- und Matrixausscheidungen sowohl im Einspannkopf als auch in der Probenmesslänge elektronenmikroskopisch nachgewiesen. Es war daher nicht möglich, mit dem vorliegenden Probenmaterial den Ausscheidungsbeginn direkt festzulegen. Zum Vergleich wurde eine Kurve beigegeben, die M.Pohl [31] bei thermischen Auslagerungsversuchen mit Blick auf Kornzerfallerscheinungen am Stahl 1.4948 gefunden hat. In dieser Arbeit dominieren die Korngrenzenausscheidungen.

Aus den Kurven der Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ von der Prüfspannung σ_0 (Bild 59), besser noch von der Zeit $t_{\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}}$, zu der die minimale Kriechgeschwindigkeit erreicht wurde, lässt sich eine Zeit $t_{\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}}(\sigma_z)$ entnehmen, bei deren Erreichen bereits Matrixausscheidungen vorhanden gewesen sein müssen (Bild 60). Sie ist in den betreffenden Kurven durch einen Knick ausgezeichnet. Mit ihrer Hilfe kann bei den Prüftemperaturen 700^o C und 750^o C das erste Auftreten von Matrixkarbiden früher konstatiert werden als mit dem elektronenmikroskopischen Nachweis nach eingetretenem Probenbruch. Die Bestimmung des Zeitpunkts des ersten Auftretens von

Korngrenzenausscheidungen mit Hilfe der Elektronenmikroskopie scheint u.a. eine Frage ihrer Erkennbarkeit zu sein; sie haben die Möglichkeit, sich bereits nach sehr kurzen Zeiten zu bilden.

Bei den beiden höchsten Prüftemperaturen (700°C und 750°C) dieser Untersuchung wurden Standzeiten erreicht, bei denen das Ausscheidungspotential für Karbide der Form M_{23}C_6 erschöpft zu sein scheint. Das Kriterium war: kein weiteres Ansteigen der prozentualen Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen und der Breite der Korngrenzenausscheidungen mit zunehmender Standzeit. Bei der Prüftemperatur 750°C wurde ausserdem eine Fraktion neuer, kleinerer Matrixausscheidungen beobachtet, die nicht genauer identifiziert wurde. Ihrer Gestalt nach müssten es auch M_{23}C_6 -Ausscheidungen sein. Sie treten nach den langen Standzeiten lediglich sehr viel seltener als Oktaederketten sondern eher als Einzeloktaeder auf.

5.3 Verlauf der Härte im Einspannkopf mit der Standzeit.

Die Härte (Vickershärte) in den Einspannköpfen der Zeitstandproben gibt die sich überlagernden Einflüsse der Versetzungsstruktur einschliesslich der Erholungseffekte, der Korngrenzen- und Matrixausscheidungen, sowie der Verarmung der Matrix an ausscheidungsbildenden Legierungselementen wieder. Wir haben zwei Serien von Härtewerten mit unterschiedlicher Prüflast, 10 kp (98,07 N) und 30 kp (294,2 N), aufgenommen (Tab. XIV) und finden, dass die Serie mit der höheren Prüflast den Gefügeverhältnissen in Abhängigkeit von der Standzeit besser gerecht wird als die mit der niedrigen. In Bild 61 sind die Ergebnisse für die höchste und die niedrigste Prüftemperatur dieser Untersuchung dargestellt.

Nach sehr kurzen Standzeiten, wenn noch keine Matrixausscheidungen nachweisbar sind, steigt die Härte bei 550°C Prüftemperatur bis zu einem Maximum, dem eine grosse Versetzungsdichte entspricht. Sie beginnt da wieder abzufallen, wo erste

Matrixausscheidungen nachweisbar werden. Sie durchläuft anschliessend ein Minimum, das mit einem flachen Minimum der Matrixausscheidungskonzentration konform geht und einen Erholungsprozess charakterisieren kann. Die Härte erreicht da ein zweites Maximum, wo auch die Konzentration der Matrixausscheidungen ihren Maximalwert im Einspannkopf hat. Nach ca. 10 000 h Standzeit fallen die Härtewerte wieder ab. Bemerkenswert ist, dass die von den Einspannköpfen der GRIM-Proben stammenden Härtewerte an der unteren Ausgangshärte bleiben und vermutlich an der Messstelle keine - oder nur eine sehr geringe - plastische Verformung erlitten (siehe Kapitel 5.2.2). Es ist ein Effekt der Probengeometrie.

Bei 750° C Prüftemperatur setzt die Erholung schon sehr früh ein. Wir finden daher selbst nach den kürzesten Standzeiten dieser Untersuchung kein Härtemaximum im Einspannkopf, das auf eine grosse Versetzungsdichte zurückzuführen wäre. Schon nach 4,6 h Standzeit sind Matrixausscheidungen nachweisbar. Bis etwa 40 h Standzeit verläuft die Härte mit nur geringen Schwankungen etwas oberhalb der Ausgangswerte, um dann gleichlaufend mit der Konzentration der Matrixausscheidungen abzunehmen. Nach Standzeiten über 1000 Stunden bleibt die Härte nach geringem Anstieg konstant bei Werten um die obere Grenze der Ausgangshärte.

Die Härteverläufe bei den anderen Prüftemperaturen verhalten sich, soweit Messwerte mit 30 kp Prüflast vorliegen, entsprechend denen bei 550° C und 750° C. Die Härte HV₃₀ reagiert also überwiegend auf die gesamten Strukturveränderungen des Kornes und ist damit eine willkommene Ergänzung der TEM-Beobachtungen. Dagegen scheint der Verlauf der Härte HV₁₀ (Mittelwert aus 20 Einzelmessungen) mehr Affinität zur prozentualen Flächenbelegung mit Matrixausscheidungen und, in seinem mittleren Teil, auch zur Breite der Korngrenzenausscheidungen zu haben. Die HV₁₀-Werte sind in den meisten Kurven kleiner als die HV₃₀-Werte und liegen in weniger dichter Messpunktfolge vor. Letzteres kann Anlass zu Fehldeutungen sein.

5.4 Die Beziehung der Werkstoffstruktur zur Duktilität.

Die Abhängigkeit der Standzeit von der minimalen Kriechgeschwindigkeit, $\log t_m$ vs. $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$ (Bild 29) folgt im ganzen nicht exakt der Monkman-Grant-Beziehung (siehe Seite 17). Der tatsächliche Werteverlauf lässt sich wie die Kriechcharakteristik, $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$ vs. $\log \sigma_0$ (Bild 59), in drei Bereiche einteilen. Der Bereich kurzer Standzeit bis etwa $t_m = t_p(\sigma_p)$ entspricht tatsächlich der Monkman-Grant-Beziehung, $\log t_m + m \times \log \dot{\epsilon}_{pmin} = k$, mit einer Geraden, die eine Steigung $|m|$ um 1 hat. Zwischen $t_m = t_p(\sigma_p)$ und $t_m = t_M(\sigma_M)$ wandelt sich die Gerade in eine konvexe Kurve. Bei langen Standzeiten $t_m > t_M(\sigma_M)$ wird der Verlauf, soweit aus den vorliegenden Messdaten erkennbar, wieder eine Gerade aber mit einer Steigung $|m|$

< 1. Wie schon im ersten Teil dieser Arbeit vermerkt wurde, sollten die Duktilitätswerte mit zunehmender Standzeit abnehmen sobald $|m| < 1$ wird. Das trifft für die gemessenen Werte (Bild 62, 63 und 64) auch zu. Aber auch im Bereich kurzer Standzeiten ($|m| \approx 1$) sind die Bruch- bzw. Kriechdehnung und die Brucheinschnürung nicht konstant. Sie unterliegen den Strukturänderungen, die unter dem Einfluss von Prüftemperatur, Prüfspannung und Standzeit ablaufen. Wie in den vorangegangenen Kapiteln dargelegt wurde, bestehen sie im Stahl X6CrNi1811 in Veränderungen der Versetzungskonfiguration und -dichte sowie in der Bildung von Korngrenzen- und Matrixausscheidungen vom Typ $M_{23}C_6$. Abgesehen von der Verarmung an ausscheidungsbildenden Legierungselementen bleibt der austenitische Mischkristall dabei erhalten. Unter den Bedingungen dieser Untersuchung wurden keine ferritischen Gefügeanteile gefunden. Daher kann man die Variationen der technischen Duktilitätswerte wie Bruch- bzw. Kriechdehnung und Brucheinschnürung als "Modulation" des Grundverlaufs ansehen (Bild 62, 63 und 64). Wir finden nun folgende Zusammenhänge zwischen Werkstoffstruktur und Duktilität: die Kriechdehnung ϵ_f , bestimmt als Differenz aus Bruchdehnung und Belastungsdehnung, wird erniedrigt durch

- ein mehr oder weniger homogenes Versetzungsnetzwerk sehr grosser Dichte oder kleine Subkörner bei hohen Prüfspannungen und kurzen Standzeiten (550°C und 600°C , Bild 63);
- eine grosse Konzentration der Matrixausscheidungen bei $t_Z(\sigma_Z)$;
- die angestiegene Breite der Korngrenzenausscheidungen (Bild 57) nach längeren Standzeiten.

Ähnlich ist die Auswirkung auf die Brucheinschnürung Z_u , mit zwei Ausnahmen. Die hohe Versetzungsdichte durch sehr hohe Prüfspannungen bei sehr kurzen Standzeiten und die Breite der Korngrenzenausscheidungen zeigen ihre Wirkung sozusagen erst mit Verzögerung, d.h. nach etwas längeren Standzeiten.

Die Breite der Korngrenzenausscheidungen wirkt sich auf das Erscheinungsbild der Bruchfläche stark aus. Ab einer bestimmten temperaturabhängigen mittleren Breite treten im sonst duktilen, transkristallinen Bruch interkristalline Bruchanteile auf. Diese kritische mittlere Breite liegt zwischen 250 nm und 400 nm. Sie steigt mit der Temperatur an.

6. Diskussion

Die Ergebnisse der Zeitstandversuche bis rd. 10^4 h Standzeit stehen in guter Übereinstimmung mit den Resultaten anderer Prüflabors des SNR-Konsortiums an der gleichen Charge. Die Verwendung verschiedener Probenformen, bedingt durch unterschiedliche Zielsetzung der Versuchsprogramme und Unterschiede in den Teststrecken hat keinen Einfluss auf die technisch relevanten Versuchsergebnisse des Grundwerkstoffes, muss allerdings bei der Bewertung der Ergebnisse von Schweissverbindungen berücksichtigt werden. Der in den Auslegungsrechnungen vorgenommene Spannungsabschlag bei der Zeitstandfestigkeit für Schweissverbindungen wird durch die Experimente bis rd. 30 000 h qualitativ bestätigt, liegt jedoch nur im Bereich bis max. 5% für Temperaturen bis 550° C. Bei 600° C und 650° C besteht kein Unterschied in der Zeitstandfestigkeit zwischen Grundwerkstoff und Schweissverbindung. Wichtiger erscheint jedoch, dass z.B. die 1% Zeit-Dehngrenzen der Schweissverbindungen im gesamten untersuchten Temperaturbereich über den Werten des Grundwerkstoffes liegen.

Die Versuchsergebnisse im Standzeitbereich $\geq 30\ 000$ h erweiterten den Kenntnisstand über die SNR-Charge GW 206 und bestätigen die ursprünglichen Annahmen in bezug auf die Zeitstandfestigkeit, insbesondere die noch lfd. Versuche im Bereich 70000–90000 h. Absolut bilden die Werte der Chg. GW 206 die untere Begrenzung des Zeitstandfestigkeitsstreubandes der bisher untersuchten SNR-Chargen und liegen im SNR-relevanten Temperatur- und Spannungsbereich innerhalb des VDEH-Streubandes, das für den Stahl 1.4948 experimentell bis rd. 10^5 h abgedeckt ist /19/.

Sind die Befunde der Langzeitversuche zum Zeitstandfestigkeitsverhalten zunächst eine Bestätigung bisheriger Kenntnisse und Annahmen, so ergaben sich in bezug auf das Duktilitäts- und Kriechverhalten Änderungen in der Spannungs- bzw. Zeitabhängigkeit dieser Kenngrößen, die nicht extrapolierbar waren. So waren die Werte für Bruchdehnung und -einschnürung bei 550° C bis rd. 20 000 h

Standzeit praktisch standzeitunabhängig und lagen im Bereich 20 bis 30%. Erst die Ergebnisse der Langzeitversuche zeigten einen Duktilitätsabfall in den Bereich 10 bis 15%. Diese Änderung der Duktilitätskennwerte setzt bei höheren Temperaturen zu früheren Zeiten ein, allerdings von höheren Werten aus und pendelt sich ebenfalls im Bereich 10 bis 15% ein.

Eine weitere Kenngrösse, nämlich der für Auslegungsrechnungen ebenfalls wichtige Wert der minimalen Kriechgeschwindigkeit, zeigt erst aufgrund der Ergebnisse von auslegungsrelevanten Langzeitversuchen bei niedrigeren Spannungen eine Änderung in der Spannungsabhängigkeit, allerdings im positiven Sinne.

Der bisherige Kenntnis- und Erfahrungsstand mit hochwarmfesten technischen Legierungen war der, dass im Bereich kleiner Kriechraten, also langer Versuchszeiten, ($\hat{=}$ niedriger Spannungen) die Spannungsabhängigkeit der minimalen (sekundären) Kriechgeschwindigkeit eine Abknickung aufwies mit kleinerem Spannungsexponenten. D.h., für diesen Bereich sind experimentell höhere Kriechraten gemessen worden, als man durch Extrapolation von der Spannungsabhängigkeit im oberen Spannungsbereich erwartet hätte.

Nachuntersuchungen ergaben qualitativ erhebliche Gefügeänderungen infolge Prüftemperatur und -zeit, sodass im Langzeiteinsatz die ursprüngliche optimale Ausscheidungskonfiguration und -konzentration nicht mehr gegeben ist. Dies wurde am Beispiel des Ti-stabilisierten 15/15CrNi-Stahles 1.4970 deutlich gezeigt, wo das Ausscheidungsverhalten dieses Stahles (ZTA-Diagramm) mit den Bereichen geänderter Spannungsabhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ korrelierbar ist.

Dagegen wurde mit dem nicht stabilisierten Stahl 1.4948 zum ersten Mal an einer kubisch flächen-zentrierten technischen Legierung gezeigt, dass sich die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit auch im auslegungstechnisch positiven Sinne ändern kann (Bild 26) und sich bei diesem Stahl bei langen Einsatzzeiten stabilisiert, wie die Ergebnisse von weiteren Chargen des SNR-Werkstoffes zeigen.

Weil vermutet wurde, dass das Ausscheidungsverhalten während des Kriechvorgangs diesen Verlauf bewirkt, befasste sich die Untersuchung der Werkstoffstruktur der Charge GW 206 des Stahls XCrNi 18 11 (1.4948) vorwiegend mit dem Ausscheidungsverhalten. Es wird hier im Hinblick auf die Beziehung der Mikrostruktur zu den mechanischen Eigenschaften diskutiert.

Bei allen Prüftemperaturen dieser Untersuchung deuten die über einen begrenzten Bereich kurzer bis sehr kurzer Standzeiten kleinen und nahezu konstanten mittleren Durchmesser der Matrixausscheidungen (Bild 52) auf eine weitgehend standzeit- bzw. spannungsabhängige Wachstumsdauer hin. Ihre Konzentration (Bild 53) nimmt dagegen in diesem Bereich mit der Standzeit, bzw. mit abnehmender Prüfspannung, zu bis sie ein Maximum erreicht hat. Die Ausscheidungskeimbildung im Korn kann also in diesem Bereich

sowohl von der Spannung als auch von der Standzeit abhängen.

Diese Feststellung gilt für das Ausscheidungsverhalten in der Probenmesslänge und im Einspannkopf, der während der Kriechprüfung nicht spannungsfrei bleibt. Zumindest bei den Prüftemperaturen 550° C und 600° C ist aber die Konzentration der Matrixausscheidungen innerhalb des beschriebenen Standzeitbereichs in der Probenmesslänge grösser als im Einspannkopf. Da Probenmesslänge und Einspannkopf während der gleichen Dauer der gleichen Prüftemperatur ausgesetzt waren, muss man schliessen, dass die in der Probenmesslänge während der Kriechprüfung mit Sicherheit herrschende grössere Spannung die grössere Keimstellenkonzentration für Matrixausscheidungen initiiert. Es stehen sich also zwei, scheinbar widersprüchliche, Beobachtungen gegenüber: erstens, mit abnehmender Prüfspannung zunehmende Konzentration der Matrixausscheidungen in der Probenmesslänge und im Einspannkopf; zweitens, grössere Konzentration der Matrixausscheidungen in dem Probenteil (Messlänge), der einer grösseren Spannung ausgesetzt war. Diese Beobachtungen werden erklärbar, wenn man sich erinnert, dass die $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen heterogene Ausscheidungen sind, die

Fremdkeimstellen zur Bildung benötigen. Ausser den Korngrenzen können Stapelfehler und Versetzungen im Korn als Fremdkeimstellen dienen. Beim Kriechversuch kommt den Versetzungen die wichtigere Rolle zu. Aber nur solche Versetzungen sind als Keimstellen geeignet, deren Laufgeschwindigkeit im Kristallgitter unter einem kritischen Wert bleibt, d.h. kleiner ist als die Diffusionsgeschwindigkeit der Ausscheidungsbildner. Versetzungen die diesen Bedingungen genügen, können auch solche sein, die durch andere Versetzungen oder Gitterfehler blockiert wurden. Die Versetzungsstruktur zum Zeitpunkt der Bildung der Matrixausscheidungen bestimmt also im wesentlichen deren Konzentration, die wir nach eingetretenem Probenbruch vorfinden. In den Kriechproben wird die Struktur der zur Keimbildung geeigneten Versetzungen durch den Verformungsgrad, die Verformungsgeschwindigkeit und die Erholungsvorgänge bestimmt. Wenn diese Einflüsse wenigstens qualitativ bekannt sind, kann man im begrenzten Umfang Rückschlüsse auf die Zeit der Ausscheidungsbildung ziehen.

So finden wir bei 550°C Prüftemperatur in der Probenmesslänge nach 146 h Standzeit mit 270 MPa Prüfspannung eine Versetzungsstruktur mit beginnender Zellbildung aber noch keine Matrixausscheidungen. Nach 1002 und 4084 h Standzeit mit 250 und 220 MPa Prüfspannung finden wir bereits voll ausgebildete Versetzungszellen, deren Zellwände dicht mit Ausscheidungen besetzt sind (Bild 65, 66 und 67). Diese Matrixausscheidungen können erst nach Bildung der Versetzungszellen, d.h. nach Einsetzen der Erholungsvorgänge entstanden sein, also erst im sekundären und tertiären Kriechabschnitt. Ihre Konzentration resultiert aus mehreren Einflüssen. Bei hohen Prüfspannungen ist der Verformungsgrad durch die anfängliche Probenbelastung gross und folglich auch die eingebrachte Versetzungsdichte. Die Verformungsgeschwindigkeit im primären Kriechabschnitt ist aber für eine nennenswerte Nukleation von Matrixausscheidungen zu gross, weil die Laufgeschwindigkeit der meisten Versetzungen über dem kritischen Wert liegt. Also trotz grosser Versetzungsdichte kaum Bildung von Matrixausscheidungen im primären Kriechabschnitt. Der Betrag der Erholung und die Erholungsgeschwindigkeit sind

verhältnismässig klein, unterliegen aber dem Einfluss der Temperatur und der wirksamen Spannung im sekundären und tertiären Kriechabschnitt. Erst wenn die Laufgeschwindigkeit eines grösseren Teils der Versetzungen z.B. durch die Zellbildung soweit abgebremst ist, dass sie unter dem kritischen Wert liegt, ist die Bildung von $M_{23}C_6$ -Matrixausscheidungen in nennenswertem Masse möglich.

Mit abnehmender Prüfspannung nimmt der Verformungsgrad bei der Anfangsbelastung, die anfängliche Versetzungsdichte und die Verformungsgeschwindigkeit während des Kriechvorgangs ab; die Versetzungszellen werden grösser. Aus diesen, für die Nukleation von Matrixausscheidungen teilweise gegenläufigen Einflüssen resultiert die im Bereich kurzer Standzeiten mit der Standzeit zunehmende Konzentration und ein Maximum der Fremdkeimstellen und damit der Matrixausscheidungen.

In den Einspannköpfen liegt zur Zeit des Probenbruchs eine andere Versetzungskonfiguration vor, die nach 1002 und 4084 h Standzeit mit Matrixausscheidungen besetzt ist. Nach 146 und 1002 h ist sie fast homogen, hat aber nach 146 Stunden Standzeit eine merklich grössere Dichte. Also haben wir eine abnehmende Verformung mit abnehmender Prüfspannung auch im Einspannkopf, die vorwiegend durch die anfängliche Probenbelastung entstanden sein dürfte, und eine Versetzungsverteilung, die keinen erkennbaren Erholungsvorgängen unterworfen war. Aus der Versetzungskonfiguration ist daher nicht zu folgern, wann die an den Versetzungen im Einspannkopf gebildeten Ausscheidungen entstanden sind. Wegen des gleichsinnigen Verlaufs der Konzentration und der mittleren Durchmesser der Matrixausscheidungen mit der Standzeit von Einspannkopf und Probenmesslänge ist lediglich ein Analogieschluss möglich.

Wenn das Konzentrationsmaximum der Matrixausscheidungen überschritten ist, z.B. bei 550°C Prüftemperatur nach 4084 h Standzeit mit 220 MPa Prüfspannung, befindet sich im Einspannkopf ein grosser Teil der Versetzungen und auch der Matrixausscheidungen in Korngrenzennähe. Mit weiter zunehmender Standzeit, d.h.

abnehmender Prüfspannung, setzt sich dieser Trend verstärkt fort, auch bei den anderen untersuchten Prüftemperaturen. Da von den entsprechenden Standzeiten an die mittlere Breite der Korngrenzenausscheidungen stark ansteigt bei teilweise stagnierender Menge der Matrixausscheidungen, ist zu vermuten, dass die verstärkte Bildung von Korngrenzenausscheidungen des Typs $M_{23}C_6$ in den Einspannköpfen eine Verformung der Matrixkörner verursacht. Denn das spezifische Volumen der $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen ist um etwa 13% grösser als das der austenitischen Matrix. Der grössere Platzbedarf der Korngrenzenausscheidungen ist durch die zu den Korngrenzen hin diffundierenden Leerstellen allein nicht zu decken und erzeugt daher Druckspannung in der Umgebung der Korngrenzen, die zu Gleitvorgängen und zur Versetzungsbildung führen und damit neue Fremdkeimstellen für Matrixausscheidungen vom Typ $M_{23}C_6$ erzeugen. Die neuen Matrixausscheidungen sind dann aber mehr oder weniger in der Nähe der Korngrenzen konzentriert. Sie behindern offenbar das Wachstum der Korngrenzenausscheidungen. Denn innerhalb des begrenzten Standzeitbereichs, in dem die Konzentration der Matrixausscheidungen im Einspannkopf wieder ansteigt, bleibt die Breite der Korngrenzenausscheidungen konstant oder fällt sogar ab, insbesondere nach langen Standzeiten bei $700^{\circ}C$ und $750^{\circ}C$ Prüftemperatur. Wahrscheinlich entstand auf diese Art die aufgefallene zweite Fraktion kleinerer Matrixausscheidungen (Bild 55, 56 und 57). Die Auswirkungen der Prüfspannung scheinen hier im Einspannkopf völlig zu verschwinden; sie dürfte die Werte der Streckgrenze unterschritten haben.

Der oben beschriebene Vorgang des Initiierens von Matrixausscheidungen durch Korngrenzenausscheidungen läuft wahrscheinlich auch in den Probenmesslängen ab. Dort wird er aber von anderen Vorgängen der Ausscheidungsbildung überlagert und ist deshalb nicht eindeutig nachweisbar.

Mit den beiden diskutierten Mechanismen der Verformungseinflüsse auf das Ausscheidungsverhalten, die bei grossen Prüfspannungen von der äusseren und bei kleinen Prüfspannungen von einer inneren Spannung herrühren, ist das

Ausscheidungsverhalten in den Einspannköpfen hinreichend charakterisiert. In den Probenmesslängen tritt noch ein dritter Faktor hinzu, die Verformung bei der Probenbelastung mit mittlerer Prüfspannung. Von den durch sie entstehenden Versetzungen unterschreitet schon im primären Kriechabschnitt ein mit abnehmender Prüfspannung grösser werdender Anteil die kritische Laufgeschwindigkeit und wird zur potentiellen Keimstelle für Matrixausscheidungen. Weil aber mit der Prüfspannung die gesamte Versetzungsdichte abnimmt, gibt es bei einer bestimmten Prüfspannung σ_Z ($t_m = t_Z(\sigma_Z)$) ein Maximum des Keimstellenangebotes. Im Verlauf der Konzentration der Matrixausscheidungen mit der Standzeit (Bild 53), gemessen nach dem Bruch der Probe, erscheint es als Zwischenmaximum. Da diese Matrixausscheidungen bereits vor dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit entstehen, beeinflussen sie diese und verändern deren Verlauf mit der Prüfspannung (Bild 59). Wird bei hohen Prüfspannungen die minimale Kriechgeschwindigkeit durch die hohe Versetzungsdichte reduziert - mit abnehmendem Effekt bei abnehmender Prüfspannung - so verlängern die an den Versetzungen gebildeten Matrixausscheidungen diese Wirkung zu mittleren Prüfspannungen hin. Es entsteht eine Ausbuchtung in der Kurve $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$ vs. $\log \sigma_0$ bei $\sigma_0 = \sigma_Z$.

Der Einfluss der Verformung durch die anfängliche Probenbelastung reicht bis zu einer Prüfspannung $\sigma_M < \sigma_Z$. Sie wurde bei 0,05% Belastungsdehnung (ϵ_0) angenommen, bei der keine nennenswerte plastische Verformung mehr auftritt. Etwa bei $\log \sigma_M$ erfährt der Verlauf von $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$ vs. $\log \sigma_0$ abermals eine Richtungsänderung (Bild 59). Diese Veränderung des Verlaufs der minimalen Kriechgeschwindigkeit mit der Prüfspannung in Richtung auf ein günstigeres Kriechverhalten dürfte überwiegend ein Effekt der Korngrenzenausscheidungen sein, denn die Korngrenzen stehen unabhängig von anfänglicher Belastungsverformung und Verformungsgeschwindigkeit, von Beginn der Kriechprüfung an als Keimstellen für $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen zur Verfügung. Damit können bei niedrigen Prüfspannungen und entsprechend langen Standzeiten die

Korngrenzenausscheidungen bereits beim Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit eine solche Breite und Geschlossenheit erreicht haben, dass sie die Induzierung von Gleitvorgängen in Nachbarkörnern durch aufgestaute Versetzungen behindern können. D.h., die Korngrenzenausscheidungen be- oder verhindern sogar das, bei hohen bis mittleren Prüfspannungen vorherrschende, Versetzungskriechen. Darüber hinaus ist es vorstellbar, dass während der ganzen Bildungsdauer von $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen das bei niedrigen Prüfspannungen vorherrschende Diffusionskriechen behindert wird, weil das spezifische Volumen der $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen um ca. 13% grösser ist als das der austenitischen Matrix und so mindestens ein Teil der für die Diffusion nötigen Leerstellen bei der Ausscheidungsbildung aufgezehrt wird. Die Wirkung der Korngrenzen als Senken für Leerstellen dürfte also durch die Bildung von $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen verstärkt werden. Dadurch wird zumindest das Coble-Kriechen behindert und die minimale Kriechgeschwindigkeit reduziert. In Fortführung dieser Überlegung müsste dann, wenn das Ausscheidungspotential für $M_{23}C_6$ erschöpft ist, d.h. bei sehr kleinen Prüfspannungen, der Verlauf der Kriechcharakteristik ($\log \dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$ vs. $\log \sigma_0$) eine weitere Richtungsänderung zu ungünstigerem Kriechverhalten erfahren. In der vorliegenden Arbeit scheint sich das bei den höheren Prüftemperaturen bereits anzudeuten. Voraussetzung dafür wäre allerdings, dass keine Bildung anderer Ausscheidungen das Kriechverhalten stärker beeinflusst.

Auf den Verlauf der Duktilitätswerte, Zeitbrucheinschnürung und Zeitbruchdehnung, mit der Standzeit wirkt sich die Struktur des Werkstoffs unterschiedlich aus.

In der spannungs- bzw. standzeitabhängigen "Modulation" der Zeitbrucheinschnürung, die mit dem tertiären Kriechabschnitt beginnt, stellen sich im wesentlichen die Gefügemerkmale dar, die sich schon im primären und sekundären Kriechabschnitt ausbilden. Das sind bei hohen bis mittleren Prüfspannungen (kurze bis mittlere Standzeiten) grosse Versetzungsdichten und die Matrixausscheidungen mit dem Zwischenmaximum ihrer Konzentration bei $t_Z(\sigma_Z)$,

und bei niedrigen Prüfspannungen (langen Standzeiten) die Breite der Korngrenzenausscheidungen. Aber nicht das Konzentrationsmaximum der Matrixausscheidungen bei $t_p(\sigma_p)$. Dieser Befund bestätigt die Auffassung, dass diese Matrixausscheidungen erst im tertiären Kriechabschnitt gebildet wurden.

Die Kriechdehnung, die sich aus der Gleichmassdehnung und der Einschnürdehnung zusammensetzt, erfährt ihre "Modulation" mit der Standzeit nur zu einem Teil von dem im tertiären Kriechabschnitt wirksamen Gefügeaufbau. Der aus der Gleichmassdehnung kommende Anteil betrifft hauptsächlich Gefügemerkmale, die bereits im primären und sekundären Kriechabschnitt die Verformbarkeit des Materials beeinflussen. Im Stahl 1.4948 kommen dafür die Korngrenzenausscheidungen in Frage. Sie machen sich naturgemäss bei niedrigen Prüfspannungen (langen Standzeiten) am stärksten bemerkbar.

Wegen der Abhängigkeit der Brucheinschnürung und der Einschnürdehnung von der Ausgangsmesslänge ergeben sich für die bei 550°C Prüftemperatur eingesetzten Proben mit drei verschiedenen Abmessungen starke Abweichungen der Duktilitätswerte. Daher ist aus ihnen kein einheitliches Verlaufsbild zu gewinnen.

Die Korngrenzenausscheidungen, die bei niedrigen Prüfspannungen den Verlauf der minimalen Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Prüfspannung günstig beeinflussen, führen aber in diesem Prüfspannungsbereich zur relativen Verkürzung der Standzeit (Bild 69). Denn die sehr harten Korngrenzenausscheidungen vom Typ $M_{23}C_6$ können im Gegensatz zur duktilen Matrix Spannungsspitzen nicht mehr ausgleichen. Es kommt dann schnell zum interkristallinen Bruch. Ausgesprochenes Korngrenzengleiten wurde nur bei Proben mit langer Standzeit der Prüftemperatur 550°C beobachtet (Bild 39d), wo die Korngrenzenausscheidungen bereits dann eine beträchtliche Breite erreichen, wenn die Duktilität der Matrix durch die Versetzungskonfiguration und -dichte noch gering ist.

Da Korngrenzen Nukleationsorte für Ausscheidungen vom Typ $M_{23}C_6$ darstellen und die Grösse (Breite) der Ausscheidungen mit zunehmender Keimstellendichte abnimmt, hat die Matrixkorngrösse sicher einen Einfluss auf die Breite der Korngrenzenausscheidungen und damit auf das Kriechverhalten des Werkstoffs bei niedrigen Prüfspannungen. Dies ist beim Vergleich mit anderen Chargen zu berücksichtigen.

Wegen des Einflusses der Korngrenzenausscheidungen auf das Kriechverhalten und ihres spannungs- und standzeitbedingten Wachstums ist eine Extrapolation der Kriecheigenschaften von kürzeren Standzeiten bei höheren Prüftemperaturen zu längeren Standzeiten bei niedrigeren Prüftemperaturen problematisch, weil bei der konkurrierenden Bildung von Matrix- und Korngrenzenausscheidungen des gleichen Typs nicht einfach Zeit durch Temperatur ersetzt werden kann.

7. Zusammenfassung

Am Grundwerkstoff und an den Schweissverbindungen des SNR-Strukturmaterials X6CrNi 18 11 (DIN 1.4948) wurden im Temperaturbereich von $550^{\circ}C$ bis $750^{\circ}C$ Zeitstandversuche bis zu Standzeiten von $\approx 30\ 000$ h durchgeführt. Die Ergebnisse sind in guter Übereinstimmung mit den Resultaten anderer Prüflabors des SNR-Konsortiums an der gleichen Charge. Sie erlauben eine Extrapolation nach Larson-Miller auf anlagenrelevante Zeiträume. Die Befunde der durchgeführten Langzeitversuche bestätigen bezüglich der Zeitstandfestigkeit die bisherigen Kenntnisse und Annahmen; aber bezüglich des Duktilitäts- und Kriechverhaltens ergaben sich Abweichungen. Der Abfall der Duktilitätswerte setzt bei dieser Charge bereits nach kürzeren Standzeiten ein, und der Verlauf der minimalen Kriechgeschwindigkeit zeigt bei niedrigen Prüfspannungen eine Änderung im auslegungstechnisch positiven Sinne.

Im zweiten Teil wurde die Struktur im Grundwerkstoff der gebrochenen Zeitstandproben licht- und elektronenmikroskopisch untersucht und bezüglich der Ausscheidungen quantitativ ausgewertet. Die in diesem Rahmen zu berücksichtigenden Ausscheidungen gehören dem Typ $M_{23}C_6$ an. Sie treten im Korn und an den Korngrenzen auf. Ihre unterschiedliche Gestalt lässt sich auf das Oktaeder als Grundform zurückführen.

Wegen ihrer Nukleation an Gitterfehlstellen ist die Versetzungskonfiguration und -bewegung im Material von Bedeutung für das Ausscheidungsverhalten und seine Einflüsse auf die Kriecheigenschaften. Die Entstehung von $M_{23}C_6$ ist daher abhängig von der thermomechanischen Vorbehandlung und den Kriechvorgängen selbst. Durch Konkurrenz der Ausscheidungsbildung vom gleichen Typ an Korngrenzen und im Korn wird indirekt auch die Bildung von Korngrenzenausscheidungen von der thermomechanischen Vorbehandlung und den Kriechvorgängen abhängig. Die Korngrenzenausscheidungen beeinflussen die Bruchform der Zeitstandproben, sie begünstigen den interkristallinen Bruch. Die resultierenden Struktureinflüsse erklären die Abweichung des Verlaufs von $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$ vs. $\log \sigma_0$ von einer Geraden $\log \dot{\epsilon}_{pmin} = n \log \sigma_0 + B$. Bei Temperaturen $\geq 650^\circ \text{C}$ muss man aber nach Standzeiten $> 5 \times 10^5 \text{ h}$ im Grundwerkstoff mit Änderungen des Ausscheidungsverhaltens rechnen, die im Rahmen dieser Arbeit nicht berücksichtigt werden konnten.

Mit Hilfe der TEM-Untersuchungen wurde versucht, ein ZTA-Diagramm aufzustellen. Der Zeitpunkt des ersten Auftretens von Matrixausscheidungen in den gebrochenen Proben konnte nur bei 550°C Prüftemperatur ermittelt werden. Bei allen anderen Prüftemperaturen waren die vorliegenden Standzeiten zu lang. Der Beginn der Bildung von Korngrenzenausscheidungen war nicht festzustellen, weil in allen Proben bereits Korngrenzenausscheidungen gefunden wurden. Er muss bei sehr kurzen Zeiten liegen.

Die Struktur der geschweissten Zeitstandproben wurde nicht untersucht.

Danksagung

Die Autoren danken den Herren E. Weis, K. Dindorf, J. Sanchez und J. Ruz für die zuverlässige Durchführung und Betreuung der Zeitstandversuche; den Herren P. Graf, H. Meinzer, H. Zimmermann, F. Aldea, P. Gomez und M. Medina für die Durchführung der umfangreichen metallographischen Untersuchungen und Härtemessungen und Frau E. Ordonez und den Herren J.L. Mozo, A. del Rio für die aufwendigen elektronenmikroskopischen Arbeiten. Herrn Dr. W. Schneider gilt unser Dank für anregende und hilfreiche wissenschaftliche Diskussion. Desweiteren danken wir Frau E. Thun für den besonderen Aufwand bei der Erstellung des Manuskriptes bis zur Endfassung.

N.S. zum Teil Strukturuntersuchungen.

Kleinen Teilchen einer zweiten Phase haftet zweifellos das Odium an, eine "wissenschaftliche Ausrede" für fehlendes Verständnis eines Vorganges zu sein. Bei so stark strukturempfindlichen Eigenschaften wie Plastizität und Duktilität sind sie jedoch durchaus ernstzunehmen.

B. Ilchner

7. Literatur

/1/ "Hochwarmfeste austenitische Stähle"

Mannesmann Röhrenwerke Düsseldorf 440 R, Nov. 1972

DEW-Druckschrift 1123/2-1969

Thyssenrohr Düsseldorf, Juni 1969

/2/ "Stahl-Eisen-Liste"

VDEH 1972, Verlag Stahleisen - Düsseldorf

Stahl-Eisen-Werkstoffblatt 640 - Mai 1975

VDEH

VdTUV-Werkstoffblatt 313, Ausgabe 02-82

/3/ H. Gerlach: Warmfeste austenitische Stähle

Werkstoffkunde der gebräuchlichen Stähle,

Verlag Stahleisen-Düsseldorf 1977

Band 2, S. 106-120

I. Class, H.R. Kautz, H. Gerlach

Austenitische Cr-Ni-Stähle für Temperaturen über 400° C

VGB-Werkstofftagung 1969 - Sonderdruck S. 42-54, Essen

/4/ E. Grosser, E. te Heesen, H. Lorenz

"Properties of Type 1811 CrNi-ss and Parent-Like Weld-Joints
with Regards to Elevated Temperature Application"

AED Conf. -74-538-008

- /5/ M. Schirra, R.R. Solano, B. Seith, M. de las Rivas
"Das Zeitstandfestigkeits- und Kriechverhalten des Stahls
X6CrNi 1811 (1.4948)
KfK-Ext. 6/76-5; JEN-Ber. 363 (Teil I)
- /6/ M. Schirra, B. Seith, R.R. Solano, M. de las Rivas, S. Barroso
"Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am Stahl X6CrNi 1811
(1.4948) im Rahmen des Extrapolationsprogrammes" (Teil II)
KfK-Bericht 2641 - Juni 1978; JEN-Ber. 447
- /7/ M. Schirra, B. Seith, R.R. Solano, M. de las Rivas, S. Barroso
"Zeitstandfestigkeits- und Kriechversuche am Stahl X6CrNi 1811
(1.4948) im Rahmen des Extrapolationsprogrammes" (Teil III)
KfK-Bericht 3085 - Mai 1981; JEN-Ber. 522
- /8/ B. v. d. Schaaf
"Irradiation effects on the mechanical properties of 18/11 CrNi-
stainless steel (DIN 1.4948). First status report"
Bericht ECN 4, Juli 1976
- /9/ B. v. d. Schaaf, M.I. de Vries, J.D. Elen
"Effect of neutron irradiation on creep properties of 18Cr 11Ni
(DIN 1.4948) stainless steel plate and welded joints at 823^o K"
ECN-Bericht 61 - May 1979, ECN-Bericht 152 - März 1984
- /10/ H. Huthmann, G. Menken, H.U. Borgstedt, H. Tas
"Influence of flowing sodium on the creep-rupture and fatigue
behaviour of type 304 SS at 550^o C".
Second Intern. Conf. on Liquid Metal Technology in Energy Production.
Richland 20.-24.4.1980

/11/ F.H. Norton

"The creep of steel at high temperatures"

McGraw Hill Publishing CoLtd 1929

/12/ B. Ilschner

"Inwieweit wird Werkstoff-Festigkeit bei hoher Temperatur von den Grundlagen her beherrscht?"

VDI-Berichte Nr. 302 - 1977, S. 5/8

/13/ M.K. Booker, V.K. Sikka

"Analysis of the creep-strain-time behaviour of type 304 stainless steel"

ORNL 5190, ORNL 5403

/14/ F.C. Monkman, N.J. Grant

"An empirical relationship between rupture life and minimum creep rate in creep-rupture-tests"

Proc. ASTM Vol. 56 (1956) s. 593-620

/15/ F.R. Larson, J. Miller

"A time-temperature relationship for rupture and creep stresses"

Trans. ASME 74 (1952) 765

/16/ W.E. Leyda, J.B. Rowe

"Application of the Larson-Miller-Parameter method for evaluation of data in the interests of material acceptance"

Analises 1970, S. 311-330

/17/ M. Guyette, K.D. Closs

Dez. 1970; Persönliche Mitteilung

/18/ K. Bungard, W. Schmidt

"Vergleich verschiedener Verfahren zur Extrapolation von Zeitstandwerten"

DEW-Techn. Berichte, 1. Band, 1961, Heft 3

/19/ VDEH-Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle

"Zeitstandversuche an den Stählen X6CrNi 1811 (1.4948) und X6CrNi 1713 (1.4919)"

Unveröffentlichter Bericht

/20/ H. Lorenz, H. Breitling, E. te Heesen

Unveröffentlichter Bericht

/21/ J. Granacher, H. Wiegand

"Überprüfung von Verfahren zur Extrapolation der Zeitstandfestigkeit warmfester Stähle"

Archiv f.d. Eisenhüttenwesen, 43-9 (1972) S. 1-6

/22/ M. Bocek, F. Wolf

"Ein Verfahren zur Langzeitextrapolation von Zeitstanddaten"

KfK-Bericht 3602, Sept. 1983

/23/ M.R. Hill

"Mechanical properties test-data for structural materials"

ORNL 5150

- /24/ W. Dortland, C.F. Etienne, A. Hofstede, H.B. Zeedijk
"Summarizing report on creep strain tests and relaxation test on material "L" (1.4948)", TNO-SR-TN 7203/37, 1972
- /25/ H. Fabritius
"Zum Zeitstandverhalten des austenitischen Cr-Ni-Stahles mit rd. 18% Cr und 11% Ni"
Archiv Eisenhüttenwesen 48 (1977) Nr. 8, S. 443-446
- /26/ U.F. Kocks, T. Hasegawa, R.O. Scattergood
"On the Origin of Cell Walls and of Lattice Misorientations During Deformation."
Scripta Met. V. 14, 1980, pp. 449-454
- /27/ International Tables for X-ray Crystallography, Bd. I
The Kynoch Press, Birmingham (1952)
- /28/ S. Barroso, K. Ehrlich, R. Gross
"Untersuchung zum Ausscheidungsverhalten und zur Mikrostruktur des Werkstoffes X6CrNi 18 11 (1.4948) unter Kriechbeanspruchung."
Jahrestagung Kerntechnik 80. Reaktortagung 1980.
Berlin, 25.-27. März 1980
Kerntechnische Ges. e.V., Deutsches Atomforum e.V.
Eggenstein-Leopoldshafen:
Fachinformationszentrum Energie, Physik, Mathematik; 1980, S. 709-12
- /29/ A.F. Padilha, G. Schanz, K. Anderko
"Ausscheidungsverhalten des Ti-stabilisierten austenitischen Stahles 1.4970"
Journal of Nuclear Materials Nr. 1, 1982, S. 77-92

/30/ V. Biss, D.L. Sponseller, M. Semchyshen

"Metallographic Examination of Typ 304 Stainless Steel Creep Rupture Specimens."

Journal of Materials, JM LSA, Vol. 7, No. 1

March 1972, pp. 88-94

/31/ M. Pohl

"Elektronenmikroskopische Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten unstabilisierter Chrom-Nickel-Stähle im Temperaturbereich von 500 bis 800° C."

Diss.: Rhein.-Westf. Technische Hochschule Aachen,

Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen, 1977

/32/ M. Schirra, B. Seith, R.R. Solano, S. Barroso

"Das Zeitstand- und Kriechverhalten des SNR-Strukturwerkstoffes X6CrNi 18 11 (1.4948)

Langzeitverhalten-Chargeneinfluss-Strukturänderungen."

KTG-Tagung, Berlin 1983, Beitrag 619

/33/ M. Schirra, D. Preininger, K. Anderko

"Zur Spannungsabhängigkeit des Kriechens der austenitischen Stähle 1.4948 und 1.4981 - Konsequenzen für Extrapolation zu niedrigen Kriechgeschwindigkeiten."

KTG-Tagung, Mannheim 1977, Beitrag E 422

Tabelle I

Chemische Zusammensetzung

X 6 Cr Ni 1811 (1.4948)

	Charge-Nr. GW 206 231861		Soll	Stahl-Eisen Werkstoffblatt 640-Mai 1975 VDEH
	I.A.	Werk	SNR-Spezif.	
C	0,053	0,052	0,04-0,07	0,04-0,08
Si	0,39	0,44	≤ 0,75	≤ 0,75
Mn	2,25	1,81	≤ 2,0	≤ 2,0
P	0,018	0,019	≤ 0,03	≤ 0,045
S	0,032	0,012	≤ 0,02	≤ 0,30
Cr	17,8	17,45	17-19	17-19
Ni	10,6	11,0	10-12	10-12
Mo	0,065		≤ 0,50	≤ 0,50
Ti+Ta+Nb			≤ 0,10	
Al	0,08			
N	0,041			
Cu	0,043			
V	0,02			
Co	0,069			
B	2,0-2,3 ppm (KfK)			

Abmessung: 500x20x1000 mm Wärmebehandlung: lsg 1000-1080°C

Härte HV₃₀ = 147-157/134-140 Korngröße ASTM: 3-5

Tabelle II

Schweißprotokoll vom 14.2.1973

Gegenstand:	Blech 20 mm x 1000 mm x 165 mm
Werkstoff:	X6CrNi 1811 (W.-Nr. 1.4948) interne Interatom-Bezeichnung: GW 206
Schweißnahtvorbereitung:	Streifen wurden mit Plasmabrenner aus größeren Blechen gebrannt. Die Brenn- kante wurde 5 mm abgearbeitet. Schweißkanten bearbeitet zu X-Naht mit 30°-Flanken mit 1 mm Steg.
Schweißverfahren:	Wurzel: WIG Füll-, Decklagen: E-Hand
Zusatzwerkstoff:	WIG: CN 1811 IG, 2 mm \emptyset Charge Nr. 39130 E-Hand: FOK CN 1811, 4 mm \emptyset Charge Nr. 1.46651
Stromstärke:	WIG: 140A E-Hand: 125 - 140 A
Spannung:	WIG: 22 V E-Hand: 20 - 24 V
Nahtunterschutz:	Argon
Zahl der Lagen:	7
Zahl der Heftstellen:	5
Arbeitsposition:	waagerecht
Wärmebehandlung:	Vorwärmung: keine Nachbehandlung: keine
Ausführung durch:	Interatom (Cosar, Büchel, Krahpohl)

Tabelle III

Chemische Zusammensetzung (VDEH-Chargen)

Spezifikation Stahl-Eisen W.Blatt 640 Mai 1975		Charge 65890	233417	27671	13713	49460
C	0,04-0,08	0,046 0,049 ^{x)}	0,041 0,034 ^{x)}	0,053 0,049 ^{x)}	0,047	0,052
Si	≤ 0,75	0,26	0,46	0,39	0,31	0,22
Mn	≤ 2,0	1,42	1,87	1,65	1,43	1,54
P	≤ 0,045	0,033	0,030	0,010	0,031	0,035
S	≤ 0,030	0,019	0,017	0,003	0,006	0,018
Cr	17-19	17,12	17,58	18,30	17,3	17,6
Ni	10-12	10,04	10,48	11,70	11,3	10,8
Mo	≤ 0,50	0,39	0,47	0,19	0,22	0,37
Ti		<0,02	0,04	<0,03	<0,05	<0,05
Al		<0,005	0,001	0,007	0,005	0,001
N ₂		0,027	0,030	0,031	0,033	0,026
Cu		0,23	0,26	0,07	0,08	0,12
V		0,06	0,04	0,07	0,05	0,05
Co		0,16	0,16	0,09	0,14	0,018
W			0,10		<0,05	
Ta/Nb				<0,03	<0,05	0,05
B		9 ppm	2,5 ppm		<10 ppm	15 ppm
Abmessung		90x20mm	90x20mm	∅ 400	25mm	20mm
Wärmebehandlung		1050 ^o 30'/W	1050 ^o 30'/W	1070 ^o 30'/W		
Härte HV ₃₀		145-156	140-150	132-157		
Korngröße ASTM		3-5 25%=2	3-5 20%=2	1-3		

x) nach Pohl/31/

Tabelle IV

Zeitstandversuche "Extrapolationsprogramm" KfK-JEN

X 6 CrNi 1811 (1.4948)

Grundwerkstoff GW 206 Probe: \emptyset 8x50 mm

(dox10)

Vers. Nr.	T °C	σ kp/mm ²	t_B std	$\epsilon_{Bel.}$ %	$t_{0,1\%}$ std	$t_{0,2\%}$ std	$t_{0,5\%}$ std	$t_{1\%}$ std	$t_{2\%}$ std	$t_{5\%}$ std	$t_{10\%}$ std	$\dot{\epsilon}$ abs. $\times 10^{-6}/h$	δ %	ψ %	Bem.
EP 28	550	25	1002	7,04	2	5	15	35	90	500	950	62	20,4	31,9	
EP 30	"	22	4084	4,7	4	8	23	70	300	1900	3600	16	22,0	31,9	
EP 32	"	20	6900	4,5	6	12	38	120	550	2600	5300	15	24,6	31,9	
EP 36	"	17	19250	2,6	8	22	120	600	2700	10000	18000	3,6	16,6	21,3	
EP 4	600	22	66	5,92	/	/	/	2	4	13	32	3000	46,0	47,4	
EP 6	"	20	187	4,8	/	/	1	3	10	40	95	770	36,6	41,9	
EP 8	"	18	460	3,73	/	/	2	8	28	105	215	380	44,4	47,4	
EP 12	"	15	2165	2,30	1	3	14	55	170	460	900	90	47,0	47,4	
EP 26	"	13,5	5360	1,13	1	4	30	150	530	1400	2900	27	36,0	36,0	
EP 33	"	12	8500	1,03	/	3	40	230	700	2100	4800	18	30,0	49,2	
EP 16	"	10,5	16325	0,60	6	42	280	900	1900	7500	14000	5	18,2	21,2	
EP 39	"	9	35 000	0,16	70	300	1400	5000	15000	26500		0,64	11,6	15,6	
EP 44	"	8		0,12	210	575	3200	37000				0,021			
EP 45	"	7		0,10	750	2000	15500					0,042			
EP 41	"	6		0,05	1550	4800									
EP 1	650	15	85	2,52	/	/	/	1,5	4	15	30	2800	66,0	60,9	
EP 7	"	13	250	1,31	/	/	1	2,5	14	55	95	1000	60,0	56,1	
EP 10	"	11	945	0,78	/	/	6	20	55	150	300	290	62,0	57,7	
EP 15	"	9,5	2290	0,29	1	4	18	50	120	400	850	105	41,0	43,7	
EP 29	"	8,5	7300	0,12	15	40	130	440	1250	2800	5000	12	23,4	23,85	
EP 35	"	7,5	12250	0,08	60	115	600	2250	3900	7000	11000	2,8	16,5	19,0	
EP 19	"	6,5	14500	0,04	110	300	1600	3300	5000	10500	14000	1,6	14,6	16,73	
EP 43	"	6	25500	0,03	170	570	3900	6000	10000	19000	25000	0,78	11,8	15,6	
EP 40	"	5	53450	0,02	260	2700	14500	22000	33000	44000	/	0,12	10,0	9,5	

Tabelle V

Zeitstandversuche "Extrapolationsprogramm" KfK-JEN

X 6 CrNi 1811 (1.4948) Schweißverbindung GW 206 Probe: ϕ 8x50 mm

(dox10)

Vers. Nr.	T °C	σ kp/mm ²	t _B std	ϵ Bel. %	t _{0,1%} std	t _{0,2%} std	t _{0,5%} std	t _{1%} std	t _{2%} std	t _{5%} std	t _{10%} std	$\dot{\epsilon}$ abs. x10 ⁻⁶ /h	δ %	ψ %	Bem.
EP 2	550	24	860	3,46	3	8	23	70	210	750	/	56	12,8	21,3	Duktiler Bruch i.d. Schweißse
EP 13	"	22	2346	2,45	3	8	32	100	360	1600	2300	22	14,0	23,8	
EP 18	"	20	2950	1,40	4	17	90	400	1350	2950	/	8,6	9,0	9,5	
EP 22	"	19	8730	1,20	4	13	100	700	3200	/	/	3,4	8,6	16,7	
EP 34	"	18	10970	1,14	13	36	200	1150	4200	/	/	3,2	8,6	12,1	
EP 27	"	17	9180	0,89	14	60	750	3600	8500	/	/	1,6	4,6	7,4	
EP 38	"	15	28 540	0,36	36	210	3400	10500	28000			0,33	4,8	15,6	
EP 20	600	20	194	1,86	/	/	3	12	35	100	180	485	16,6	36,0	
EP 3	"	17	1060	0,71	/	2,5	24	80	190	440	750	87	24,0	45,6	doppelte
EP 14	"	15	1960	0,42	1	4	65	160	360	800	1500	45	21,4	47,4	Einschnü-
EP 17	"	13	4640	0,19	4	30	280	700	1350	3000	4600	11	12,0	29,9	rung
EP 25	"	12	10600	0,13	60	360	1250	3000	5500	9700	/	2,8	7,6	23,8	
EP 37	"	11	13300	0,10	80	340	1300	4200	7500	12400	/	1,8	7,2	23,8	
EP 23	"	10	22840	0,08	210	900	7300	12500	20000	/	/	0,3	/	/	
EP 5	650	13	390	0,26	/	2	10	24	55	130	220	340	34,6	60,9	doppelte
EP 9	"	11	360	0,24	/	2,5	10	22	45	110	190	440	37,4	62,5	Einschnü-
EP 42	"	10	2330	0,11	10	30	115	250	530	1270	2050	36	14,2	30,9	rung
EP 11	"	9	4180	0,06	20	90	340	800	1500	2900	4150	12	12,4	25,9	"
EP 21	"	8	7976	0,02	300	900	2100	3600	6000	7900	/	1,7	7,8	25,6	"
EP 31	"	7	12850	0,03	250	1800	4000	6000	10000	/	/	0,73	4,2	19,0	
EP 24	"	6	12000	0,04	4400	9000	/	/	/	/	/	0,14	2	1,25	

Tabelle VII

Zeitstandversuche "Extrapolationsprogramm" KfK-JEN

X 6 CrNi 1811 (1.4948) Grundwerkstoff GW 206 Probe: ϕ 5x25 mm

(dox10)

Vers. Nr.	T °C	G kp/mm ²	t _B std	ε _{Bel.} %	t _{0,1%} std	t _{0,2%} std	t _{0,5%} std	t _{1%} std	t _{2%} std	t _{5%} std	t _{10%} std	ε _{abs.} x10 ⁻⁶ /h	δ %	ψ %	Bem
ZS															
1954	650	19	16	4,56	/	/	/	0,5	1	3	7	13500	49,2	56,5	
1953		18	29	3,8	/	/	/	1	2	6	12	7710	52,8	55,5	
1943		17	59	0,22	/	1	4	7	12,5	23	35	1400	37,2	59,0	
2031		17	40	1,54	/	/	/	1	2,5	7,5	16,5	5650	54,0	59,1	
1948		16	73	2,0	/	/	0,3	1,5	4,5	14	28	2960	52,0	59,0	
2030		15	117	1,96	/	0,5	1,5	4	9,5	26	47	1820	54,0	59,0	
1944		14	144	1,84	/	0,25	1	3	9	26	54	1650	46,0	56,5	
2032		13	468	1,20	/	0,9	4	11	26,5	72	186	400	47,2	60,8	
1949		12	527	0,60	/	2	7	20	45	113	209	404	44,4	50,0	
2033		11	2596 ohne Bruch	0,12	49	289	1321	2042	2596	/	/	/	/	/	
1950		10	1923	0,26	4,5	13	40	92	192	450	887	112	37,2	48,0	
ZSV															
1226		9	2942	0,16	5	14	44	102	227	567	1675	27,4	32,0	39,5	
1227		8	6021	0,10	31	115	430	895	1454	2738	4500	8,4	22,4	19,2	
1237		7	10338	0,10	/	16	320	1200	2537	5399	8714	6,0	19,6	22,6	
1236		6	32045	0,04	1445	4677	11275	14396	19199	29050	/	0,13	10,4	11,5	
ZS2025		5	/	0,06	480	3768	24791	36650	48400	60000	/	0,074	/	/	

Tabelle VIII

Zeitstandversuche "Extrapolationsprogramm" KfK-JEN

X 6 CrNi 1811 (1.4948)

Grundwerkstoff GW 206 Probe: ϕ 5x25 mm

(dox10)

Vers. Nr.	T °C	σ kp/mm ²	t _B std	ϵ Bel. %	t _{0,1%} std	t _{0,2%} std	t _{0,5%} std	t _{1%} std	t _{2%} std	t _{5%} std	t _{10%} std	$\dot{\epsilon}$ abs. x10 ⁻⁶ /h	δ %	ψ %	Bem.
ZS															
2001	700	14	14,5	1,62	/	/	/	/	0,9	2,5	5,5	16500	53,6	66,4	
2002		13	24	1,36	/	/	/	0,5	1,5	4,5	8	10300	60,8	66,4	
2003		12	45	0,94	/	/	0,5	1,3	3	7,5	15	6002	59,6	63,3	
2004		11	83	0,78	/	/	1	2	5	13	23	3750	58,0	53,0	
ZSV		10	92,5	0,42	/	0,5	1	3	6	/	/	2560	56,4	59,0	
1210															
1214		9	176	0,2	0,25	0,6	2	5	12	32	65	1440	45,2	53,7	
1211		8	407	0,14		1,75	5	12	27	79	168	540	45,2	42,2	
1215		7	866	0,08	2,5	5	15	32	72	215	450	195	30,0	33,0	
1212		6	2023	0,08	6	15	42	90	190	525	1151	73	26,8	29,5	
1216		5	6035	0,04	24	99	481	832	1406	3307	5650	9	15,6	22,7	
ZS															
2000		4	19948	0,06	288	1729	3385	5355	8643	15910	19400	0,4	16,0	15,4	
ZSV															
1233		3	43 601	0,04	2470	6670	10916	16413	26971	41802	/	0,1	8,8	11,7	

Tabelle IX

Zeitstandversuche "Extrapolationsprogramm" KfK-JEN

X 6 CrNi 1811 (1.4948) Grundwerkstoff GW 206 Probe: ϕ 5x25 mm

(doxlo)

Vers. Nr.	T °C	σ kp/mm ²	t _B std	$\epsilon_{\text{Bel.}}$ %	t _{0,1%} std	t _{0,2%} std	t _{0,5%} std	t _{1%} std	t _{2%} std	t _{5%} std	t _{10%} std	$\dot{\epsilon}$ abs. x10 ⁻⁶ /h	δ %	ψ %	Bem.
ZS															
2008	750	12	4,6	1,24	/	/	/	/	0,3	0,75	1,5	63400	61,6	70,8	
2007		11	7,3	0,94	/	/	/	/	0,5	1,2	2,5	40400	64,8	61,6	
2006		10	16	0,72	/	/	/	0,5	1	2,5	5	19300	64,0	56,5	
2005		9	37	0,08	0,25	0,5	1,1	1,8	3,5	7,5	/	5680	56,0	48,3	
ZSV															
1219		8	41	0,18	/	/	0,5	1	2,5	7	/	6800	51,2	45,0	
1225		7	83	0,20	/	0,25	1	2,5	5,5	15	30	3300	44,8	42,0	
1220		6	201	0,06	0,25	0,75	2	7	14	39	82	1160	39,2	36,0	
1224		5	440	0,02	0,5	1	8	17,5	38	116	250	336	25,2	29,5	
1221		4	1226	0,06	6	16	42	81	172	389	934	77	18,4	29,4	
1235		3	7372 ohne Bruch	0,004	695	1223	2478	3670	5877	bis 3,6%	/	/	/	/	
1241		3	5268	0,02	50	206	584	1104	2113	4310	/	8,2	12,8	11,8	

X 6 Cr Ni 1811 (1.4948) Chg.GW2o6

Vergleich der experimentell ermittelten Werte für 10^3 und 10^4 std
mit den nach Larson-Miller extrapolierten Werten für die
Zeitstandfestigkeit R_m und die 1% Zeit-Dehngrenze $R_{p1\%}$!

<u>Zeitstandfestigkeit R_m</u>		10^3 std		10^4 std		10^5 std
		exp.	L+M	exp.	L+M	L+M
<u>Grundwerkstoff</u> GW	500°C	/	/	/	255	210 MPa
	550°	240	240	190	180	135
	600°	160	160	120	120	85
	650°	110	110	75	75	50
	700°	70	70	45	45	30
	750°	42	42	26	30	/
<u>Schweißverbindung</u> SV	500°	/	/	/	250	205
	550°	235	230	180	170	135
	600°	165	160	115	115	85
	650°	110	110	75	70	/
<u>1%-Zeit-Dehngrenze $R_{p1\%}$</u>						
<u>Grundwerkstoff</u> GW	500°	/	230	/	175	135
	550°	165	155	125	115	90
	600°	105	105	85	80	55
	650°	75	70	55	52	38
	700°	48	50	32	32	/
<u>Schweißverbindung</u> SV	500°	/	240	/	200	155
	550°	190	180	145	140	110
	600°	130	125	100	100	75
	650°	85	90	65	70	/

Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung

DIN 50118 - Januar 1982

Begriff - Benennung	Kurzzeichen		Einheit
	alte Norm	neue Norm ab Jan.82	
Zeitstandfestigkeit z.B. R_m 10 000/550	σ_B	R_{mt}/ϑ	N/mm^2 (MPa)
Zeitdehngrenze z.B. $R_{p0,2}$ 1000/550	σ_ϵ	$R_{p\epsilon}/t/\vartheta$	N/mm^2 (MPa)
Prüfterperatur	T	ϑ	$^\circ C$
Prüfspannung	σ	σ_0	N/mm^2 (MPa)
Zugkraft	P	F	N
Anfangsdurchmesser	d_0	d_0	mm
Anfangsquerschnitt	F_0	S_0	mm^2
Zeitbrucheinschnürung	ψ	Z_u	%
Anfangsmeßlänge	L_0	L_0	mm
Meßlänge nach dem Bruch	L	L_u	mm
Zeitbruchdehnung	δ	A_u	%
Anfangsdehnung	ϵ_{Bel}	ϵ_a	%
Proportionale Dehnung	ϵ_{el}	ϵ_e	%
Nichtproportionale Anfangsdehnung	-	ϵ_i	%
Kriechdehnung		ϵ_f	%
Plastische Dehnung		ϵ_p	%
Gesamtdehnung	ϵ_{ges}	ϵ_t	%
Beanspruchungsdauer	t	t	h (std)
Beanspruchungsdauer bis zum Bruch	t_B	t_m	h (std)
Kriechgeschwindigkeit	$\dot{\epsilon}$	$\dot{\epsilon}_p$	%/h

Begriffsdefinition und weitere Begriffe
s. DIN 50 118 - Januar 1981 - Normblatt s. 1-13

Tabelle XIII. Quantitative Auswertung der TEM-Aufnahmen, X6CrNi18 11, 1.4948, GW 206.

Vers.-Nr.	Prüf- temp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	Flächendichte [10^8 cm^{-2}]		Konzentration [10^{14} cm^{-3}]		Durchmesser [10^2 nm]		Flächenbelegung [%]		Br. d. Korngr.- Aussch. [10 ² nm]	
				Kopf	Meßlänge	Kopf	Meßlänge	Kopf	Meßlänge	Kopf	Meßlänge	Kopf	Meßlänge
ZSV 1197	550	270	146	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	1,0	1,0
ZSV 1195	"	250	427	9,0	12,0	0,9	1,2	0,1	0,1	0,07	0,1	-	-
ZSV 1200	"	230	1080	7,0	30,0	0,7	3,0	0,15	0,1	0,2	0,3	-	-
ZSV 1204	"	210	2770	7,0	38,0	0,7	3,8	0,15	0,2	0,2	1,0	-	-
ZSV 1222	"	190	7410	-	-	-	-	-	-	-	-	3,5	3,5
ZS 1708	"	180	18414	4,0	16,0	0,4	1,6	0,9	0,3	3,0	1,7	4,0	3,5 GRIM
ZS 1751	"	160	47613	4,0	15,0	0,4	1,5	1,2	0,25	4,5	1,1	7,0	5,5 GRIM
EP 28	"	250	1002	10,0	30,0	1,0	3,0	0,15	0,1	0,2	0,3	1,2	1,0
EP 30	"	220	4084	21,0	59,0	2,1	5,9	0,25	0,2	1,1	1,4	2,0	2,0
EP 32	"	200	6900	16,0	30,0	1,6	3,0	0,6	0,3	4,0	3,4	3,5	3,0
EP 36	"	170	19250	-	-	-	-	-	-	-	-	5,0	4,0
EP 4	600	220	66	1,6	7,5	0,16	0,75	0,25	0,3	0,1	0,5	2,0	1,5
EP 6	"	200	187	5,25	8,5	0,525	0,85	0,5	0,3	1,1	0,7	3,0	2,0
EP 8	"	180	460	9,0	11,0	0,9	1,1	0,6	0,4	2,6	1,5	3,0	2,2
EP 12	"	150	2165	2,5	6,0	0,25	0,6	1,3	0,6	3,5	3,0	3,5	2,7
EP 26	"	135	5360	2,5	5,5	0,25	0,55	1,5	0,7	3,6	3,3	4,0	3,0
EP 33	"	120	8500	2,8	5,0	0,28	0,5	1,8	0,9	4,0	3,6	4,5	3,5
EP 16	"	105	16325	2,6	3,0	0,26	0,3	1,5	1,1	3,8	3,2	6,0	4,5
EP 39	"	90	35000	3,4	2,0	0,34	0,2	1,4	1,3	5,2	2,8	6,5	5,7

Tabelle XIII. Quantitative Auswertung der TEM-Aufnahmen, X6CrNi18 11, 1.4948, GW 206. (Fortsetzung 1)

Vers.-Nr.	Prüf- temp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	Flächendichte		Konzentration		Durchmesser		Flächenbelegung		Br. d. Korngr.- Aussch. [10 ² nm]	
				[10 ⁸ cm ⁻²] Meßlänge	Kopf	[10 ¹⁴ cm ⁻³] Meßlänge	Kopf	[10 ² nm] Meßlänge	Kopf	[%] Meßlänge	Kopf	Meßlänge	Kopf
ZS 1954	650	190	16	2,8	2,2	0,28	0,22	0,2	0,3	0,1	0,2	1,0	1,0
ZS 1953	"	180	29	4,8	1,5	0,48	0,15	0,2	0,4	0,2	0,2	-	-
ZS 1943	"	170	59	3,6	3,5	0,36	0,35	0,2	0,4	0,2	0,4	-	-
ZS 1944	"	140	144	1,0	1,0	0,1	0,1	0,8	0,9	1,0	0,9	2,0	1,5
ZS 2032	"	130	468	1,6	0,65	0,16	0,065	1,5	1,2	2,8	0,9	-	-
ZS 1949	"	120	527	1,6	1,0	0,16	0,1	1,5	1,4	2,8	1,5	3,0	2,2
ZS 1950	"	100	1923	1,0	1,7	0,1	0,17	1,8	1,4	3,0	2,6	4,0	3,5
ZSV 1226	"	90	2942	1,2	1,1	0,12	0,11	1,8	1,9	3,0	3,5	-	-
ZSV 1227	"	80	6021	4,0	1,2	0,4	0,12	0,8	2,0	1,9	4,0	4,0	3,7
ZSV 1237	"	70	10338	2,0	1,3	0,2	0,13	0,9	2,0	2,6	4,3	5,0	4,2
EP 1	"	150	85	3,2	1,2	0,32	0,12	0,6	0,7	1,0	0,6	1,5	1,5
EP 7	"	130	250	4,0	0,65	0,4	0,065	0,9	1,2	1,2	0,9	2,5	1,7
EP 10	"	110	945	1,4	1,6	0,14	0,16	1,6	1,2	3,0	1,6	3,5	2,7
EP 15	"	95	2290	1,0	1,1	0,1	0,11	1,9	1,6	3,0	2,8	4,0	3,5
EP 29	"	85	7300	3,6	1,5	0,36	0,15	0,8	2,2	1,8	5,2	4,5	4,0
EP 35	"	75	12250	2,5	1,3	0,25	0,13	1,1	2,1	3,0	4,6	5,0	4,5
EP 19	"	65	14500	-	-	-	-	-	-	-	-	6,0	5,0
EP 43	"	60	25500	1,6	0,7	0,16	0,07	1,5	3,0	2,4	5,0	7,0	6,2

Tabelle XIII. Quantitative Auswertung der TEM-Aufnahmen, X6CrNi18 11, 1.4948, CW 206. (Fortsetzung 2)

Vers.-Nr.	Prüf- temp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	Flächendichte [10^8 cm^{-2}]		Konzentration [10^{14} cm^{-3}]		Durchmesser [10^2 nm]		Flächenbelegung [%]		Br. d. Korngr.- Aussch. [10 ² nm]	
				Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge	Kopf Meßlänge		
ZS 2001	700	140	14,5	0,8	0,85	0,08	0,085	1,1	0,8	0,7	0,5	1,5	1,3
ZS 2003	"	120	45	1,3	1,35	0,13	0,135	0,7	0,8	0,5	0,8	-	-
ZSV 1210	"	100	92,5	0,35	0,9	0,035	0,09	1,3	1,6	0,6	2,0	-	-
ZSV 1214	"	90	176	0,65	0,8	0,065	0,08	1,5	1,8	1,2	2,2	3,0	2,5
ZSV 1211	"	80	407	0,4	0,65	0,04	0,065	1,8	2,4	1,1	3,0	-	-
ZSV 1215	"	70	866	0,42	0,52	0,04	0,05	2,7	3,0	3,0	3,8	5,0	4,5
ZSV 1212	"	60	2023	0,3	0,63	0,03	0,06	2,8	2,6	2,6	3,4	-	-
ZSV 1216	"	50	6035	0,32	0,58	0,03	0,06	3,0	2,6	2,8	3,4	6,5	6,0
ZSV 1233	"	30	43601	0,64	0,62	0,06	0,06	2,8	3,0	4,2	4,0	4,5	5,0
ZS 2008	750	120	4,6	0,5	0,5	0,05	0,05	1,2	1,3	0,7	0,9	3,0	2,5
ZSV 2006	"	100	16	0,9	0,9	0,09	0,09	1,0	1,1	0,9	1,0	-	-
ZSV 1219	"	80	41	0,24	0,7	0,02	0,07	2,1	1,9	0,9	2,0	4,0	3,5
ZSV 1225	"	70	83	0,16	0,32	0,02	0,03	2,2	2,6	0,7	2,2	-	-
ZSV 1220	"	60	201	0,12	0,16	0,01	0,02	3,2	3,3	1,2	1,5	4,5	4,0
ZSV 1224	"	50	440	0,16	0,13	0,02	0,01	3,6	3,6	2,0	1,8	5,0	4,2
ZSV 1221	"	40	1226	0,08	0,48	0,01	0,05	4,2	3,8	2,2	3,2	7,5	6,5
ZSV 1241	"	30	5268	0,64	0,55	0,06	0,055	2,4	2,9	3,0	3,5	5,0	5,5

Tabelle XIV. Härtewerte an Einspannköpfen der Zeitstandproben,
 X6CrNi1811, 1.4948, GW 206, (Längsschliffe).
 Ausgangshärte HV30: längs 134 - 140; quer 147 - 157.

Vers.-Nr.	Prüftemp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	HV 30	HV 10 Mittelw. 20 Meßw.
ZS 1705	550	280	139	128 - 134	
ZS 1706	"	240	1086	123 - 144	
ZS 1204	"	210	2770	171 - 194	
ZSV 1197	"	270	146	156 - 163	146
ZSV 1195	"	250	427	167 - 177	
ZSV 1199	"	245	333	155-182, 191-211	
ZSV 1200	"	230	1080	155 - 167	161
ZSV 1204	"	210	2770	171 - 194	
ZSV 1222	"	190	7410	174 - 191	165
ZSV 1708	"	180	18414	128 - 134	117
ZSV 1751	"	160	47613	130 - 132	118
EP 28	"	250	1002		141
EP 30	"	220	4084		151
EP 32	"	200	6900		155
EP 36	"	170	19250	133 - 165	136
EP 4	600	220	66		139
EP 6	"	200	187		143
EP 8	"	180	460		141
EP 12	"	150	2165		143
EP 26	"	135	5360		147
EP 33	"	120	8500		141
EP 16	"	105	16325		146
EP 39	"	90	35000	HV 1 = 146 - 154	

Tabelle XIV. Härtewerte an Einspannköpfen der Zeitstandproben,
 X6CrNi1811, 1.4948, GW 206, (Längsschliffe).
 Ausgangshärte HV30: längs 134 - 140; quer 147 - 157.
 (Fortsetzung 1).

Vers.-Nr.	Prüftemp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	HV 30	HV 10 Mittelw. 20 Meßw.
ZS 1954	650	190	16	148 - 152	141
ZS 1953	"	180	29	164 - 172	
ZS 1943	"	170	59	169 - 174	
ZS 1948	"	160	73	147 - 150	
ZS 1944	"	140	144	155 - 160	126
ZS 2032	"	130	468	152 - 163	
ZS 1949	"	120	527	149 - 160	145
ZS 1950	"	100	1923	155 - 163	146
ZSV 1227	"	80	6021	147 - 155	
ZSV 1237	"	70	10338	155 - 161	137
ZSV 1236	"	60	32045	147 - 150	
EP 1	"	150	85		138
EP 7	"	130	250		130
EP 10	"	110	945		144
EP 15	"	95	2290		133
EP 29	"	85	7300		130
EP 35	"	75	12250		137
EP 19	"	65	14500		133

Tabelle XIV. Härtewerte an Einspannköpfen der Zeitstandproben,
 X6CrNi1811, 1.4948, GW 206, (Längsschliffe).
 Ausgangshärte HV30: längs 134 - 140; quer 147 - 157.
 (Fortsetzung 2).

Vers. Nr.	Prüftemp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	HV 30	HV 10 Mittelw. 20 Meßw.
ZS 2001	700	140	14,5	138 - 149	131
ZS 2002	"	130	24	142 - 152	
ZS 2003	"	120	45	145 - 158	
ZS 2004	"	110	83	137 - 150	
ZS 2000	"	40	19948	146 - 157	
ZSV 1214	"	90	176	155 - 161	129
ZSV 1211	"	80	407	149 - 152	
ZSV 1215	"	70	866		140
ZSV 1212	"	60	2023	143 - 150	
ZSV 1216	"	50	6035	139 - 147	130
ZSV 1233	"	30	43601	142 - 157	
ZS 2008	750	120	4,6	140 - 143	130
ZS 2007	"	110	7,3	140 - 150	
ZS 2006	"	100	16	141 - 145	
ZS 2005	"	90	37	140 - 155	
ZSV 1219	"	80	41		133
ZSV 1225	"	70	83	138 - 143	
ZSV 1220	"	60	201		145
ZSV 1224	"	50	440	134 - 141	
ZSV 1221	"	40	1226	137 - 142	128
ZSV 1241	"	30	5268	139 - 142	122

Tabelle XV. Liniendichte der Dimpel (Dimpelbreite $\geq 30 \mu\text{m}$).

Vers.-Nr.	Temp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	Dimpel/cm
ZSV 1197	550	270	146	43
ZSV 1200	"	230	1080	47
ZSV 1222	"	190	7410	28
ZS 1751	"	160	47613	18
EP 28	"	250	1002	43
EP 30	"	220	4084	36
EP 32	"	200	6900	32
EP 36	"	170	19250	18
EP 6	600	200	187	48
EP 12	"	150	2165	49
EP 26	"	135	5360	34
EP 33	"	120	8500	30
EP 16	"	105	16325	19
EP 39	"	90	35000	20
ZS 1954	650	190	16	54
ZS 1944	"	140	144	69
ZS 1949	"	120	527	52
ZS 1950	"	100	1923	41
ZSV 1227	"	80	6021	40
ZSV 1237	"	70	10338	22
EP 1	"	150	85	57
EP 7	"	130	250	51
EP 10	"	110	945	47
EP 15	"	95	2290	42
EP 29	"	85	7300	25
EP 35	"	75	12250	28
EP 19	"	65	14500	30
EP 43	"	60	25500	23

Tabelle XV. Liniendichte der Dimpel (Fortsetzung).

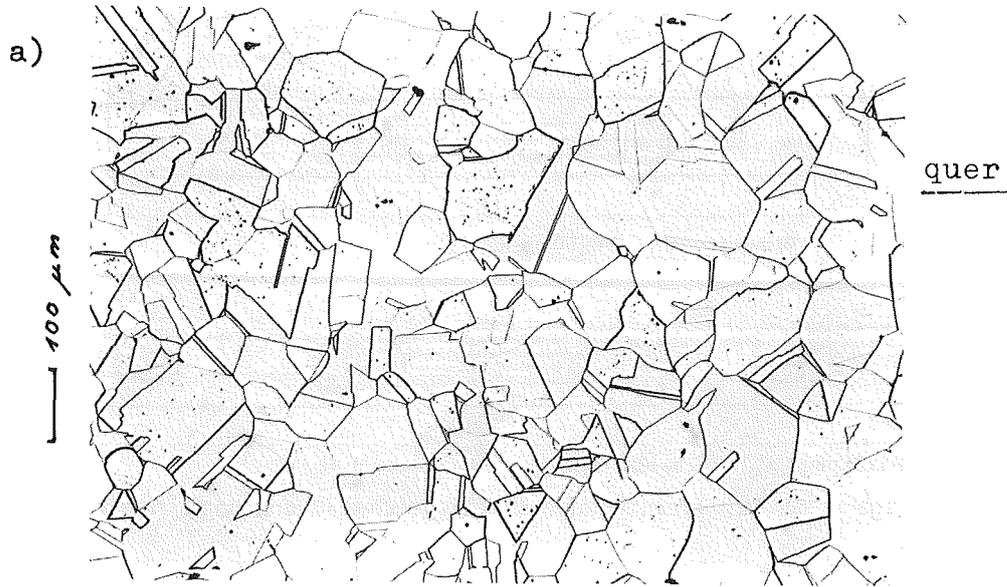
Vers. Nr.	Temp. [°C]	σ_0 [MPa]	t_m [h]	Dimpel/cm
ZS 2001	700	140	14,5	63
ZSV 1214	"	90	176	32
ZSV 1215	"	70	866	30
ZSV 1216	"	50	6035	28
ZSV 1233	"	30	43601	15
ZS 2008	750	120	4,6	65
ZSV 1219	"	80	41	60
ZSV 1220	"	60	201	35
ZSV 1224	"	50	440	35
ZSV 1221	"	40	1226	26
ZSV 1241	"	30	5268	23

X 6 CrNi 1811 (1.4948)

Bild 1

Chg.Nr.231861

Grundwerkstoff GW 206 -Lösungsgeglüht



28572

HV₃₀=147-157

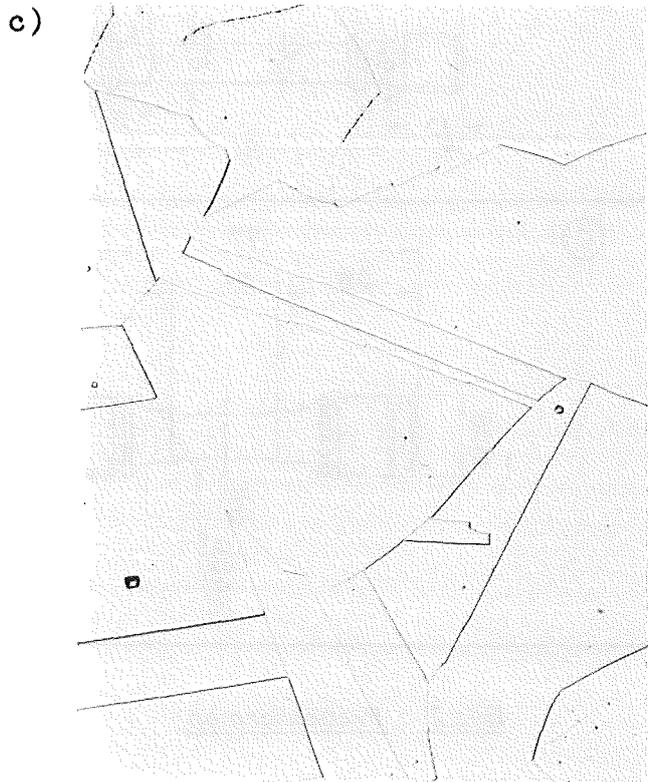
x100

längs



28573

x100



35898

x500

HV₃₀=134-140

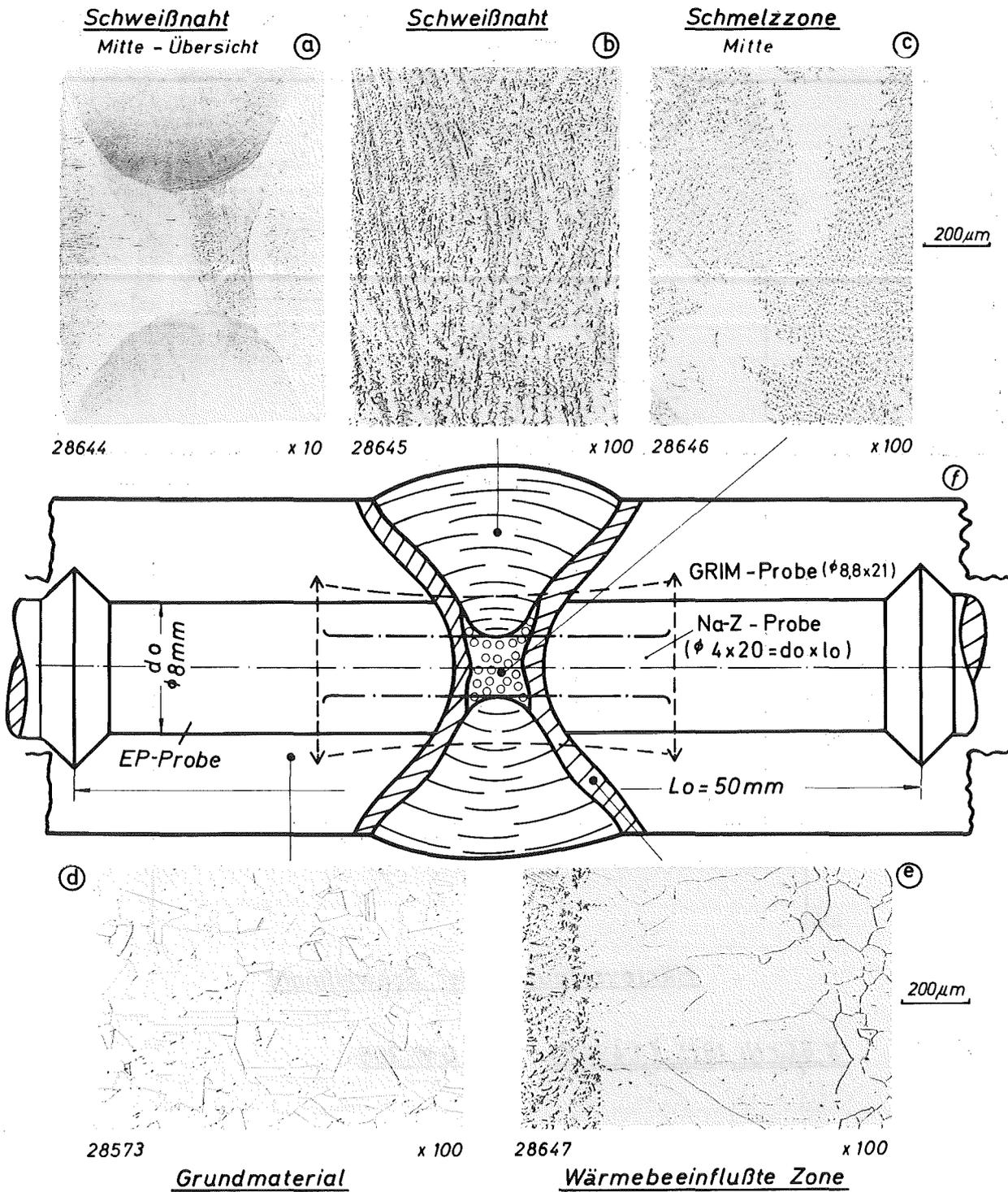
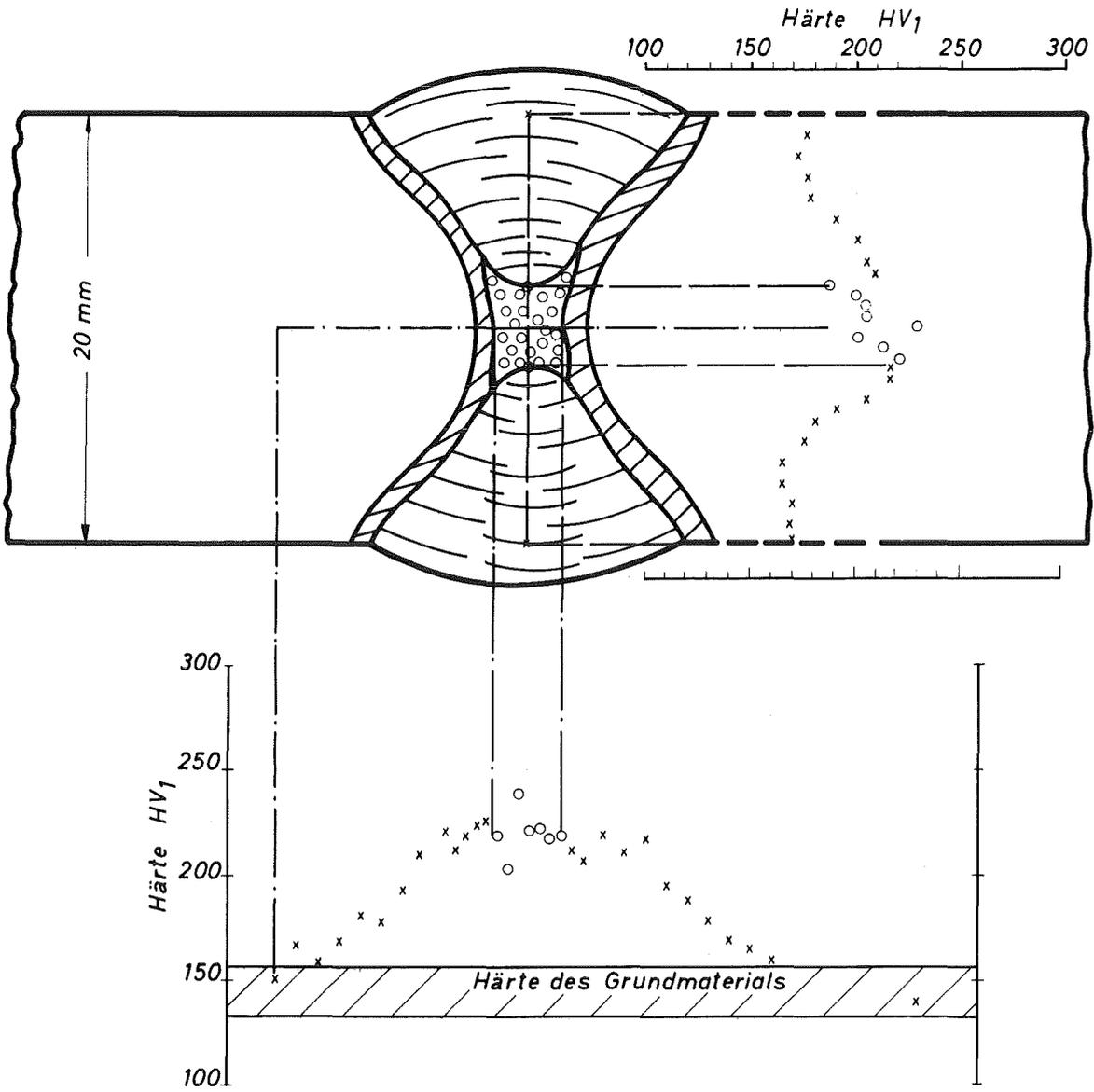


Bild 3: X 6CrNi 1811 (1.4948) Schweißnaht und Probenlage
GW 206



Härteverlauf in der Schweißnaht

Bild 4: X 6CrNi 1811 (1.4948) GW 206

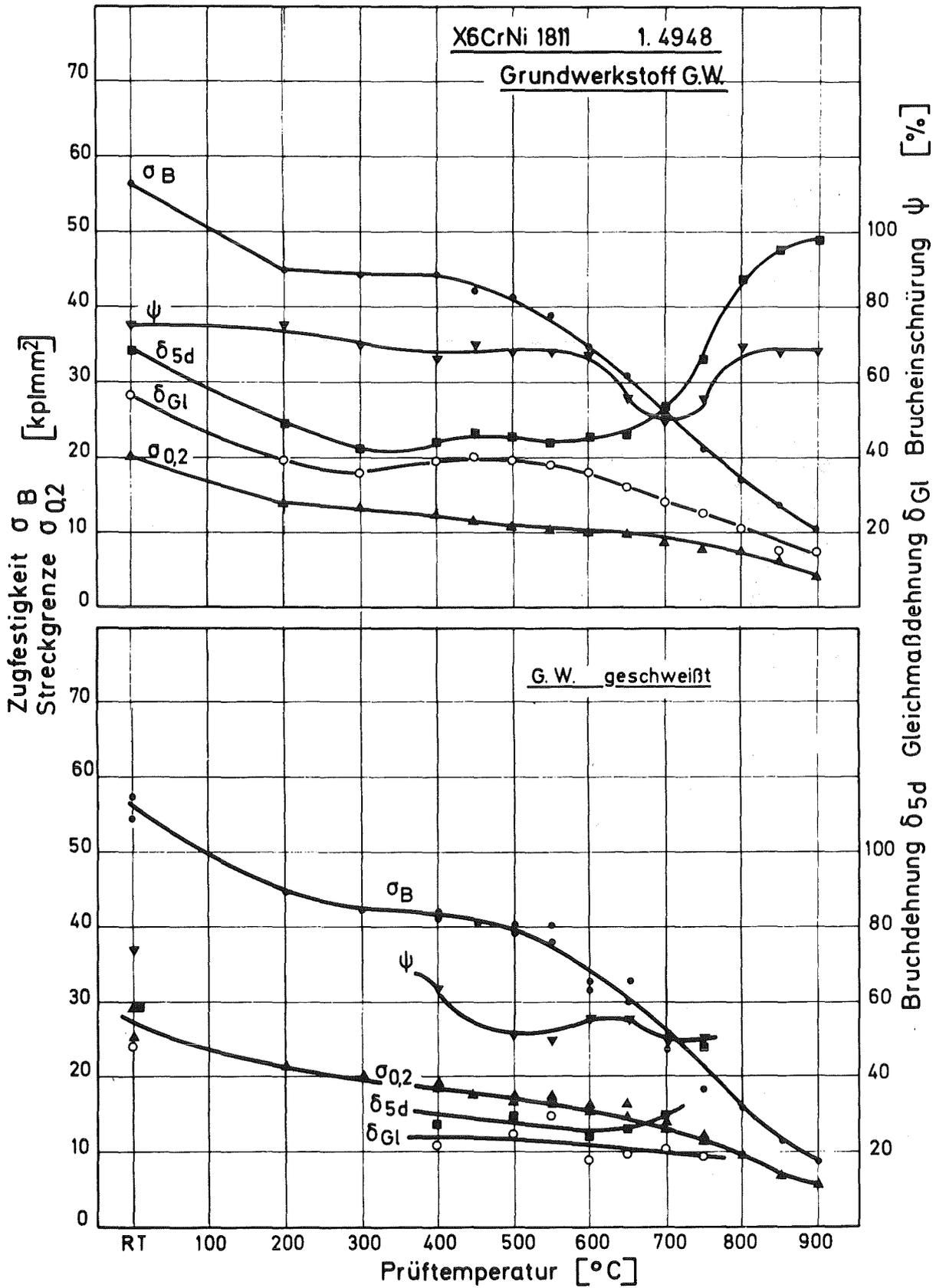


Bild 5: Zugfestigkeitseigenschaften

a)



b)

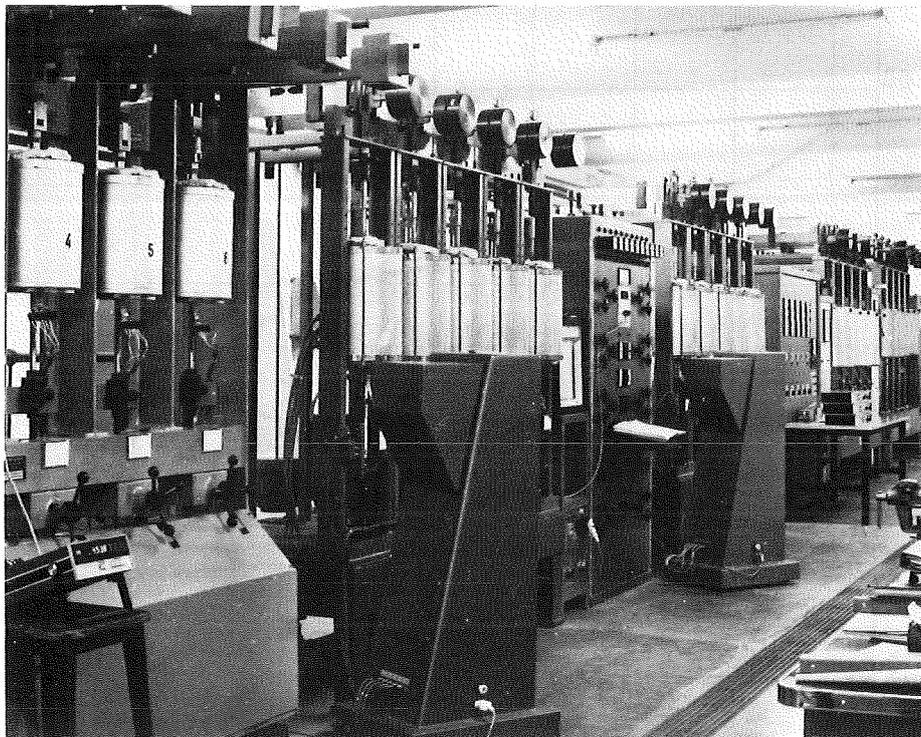


Bild 6: Teilansicht der Zeitstand-Prüflabors

a) KfK-IMF II

b) JEN-Div.de Metalurgia

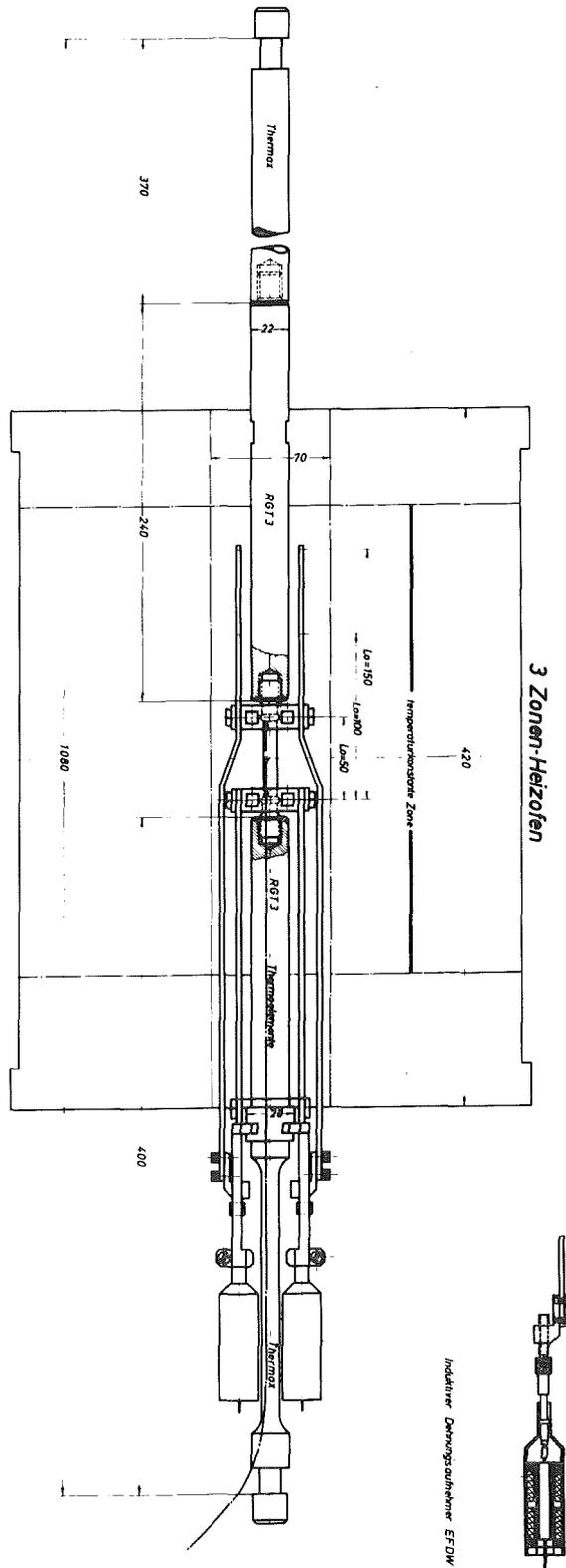


Bild 7: Anordnung der Teststrecke

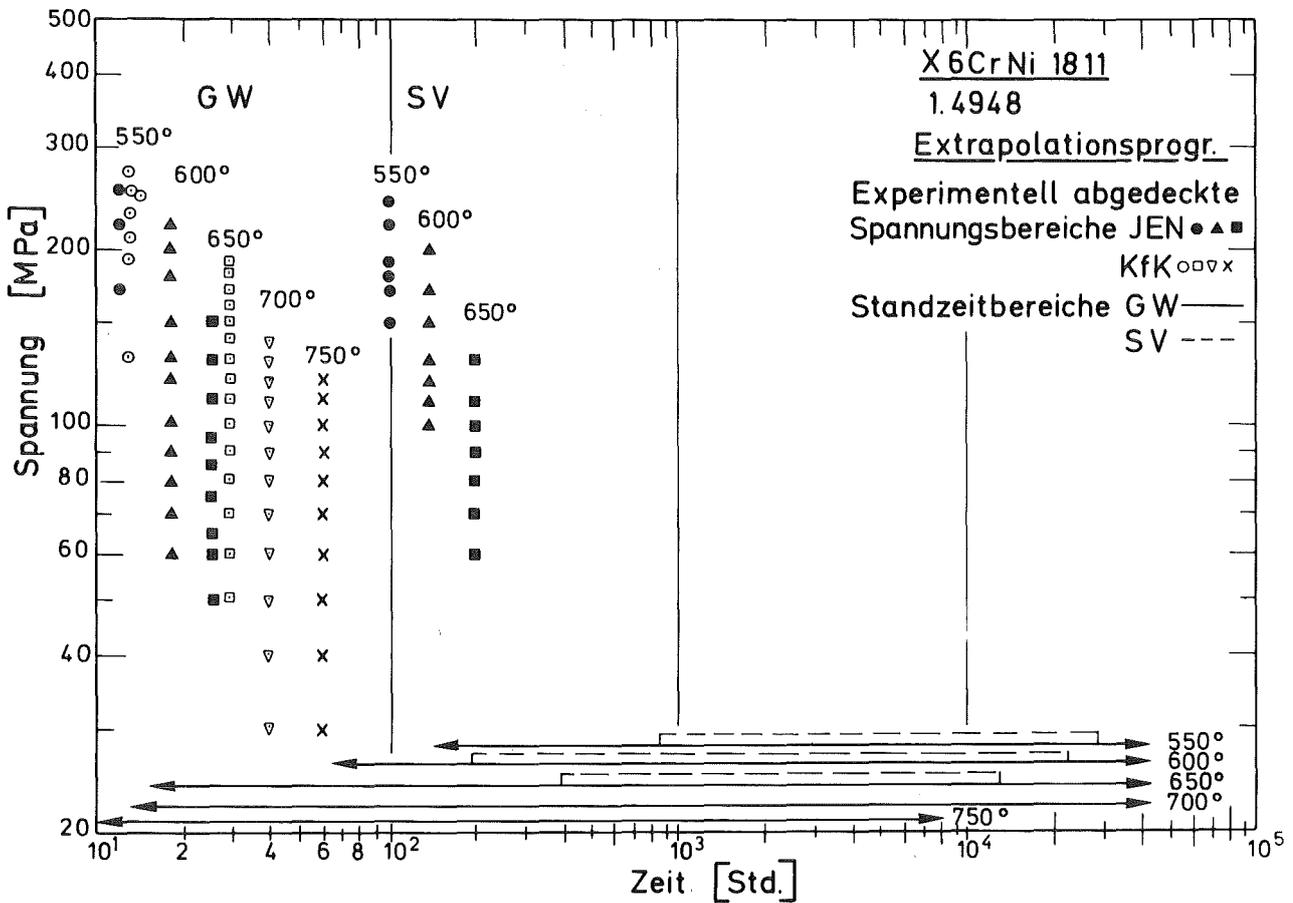
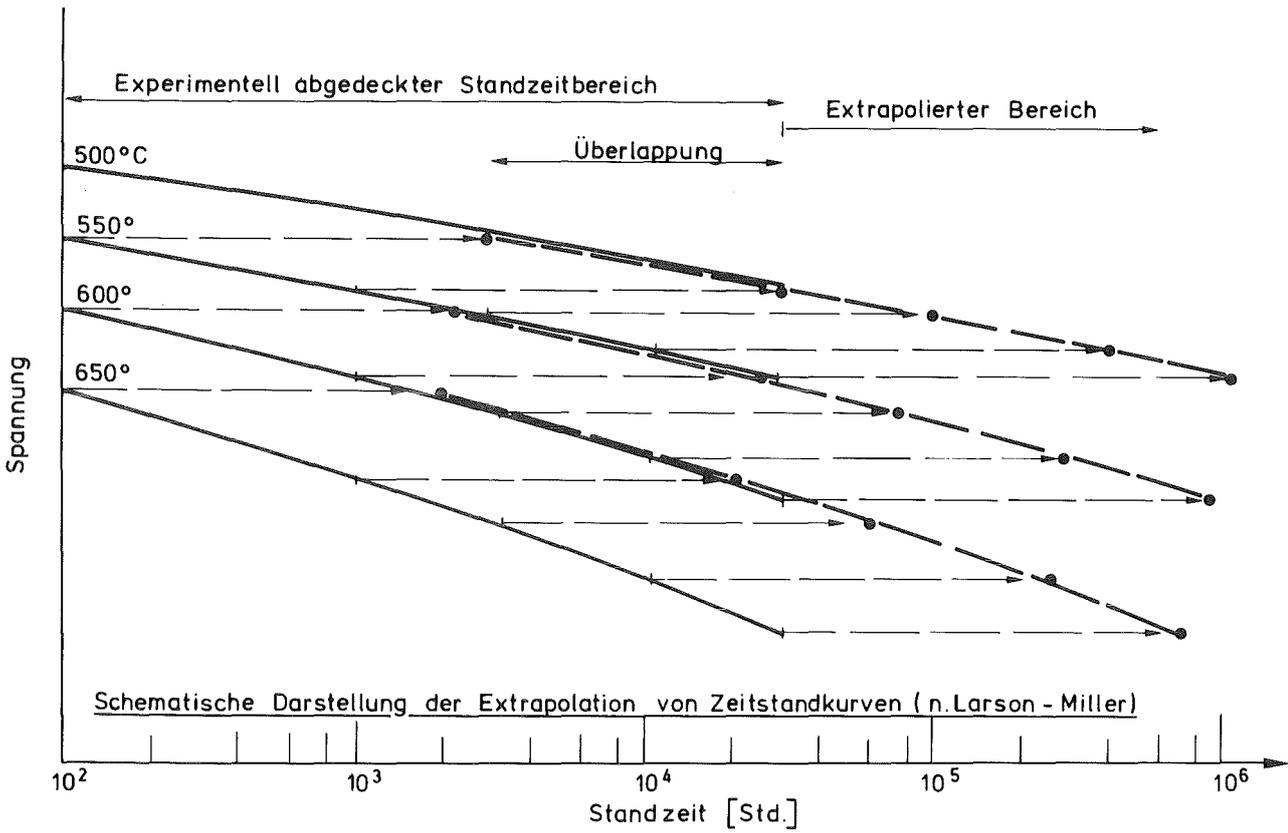


Bild 8: Programmschema

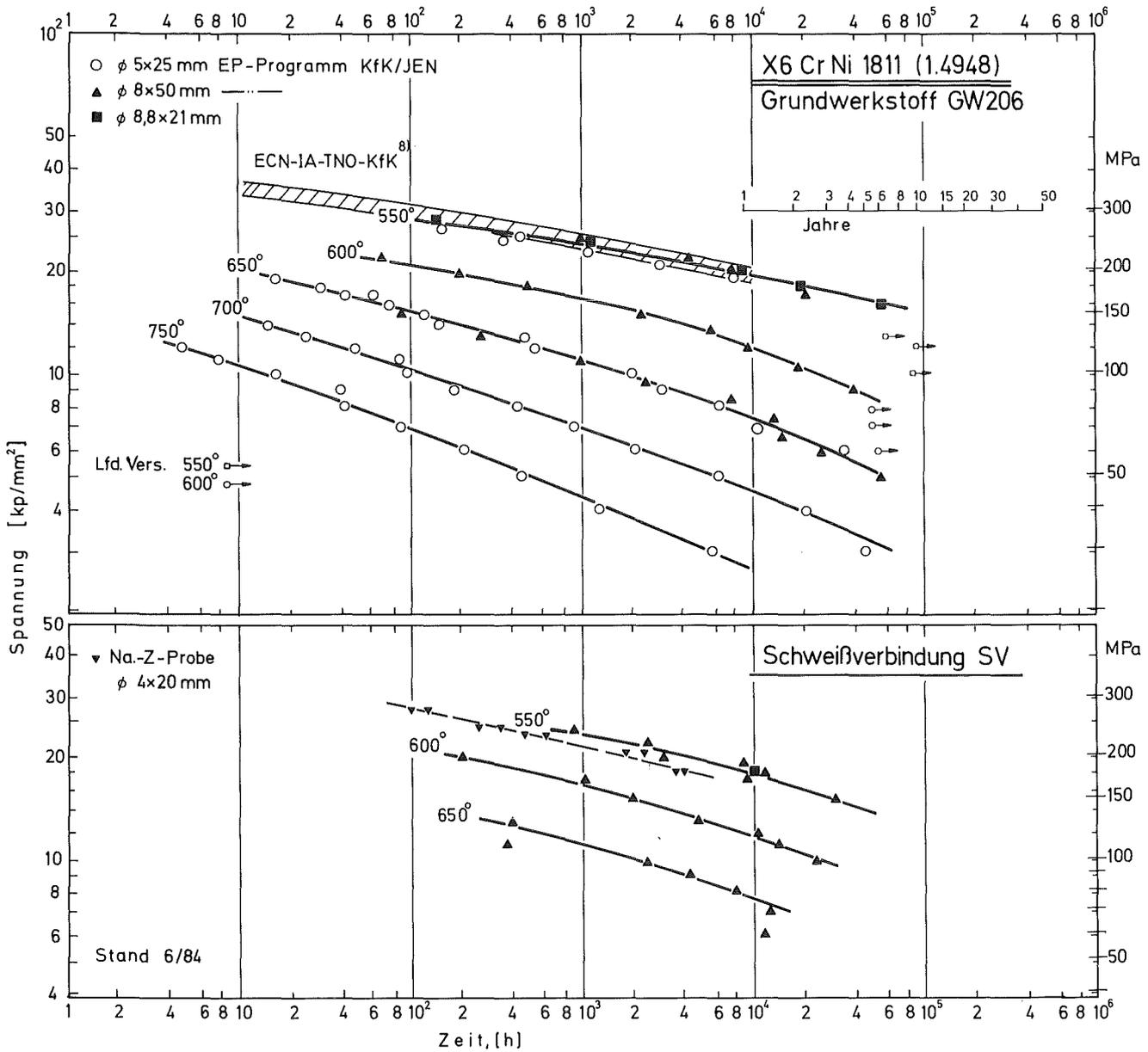


Bild 9: Stand- bzw Versuchszeiten im Extrapolationsprogramm

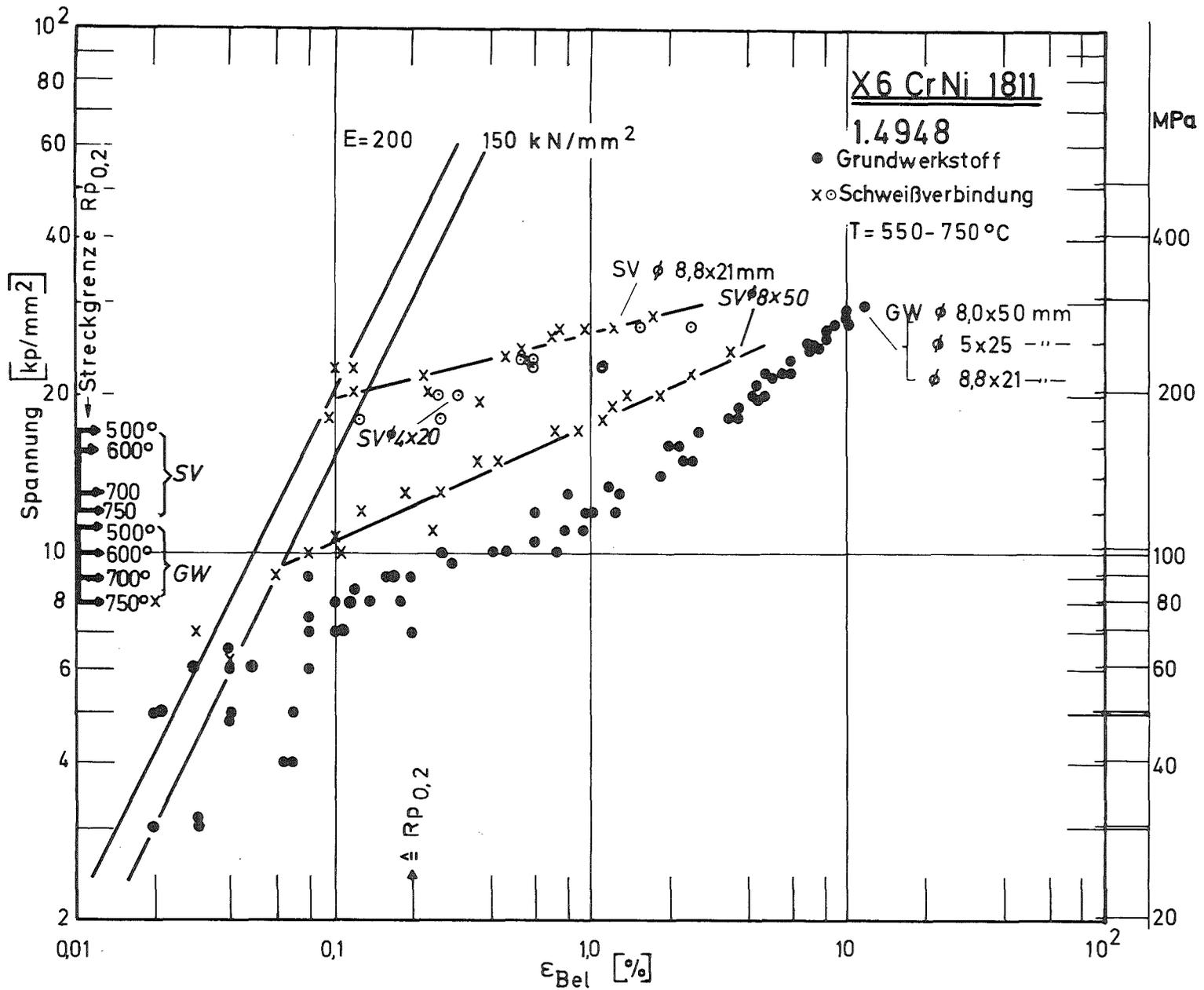


Bild 10: Belastungsdehnung in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

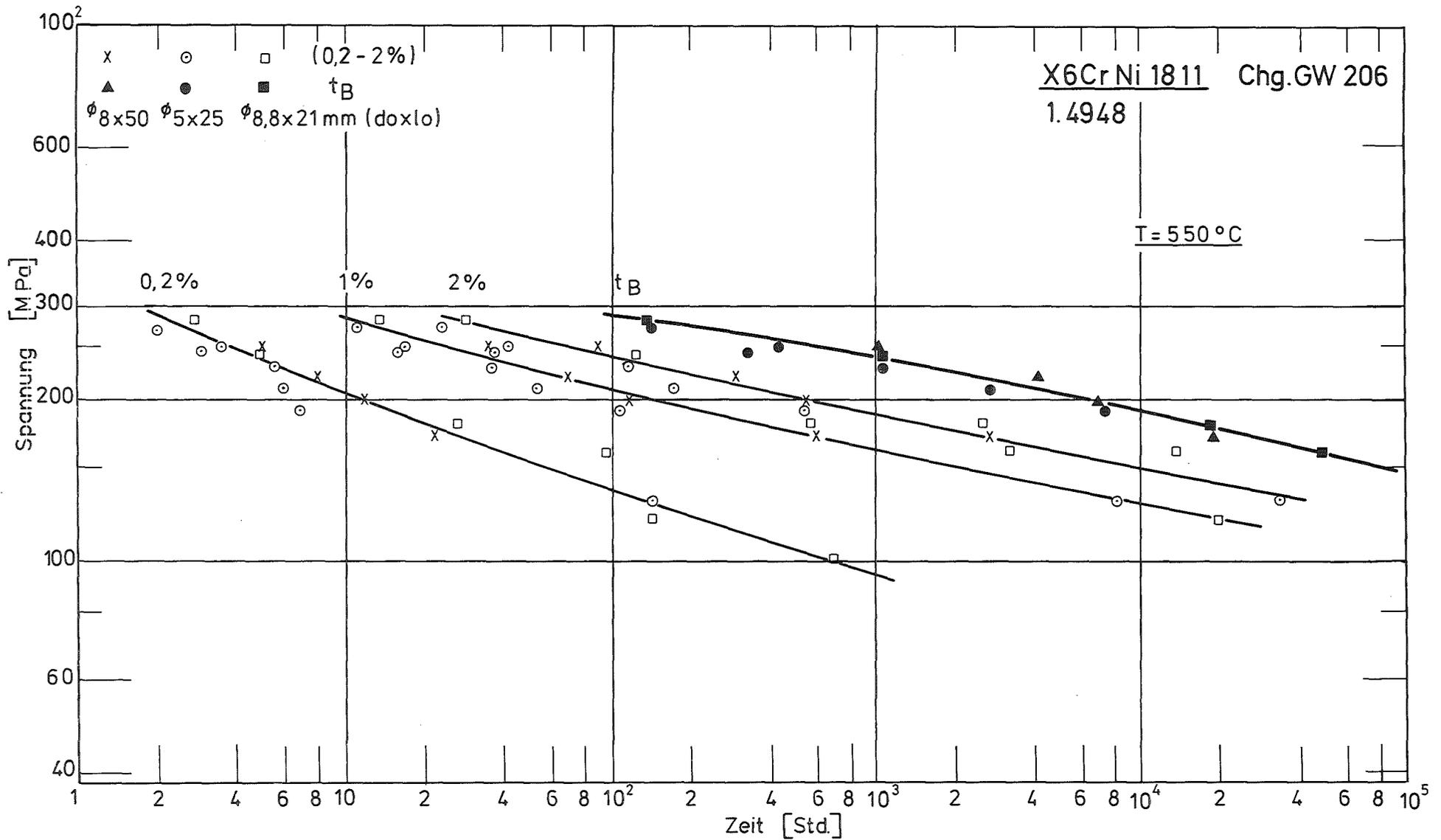


Bild 11 : Zeit - Dehngrenzen u. Standzeit

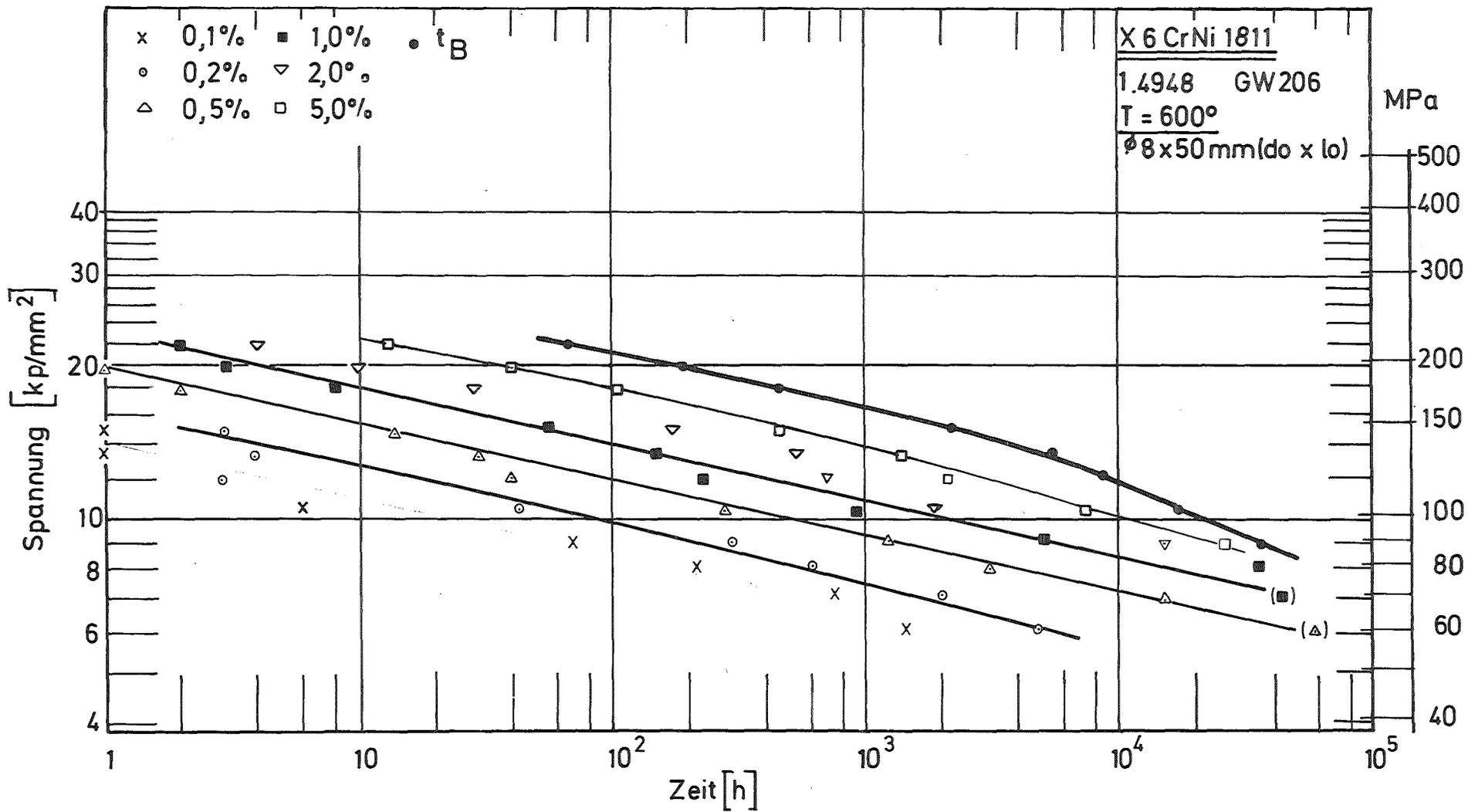


Bild 12: Zeit - Dehngrenzen und Standzeit

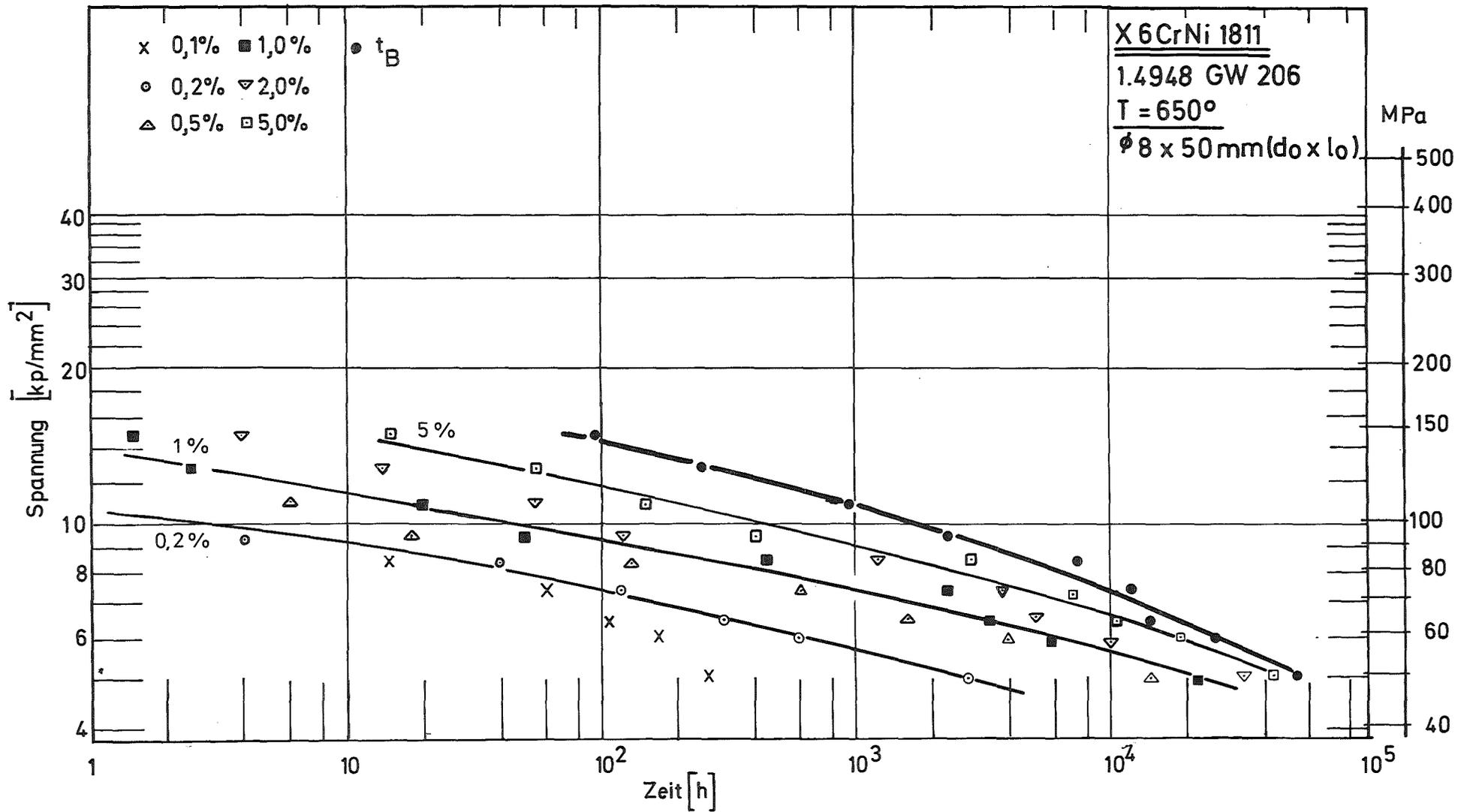


Bild 13: Zeit - Dehngrenzen und Standzeit

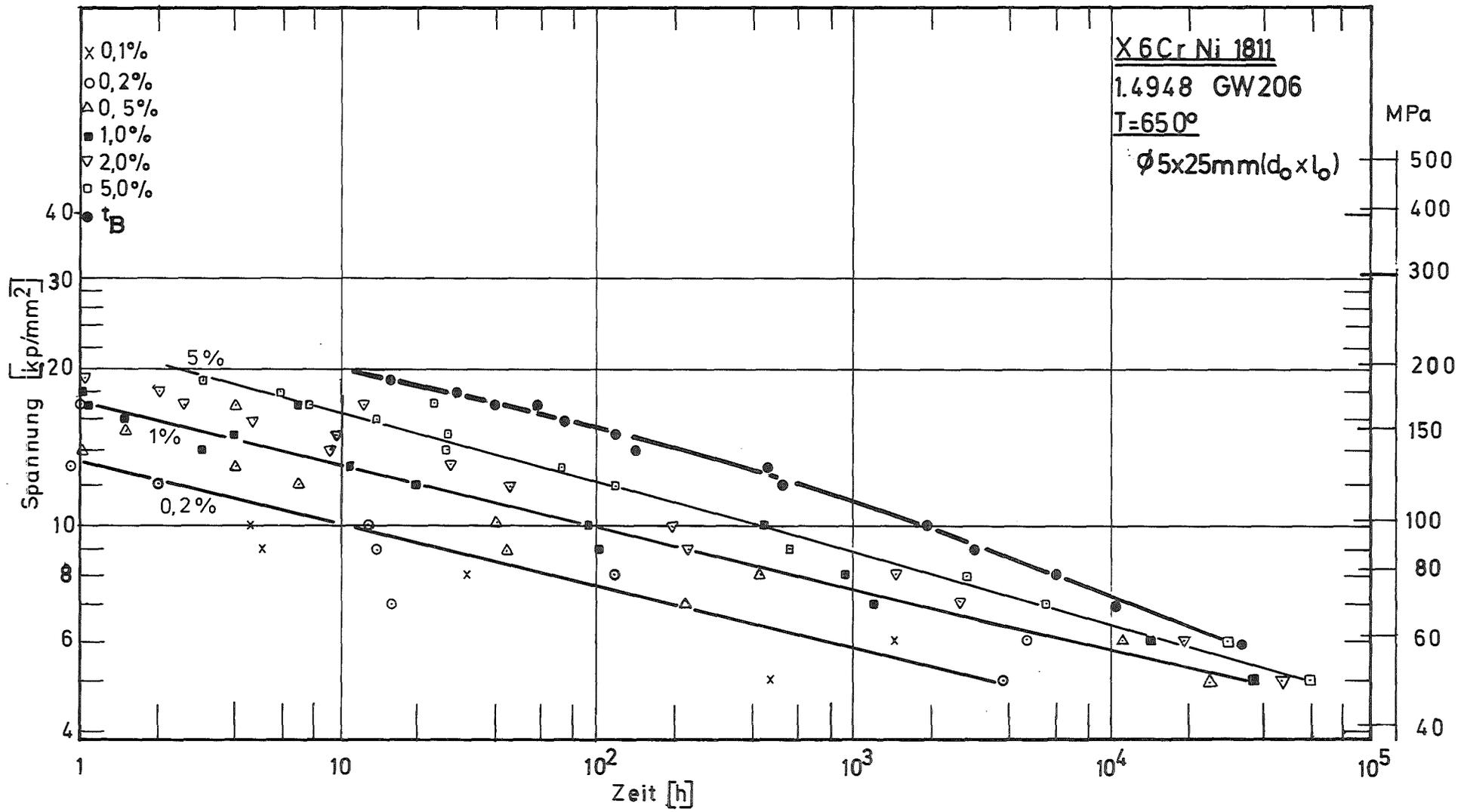


Bild 14: Zeit-Dehngrenzen und Standzeit

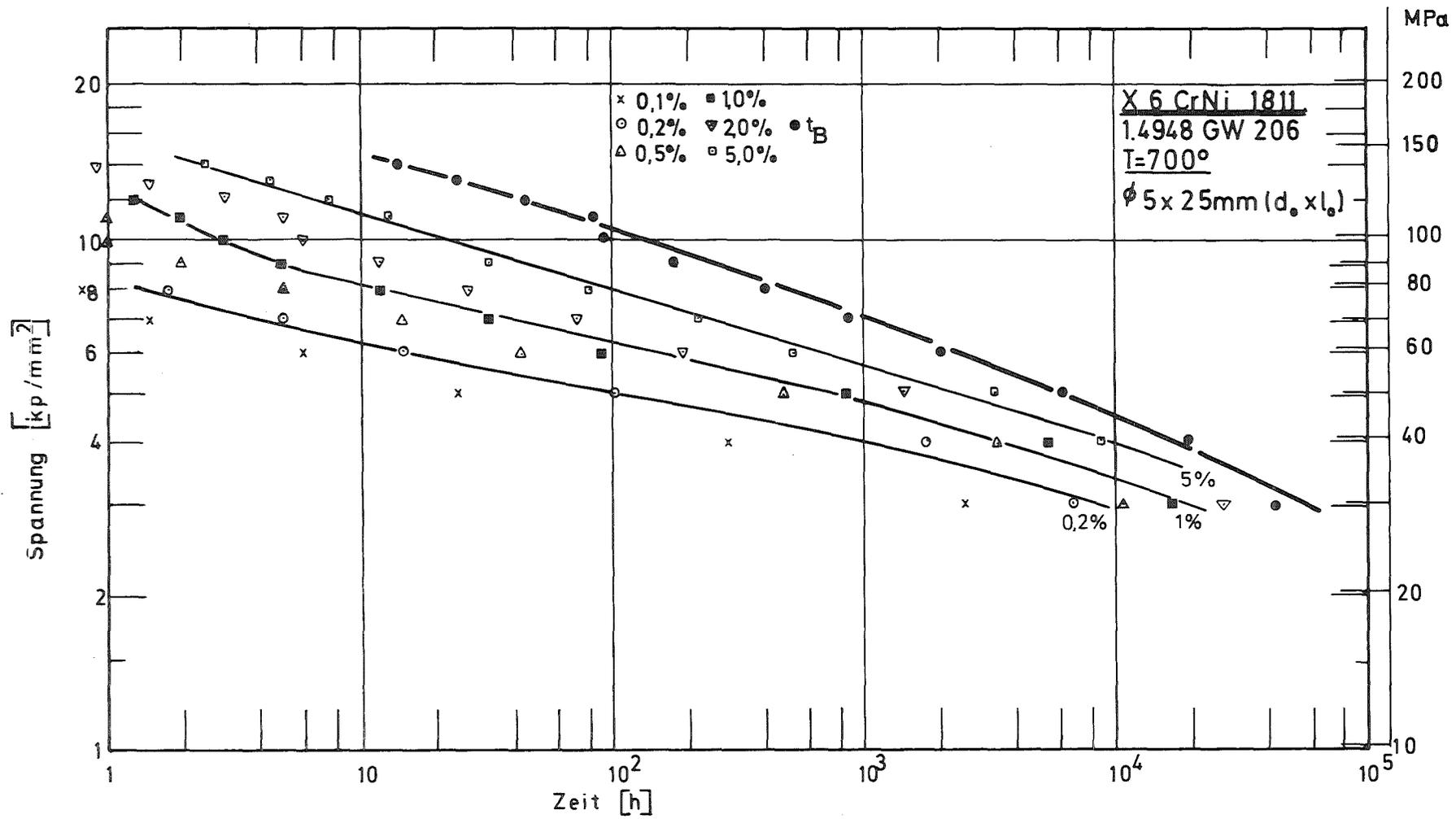


Bild 15: Zeit-Dehngrenzen und Standzeit

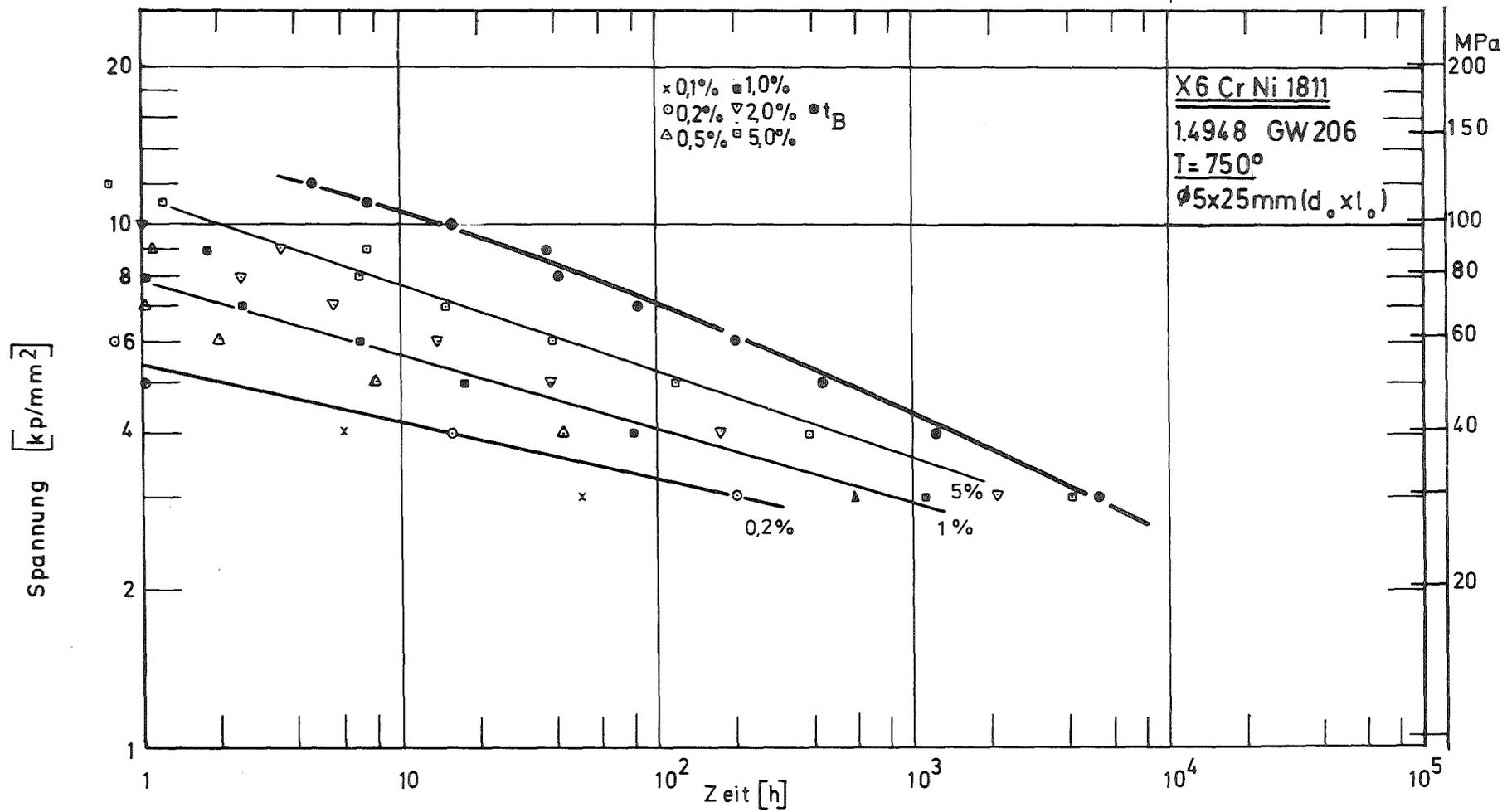


Bild 16: Zeit - Dehngrenzen und Standzeit

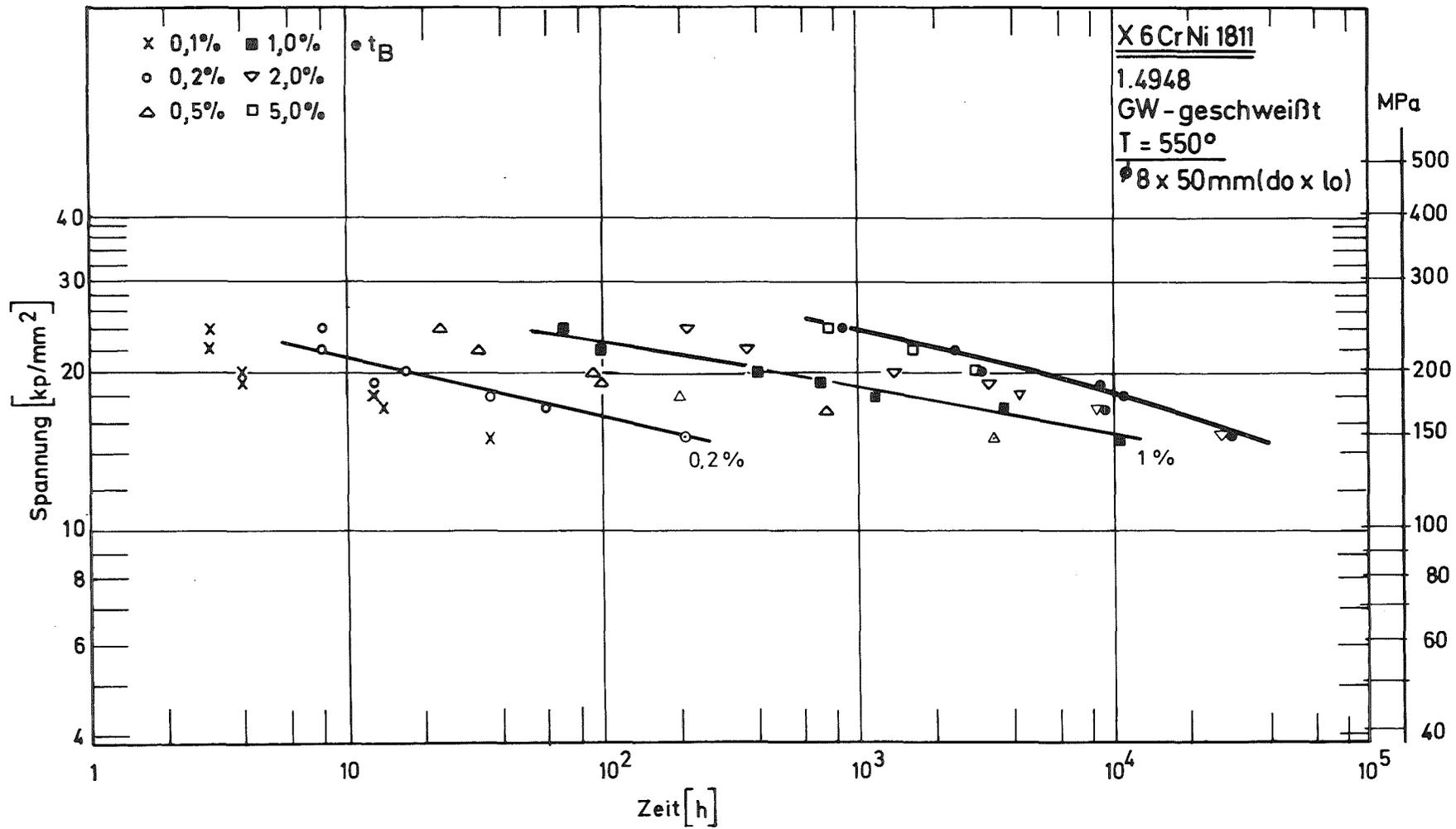


Bild 17: Zeit-Dehngrenzen und Standzeit

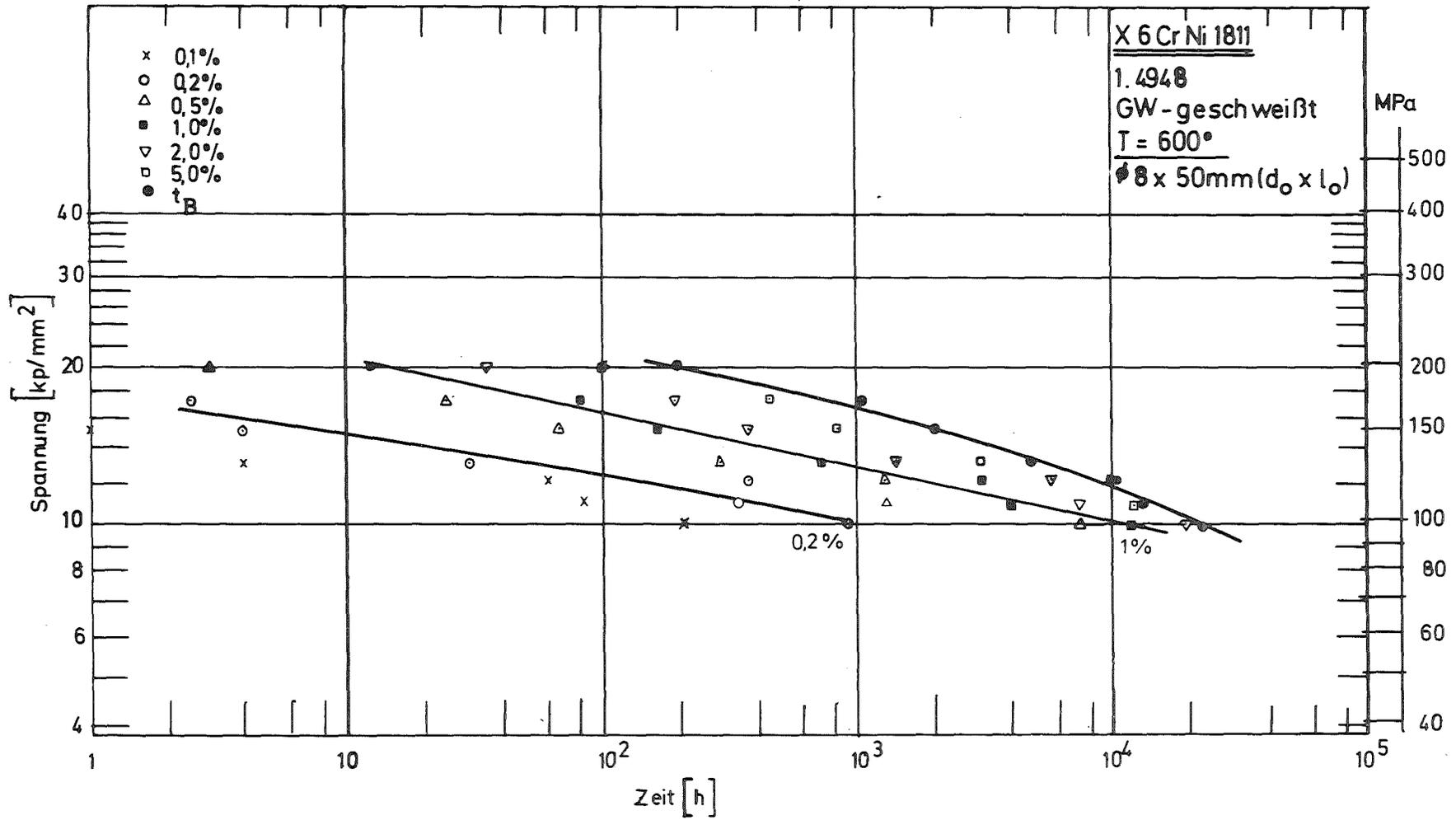


Bild 18 : Zeit-Dehngrenzen und Standzeit

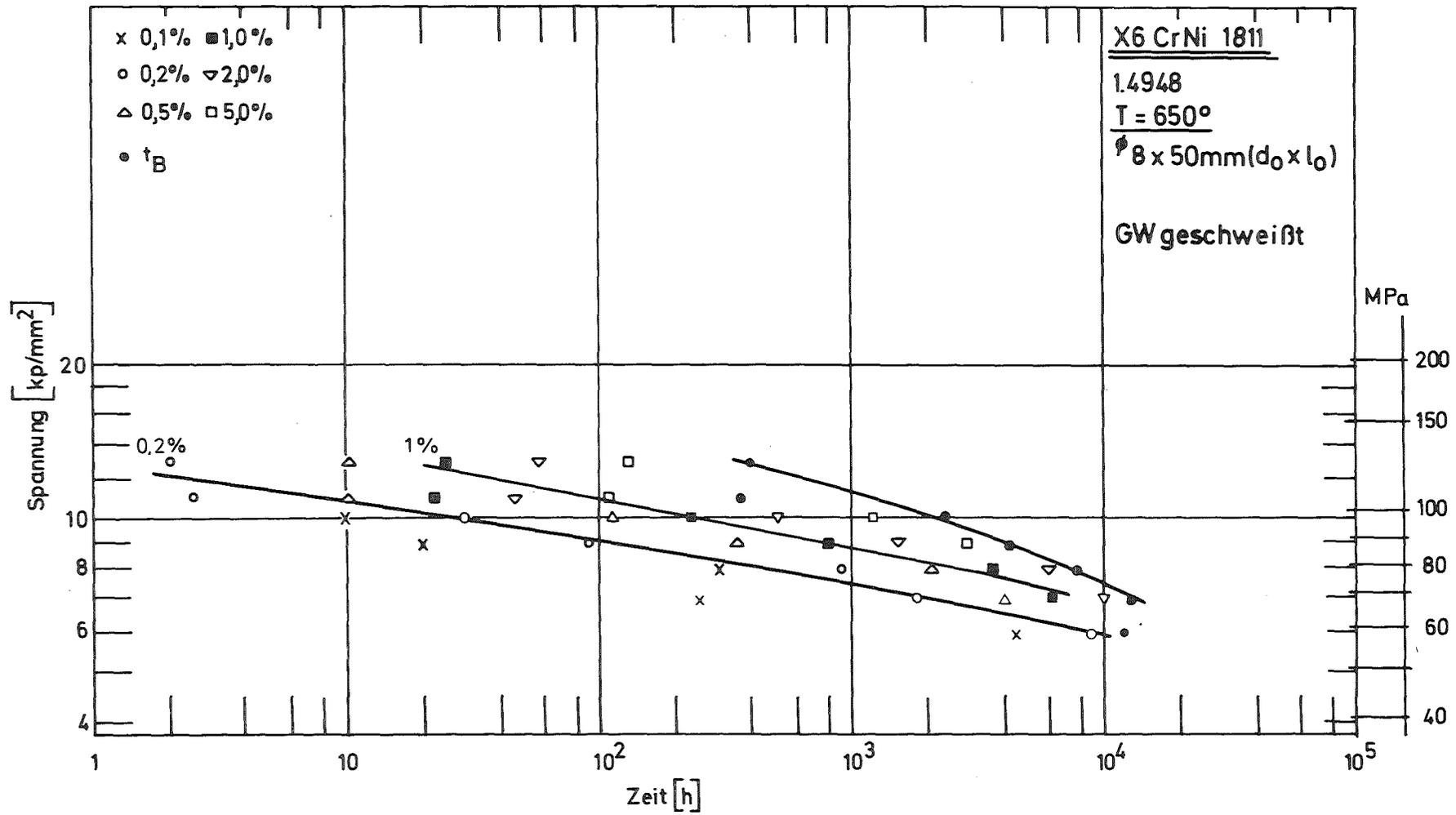
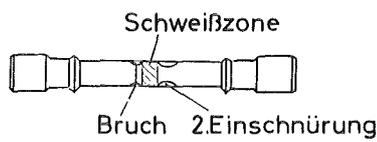


Bild 19: Zeit-Dehngrenzen und Standzeit

X6CrNi 1811(1.4948)
GW 206-Schweißverbindung. Bruchverhalten



Prüf-temperatur	Spannung	Standzeit						
550°	24 kp/mm ²	860std	600°	20 kp/mm ²	194 std	650°	13kp/mm ²	390std
		ÜZ						1)
550°	22	2346	600°	17	1060	650°	11	360
		SG						2)
550°	20	2950	600°	15	1960	650°	10	2330
		SG						3)
550°	19	8730	600°	13	4640	650°	9	4180
		SG						4)
550°	18	10970	600°	12	10600	650°	8	7976
		SG						5)
550°	17	9180	600°	11	13300	650°	7	12850
		SG						6)
550°	15	28540	600	10	22840	650°	6	12000
		SG					SG	7)

(A)

(B)

(C)

ÜZ=Bruch in der Übergangszone Schweißgut-Grundwerkstoff

SG=Bruch in der Schweißse

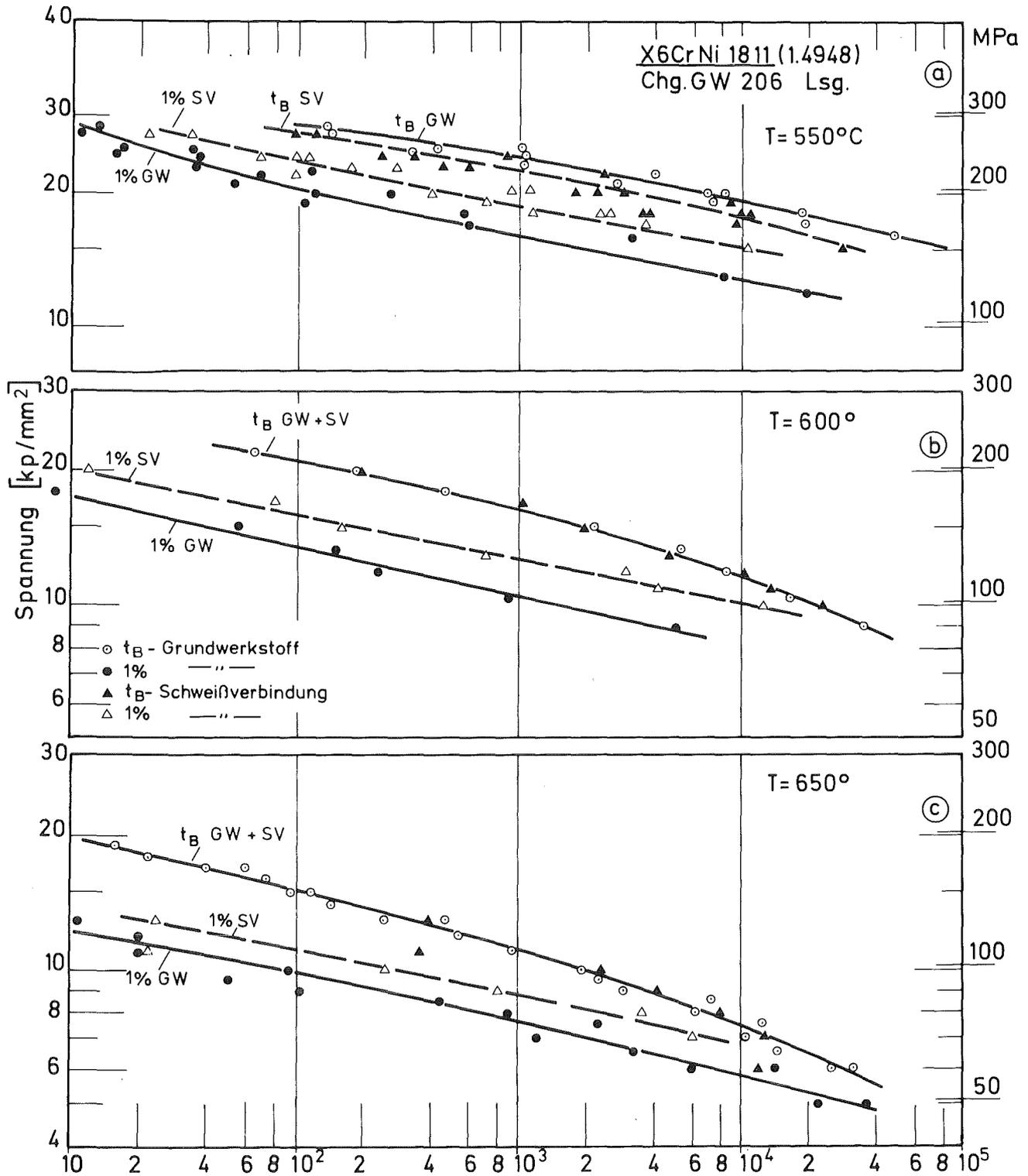


Bild 21: 1% Zeit - Dehngrenze u. Standzeit t_B im Vergleich Grundwerkstoff (GW) zu Schweißverbindung (SV)

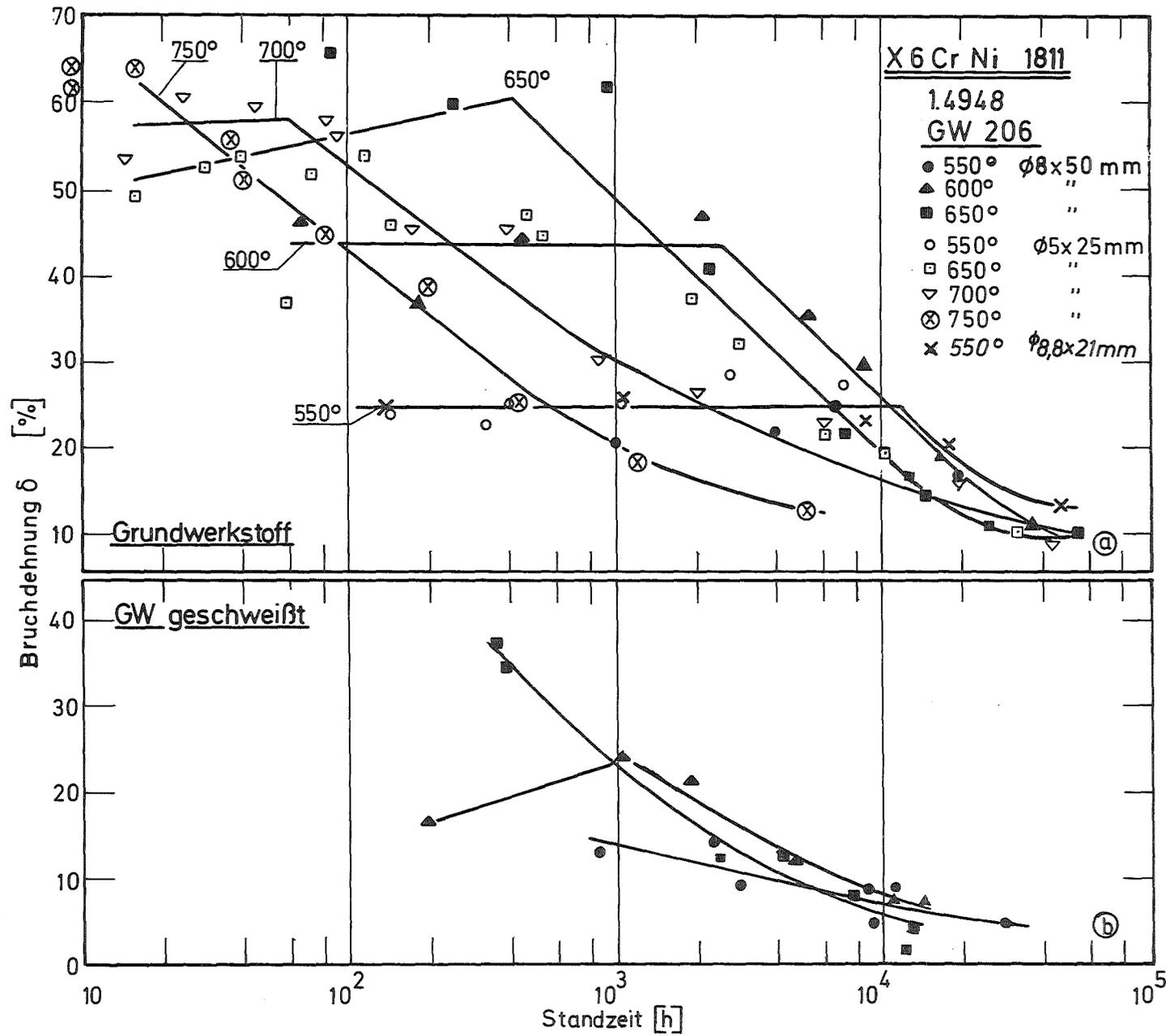


Bild 22: Bruchdehnung in Abhängigkeit von der Standzeit

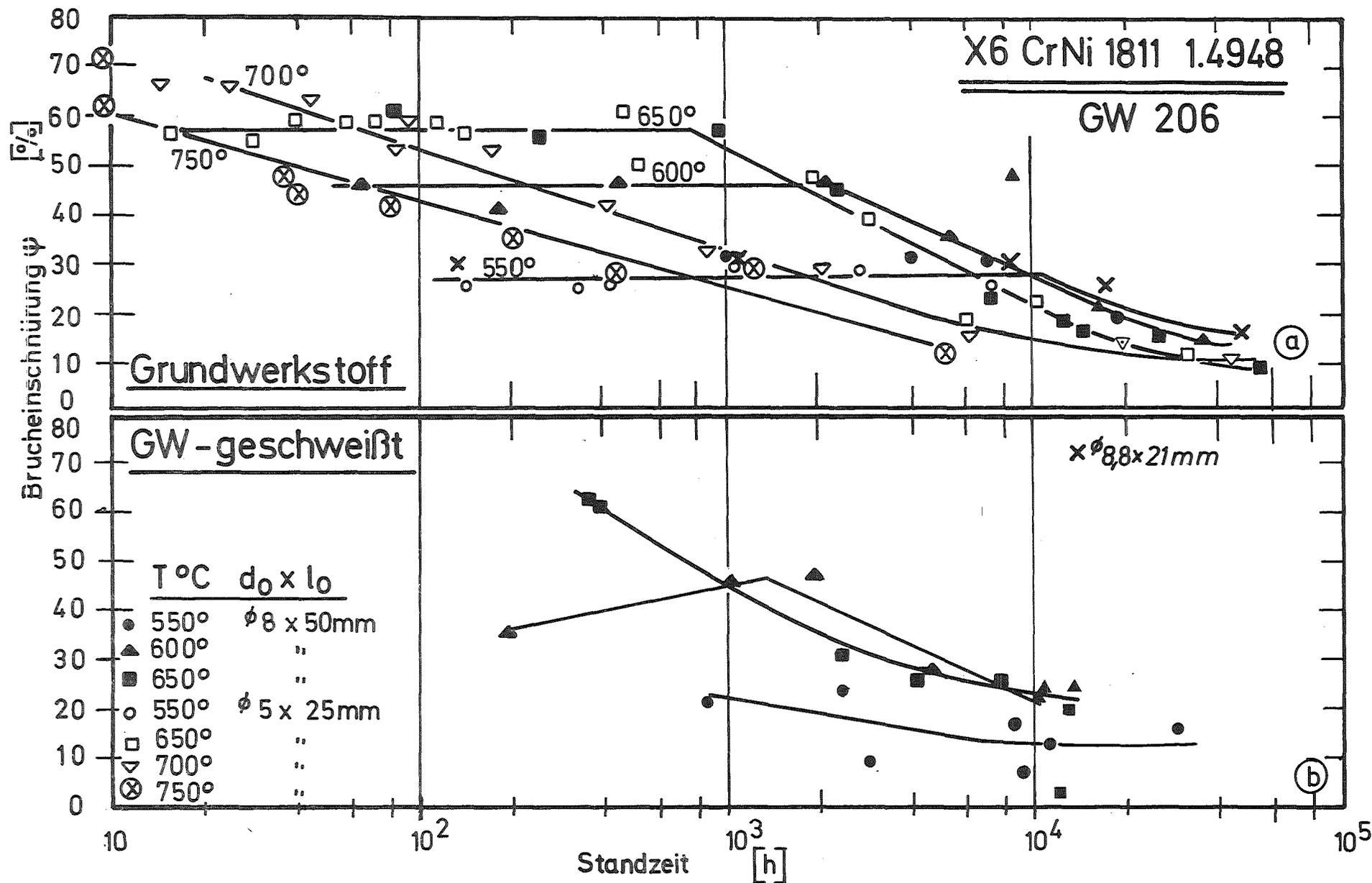


Bild 23: Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Standzeit

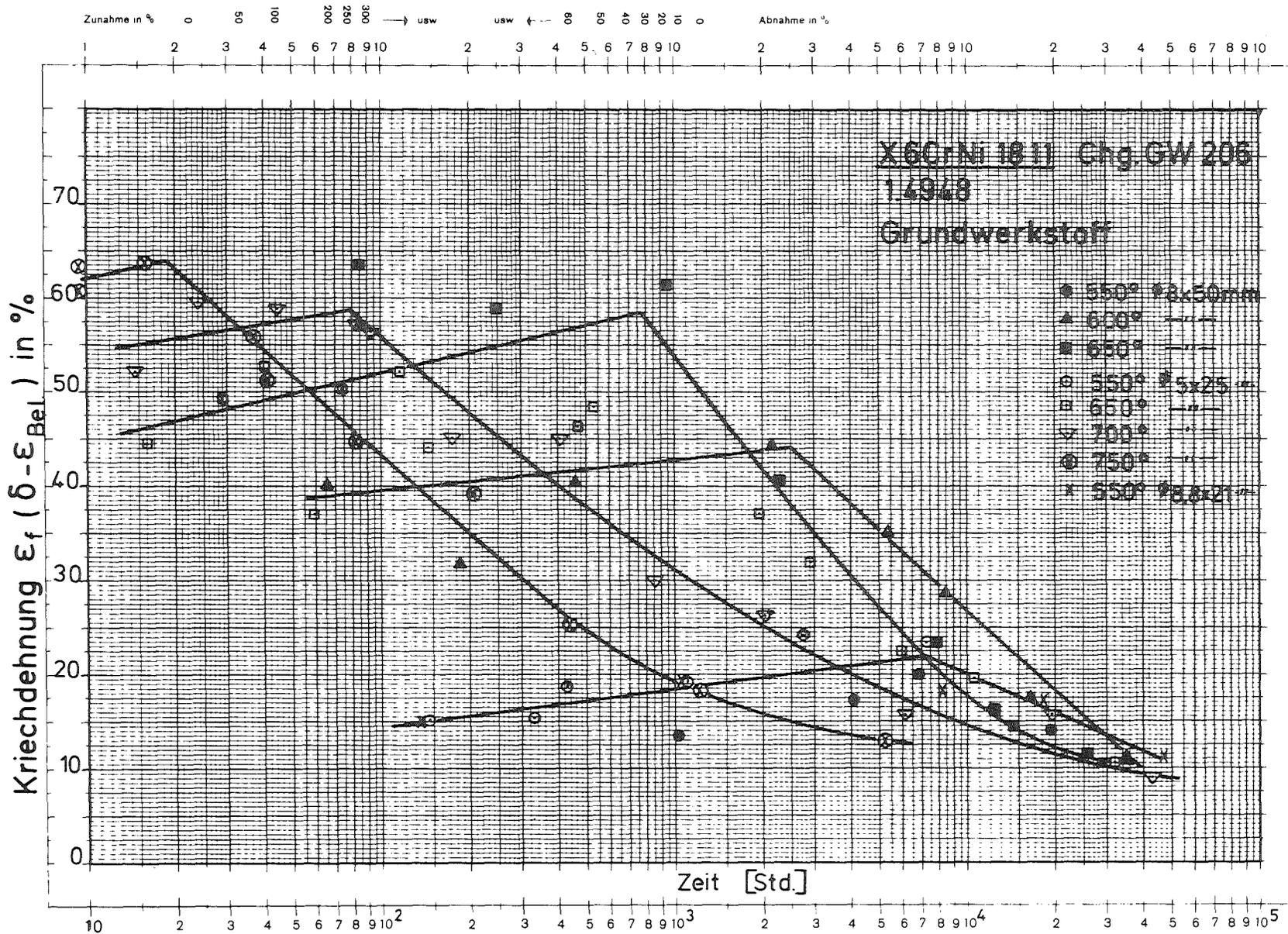


Bild 24 : Kriechdehnung ($\delta - \epsilon_{Bel.}$) in Abhängigkeit von der Standzeit

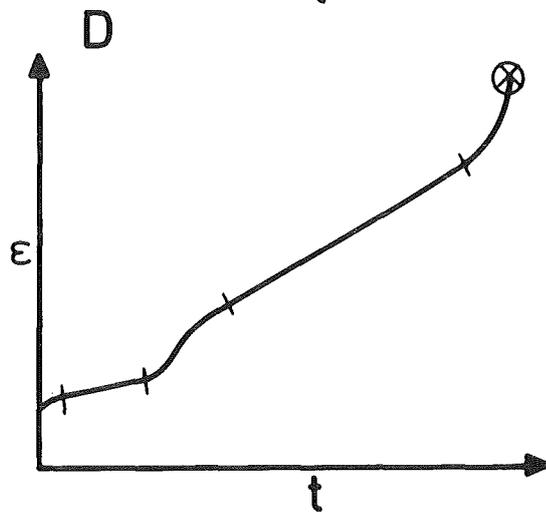
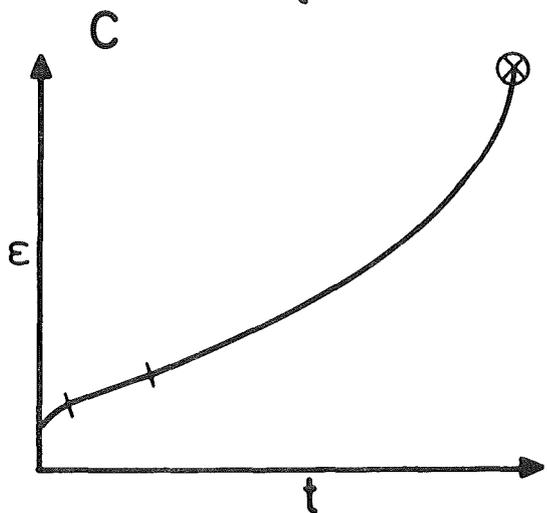
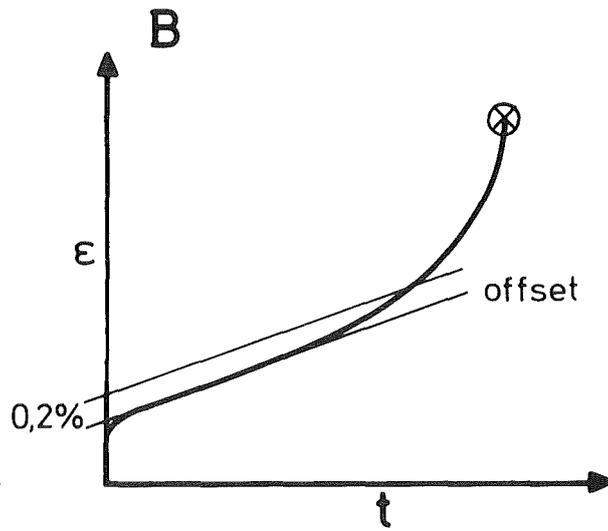
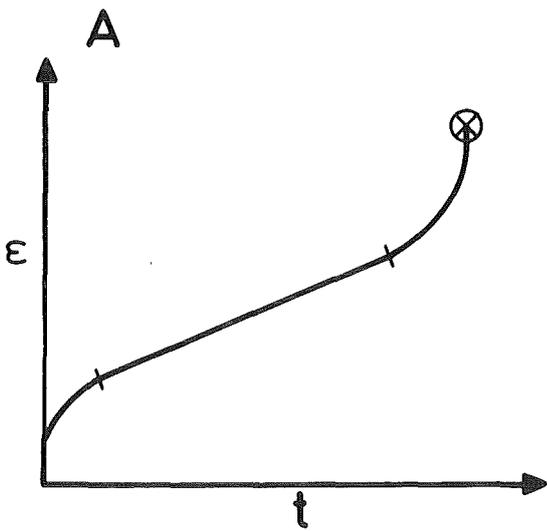
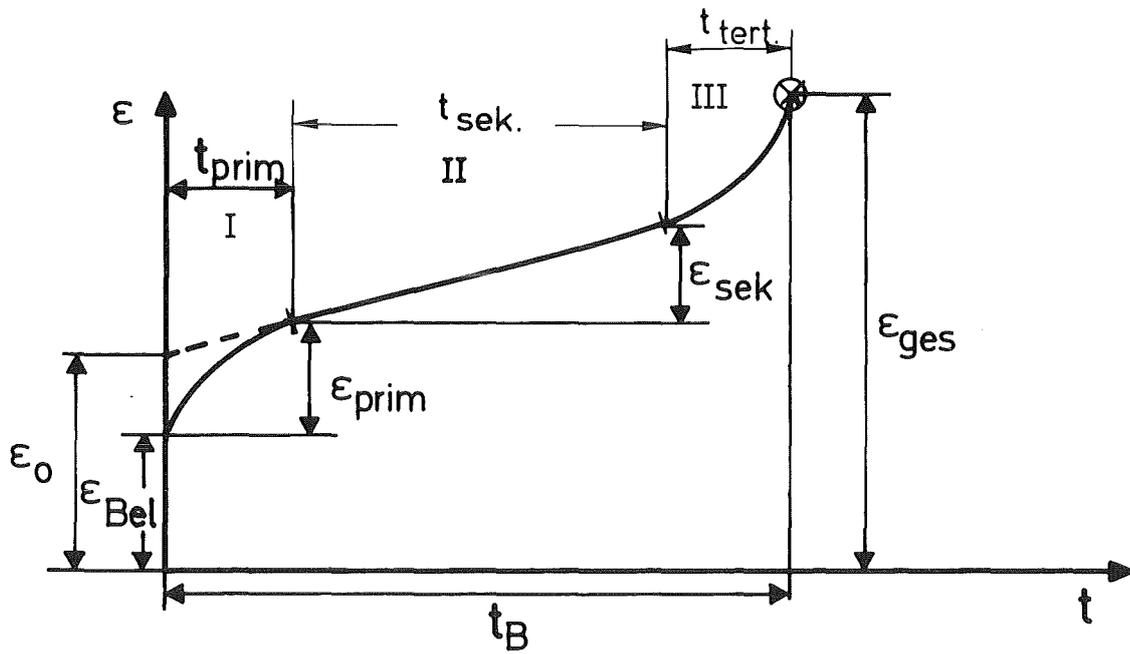


Bild 25 : Schematische Darstellung verschiedener Kriechkurven-Typen

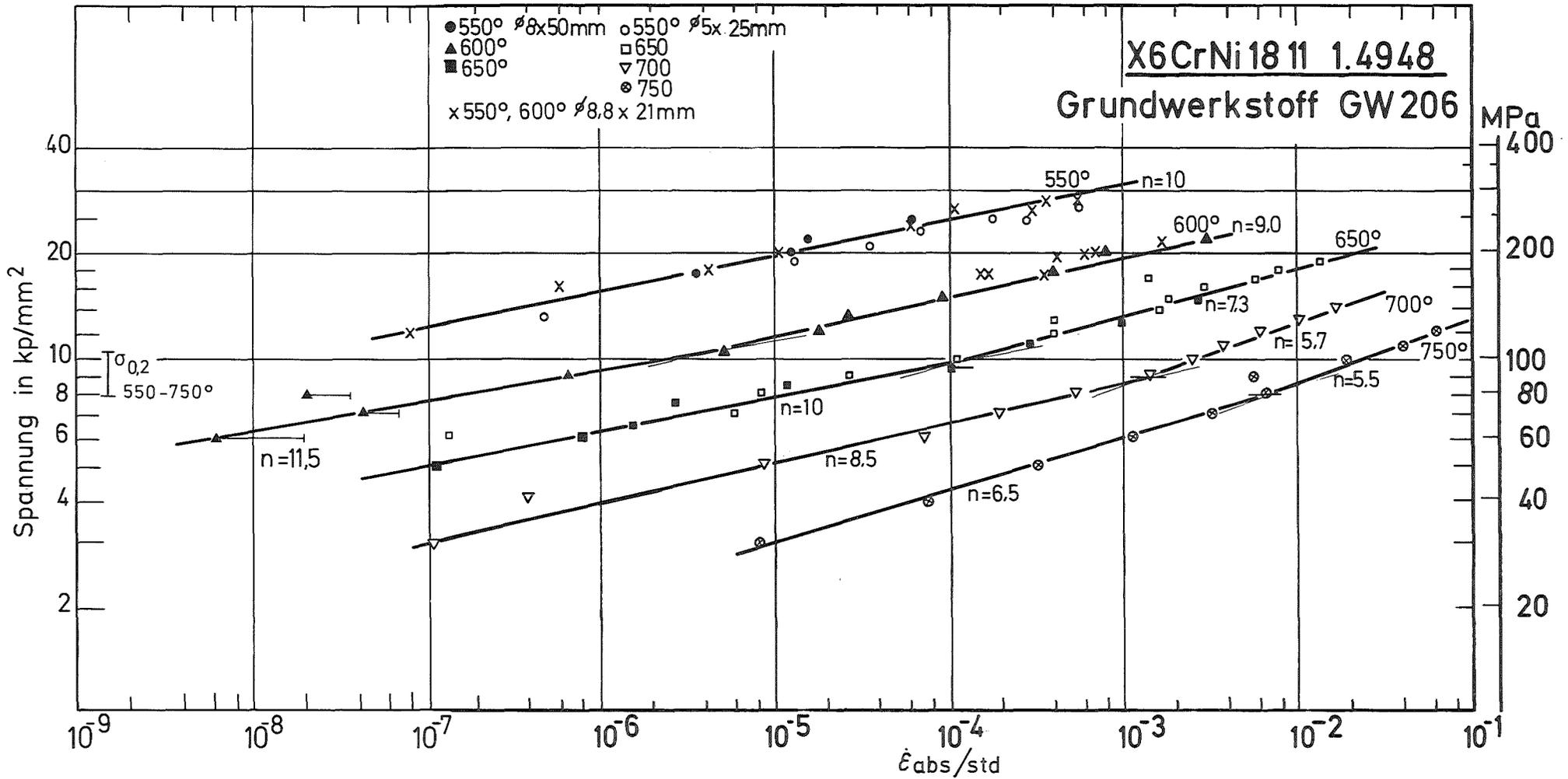


Bild 26: Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

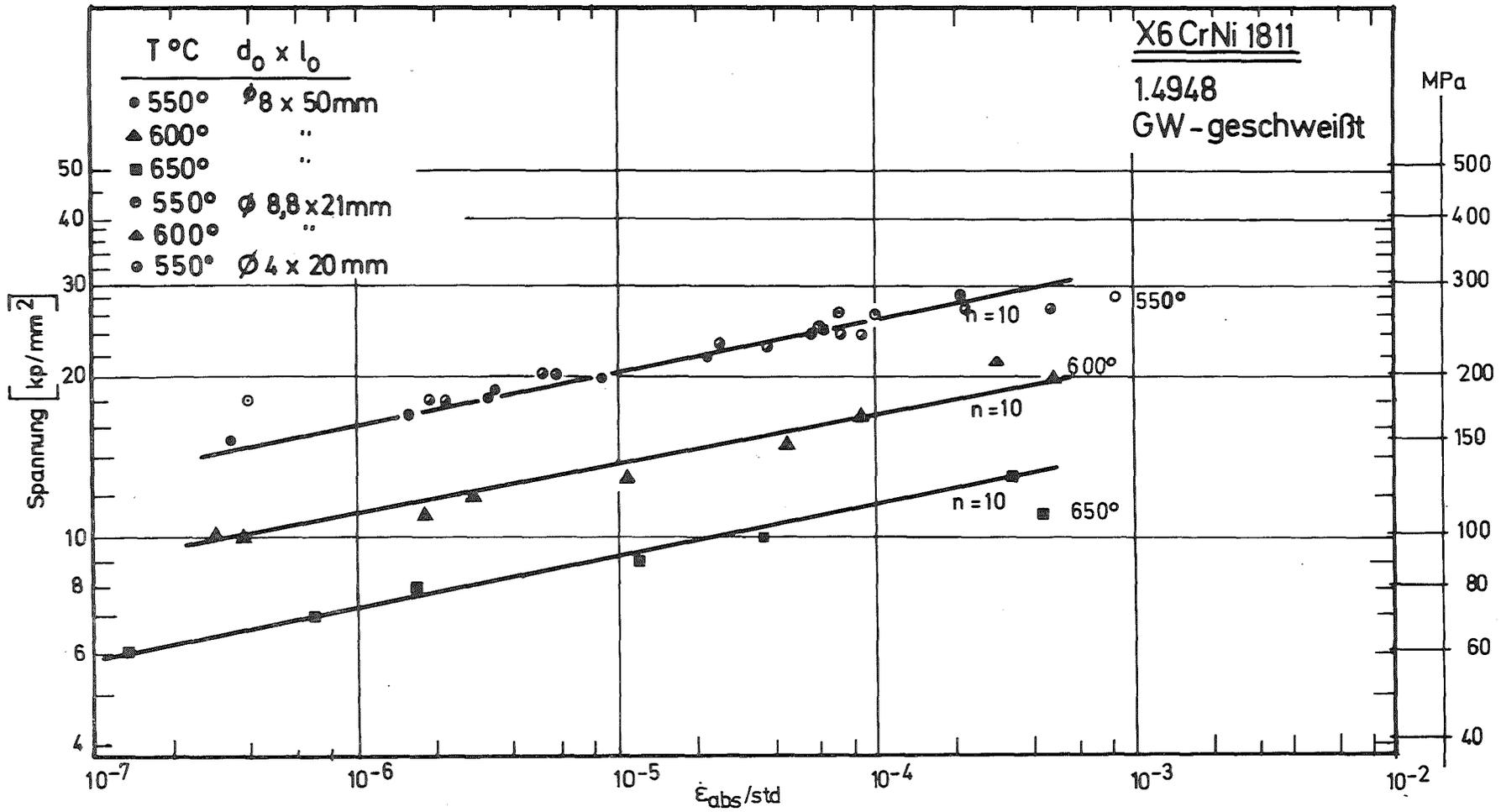


Bild 27 Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

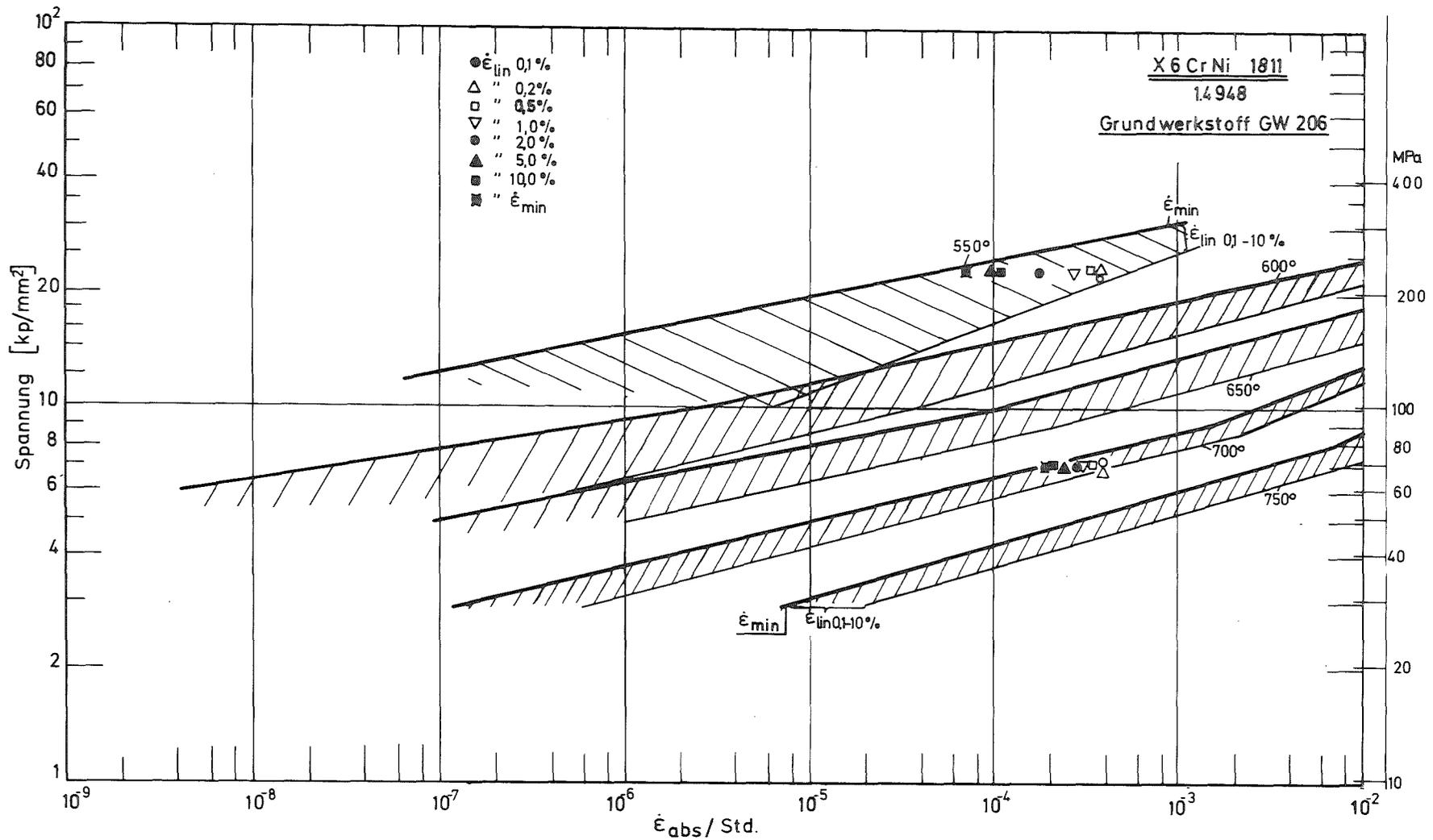


Bild 28: Bereiche für lineare Kriechgeschwindigkeit der Zeit-Dehngrenze(0,1-10%) u. minimale Kriechgeschwindigkeit

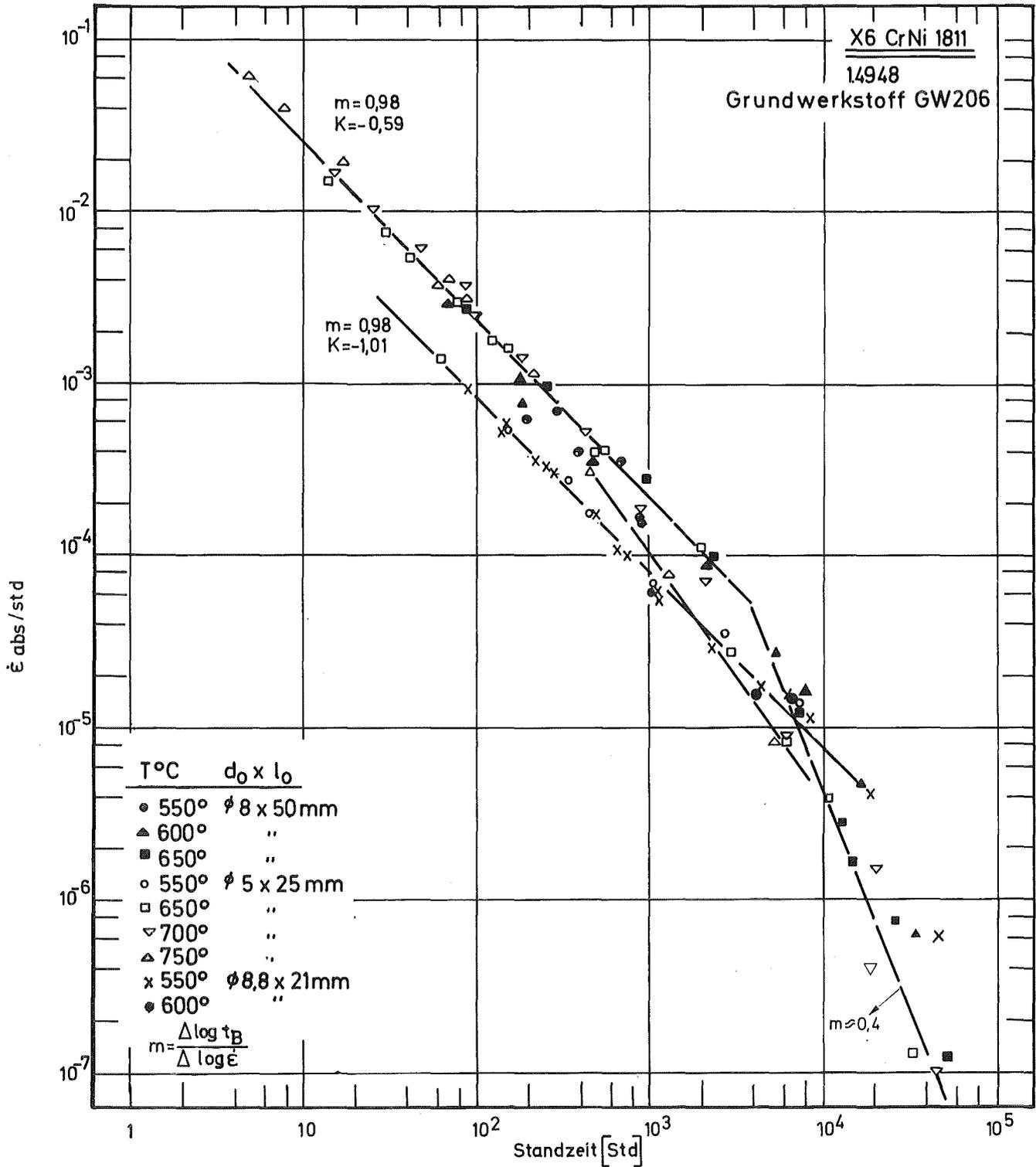


Bild 29 : Standzeit in Abhängigkeit von der minimalen Kriechgeschwindigkeit

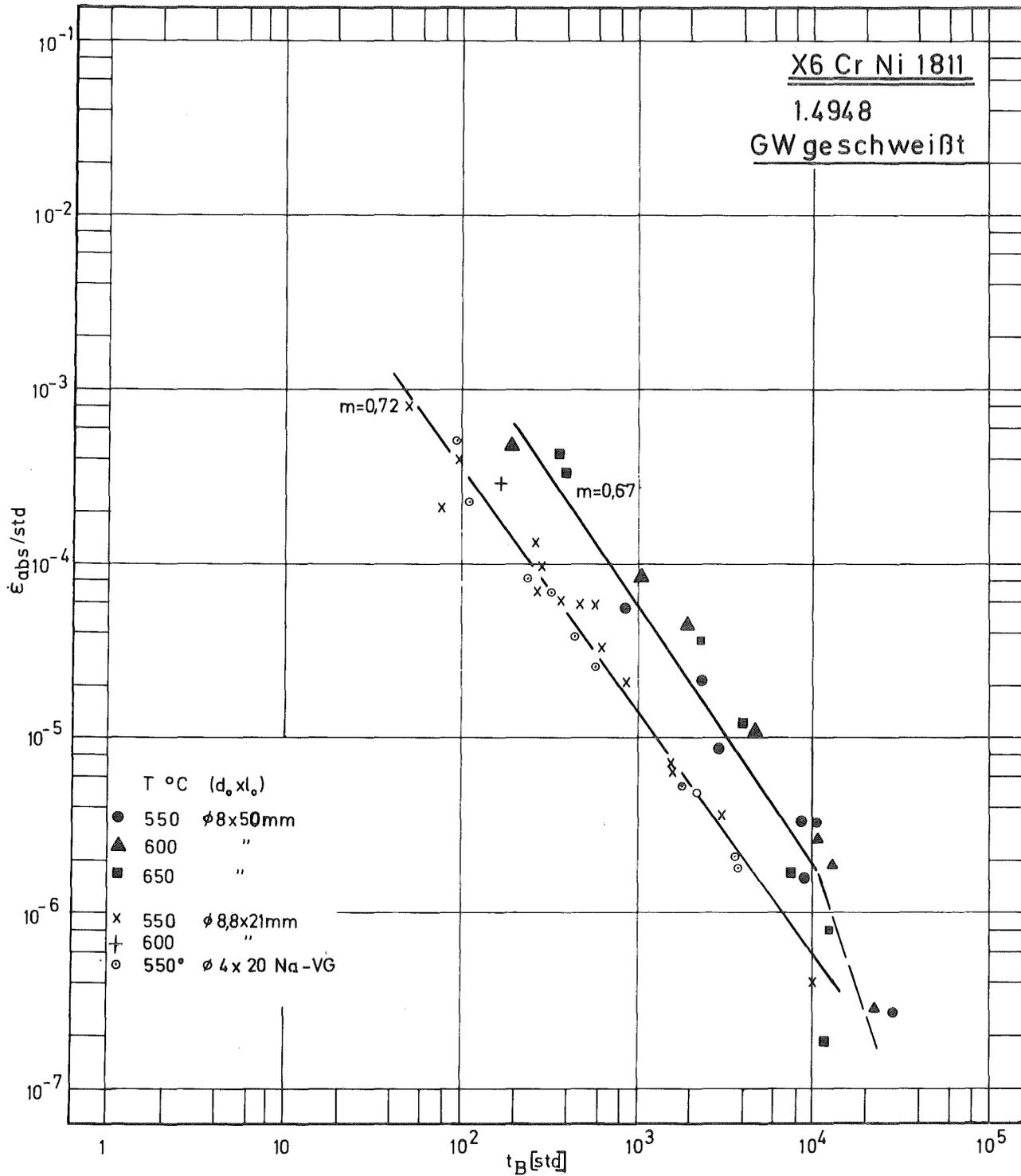


Bild 30: Standzeit in Abhängigkeit von der minimalen Kriechgeschwindigkeit

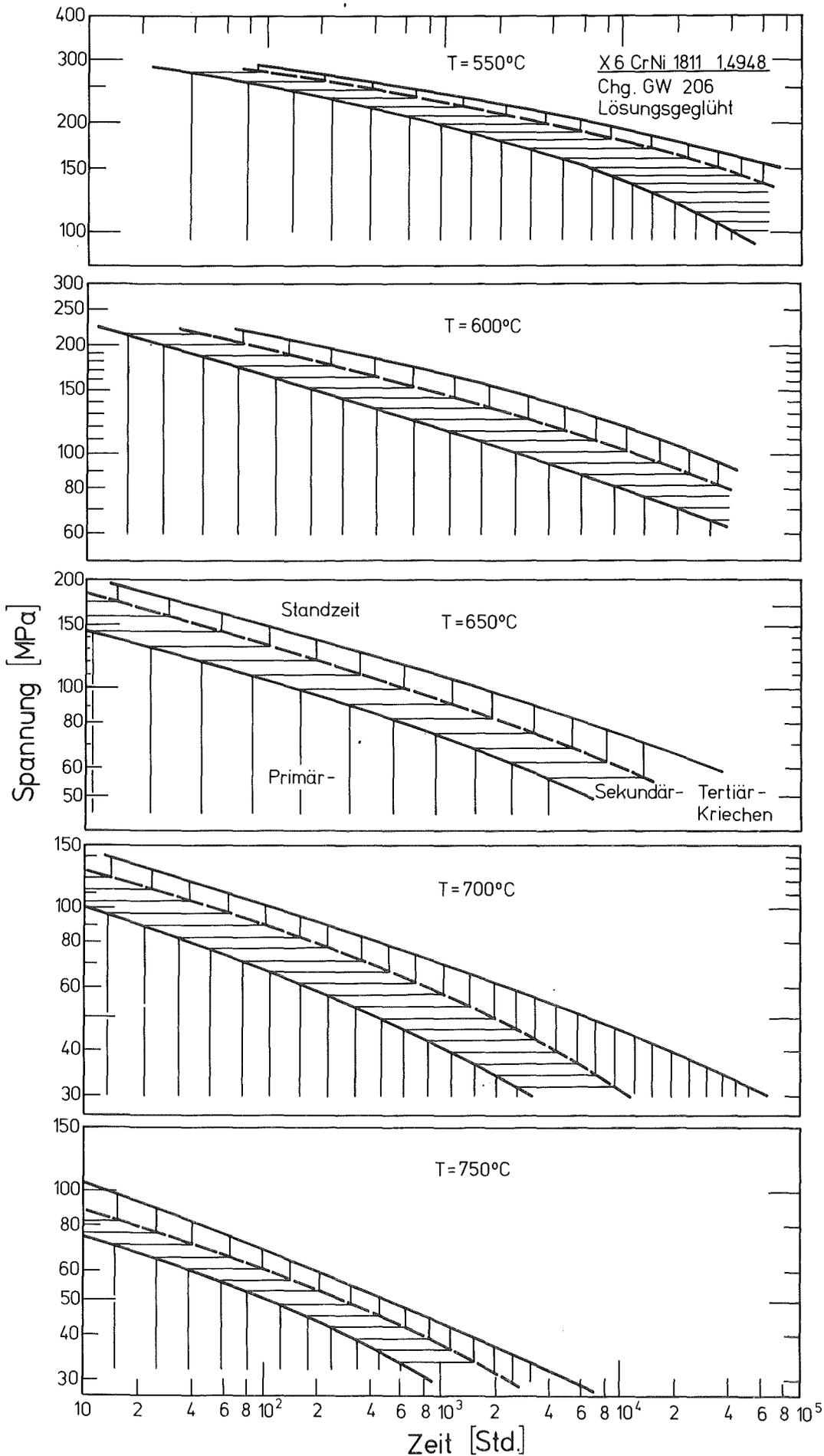


Bild 31: Anteil der verschiedenen Kriechbereiche

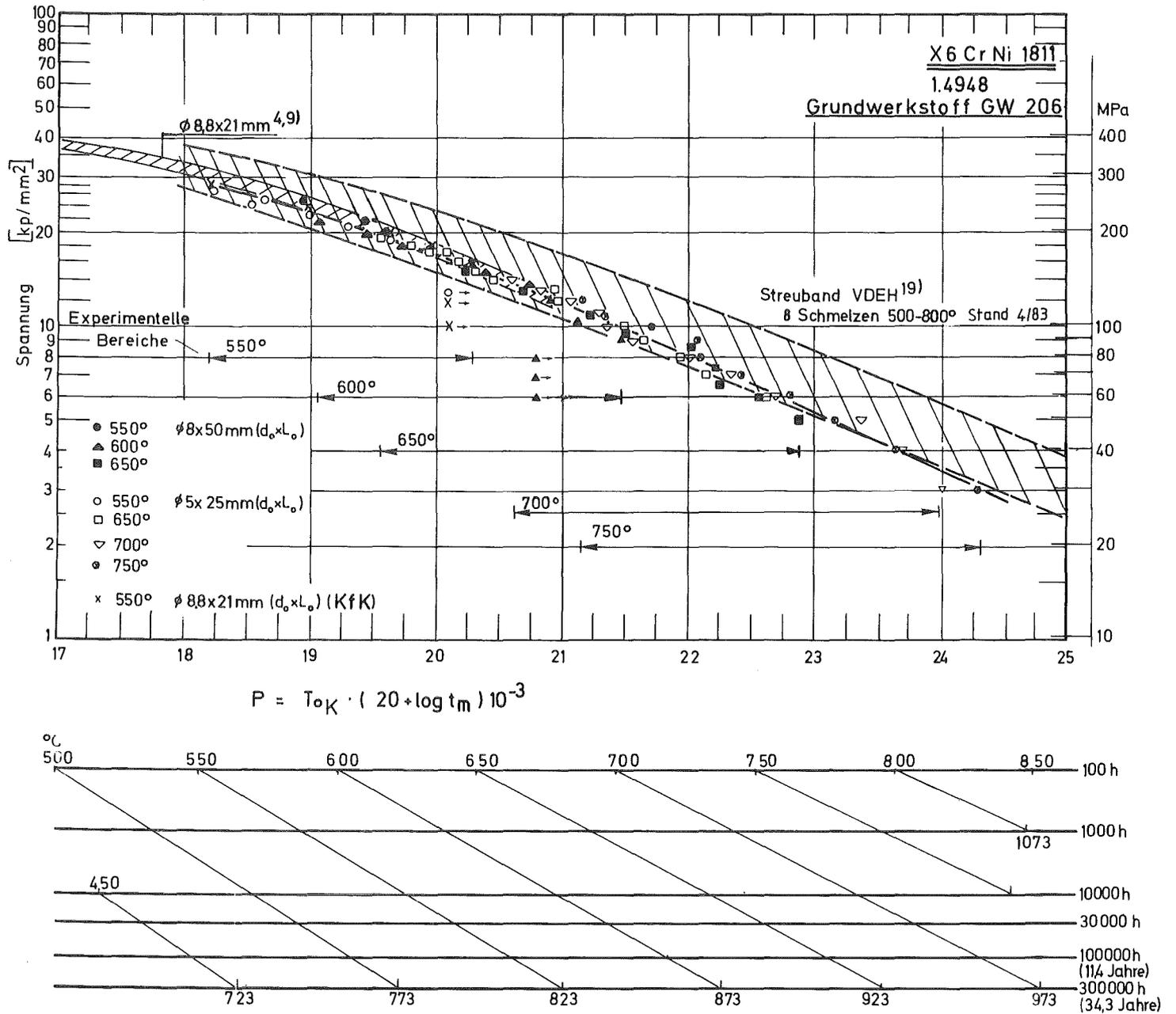


Bild 32 :

Zeitstand-Hauptkurve
(Larson-Miller-Parameter)

Stand: 6/84

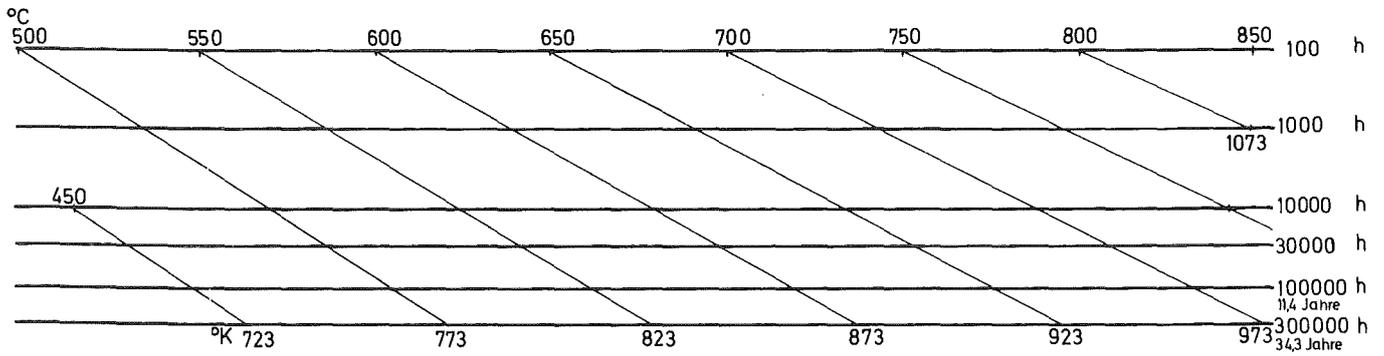
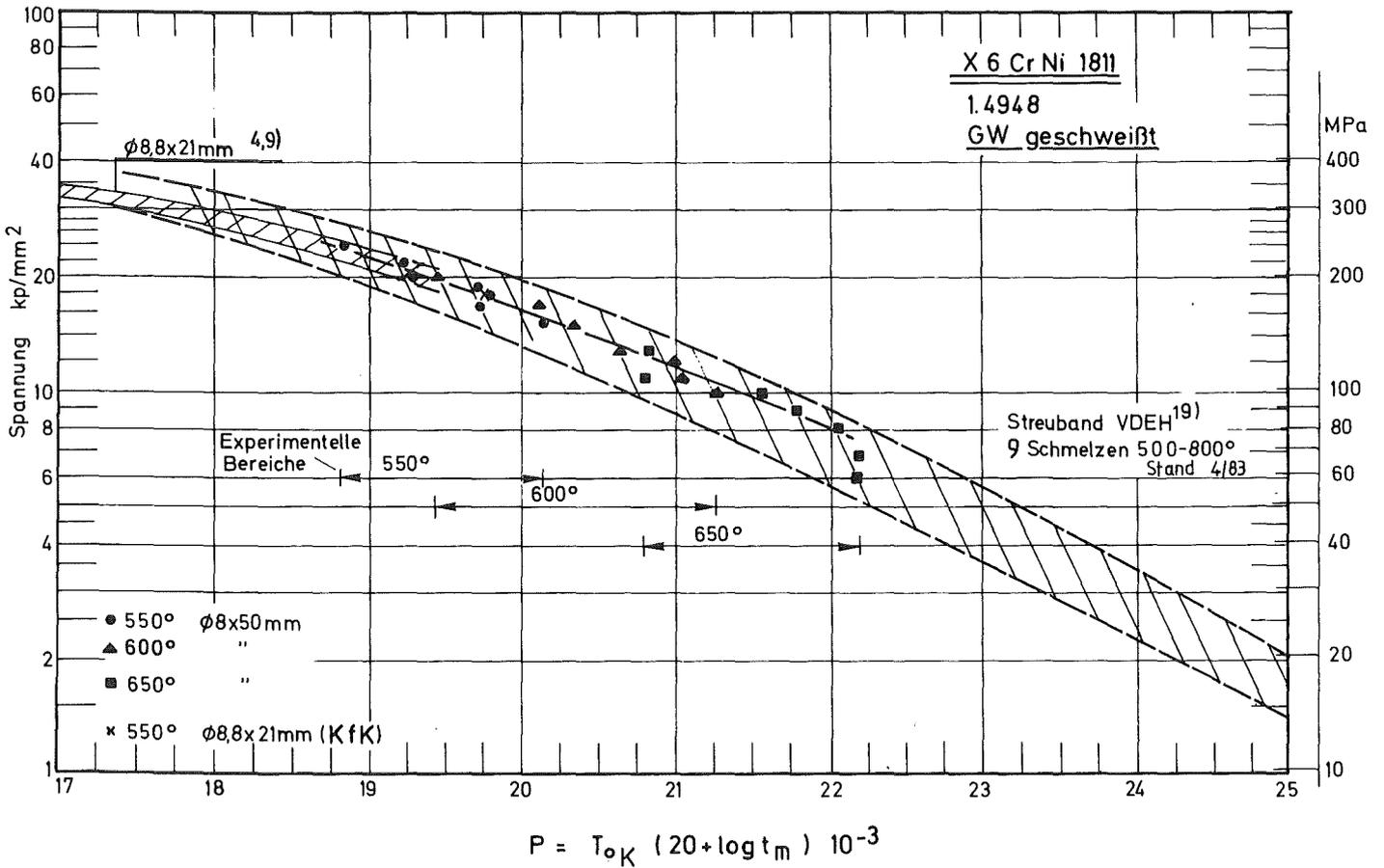


Bild 33 :

Zeitstand - Hauptkurve
(Larson-Miller-Parameter)

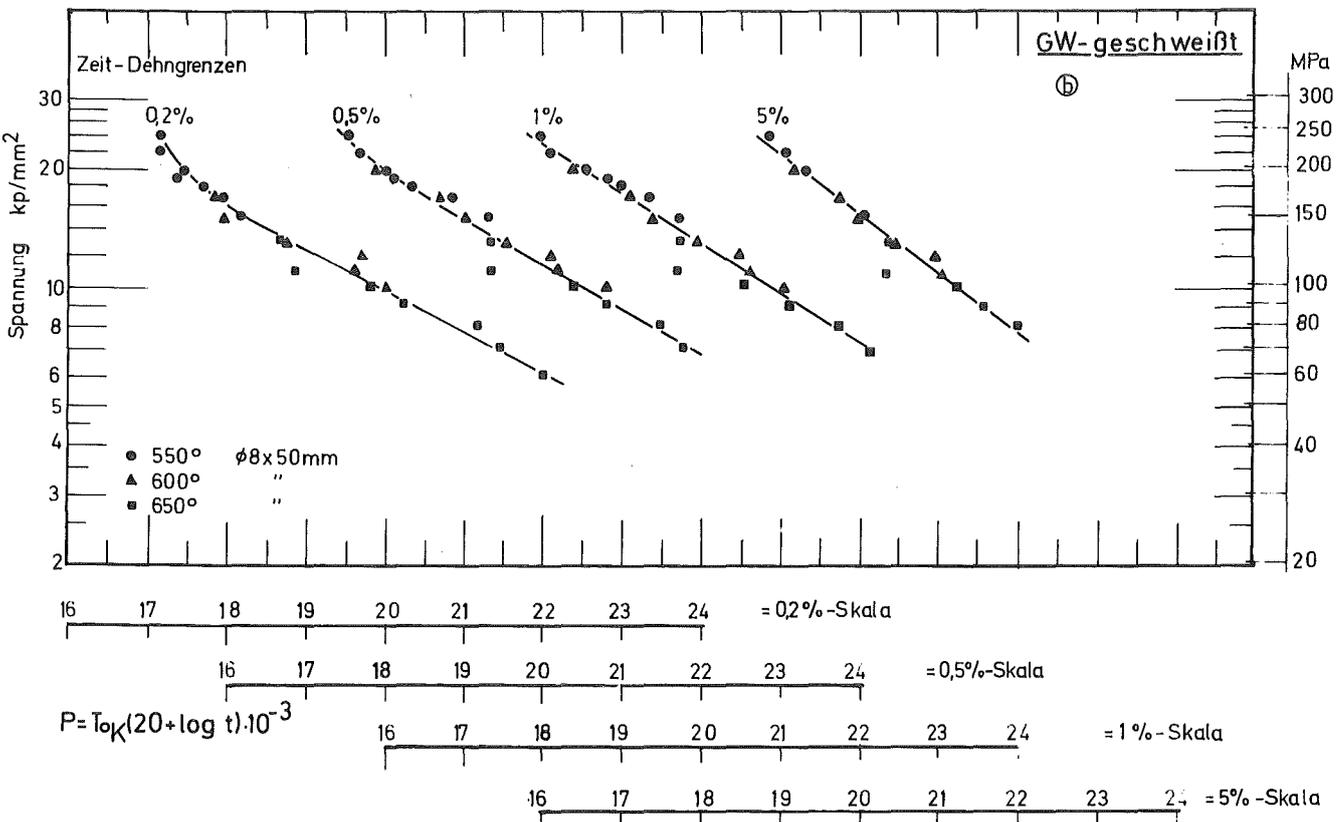
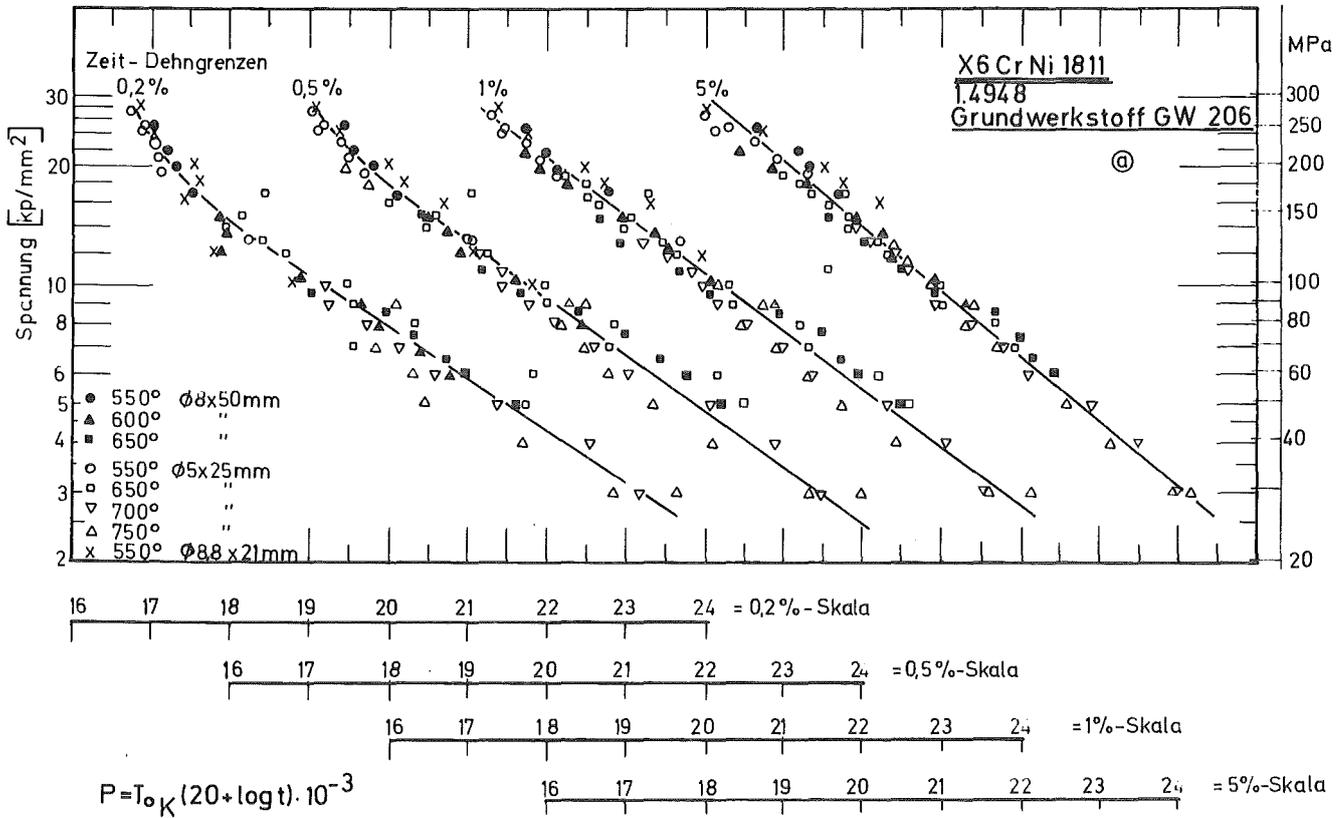
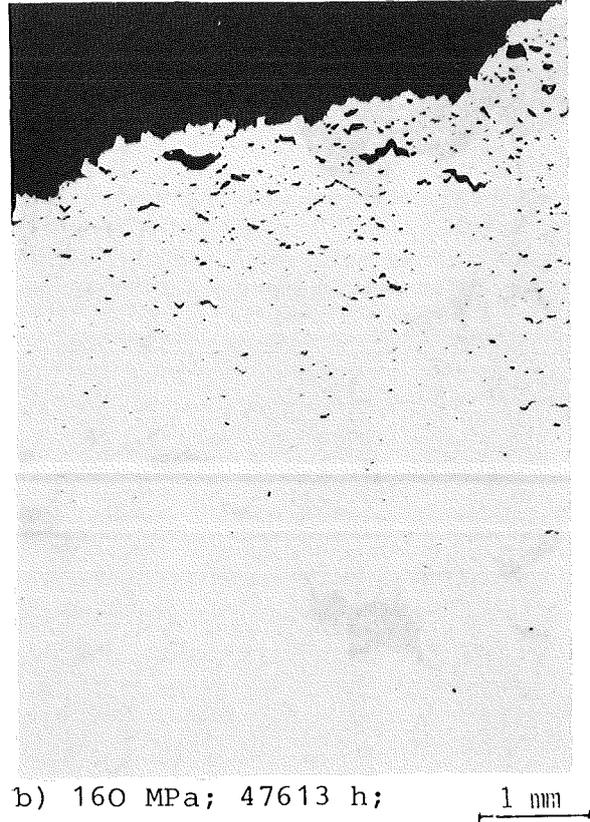
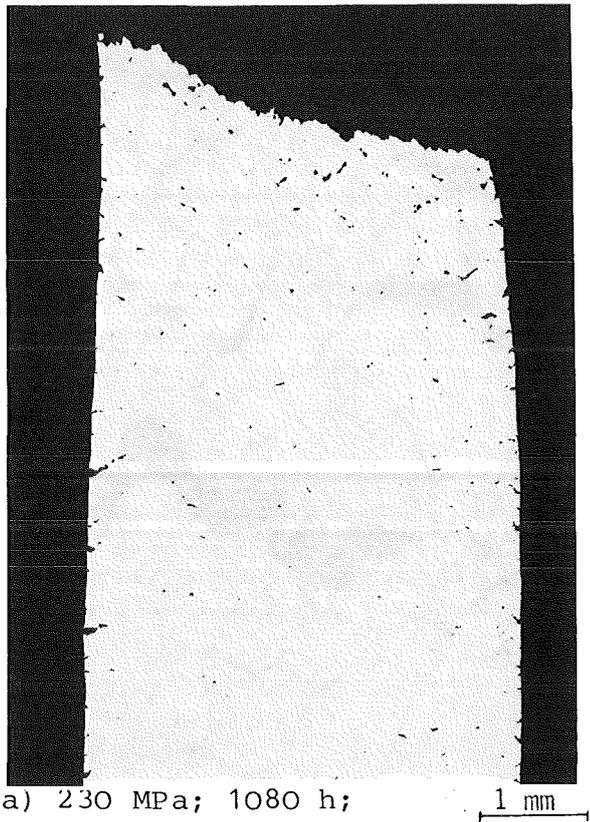


Bild 34 : Zeit-Dehngrenzen in der Larson-Miller-Darstellung



↑ Zugrichtung ↓

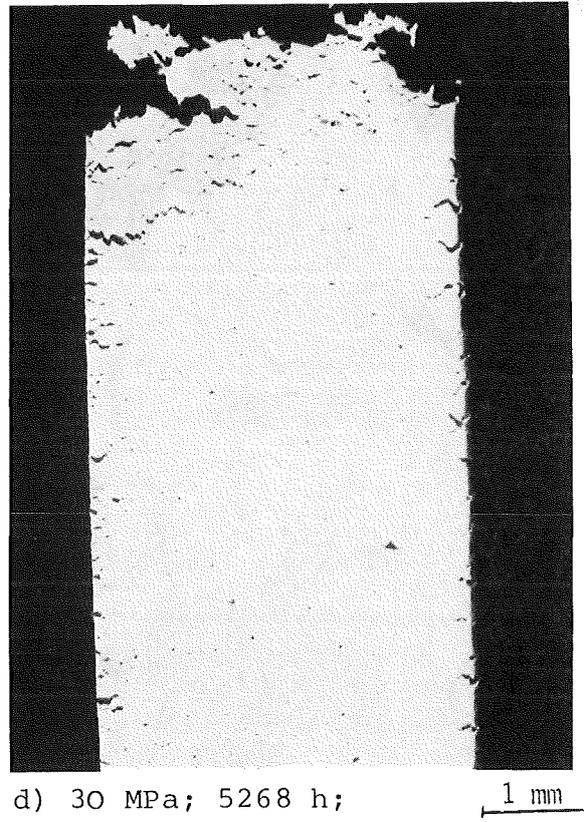
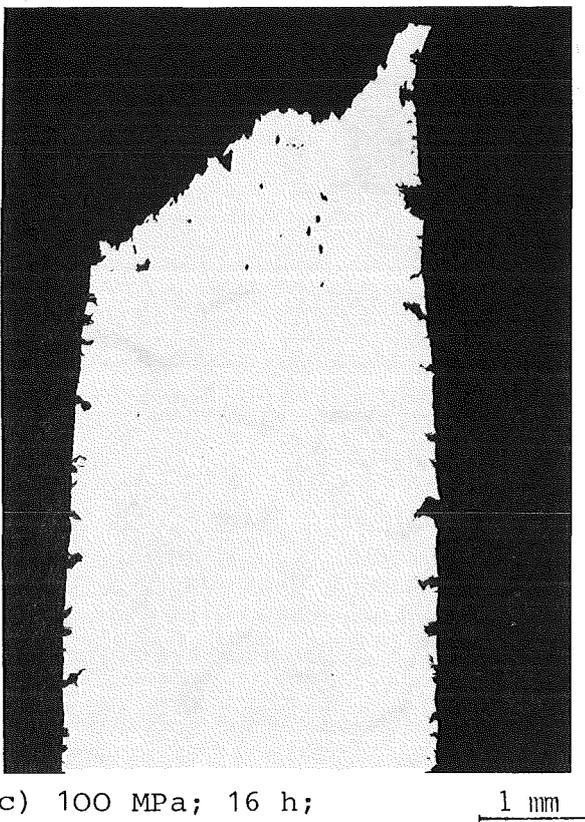
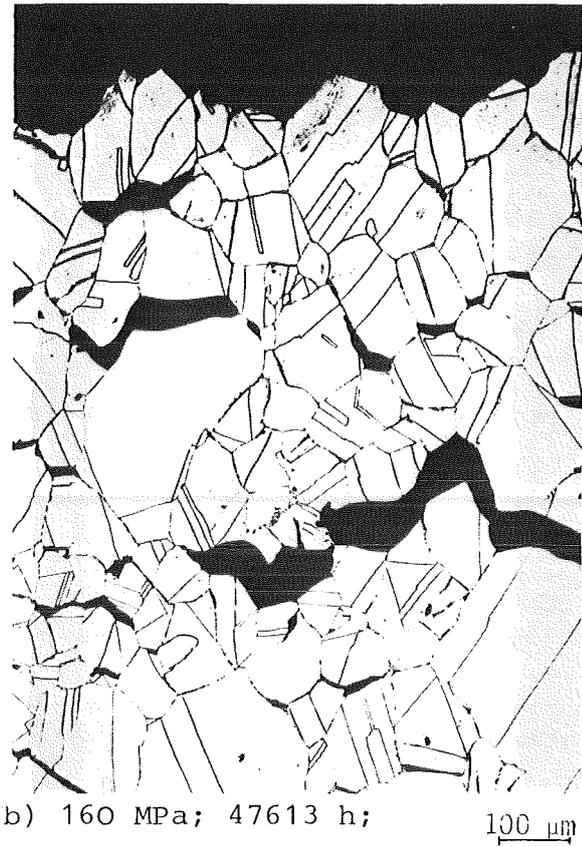
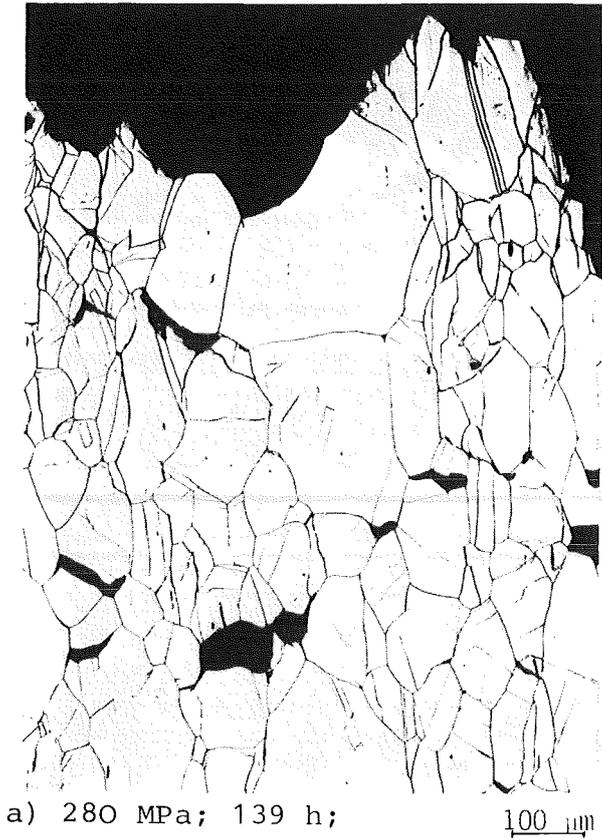


Bild 35: Ungeätzte Längsschliffe von Bruchzonen einiger Zeitstandproben; X6CrNi18 11; 1.4948; GW 206; Prüftemperatur 550°C (a) u. b)) und 750°C (c) u. d)); Probenabm. a), c) und d), 5 mm \varnothing x 25 mm, b) 8 mm \varnothing x 50 mm.



↑ Zugrichtung



Bild 36: Geätzte Längsschliffe aus der Bruchzone einiger Zeitstandproben; XCrNi18 11; 1.4948; GW 206; Prüftemperatur 550°C (a) u. b)) und 600°C (c) u. d)).



a) 190 MPa; 16 h;

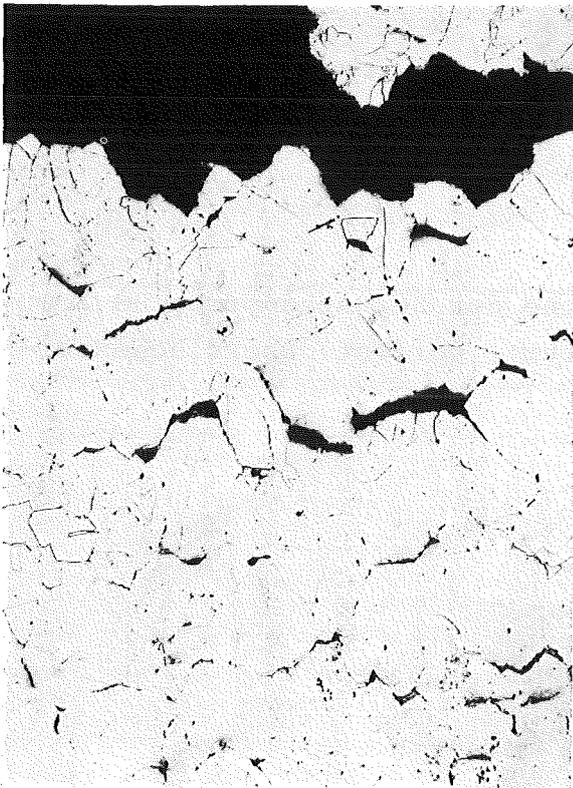
100 μm



b) 60 MPa; 32045 h;

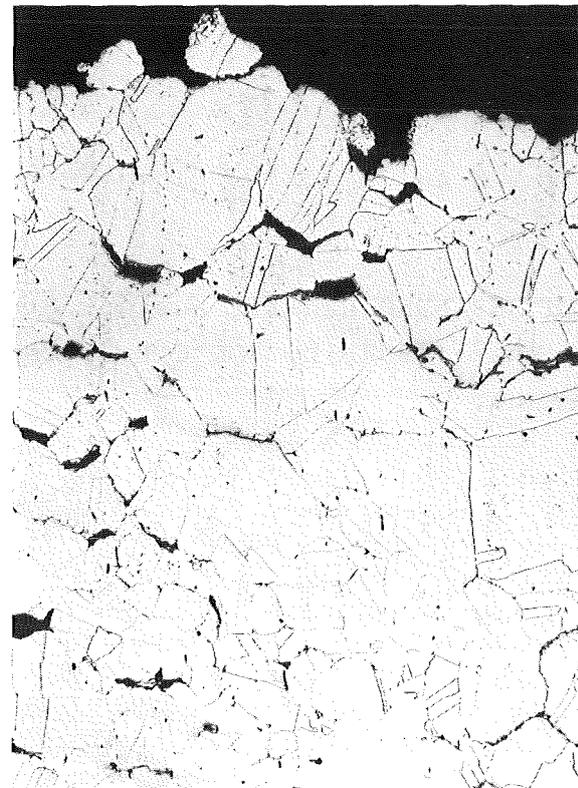
100 μm

↑ Zugrichtung



c) 50 MPa; 6035 h;

100 μm



d) 30 MPa; 5286 h;

100 μm

Bild 37: Geätzte Längsschliffe aus der Bruchzone einiger Zeitstandproben; XCrNi18 11; 1.4948; GW 206; Prüftemperatur 650°C (a) u. b), 700°C (c) und 750°C (d)).

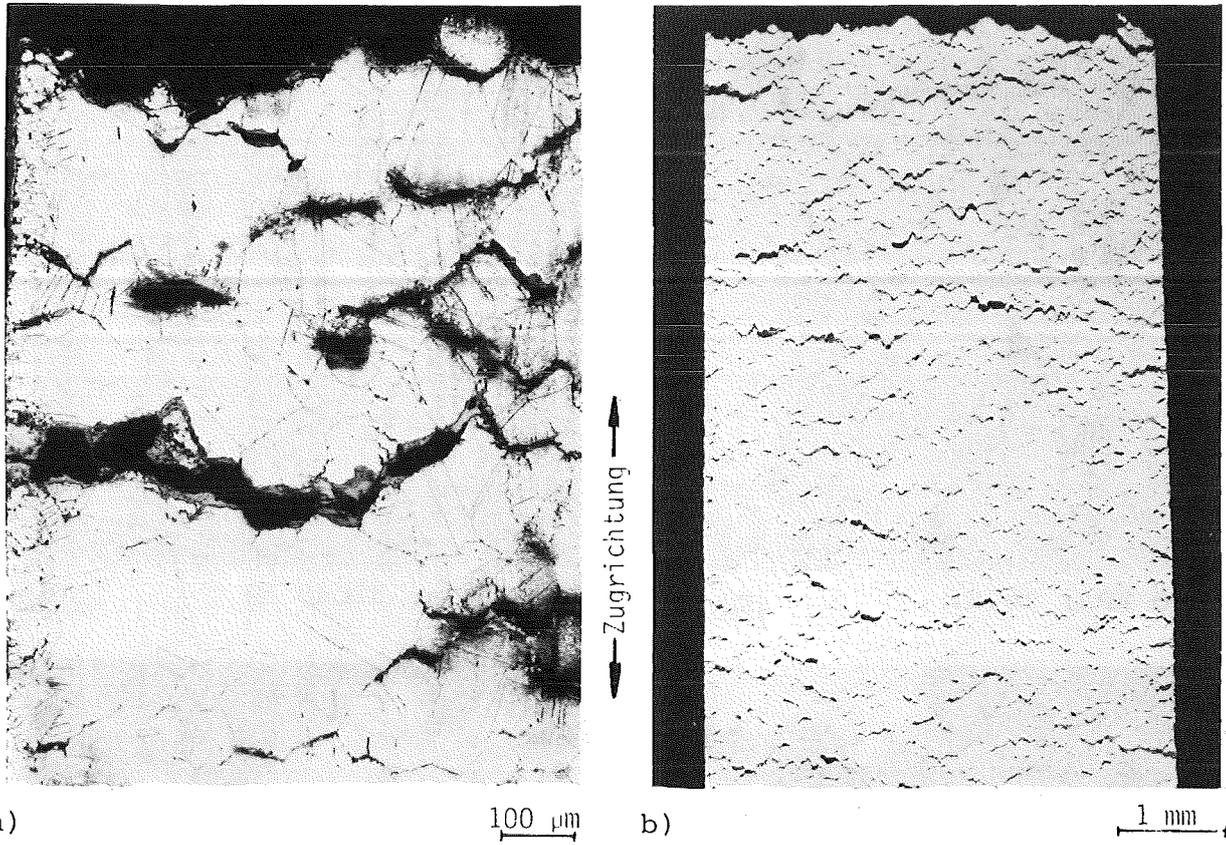
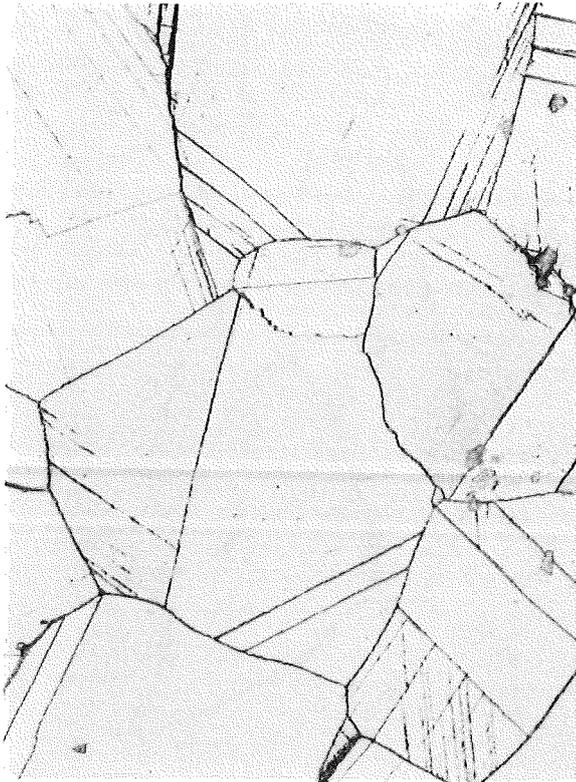
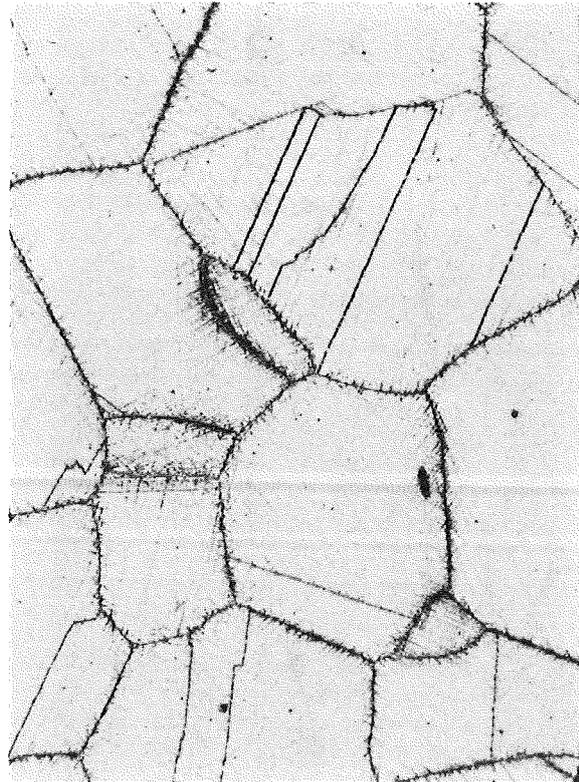


Bild 38: Längsschliff aus der Bruchzone der Zeitstandprobe ZS 2000 (40 MPa ; 19948 h, 700°C Prüftemperatur), verfest. Oberflächenverformung.



a) 210 MPa; 2770 h; 50 μm

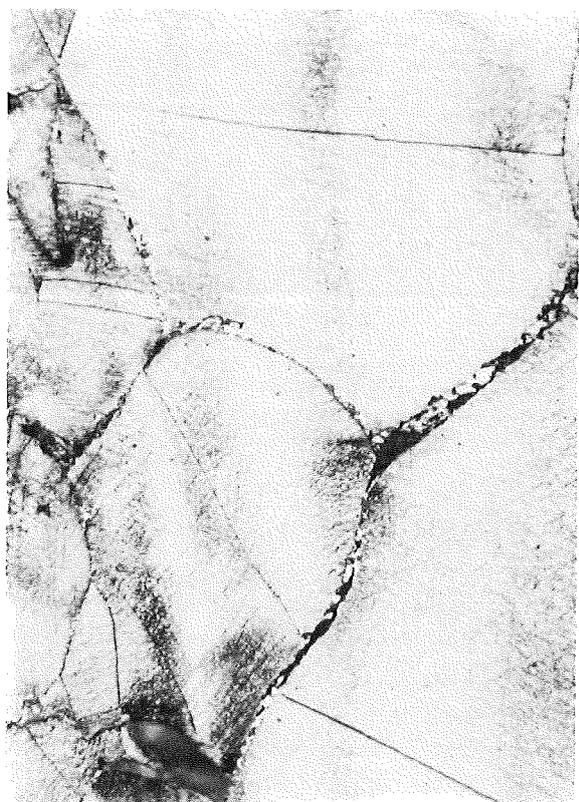


Zugrichtung ↑

b) 180 MPa; 18414 h; 50 μm

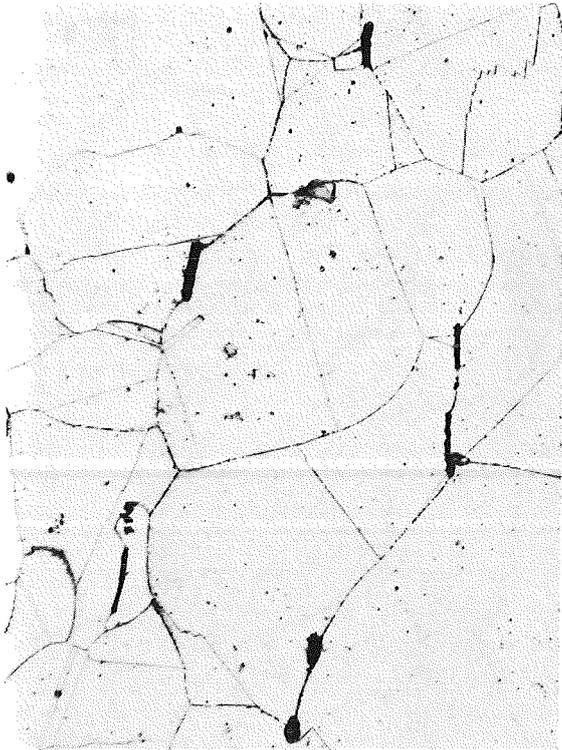


c) 210 MPa; 2770 h; 50 μm

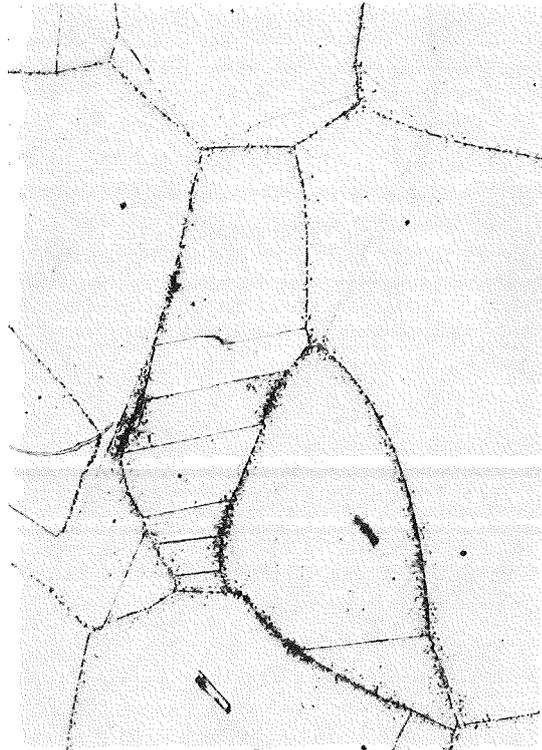


d) 180 MPa; 18414 h; 50 μm

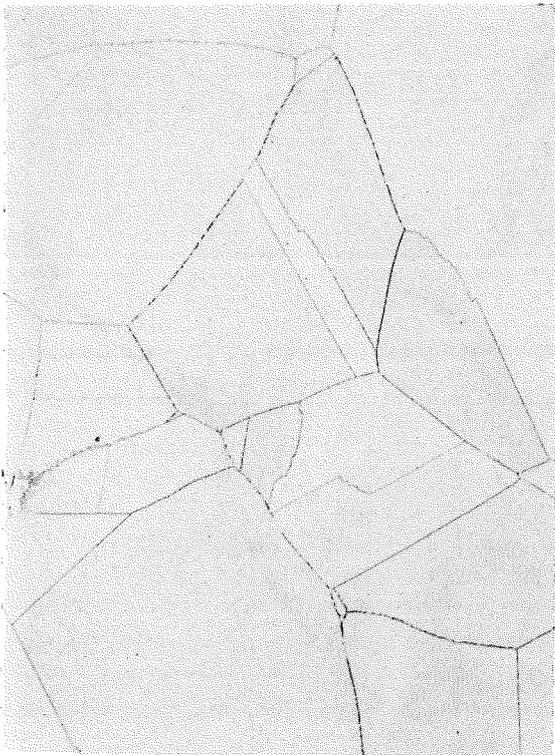
Bild 39: Geätzte Langschliffe von Zeitstandproben, X6CrNi18 11; 1.4948; GW 206; 550°C Prüftemperatur a) und b) Einspannkopf, c) und d) Meßlänge.



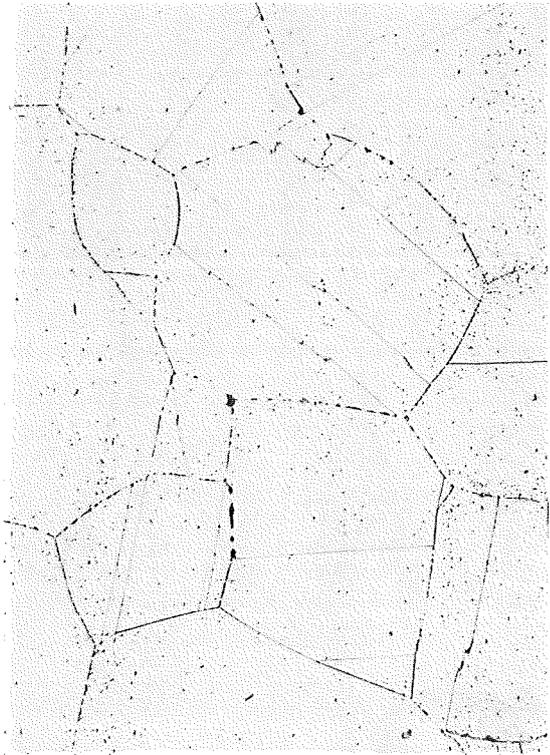
a) 200 MPa; 66 h; 50 μm



b) 105 MPa; 16325 h; 50 μm

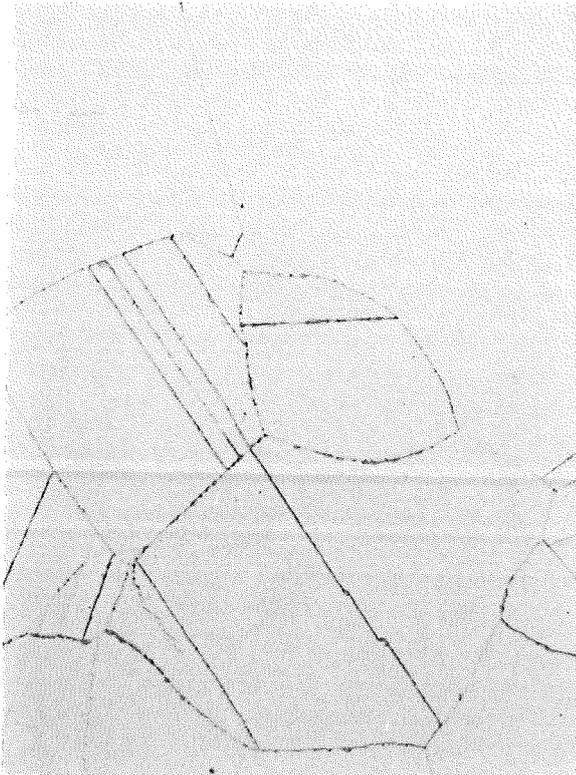


c) 190 MPa; 16 h; 50 μm



d) 60 MPa; 32045 h; 50 μm

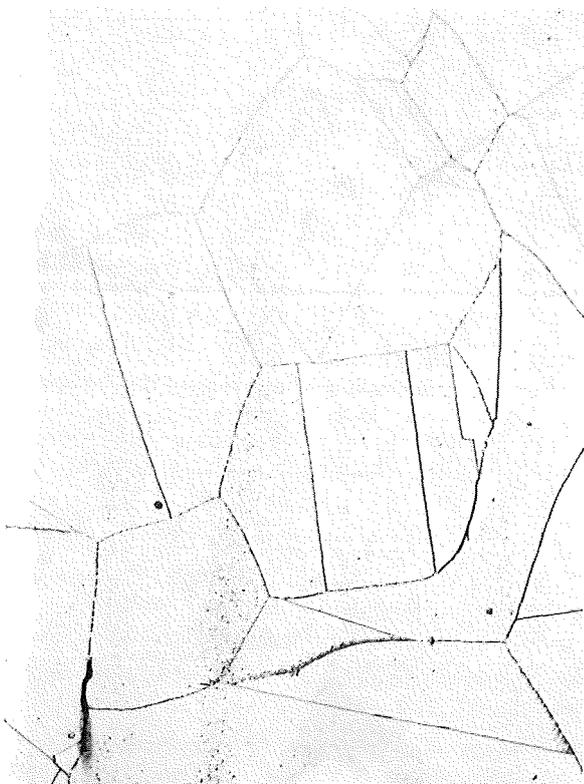
Bild 40: Geätzte Längsschliffe aus dem Einspannkopf einiger Zeitstandproben, X6CrNi18 11; 1.4948; GW 206; Prüftemperatur 600°C (a) u. b)) und 650°C (c) u. d)).



a) 140 MPa; 14,5 h; 50 μm



b) 40 MPa; 19948 h; 50 μm



c) 100 MPa; 16 h; 50 μm

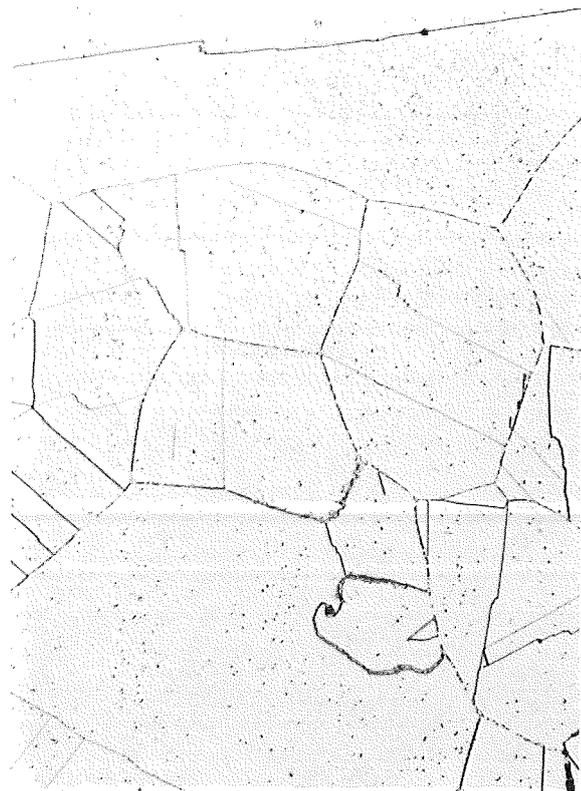


d) 30 MPa; 5268 h; 50 μm

Bild 41: Geätzte Längsschliffe aus dem Einspannkopf einiger Zeitstandproben, X6CrNi18 11; 1.4948, GW 206; Prüftemperatur 700°C (a) u. b)) u. 750°C (c) u. d)).



a) 110 MPa; 7,3 h; 50 μm

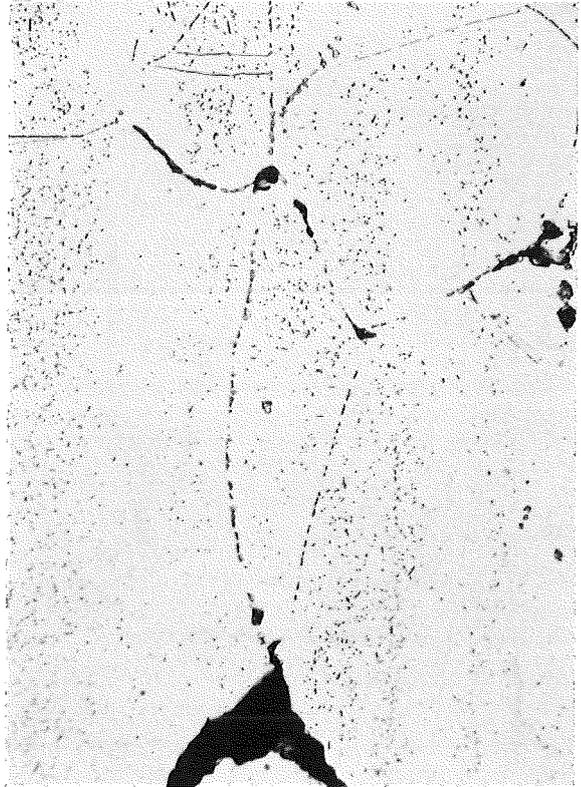


b) 50 MPa; 440 h; 50 μm

↑ Zugrichtung



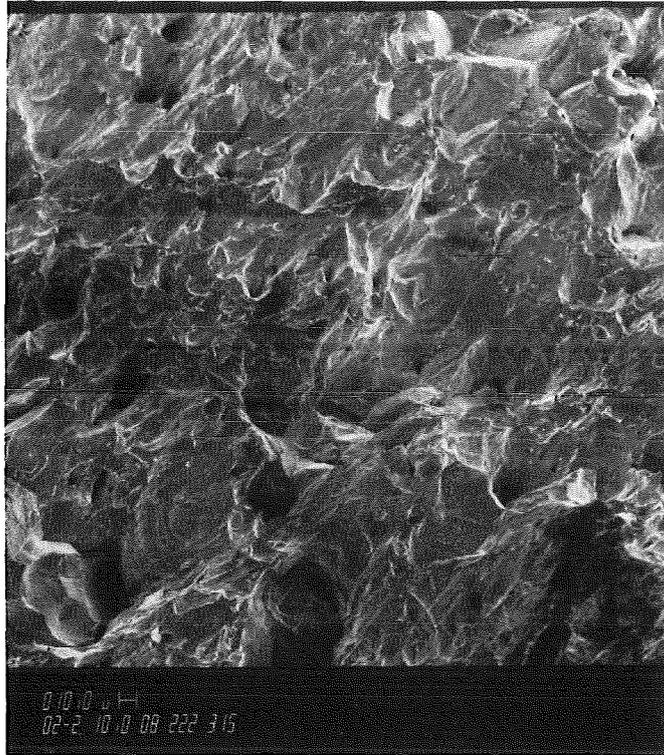
c) 110 MPa; 7,3 h; 50 μm



d) 50 MPa; 440 h; 50 μm

Bild 42: Geätzte Längsschliffe einiger Zeitstandproben;
a) und b) Einspannkopf, c) und d) Probenmeßlänge; X6CrNi18 11
(1.4948, GW 206); Prüftemperatur 750°C; Kornverformung.

Bild 43: REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206).



550 °C x 200 230 MPa 1.080 h.

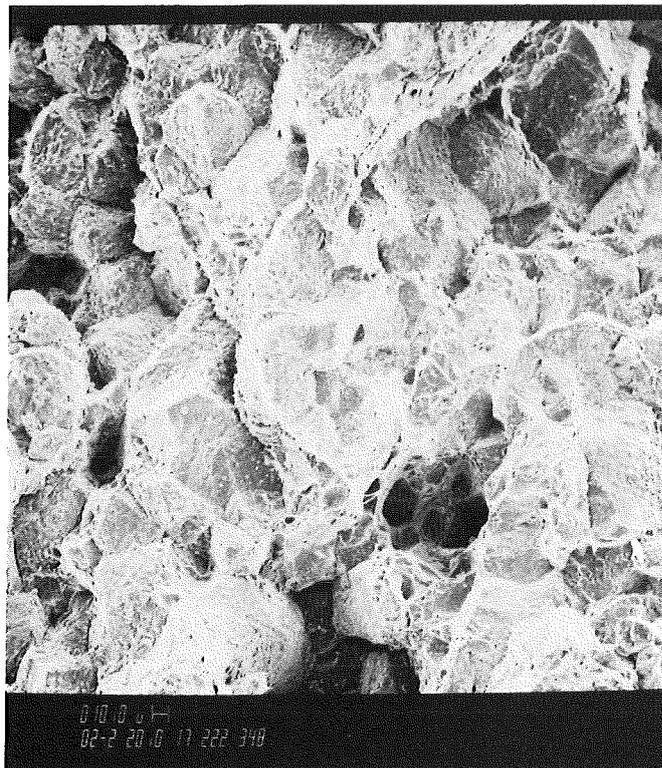


550 °C x 200 170 MPa 19.250 h.

Bild 44: REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206).

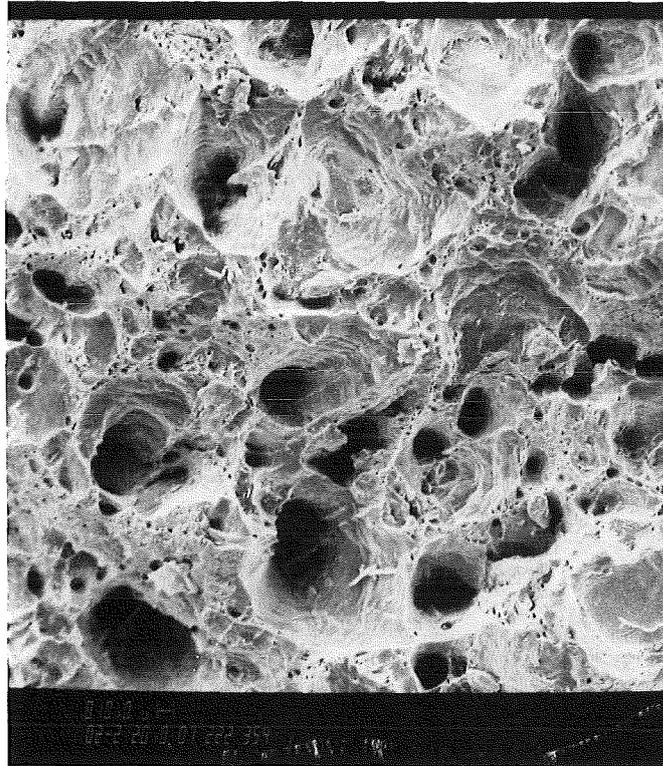


600 °C x200 135 MPa 5.360h.

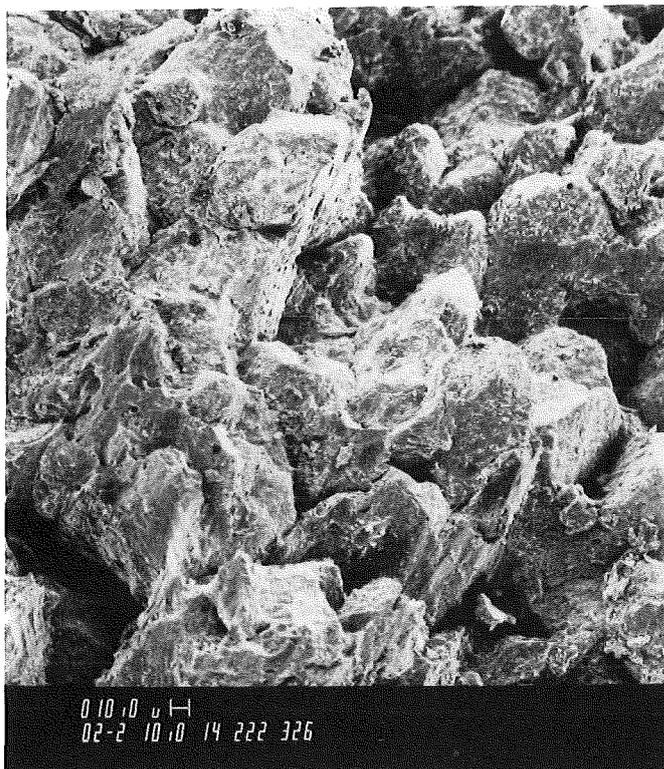


600 °C x200 105 MPa 16.325 h.

Bild 45: REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206).

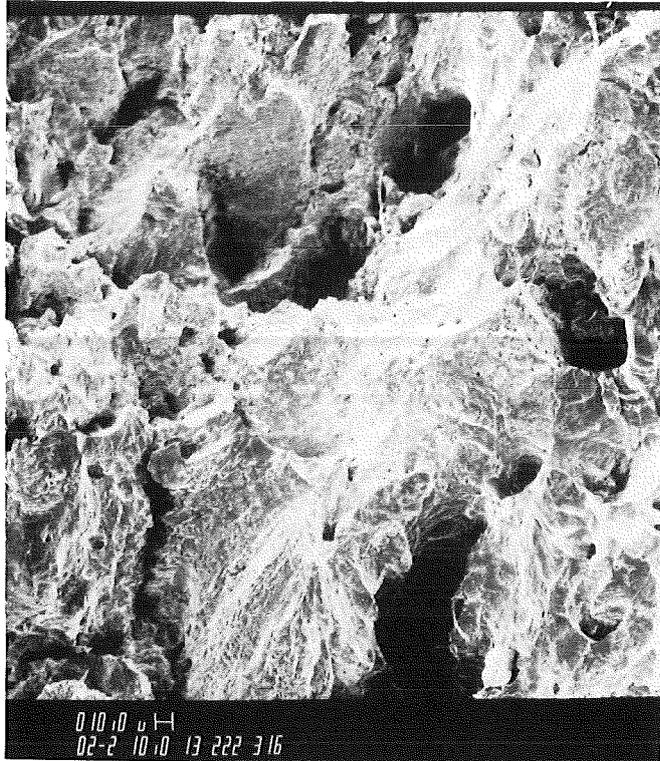


650 °C x 200 190 MPa 16 h.

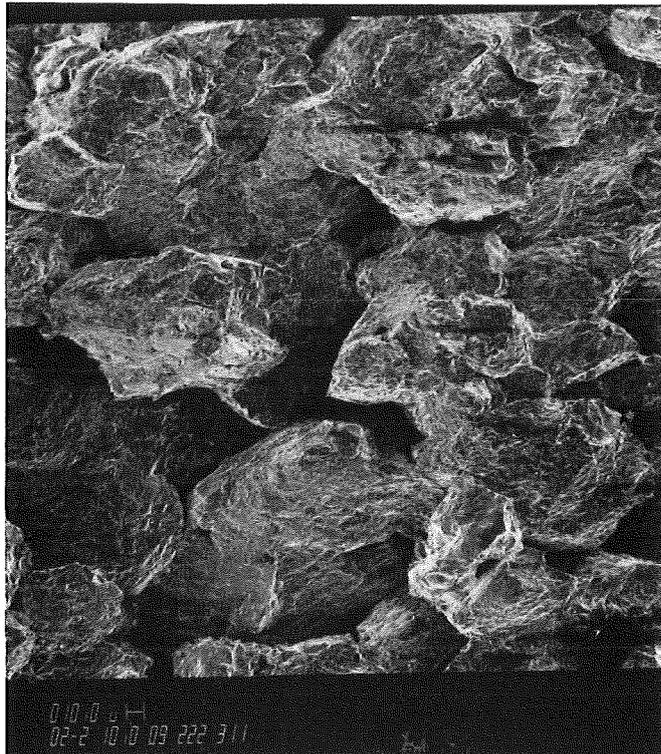


650 °C x 200 85 MPa 7.300 h.

Bild 46: REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206).

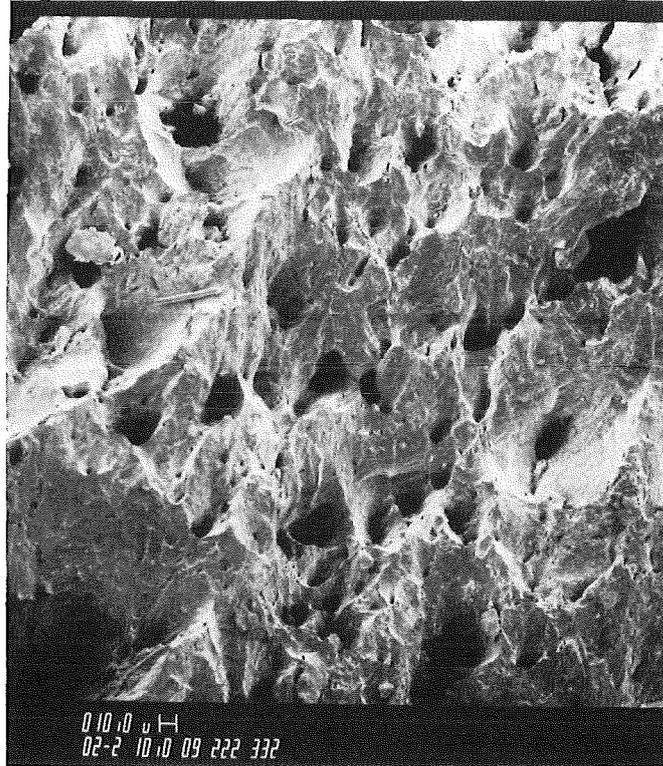


700 °C x200 90 MPa 176 h.

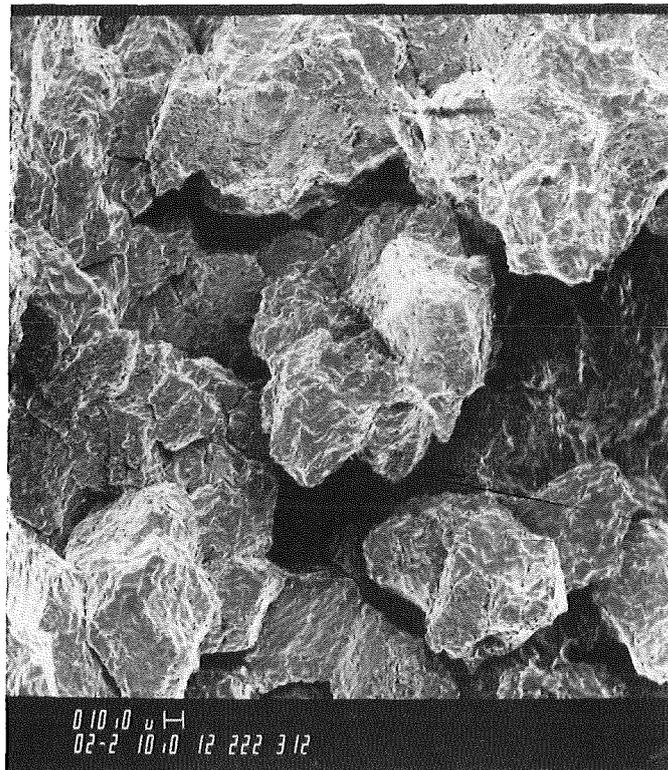


700 °C x200 50 MPa 6.035 h.

Bild 47: REM-Abbildungen von Bruchflächen einiger Zeitstandproben X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206).



750 °C x 200 120MPa 4,6 h.



750 °C x 200 30 MPa 5.268 h.

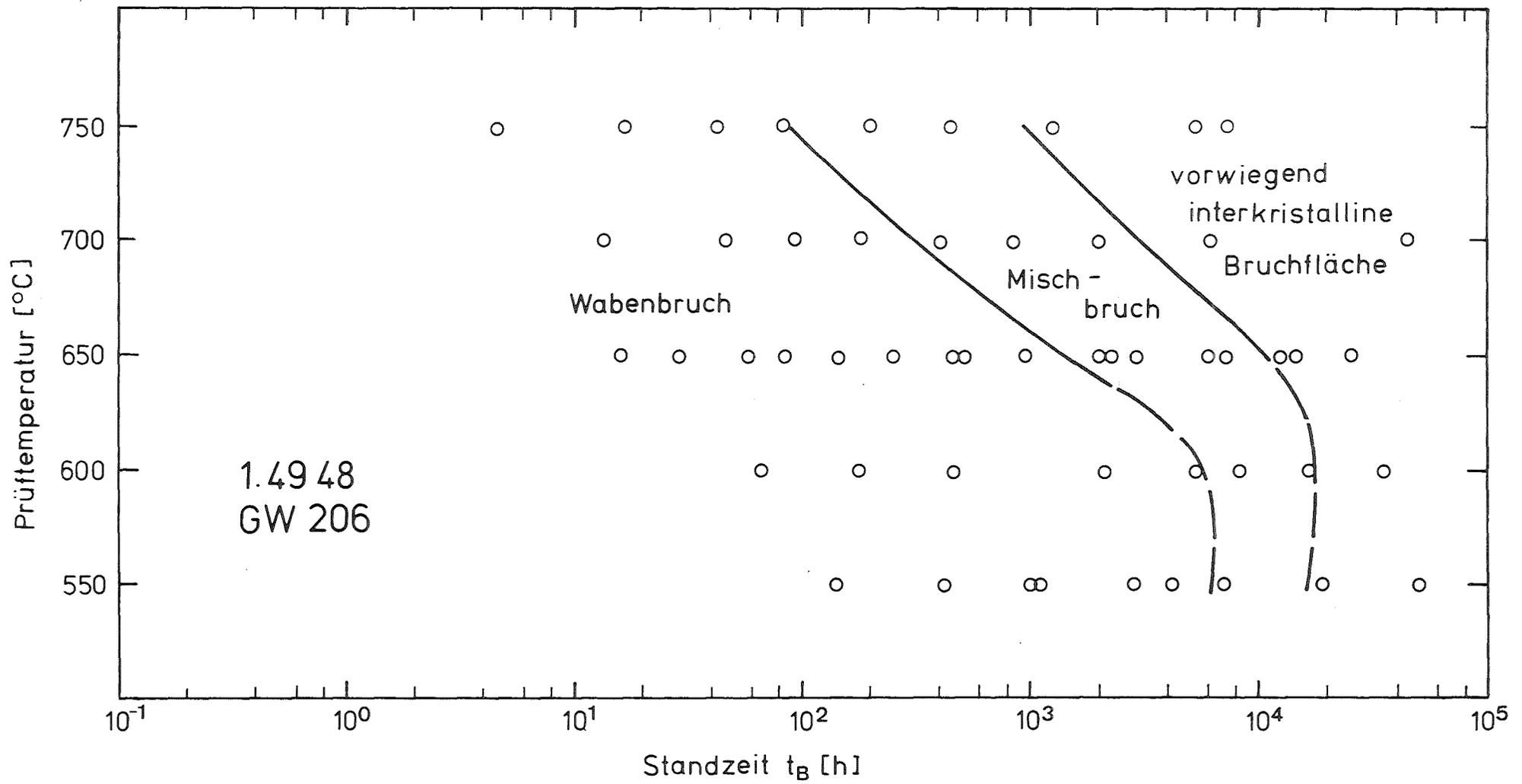


Bild 48 : Zeit - Temperatur - Schaubild der Bruchformen

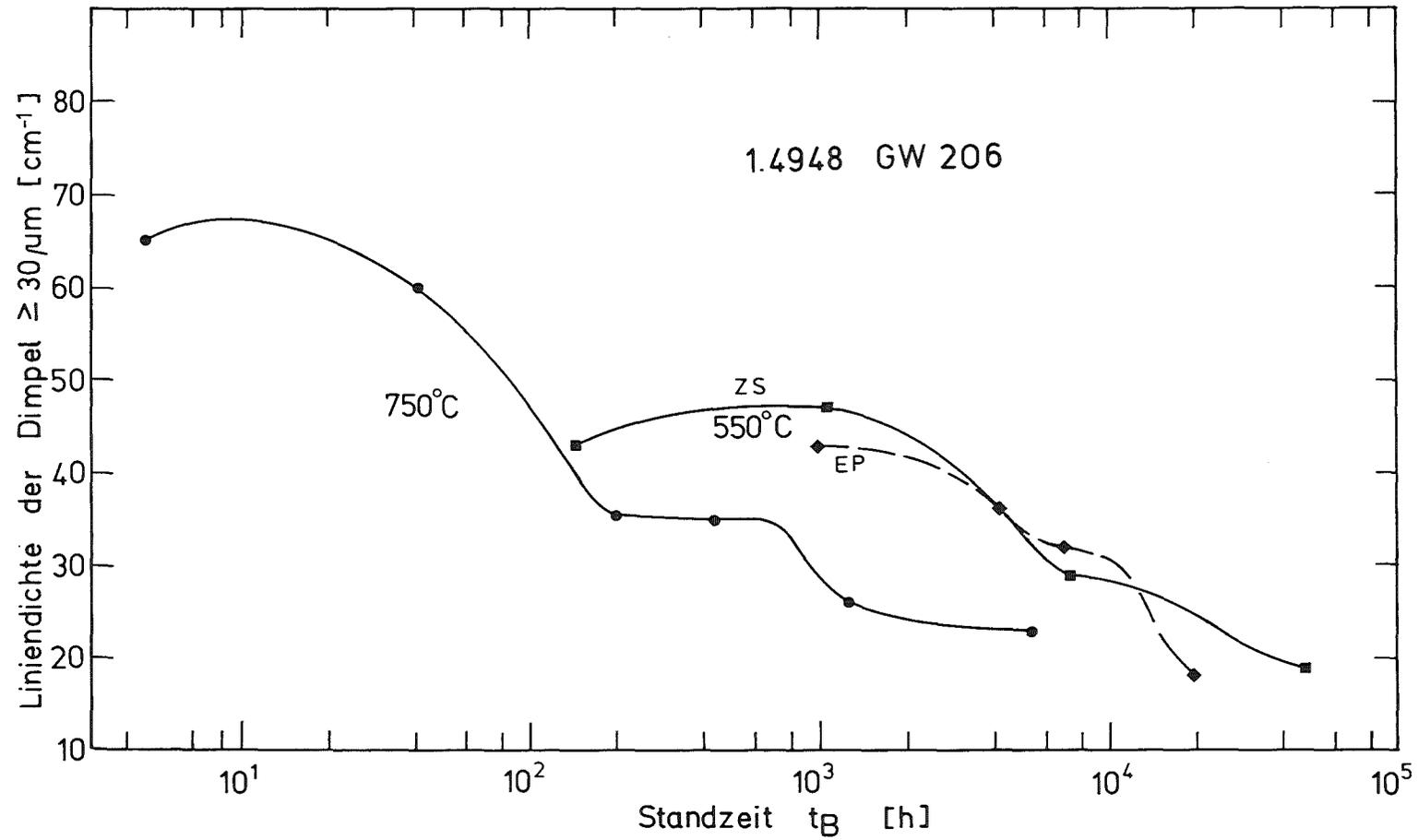
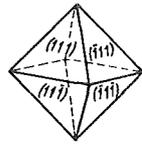
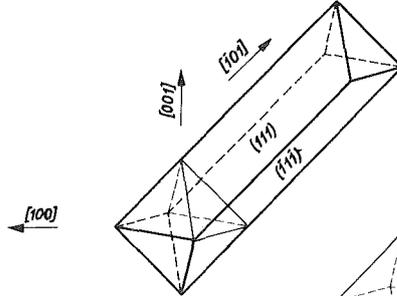


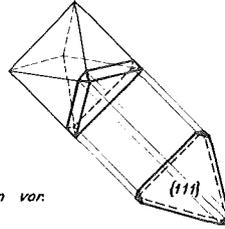
Bild 49 : Liniendichte der Dimpel vs. Standzeit



Oktaeder als Grundform.
Mehrere Oktaeder können Ketten unterschiedlicher Länge in $\langle 100 \rangle$ -Richtung bilden. Sie wurden nicht an Korngrenzen beobachtet.



Stäbchen, entstanden aus einseitig gewachsenem Oktaeder.
In spitzem Winkel zur Längsachse von der Präparatoberfläche geschnitten, erscheinen die Stäbchen als Nadeln.



Drei- (sechs-) eckige Plättchen als zur dünnen Scheibe degeneriertes Oktaeder.
Diese Form kommt nur an Korngrenzen vor.

Bild 50: Entwicklung der verschiedenen Formen der Ausscheidungen $M_{23}C_6$ aus dem Oktaeder.

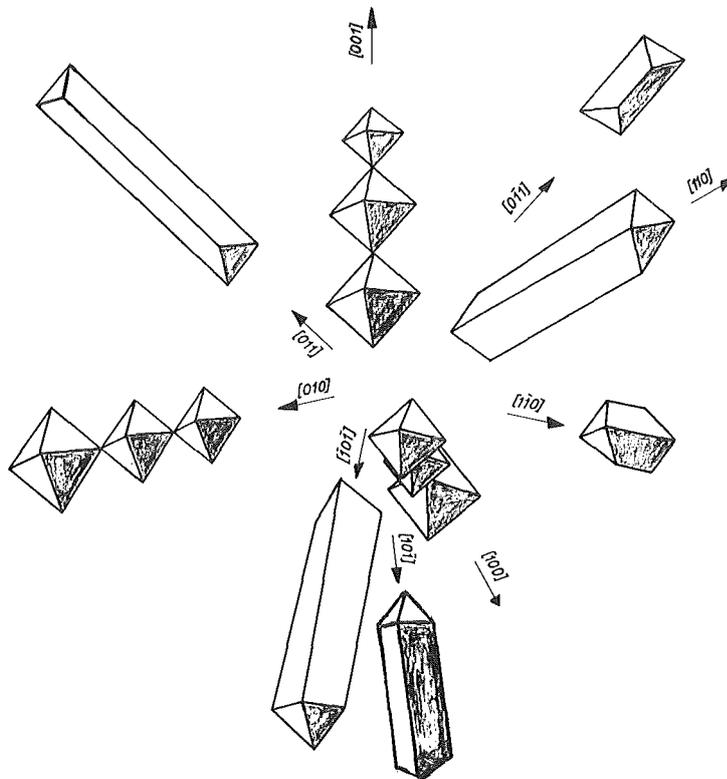


Bild 51: Kristallographische Orientierung der Ausscheidungen vom Typ $M_{23}C_6$.

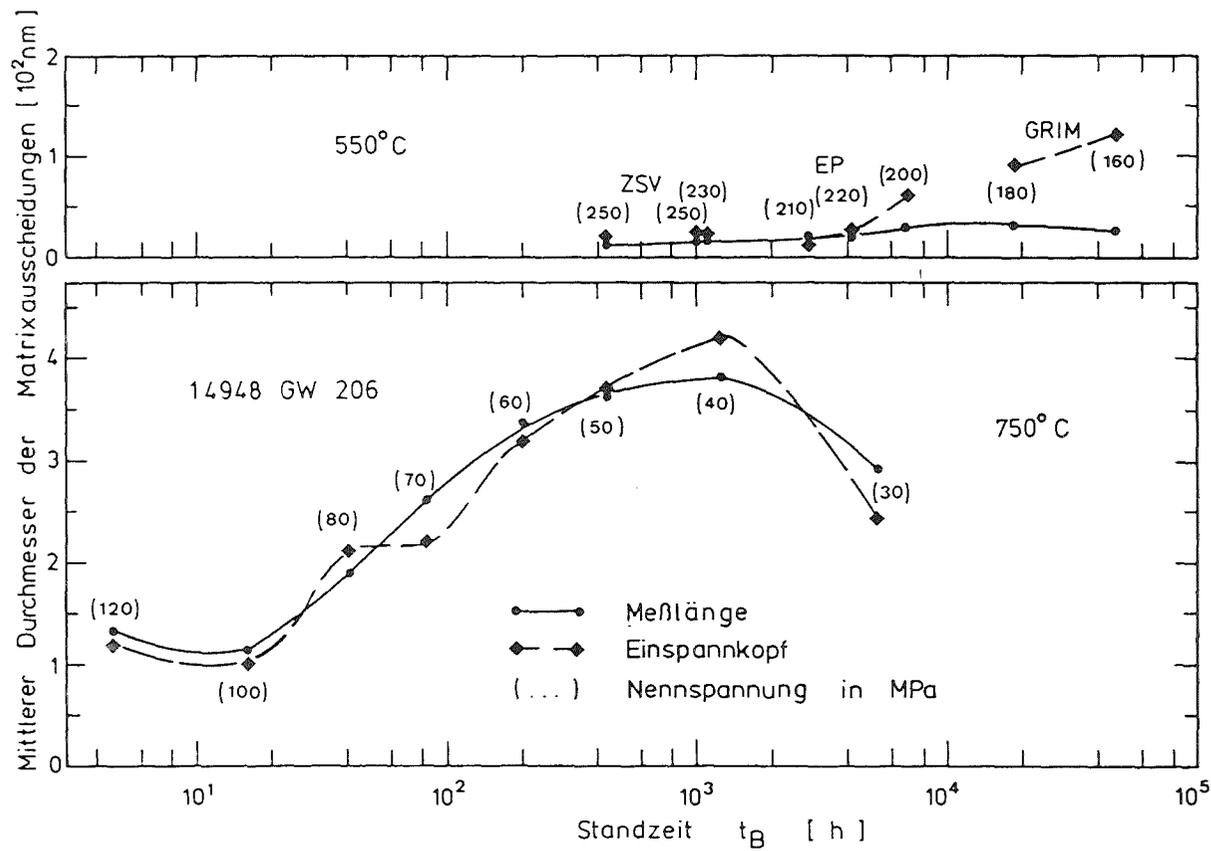


Bild 52: Mittlerer Durchmesser der Matrixausscheidungen vs. Standzeit

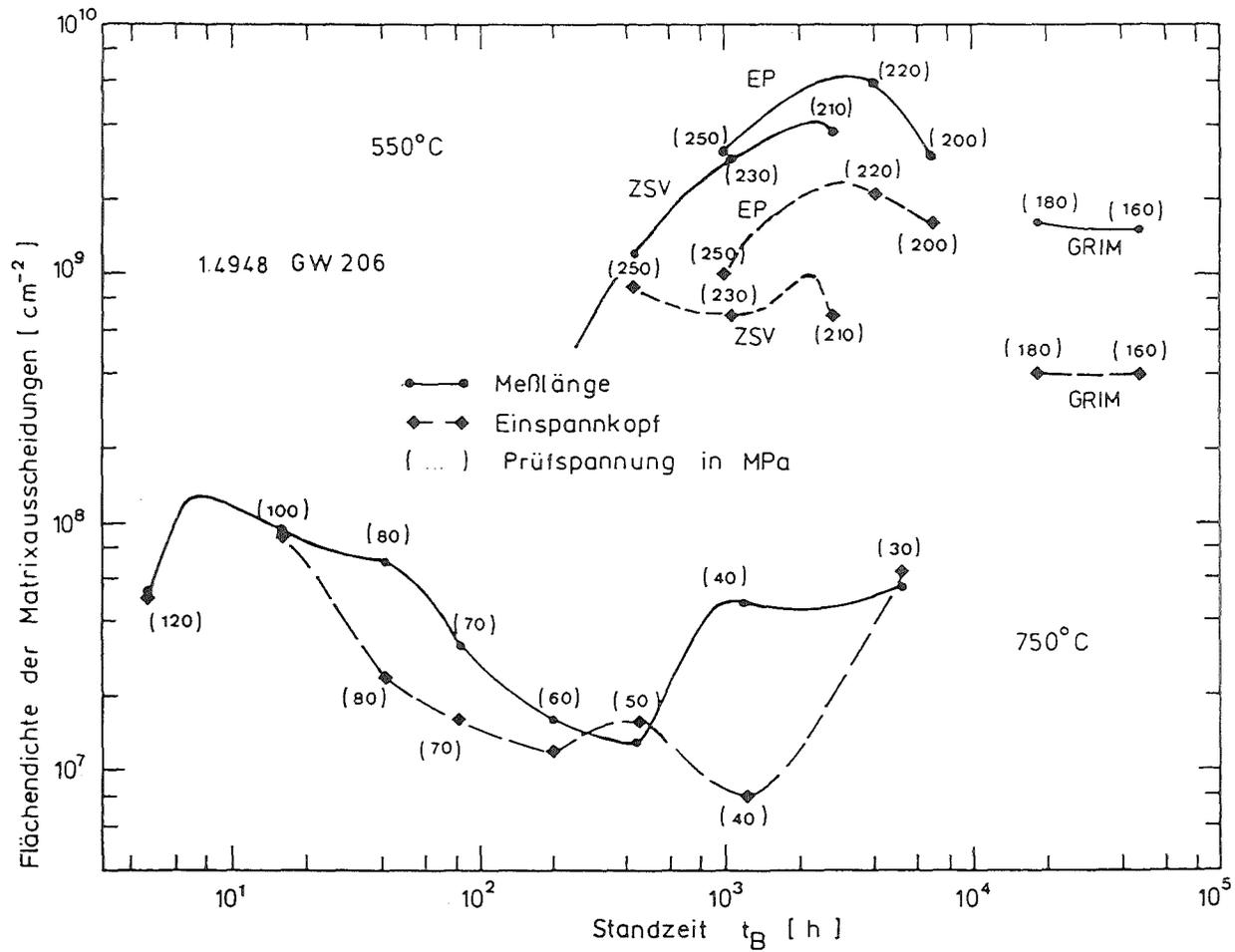


Bild 53: Flächendichte der Matrixausscheidungen vs. Standzeit

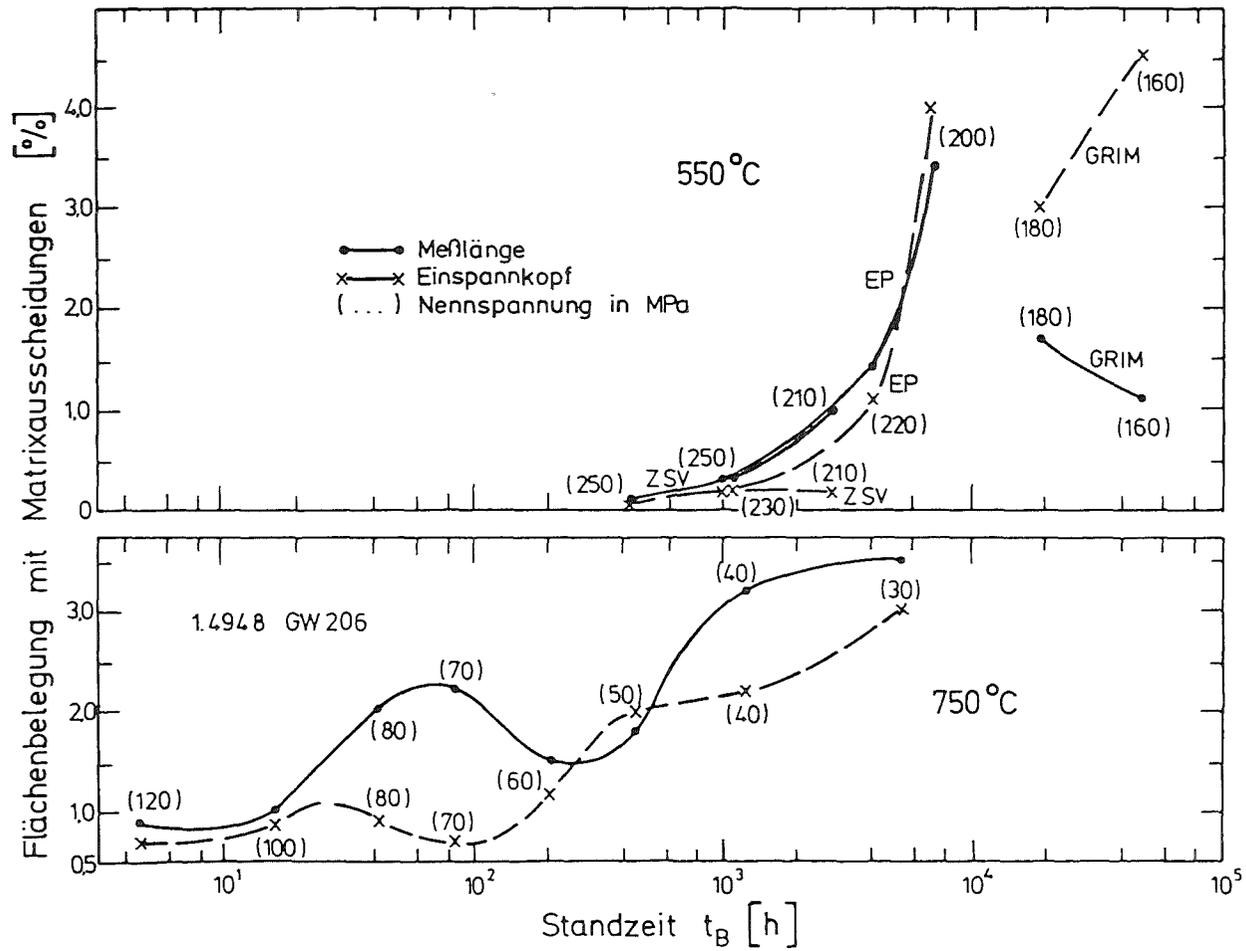


Bild 54: Prozentuale Flächenbelegung mit Matrixaussch. vs. Standzeit

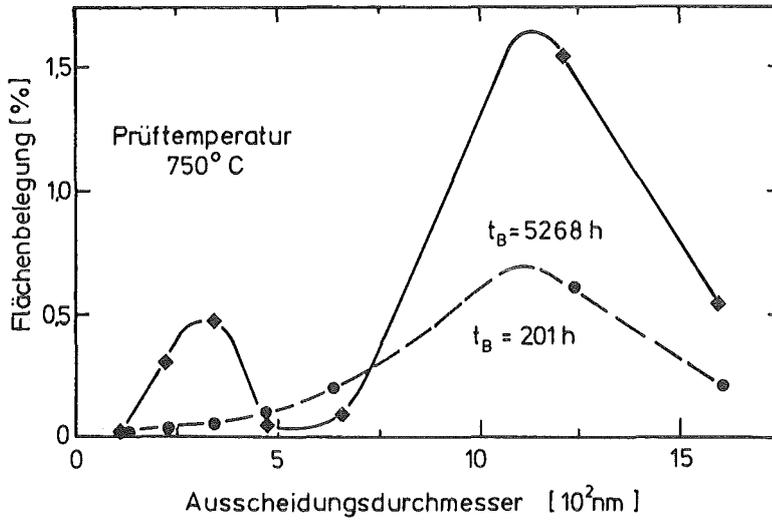


Bild 56: Verteilung der Flächenbelegung von Matrixausscheidungen im Probenkopf

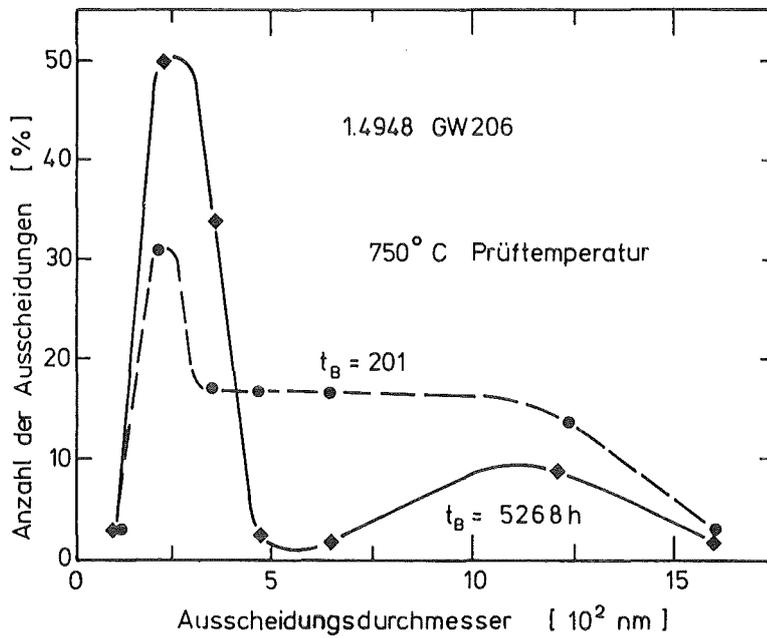


Bild 55: Größenverteilung der Matrixausscheidungen im Probenkopf

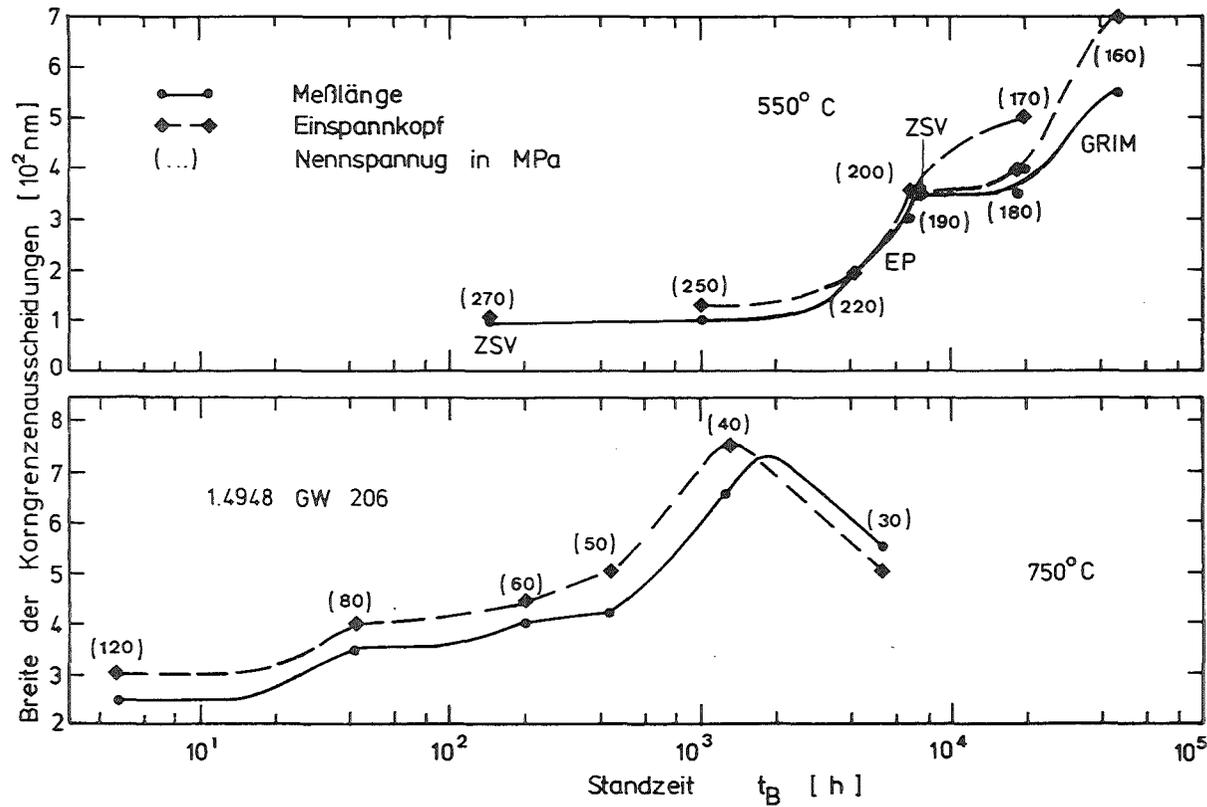


Bild 57: Breite der Korngrenzenausscheidungen vs. Standzeit

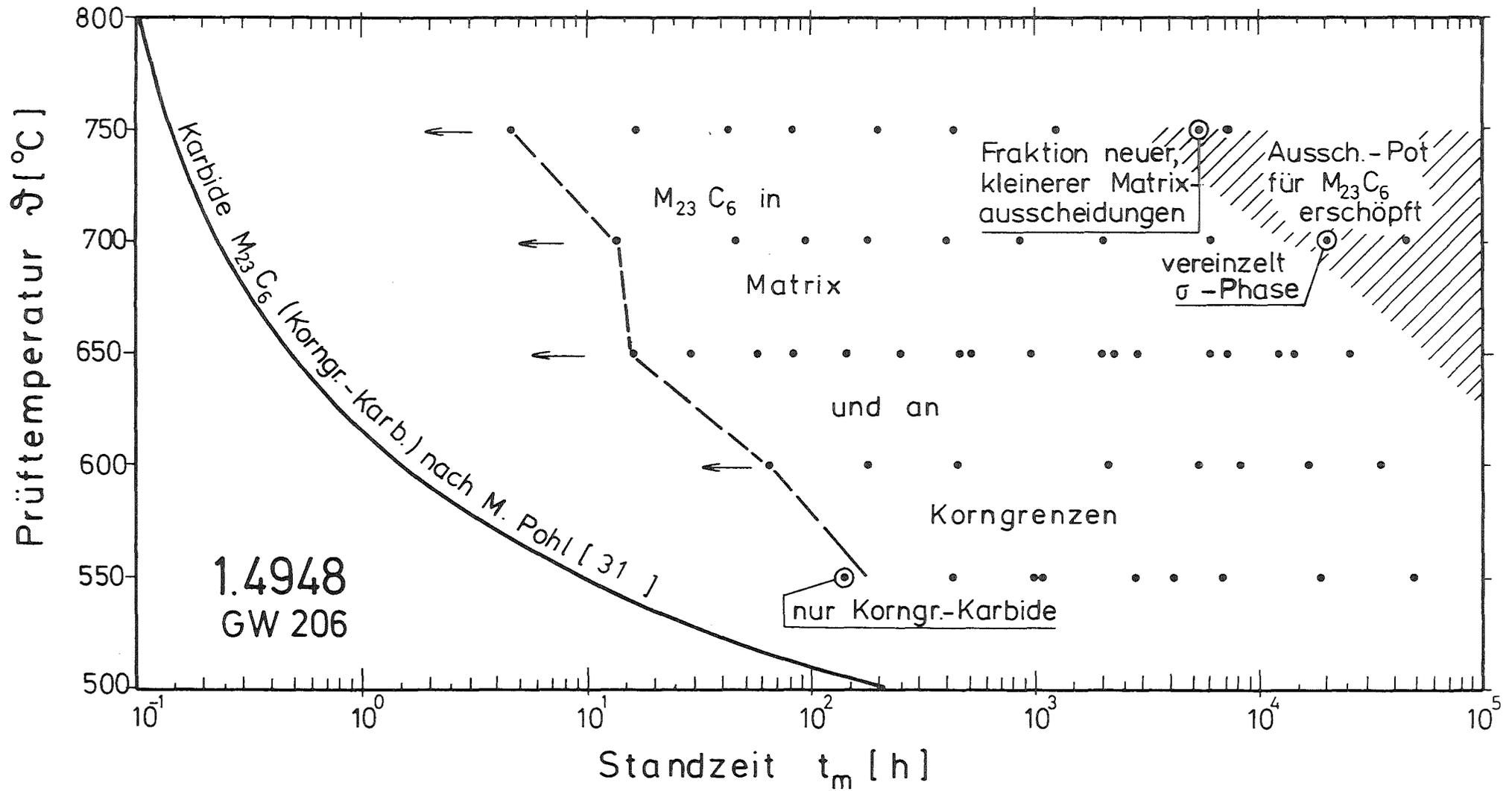


Bild 58 : Zeit - Temp. - Ausscheid. - Schaubild nach TEM Aufnahmen

X6CrNi 1811 1.4948
Grundwerkstoff GW 206

- | | |
|-----------------|--------------------|
| ○ 550° φ 5x25mm | ● 550° φ 8x50 mm |
| □ 650° | ▲ 600° |
| ▽ 700° | ■ 650° |
| ⊙ 750° | × 550° φ 8,8x21 mm |

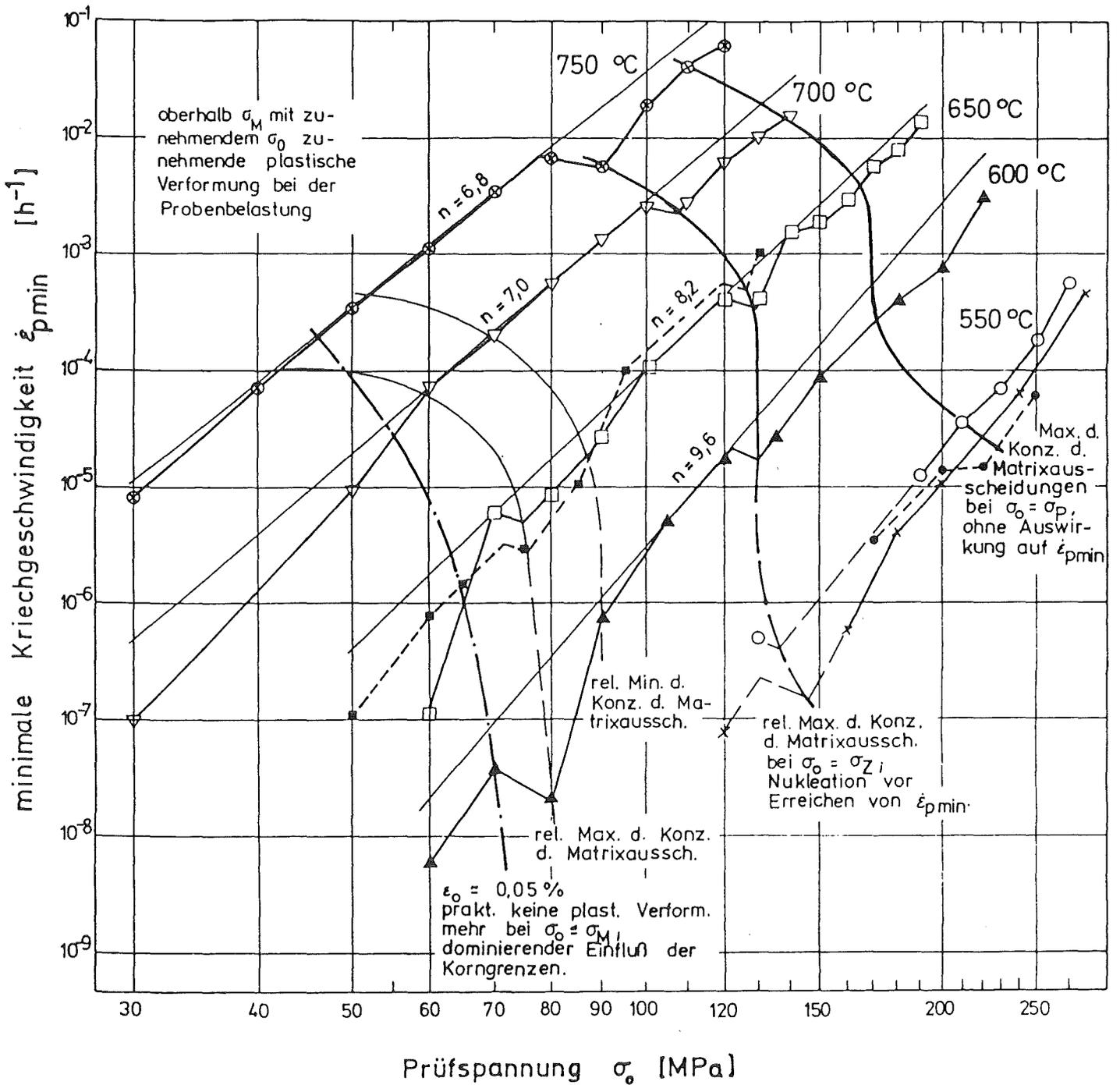


Bild 59: Abweichung der Kriechcharakteristik $\dot{\epsilon}_{pmin}$ vs. σ_0 von einer Geraden $\log \dot{\epsilon}_{pmin} = n \cdot \log \sigma_0 + B$ als Folge der spannungs- und standzeitbedingten Strukturänderungen des Werkstoffs.

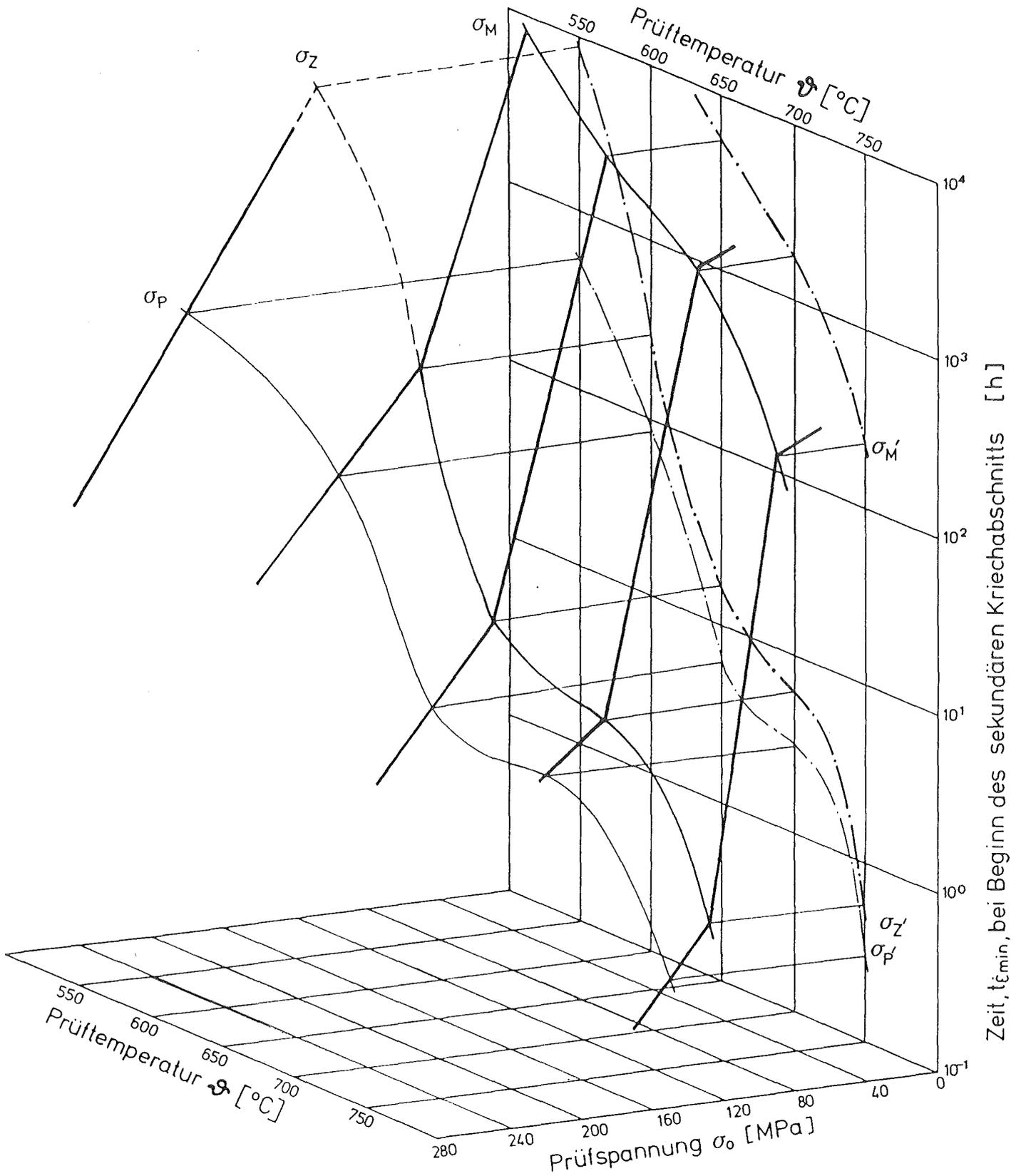


Bild 60 : Zeit t_{\min} in Abhängigkeit von Prüfspannung und Prüftemperatur

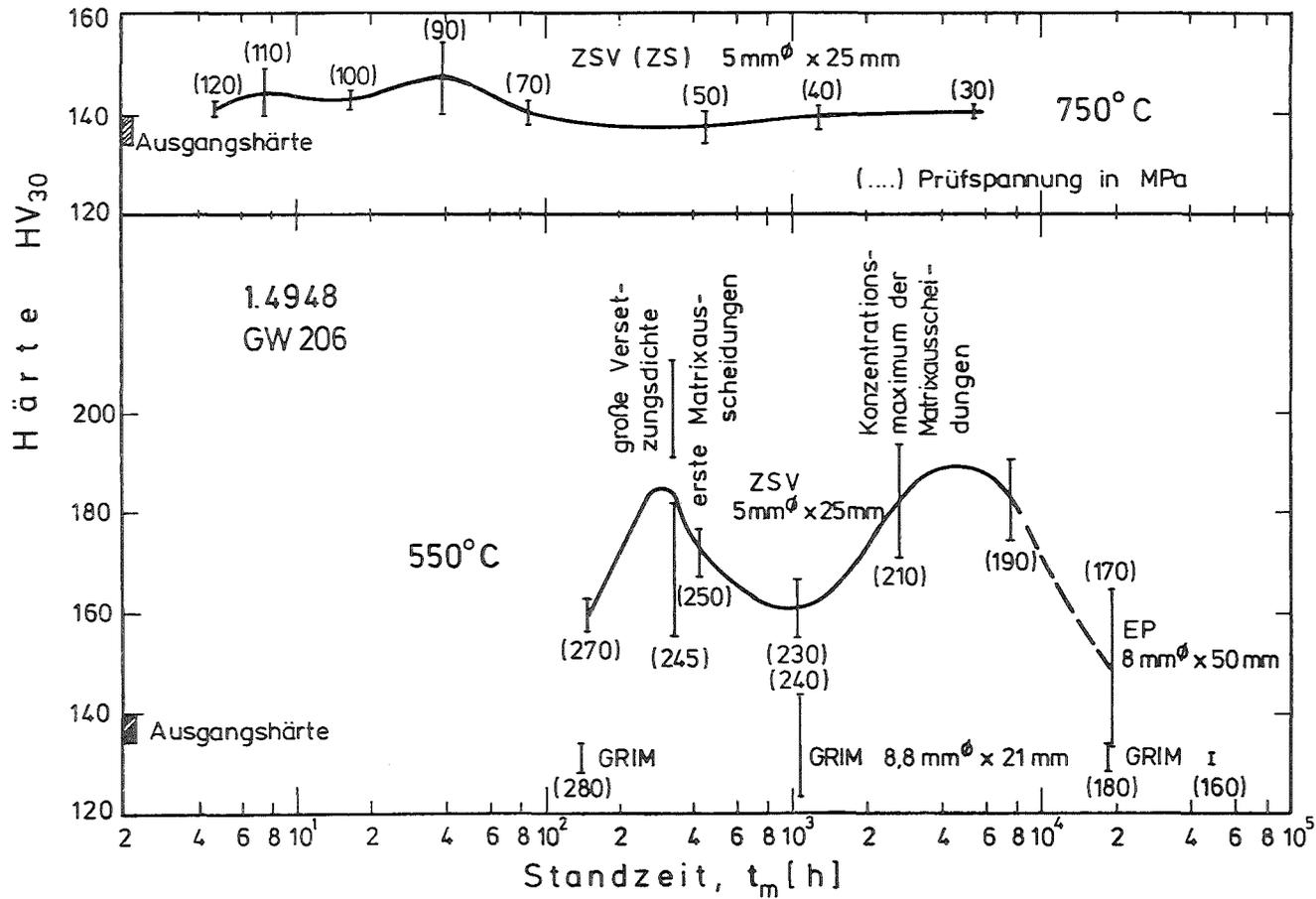


Bild 61 : Härte im Einspannkopf vs. Standzeit (Längsschliffe)

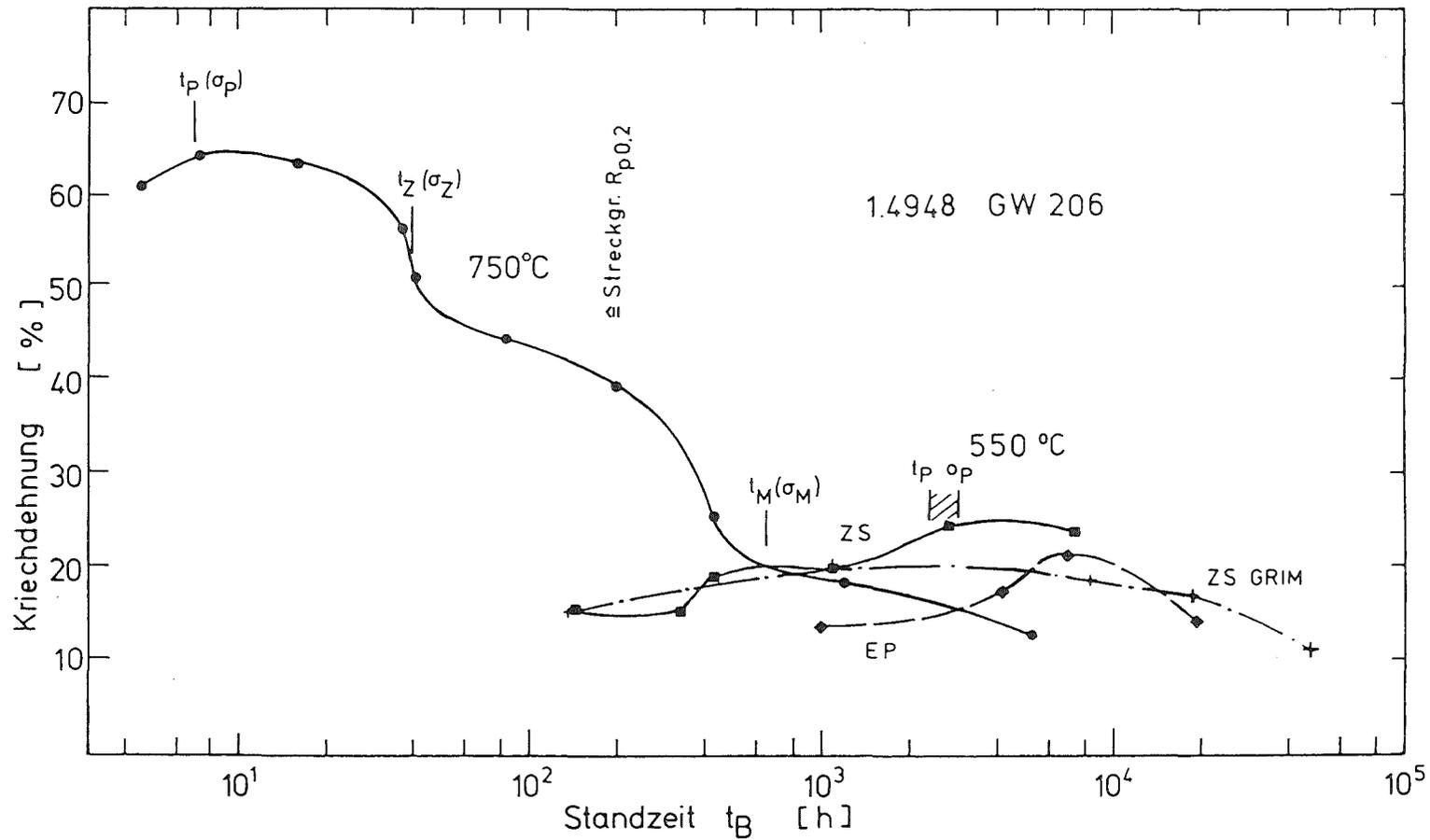


Bild 62 : Kriechdehnung vs. Standzeit

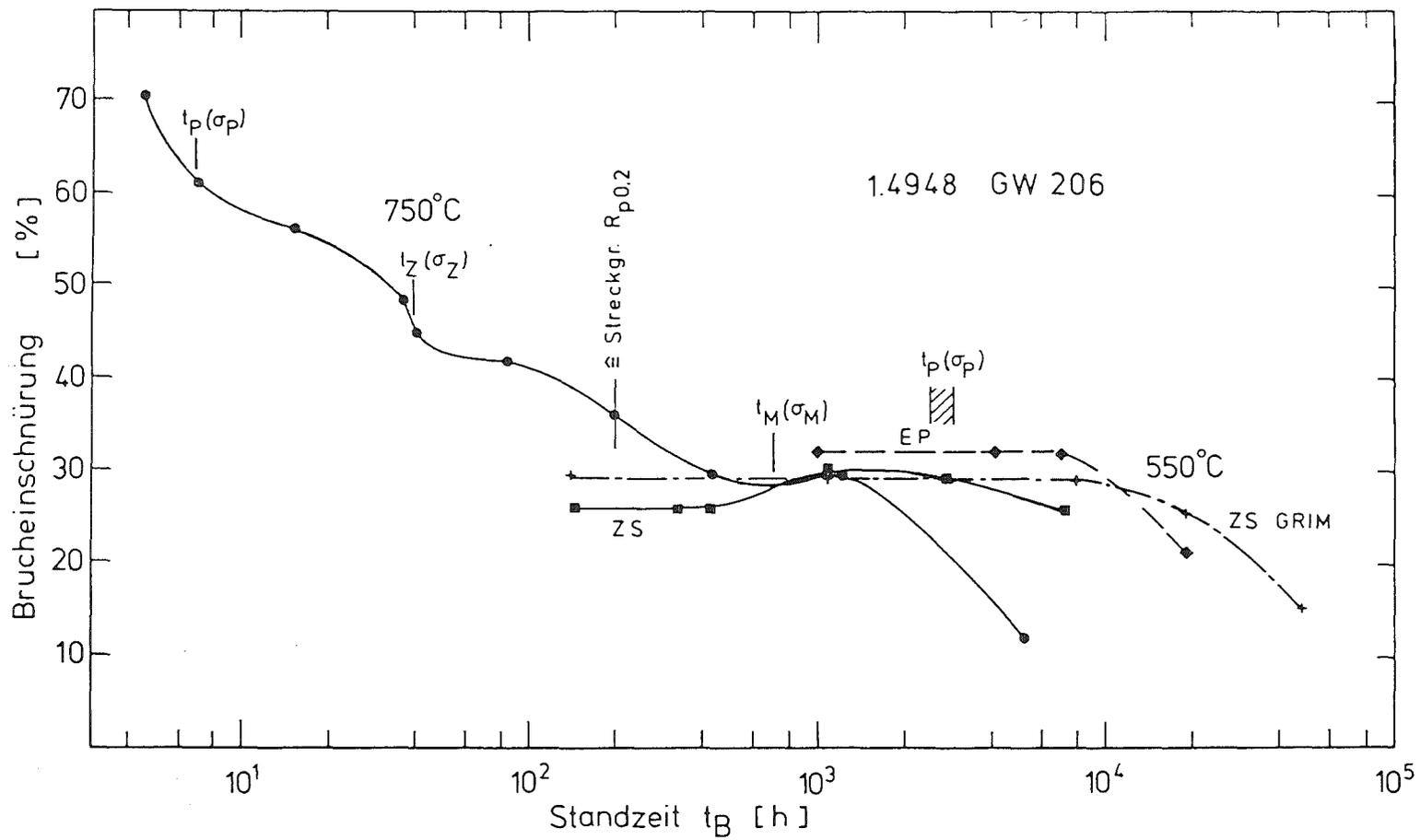


Bild 63 : Bruchdehnung vs. Standzeit

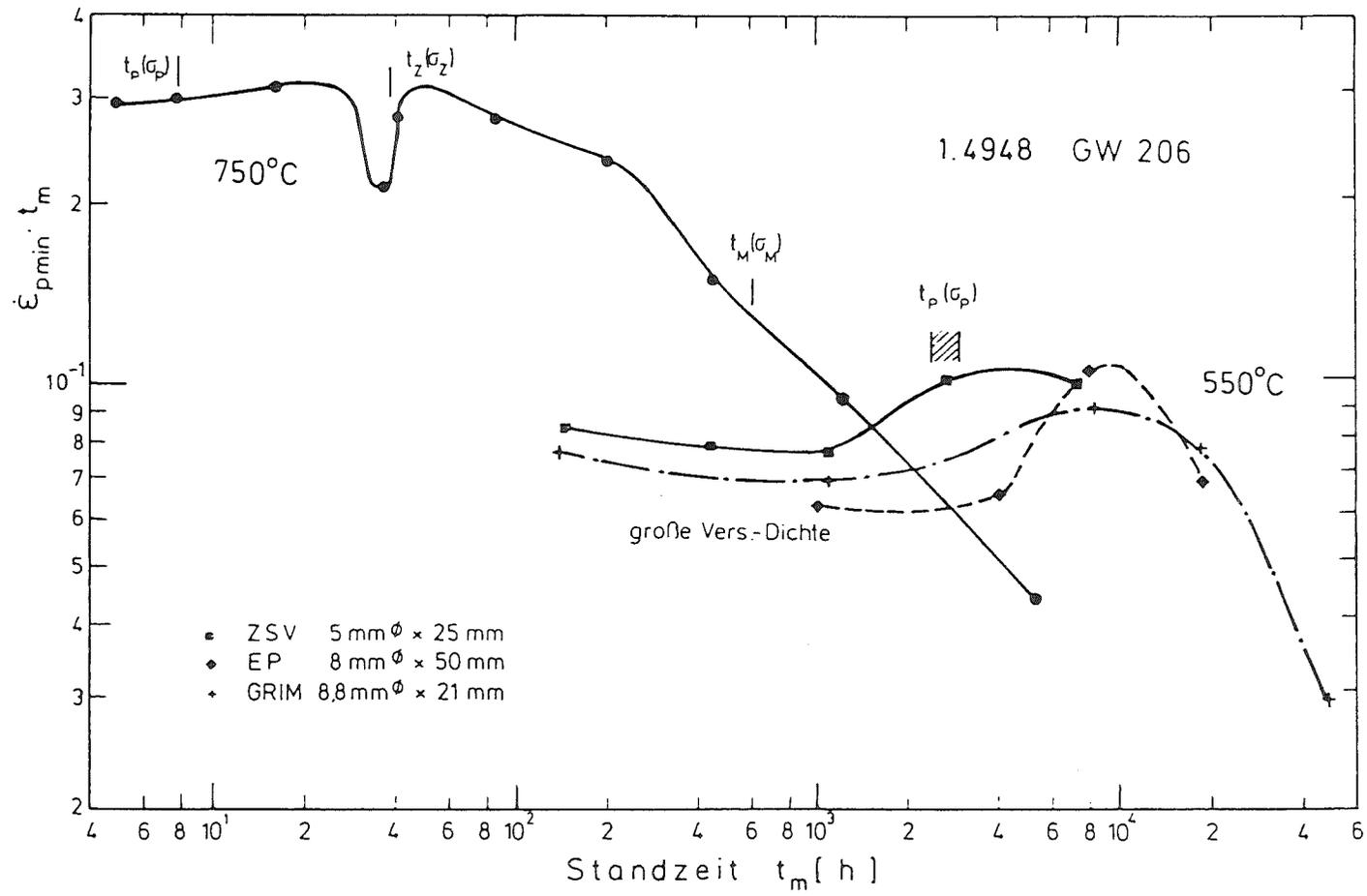


Bild 64 : „plasticity resource“ vs. Standzeit

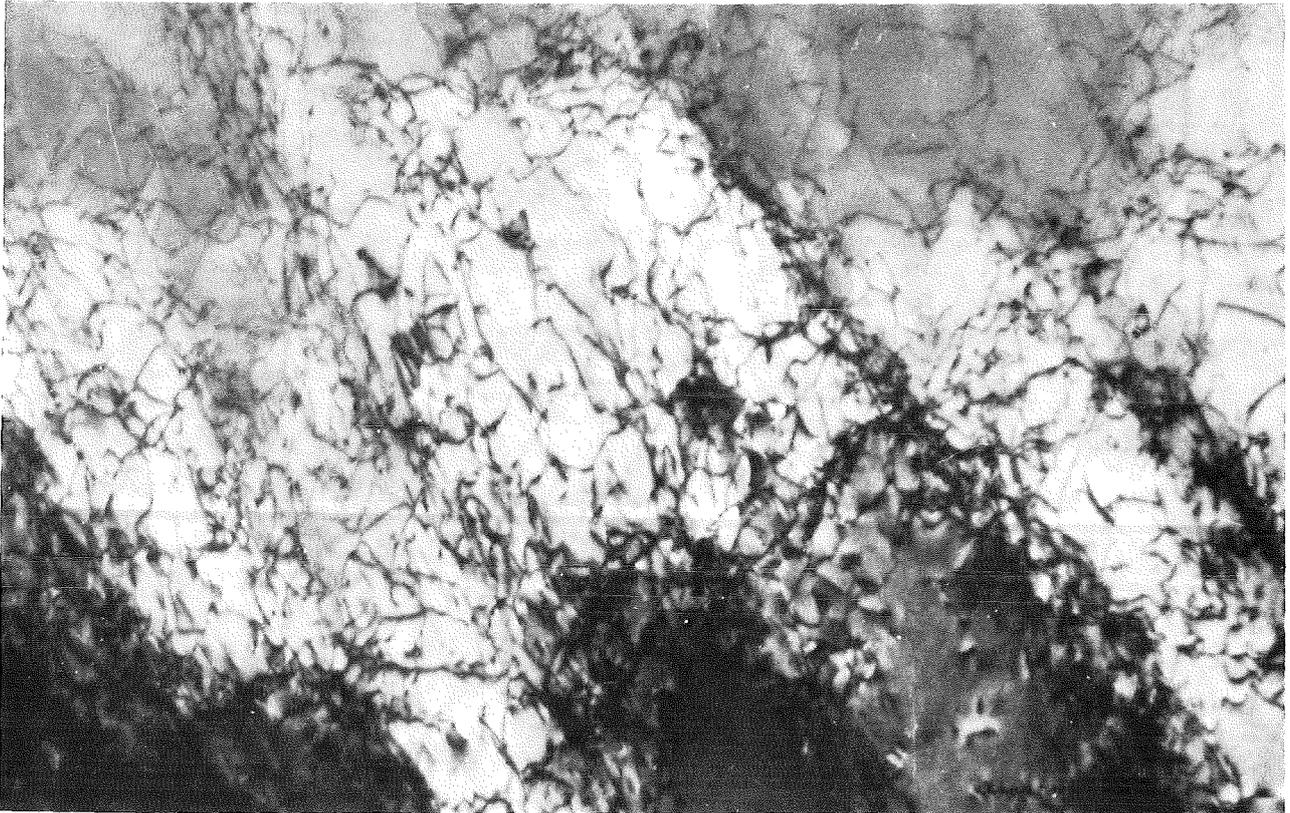


Bild 65

0,5 μm

TEM-Aufnahme; Meßlänge; X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206); 550°C;
270 MPa; 146 h; beginnende Zellbildung (Zellgröße ca. 340 nm).

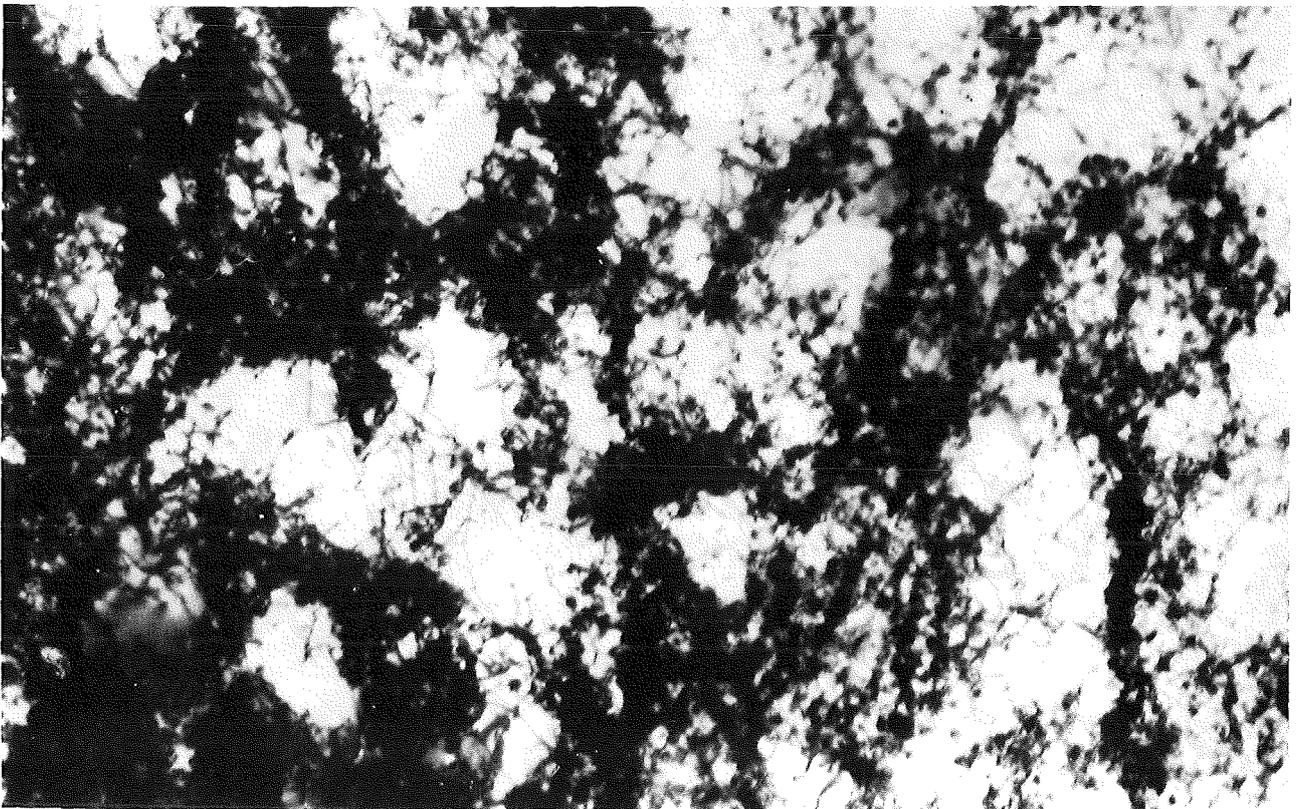
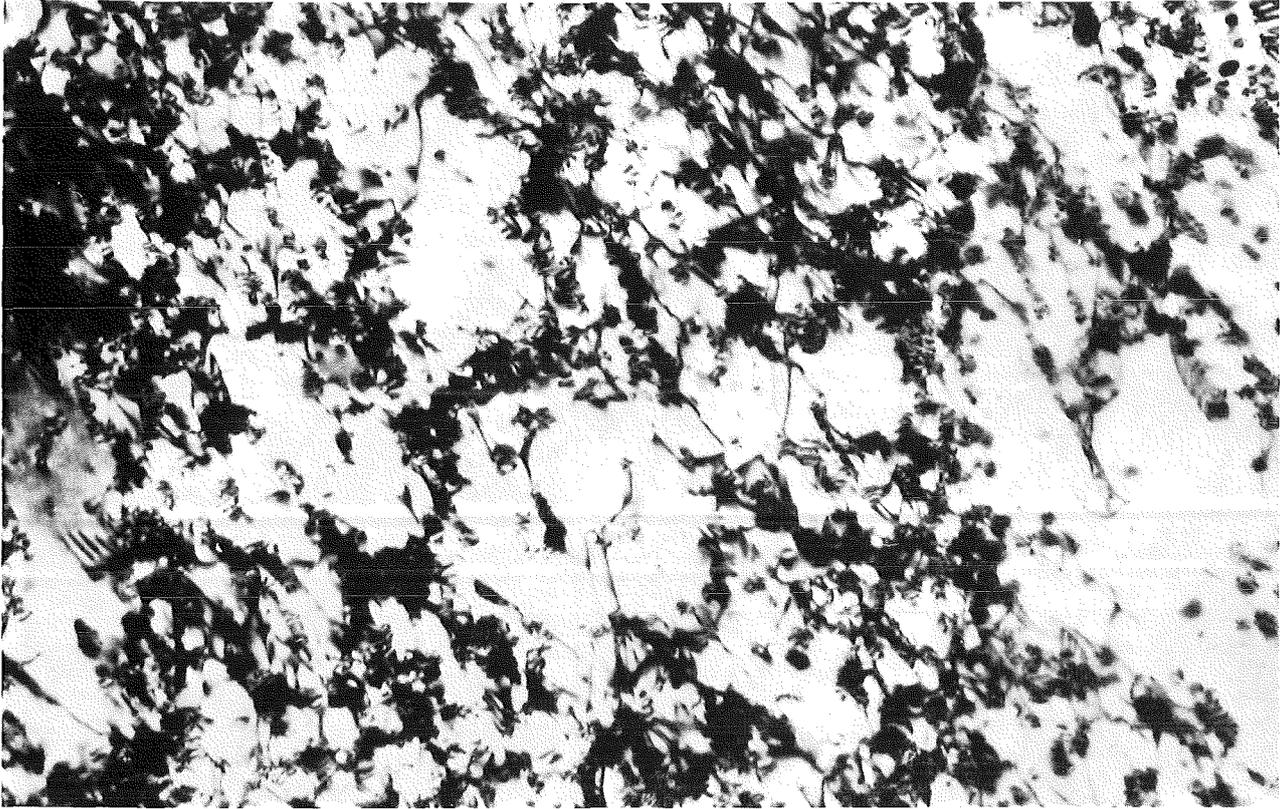


Bild 66

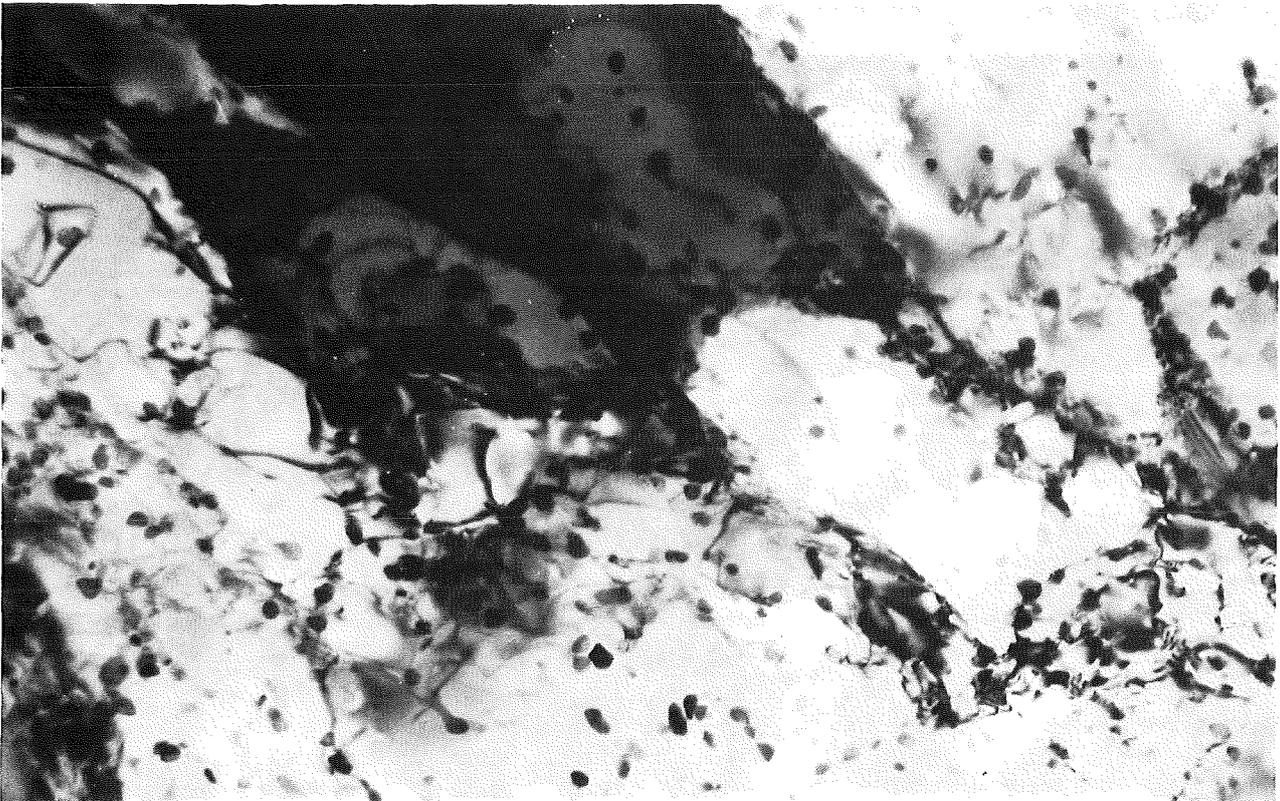
1 μm

TEM-Aufnahme; Meßlänge; X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206); 550°C;
250 MPa; 1002 h; breite Zellwände mit Aussch. besetzt (Zellgröße
ca. 430 nm).



Meßlänge

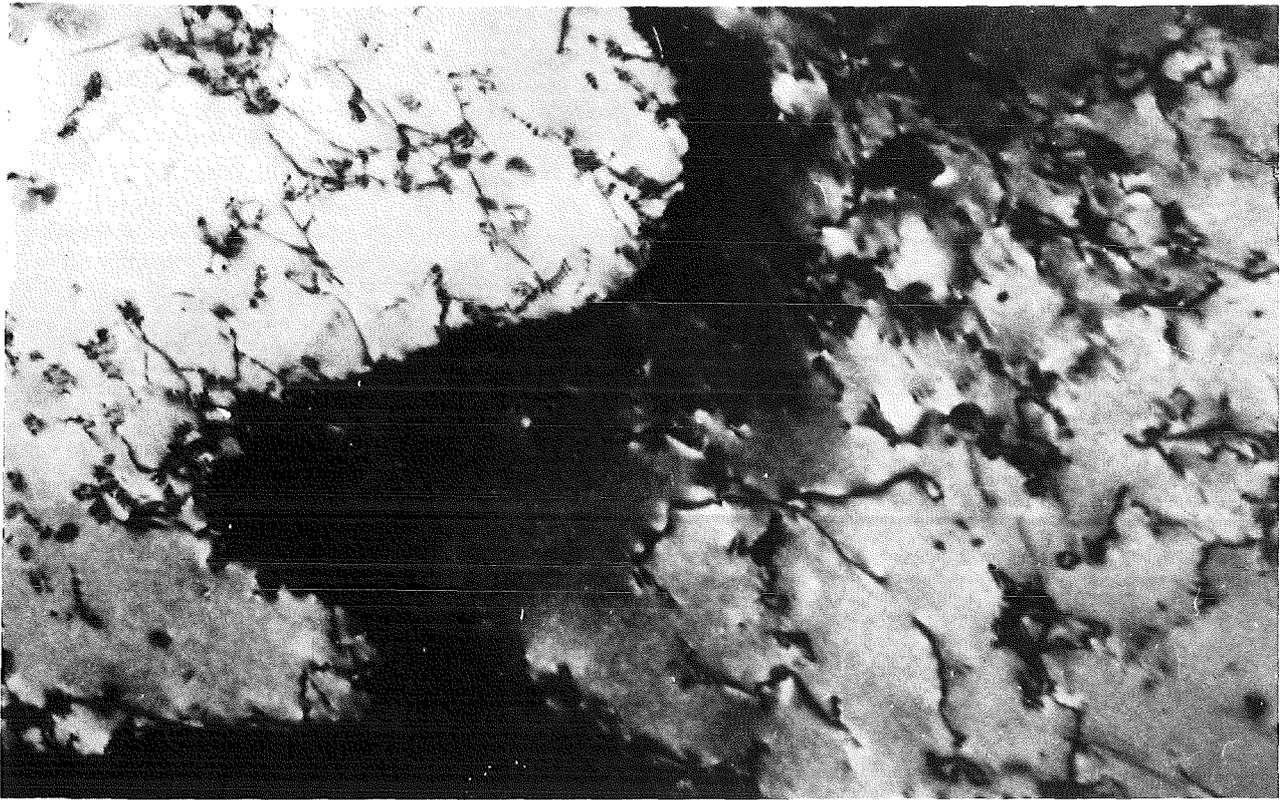
0,5 μm



Bruchzone

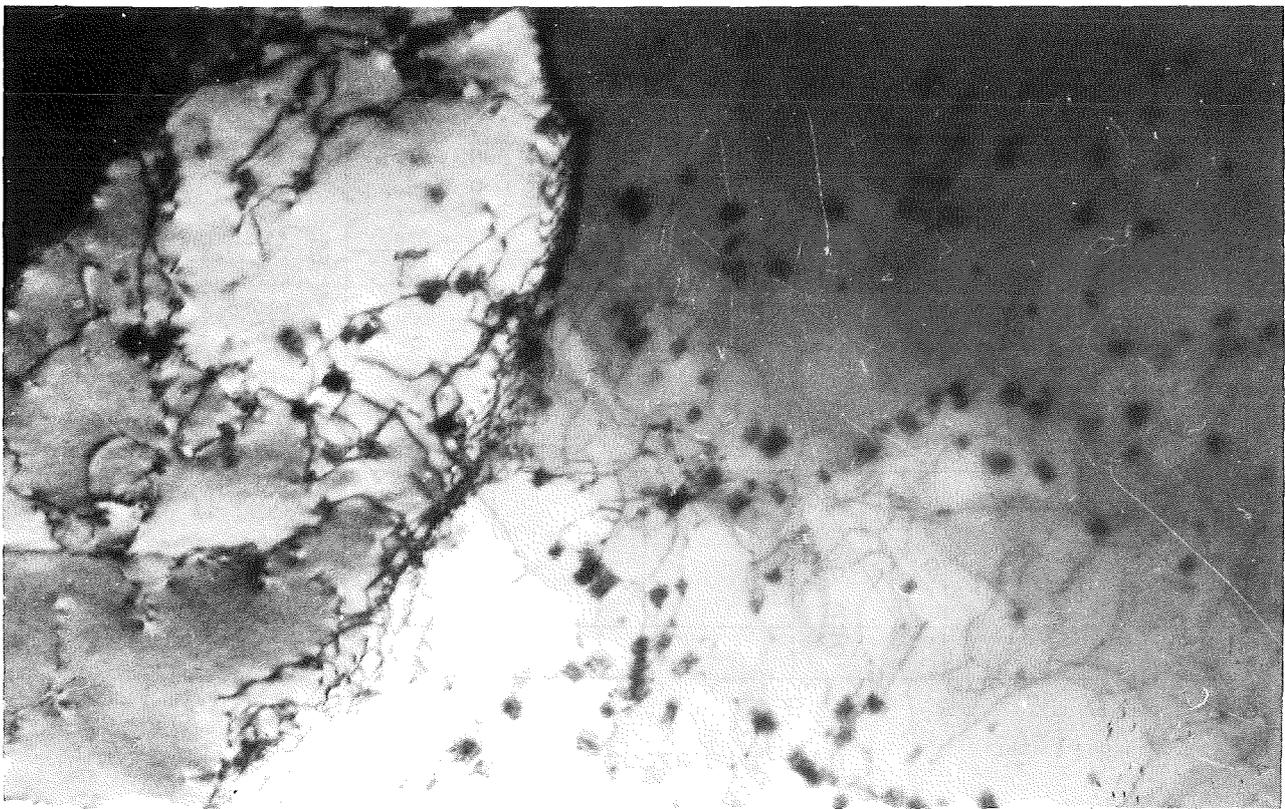
0,5 μm

Bild 67: TEM-Aufnahmen; X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206); 550°C; 220 MPa; 4084 h; Zellwände dichter (Zellgröße ca. 520 nm bzw. 550 nm).



6900 h, 200 MPa

0,5 μm



7410 h, 190 MPa

0,5 μm

Bild 68: TEM-Aufnahmen; X6CrNi18 11 (1.4948, GW 206); 550°C; Zellwände wurden zu Subkorngrenzen und sind nicht mit Ausscheidungen belegt.

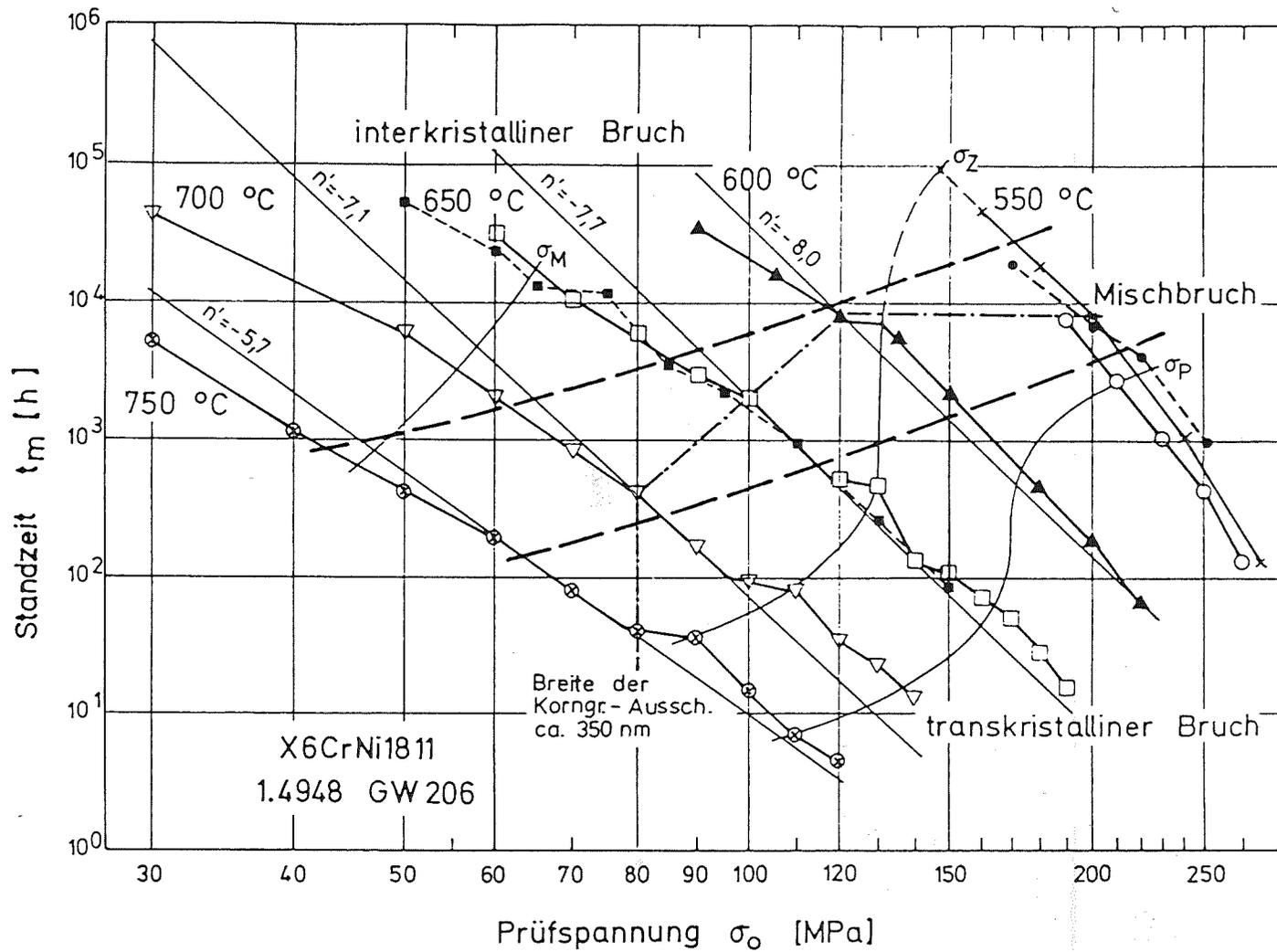


Bild 69 :Abweichung der Zeitbruchlinie t_m vs. σ_0 von einer Geraden $\log t_m = n' \cdot \log \sigma_0 + B'$ als Folge der spannungs- und standzeitbedingten Strukturänderungen des Werkstoffs.