

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM  
KARLSRUHE**

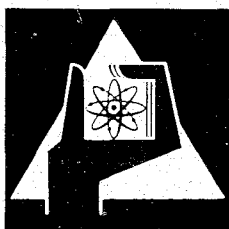
Januar 1968

KFK 706

Institut für Material- und Festkörperforschung

Untersuchungen über das Kriechverhalten  
einer aushärtbaren Nickel-Chrom-Eisen-Legierung im Temperaturbereich  
um  $0,18 T_S$

H. Hauck



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Januar 1968

KFK 706

Institut für Material- und Festkörperforschung

Untersuchungen über das Kriechverhalten  
einer aushärtbaren Nickel-Chrom-Eisen-  
Legierung im Temperaturbereich um  $0,18 T_S$

von

H. Hauck

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe



## Inhaltsangabe

1. Einleitung
2. Literaturübersicht
- 2.1 Experimentelle Ergebnisse
- 2.2 Theorien des Übergangskriechens
3. Versuchsdurchführung
- 3.1 Probenmaterial, Probenform und Wärmebehandlung
- 3.2 Kriechversuche
- 3.3 Sonstige Untersuchungsmethoden
- 3.3.a Elektrische Leitfähigkeit
- 3.3.b Gefügeuntersuchungen
- 3.3.c Elektronenmikroskopische Untersuchungen
4. Versuchsergebnisse
- 4.1 Kriechversuche
- 4.1.1 Versuche zur Reproduzierbarkeit
- 4.1.1.a Einfluß der Homogenisierungsdauer
- 4.1.1.b Untersuchung der chemischen Zusammensetzung der Randzonen
- 4.1.1.c Bestimmung des Korngrößeneinflusses
- 4.1.1.d Einfluß der Abschreckgeschwindigkeit
- 4.1.2 Analyse des Verlaufs der Kriechkurven
- 4.1.3 Kurvenverlauf nach Veränderungen der Versuchsbedingungen
- 4.1.3.a Einfluß der Belastung
- 4.1.3.b Einfluß der Temperatur

- 4.1.3.c Einfluß des Aushärtungszustandes
- 4.1.3.d Einfluß der Erholungsglühung
- 4.1.4 Einfluß der Auslagerung auf die Kriechgeschwindigkeit
- 4.2 Elektrische Leitfähigkeitsmessungen
- 4.3 Elektronenmikroskopische Aufnahmen
- 5. Diskussion der Ergebnisse
- 6. Zusammenfassung
- 7. Literaturangaben
- 8. Bilder und Tabellen

## 1. Einleitung

Der vor allem in den letzten 20 Jahren immer stärker werdende Trend zu hohen Arbeitstemperaturen in der Technik führte zur Entwicklung von Werkstoffen, deren Besonderheit in erster Linie in einer hohen Kriechfestigkeit bei Temperaturen oberhalb  $0,5 T_s$  ( $T_s$  = Schmelztemperatur) liegt. Diese Werkstoffe wurden auf Grund der Kenntnisse über den Verformungs- und Kriechmechanismus im Temperaturgebiet, in dem die ablaufenden Vorgänge diffusionsgesteuert sind, entwickelt und ihr Kriechverhalten genauestens untersucht. Eine der bekanntesten Legierungsarten dieser hochwarmfesten Werkstoffe ist die aushärtbare Nickellegerung mit etwa 70% Ni, 15% Cr, 8% Fe, 2,5% Ti und 0,8% Al.

Über das Zeitstand- und Kriechverhalten dieser Legierung oberhalb  $500^\circ\text{C}$  liegen umfangreiche Untersuchungen vor. Unbekannt dagegen ist bisher das Kriechverhalten einer solchen Legierung in einem Temperaturbereich, indem die Vorgänge des Kriechens nicht diffusionsgesteuert sind. Ziel dieser Arbeit war es, Aussagen zu erhalten, über das Kriechverhalten einer hochwarmfesten, aushärtbaren Legierung in diesem Temperaturbereich. Ein solcher Beitrag zum Kriechverhalten schien aus zwei Gründen sinnvoll.

- 1.) Es war von Interesse zu untersuchen, inwieweit das Übergangskriechen einer technischen Nickellegierung mit den an reinen Metallen beobachteten Gesetzmäßigkeiten übereinstimmt.
- 2.) Die Untersuchungen an einer aushärtbaren Legierung boten die Möglichkeit, auf Grund des Einflusses von Ausscheidungen auf das Kriechverhalten Rückschlüsse auf den Mechanismus der Verformung in dem genannten Temperaturbereich zu erhalten. Die Ergebnisse sollten mit den in der Literatur beschriebenen Untersuchungen und theoretischen Vorstellungen verglichen werden.

## 2. Literaturübersicht

### 2.1 Experimentelle Ergebnisse

Im Vergleich zu Untersuchungen über das Hochtemperaturkriechen ist die Zahl der Arbeiten, in denen systematische Untersuchungen des Übergangskriechens bei tiefen Temperaturen durchgeführt werden, gering.

Die bis heute umfangreichste Arbeit über Kriechvorgänge im Bereich um  $0,05$  bis  $0,3 T_s$  wurde von O.H. Wyatt <sup>1,2)</sup> durchgeführt. In dieser Arbeit wurde das Kriechverhalten hochreinen Kupfers, Aluminiums mit verschiedener Korngröße und Cadmiums bei Temperaturen von  $-196^{\circ}\text{C}$  bis  $+170^{\circ}\text{C}$  untersucht. Die Belastung für die Kupferproben schwankte je nach Versuchstemperatur zwischen  $6$  und  $38 \text{ kg/mm}^2$ , die durchschnittliche Versuchsdauer lag bei  $40 \text{ min}$ . Die Meßanordnung erlaubte eine kontinuierliche Aufzeichnung der Kriechkurve ab  $2 \text{ sec}$ . nach Lastaufgabe, die pneumatisch erfolgte. Die Kriechkurven für Kupfer lassen sich in einer logarithmischen Zeitauftragung bei tiefen Temperaturen durch Geraden wiedergeben. Eine solche Abhängigkeit wurde bereits von Philips <sup>3)</sup> für Glas, Gummi und einige Metalle gefunden. Mit steigender Temperatur gehen die Geraden in Kurven mit leicht konkaver Krümmung über. Die Übergangstemperatur ist um so tiefer, je höher die Belastung ist. Wyatt zeigt, daß sich die Kurven durch den Ausdruck  $\epsilon = \alpha \log t + \beta t^{1/3} + C$  beschreiben lassen. Mit steigender Temperatur nimmt der  $\beta$ -Anteil des Kriechens zu. Die Ergebnisse lassen ferner erkennen, daß  $\alpha$  mit steigender Temperatur und Belastung ansteigt.

Aluminium mit einer Korngröße von nur  $0,15 \text{ mm}^2$  zeigt bei Temperaturen von  $-196^{\circ}\text{C}$  in einem Belastungsintervall von  $2-6 \text{ kg/mm}^2$  nur  $\alpha$ -Kriechen. Ergebnisse bei der Versuchstemperatur von  $27^{\circ}\text{C}$  lassen deutlich einen mit steigender Spannung größer werdenden  $\beta$ -Anteil erkennen. Bei einer Spannung von  $5 \text{ kg/mm}^2$  folgt die Dehnung dem bereits von Andrade <sup>4)</sup> gefundenen Gesetz:



$\epsilon = B t^{1/3} + C$ . Aluminiumproben gleichen Reinheitsgrades mit einer wesentlich größeren Durchschnittskorngröße von  $1,5 \text{ mm}^2$  kriechen bei höherer Belastung und einer Temperatur von  $-196^\circ\text{C}$  nach dem  $B$ -Gesetz. Versuche an Aluminium verschiedener Reinheit lassen einen sehr viel stärkeren Einfluß von Verunreinigungen auf das  $B$ -Kriechen als auf das  $\alpha$ -Kriechen erkennen.

Um eine Aussage über das Kriechverhalten eines nicht kubisch-flächenzentrierten Metalles machen zu können, führte Wyatt Kriechversuche an dem hexagonalen Cadmium durch. Bei einer Temperatur von  $-196^\circ\text{C}$  folgt die Dehnung wie bei den kubisch-flächenzentrierten Metallen Al und Cu einem logarithmischen Zeitgesetz. Die Kurven für eine Belastung von  $2 \text{ kg/mm}^2$  bei  $27^\circ\text{C}$  lassen sich dagegen weder durch eine logarithmische noch durch eine exponentielle Abhängigkeit darstellen. Die Kriechgeschwindigkeit ist bis zu Zeiten oberhalb  $150 \text{ sec.}$  höher als sie sich durch das  $t^{1/3}$ -Gesetz ergibt.

Davis und Thompson <sup>5)</sup> untersuchten das Kriechverhalten einer aushärtbaren Kupfer-Silber-Legierung bei Raumtemperatur. Diese Arbeit wurde mit der Vorstellung durchgeführt, daß die von Mott und Nabarro <sup>6)</sup> formulierte Erschöpfungstheorie - auf die später noch genauer eingegangen wird - für ein ausgehärtetes Material besonders anwendbar sei. Als Proben wurden Drähte von  $12 \text{ cm}$  Länge gewählt, die bei der eutektischen Temperatur von  $780^\circ\text{C}$  lösungsgeglüht und anschließend bei  $500^\circ\text{C}$   $30 \text{ min.}$  ausgelagert wurden. Es zeigte sich, daß die Kriechkurven oberhalb  $10 \text{ sec.}$  durch die Gleichung  $\epsilon = A(\ln \nu t)^{2/3}$  beschrieben werden können, wobei  $\nu$  die Debye-Frequenz und  $t$  die Versuchszeit ist. Für  $\nu$  findet Davis und Thompson einen Wert von  $10^2 \text{ sec.}$  Nach theoretischen Ansätzen müßte sich allerdings ein Wert von  $10^9$  ergeben.

In einer Untersuchung von Olds <sup>7)</sup> an einer Legierung gleicher Zusammensetzung wird das von Davis und Thompson gefundene Zeitgesetz nicht bestätigt. Olds verwendet ebenfalls Drahtproben von  $1,5 \text{ mm } \phi$ , deren Wärmebehandlung wie folgt angegeben wird:

Die Proben wurden bei 780°C 70 Std. homogenisiert und danach abgekühlt auf etwa 300°C. Die Abkühlungsgeschwindigkeit lag bei 5°/h. Anschließend wurden die Proben 90 Std. auf der Temperatur von 300°C gehalten. Durch diese Wärmebehandlung erreicht Olds eine Art Widmanstättengefüge, das verbunden ist mit einer relativ hohen Härte des Materials. Bevor die Proben bei der Versuchstemperatur geprüft wurden, wurden sie zur Stabilisierung des Gefüges noch 200 Std. bei dieser Temperatur ausgelagert.

Olds findet bei Temperaturen von 100 bis 150°C ein logarithmisches Zeitgesetz, das sich darstellen läßt durch  $\epsilon = \alpha \ln t + \delta$ , wobei  $\delta$  die Initialdehnung ist. Für die Darstellung der 150°C-Messungen ergibt sich durch Addition eines geringen konstanten Kriechgeschwindigkeitsbeitrages eine bessere Linearität bei logarithmischem Zeitmaßstab. Bei Temperaturen von 200-250°C findet Olds ein Andrade-Kriechen mit  $t^{1/3}$ . Zu Beginn dieser Kurven zeigte sich noch ein logarithmischer Anteil, so daß sich die Kurven beschreiben lassen durch  $\epsilon = \alpha \ln t + \beta t^{1/3} + \gamma t + \delta$ , wobei der Term  $\gamma t$  erst ab 250°C bemerkbar ist. Es zeigt sich, daß die Kriechbeträge durch drei Mechanismen gesteuert werden. Die logarithmische Komponente ist gering und tritt allein nur bei tiefen Temperaturen auf. Die Konstante  $\alpha$  in diesem Bereich zeigt kaum Streuungen. Mit steigendem Anteil der anderen Termen fällt  $\alpha$  ab. Den Unterschied in den Zeitgesetzen zwischen Olds und Davis und Thompson erklärt Olds durch die Wärmebehandlung bzw. durch den unterschiedlichen inneren Spannungszustand der Proben.

Lucas und Masing<sup>8)</sup> untersuchten das Kriechverhalten von Schraubenfedern aus Aluminium. Sie fanden für hartgezogenen Al-Draht bei Raumtemperatur ein exponentielles Zeitgesetz, das sich beschreiben läßt durch  $\epsilon = C t^m$ . Die Werte des Exponenten  $m$  schwanken für den hartgezogenen Zustand zwischen 0,2 und 0,6. Für weichgeglühtes Aluminium finden die Autoren eine gute Übereinstimmung zwischen den gemessenen Werten und einer Darstellung der Kriechkurven durch:  $\log \epsilon = \beta \log \log (t/\tau_0) + \text{const.}$  Die  $\beta$ -Werte liegen zwischen 0,17 und 0,22 für Proben, die an Luft

abgekühlt wurden. Bei Proben, die in Wasser abgeschreckt wurden, ergibt sich dagegen das parabolische Zeitgesetz mit  $m = 0,05$ . Die  $\beta$ -Werte schwanken nur wenig und liegen bei etwa  $0,17$ . Wenn die Proben vor der Belastung 1 Std. bei  $400^{\circ}\text{C}$  gegläht wurden, so folgten sie dem exponentiellen Gesetz mit Werten von  $0,10 - 0,14$ .

Haasen und Leibfried <sup>9)</sup> untersuchten die Zeitdehnungsabhängigkeit von Aluminium-Einkristallen. Die Kriechkurven lassen sich für ein Zeitintervall durch  $\xi = C \cdot t^m$  beschreiben, mit einem  $m$  zwischen  $0,1$  und  $1$ . Dieses Zeitintervall reicht von wenigen Minuten nach Lastaufgabe bis zu etwa einer Stunde. Danach geht das Kriechgesetz in die logarithmische Form  $\xi = a \log t + B$  über, um schließlich mit steigender Zeit wieder in Richtung auf geringe Kriechgeschwindigkeiten abzufallen.

Diese Ergebnisse wurden von Masing und Weik <sup>10)</sup> bestätigt, die ebenfalls Untersuchungen an Aluminium-Einkristallen verschiedener Orientierung durchführten. Auch hier ergibt sich für den Exponenten nicht ein einheitlicher Wert von ein Drittel wie ihn neben Andrade auch Cottrell und Aytakin <sup>11)</sup> gefunden haben, sondern ein Intervall von  $0,05$  bis  $0,75$ . Es zeigt sich weiter, daß man in erster Näherung einen Zusammenhang zwischen  $m$  und  $C$  wie folgt angeben kann:  $m \sim \ln C$ . Masing und Weik finden ebenfalls ein logarithmisches Kriechen, allerdings besteht nicht immer eine zeitliche Aufeinanderfolge von exponentiellem und logarithmischem Kriechen wie bei Haasen und Leibfried.

Möglicherweise ergeben sich die Unterschiede auf Grund verschiedener Orientierungen der Einkristalle. Bei einigen Versuchen zeigt sich eine Superposition des exponentiellen und logarithmischen Fließgesetzes zu einem Ausdruck  $\xi = C t^m + A \log \sqrt{t} + B$ .

Tyndall <sup>12)</sup>, der ähnliche Untersuchungen an Zinkeinkristallen durchführte, findet ebenfalls einen Zusammenhang zwischen  $m$ - und  $C$ -Werten bei den exponentiellen Kriechkurven für Zink. Auch hier, liegen die Mittelwerte von  $m$  um  $0,5$  und stehen damit im

Gegensatz zum Exponenten des sogenannten Andrade-Kriechens. Das Gesetz  $\dot{\epsilon} = C t^m$  wird von Tyndall allerdings nur für Kristalle einer bestimmten Orientierung gefunden. Bei anderen Orientierungen sind die Zusammenhänge zwischen Zeit und Abgleitung offensichtlich kompliziert und noch nicht geklärt.

---

In einer Arbeit von H. Blank <sup>13)</sup> werden Aluminium, Nickel und Kupfer bei Raumtemperatur und höheren Temperaturen untersucht. Als Proben wurden aus dem Schmelzfluß gezogene Einkristalle gewählt. Es zeigte sich kein grundsätzlicher Unterschied im Kriechverhalten bei Raumtemperatur zwischen den drei kubisch-flächenzentrierten Metallen. Blank gibt die gemessene Kriechgeschwindigkeit folgendermaßen wieder:  $\dot{\epsilon} = C_1 / (C_2 + t)^m$ . Eine Unterteilung der Ergebnisse auf die drei Abschnitte der Verfestigungskurve zeigt, daß bei Spannungen im Bereich I und II in fast allen Fällen  $m > 1$  ist, d.h. hyperbolisches Kriechen beobachtet wird. Gelegentlich wird ein dem logarithmischen Gesetz sehr nahe kommendes Kriechen festgestellt. Im Bereich III der Verfestigungskurve findet der Autor ein parabolisches Kriechen.

Nach der gleichen Meßmethode verfolgt M. Michelitsch <sup>14)</sup> das Kriechverhalten von Kupfer-, Nickel- und Nickel-Kobalt- und Aluminium-Einkristallen bei Raumtemperatur. Für Spannungen im Bereich I der Verfestigungskurve ergibt sich logarithmisches Kriechen, während im Bereich II  $m > 1$  ist und man hyperbolisches Kriechen findet. Für Bereich III gibt auch Michelitsch  $m < 1$  an, d.h. die Kriechkurven lassen sich durch ein parabolisches Gesetz beschreiben.

Die Arbeiten von Blank, Michelitsch sowie eine Arbeit von Bauer und Dehlinger <sup>15)</sup> dienen als Grundlage für eine Interpretation der Kriechvorgänge im Bereich des Übergangskriechens wie sie Seeger <sup>16)</sup> vorschlägt und auf die noch eingegangen werden soll.

## 2.2 Theorien des Übergangskriechens

Nachdem bisher die für die verschiedensten Materialien gefundenen Zeitgesetze dargestellt wurden, soll im folgenden versucht werden, die heute existierenden Theorien des Übergangskriechens kurz zu erläutern.

Im Prinzip lassen sich zwei unterschiedliche Vorstellungen über das Zustandekommen der Zeitdehnungsabhängigkeit beim Übergangskriechen in der Literatur finden, die man mit Erschöpfungstheorien und Verfestigungstheorien bezeichnen kann.

Die Erschöpfungstheorien gehen von der Annahme aus, daß zu Beginn der Kriechvorgänge in dem Material eine bestimmte Zahl von dehnungserzeugenden Elementen vorliegt, die sich im Laufe des Kriechens erschöpfen. Die Verfestigungstheorien berücksichtigen dagegen die während der Verformung sich ergebenden Änderungen im Material, wie z.B. die Erhöhung der Versetzungsdichte oder die Änderung der Zahl der aktiven Versetzungsquellen. Die erste Theorie, die auf den Vorstellungen der Erschöpfung von aktivierbaren Elementen aufbaute, wurde von Mott und Nabarro <sup>10)</sup> formuliert. Mott und Nabarro nehmen an, daß jede Probe eine große Zahl von Versetzungsloops enthält, die an Hindernissen festgehalten werden. Diese Versetzungselemente haben folgende Eigenschaften:

- a) jedes Element ist charakterisiert durch einen bestimmten Wert einer Aktivierungsspannung  $\sigma_a$ , sodaß dieses Element seinen Beitrag zur Verformung erst liefern kann, wenn die Wirkung der Spannung den Wert von  $\sigma_a$  überschreitet.
- b) Die Überschreitung wird durch thermische Fluktuation ermöglicht. Die Aktivierungsenergie  $U(\sigma_a)$  ist daher eine mit  $\sigma_a$  steigende Funktion.
- c) Wenn ein Element thermisch aktiviert wird, liefert es seinen Beitrag  $v$  zur Verformung.

- d) Wenn der Beitrag geliefert wurde, steigt die Aktivierungsspannung des Elementes gegen Unendlich.
- e) Die Elemente beeinflussen sich nicht gegenseitig.

Neben diesen Voraussetzungen, die praktisch für alle Erschöpfungstheorien gelten, nehmen Mott und Nabarro an, daß  $U(\sigma_a)$  für alle Elemente gleich und  $U \sim \sigma_a^{3/2}$  ist.

Beschreibt man nun das System von inneren Spannungen durch  $N(\sigma_a)$  und definiert  $N(\sigma_a)d\sigma_a$  als die Zahl von Versetzungen, die pro Volumeneinheit im Spannungsintervall  $\sigma_a$  bis  $(\sigma_a + d\sigma_a)$  aktiviert wird, so kann man für den Zeitpunkt  $t$  die Zahl an aktivierten Elementen angeben durch:  $N(\sigma_a) d\sigma_a (1 - e^{-\alpha t})$ . Für die Zeit  $dt$  ergibt sich:

$$N(\sigma_a) = \nu \exp\left(-\frac{U(\sigma_a)}{RT}\right)$$

Hierbei ist  $\alpha$  eine Konstante und  $\nu$  ist die Frequenz des Versetzungsloops. Dieser Ausdruck beinhaltet, daß die Zahl der thermisch aktivierten Prozesse exponentiell abnimmt. Es ergibt sich also eine zeitabhängige Dehnung von:

$$\epsilon = A \int_{\sigma}^{\infty} N(\sigma_a) (1 - e^{-\alpha t}) d\sigma_a$$

$\alpha \cdot t$  steigt, wie man leicht einsieht, innerhalb eines kleinen Spannungsintervalles von einem sehr kleinen Wert auf einen Wert von 1 an. Man kann also annehmen, daß die bei  $\alpha t = 1$  aktivierte Zahl an Versetzungsloops sozusagen schrittweise ansteigt, wobei  $t$  gegeben wird durch

$$\nu \cdot t \exp\left(-\frac{U(\sigma_a)}{RT}\right) = 1$$

Unter Berücksichtigung der Abhängigkeit von  $U \sim \sigma_a^{3/2}$  und der Annahme, daß  $N(\sigma_a)$  innerhalb eines kleinen Spannungsintervalles

---

Eine detaillierte Darstellung der einzelnen Theorien, mit dem gesamten mathematischen Aufwand würde den Rahmen einer Literaturschau sprengen. Es muß daher in Einzelfällen in der Diskussion der Ergebnisse dieser oder jener Schluß noch etwas ausführlicher behandelt werden.

als konstant angesehen werden kann, erhält man

$$\epsilon = \varphi_1 [\ln vt]^{2/3}$$

$\varphi_1$  ist eine Konstante, die u.a. der Länge eines Versetzungsloops dem Burgers-Vektor und der Fläche proportional ist, die eine Versetzung überstreicht, wenn sie vorwärtsschreitet.

Cottrell <sup>17)</sup> gibt eine lineare Abhängigkeit zwischen der Aktivierungsenergie und der Aktivierungsspannung an, d.h.  $U \sim A\sigma_a$  und erhält auf Grund der gleichen Überlegungen ein logarithmisches Zeit-Dehnungsgesetz:

$$\epsilon = \varphi_2 \log vt$$

Smith <sup>18)</sup> schlägt eine ähnliche Theorie vor, in der angenommen wird, daß nach der Initialdehnung in einer Probe eine Vielzahl von Spannungskonzentrationspunkten existieren. Bei jedem Punkt ist die lokale Spannungsbarriere größer als die angelegte Spannung. Jeden Spannungskonzentrationspunkt kann man also mit einer Energiebarriere  $\Delta H$  charakterisieren, die nur durch thermische Fluktuation überwunden werden kann. Smith nimmt an, daß die Zahl der Punkte, deren Energiebarriere zwischen  $\Delta H$  und  $\Delta H + d\Delta H$  liegt, durch die Funktion  $f(\Delta H) d\Delta H$  beschrieben werden kann und diese Zahl mit zunehmender Zeit abnimmt. Man kann die Zeitabhängigkeit der Funktion angeben

$$f(\Delta H, t) = f(\Delta H, 0) e^{-\lambda t}$$

wobei  $\lambda = \text{const.} \cdot e^{-\frac{\Delta H}{RT}}$  ist.

Wenn  $\bar{g}$  der durchschnittliche Dehnbetrag für jeden aktivierten Punkt ist und die Kriechgeschwindigkeit für alle  $\Delta H$ -Werte gegeben ist durch:

$$d\epsilon/dt = \bar{g} \text{const.} \int_0^{\infty} [f(\Delta H, 0) e^{-\lambda t}] e^{-\frac{\Delta H}{RT}} d\Delta H$$

und wenn  $f(\Delta H, 0) = \text{const.}$  ist, so ergibt sich

$$\epsilon = \bar{g} \text{const.} T \ln vt$$

Alle Erschöpfungstheorien gehen von der Annahme aus, daß sich die während der Verformung ablaufenden Vorgänge nicht gegenseitig beeinflussen. Diese Annahme stimmt nicht mit den Erfahrungen über die Verfestigung eines Werkstoffes durch Verformung überein, noch werden Erholungsvorgänge berücksichtigt.

Der erste Anstoß, das Übergangskriechen durch eine Verfestigungstheorie zu erklären, kam von Orowan <sup>19)</sup>. In dieser Theorie wird angenommen, daß die Kriechkurve in direkter Beziehung zu der Spannungsdehnungskurve bei  $0^\circ$  K steht, d.h. nachdem die Belastungsdehnung  $\epsilon$  der Kriechprobe erfolgt ist, wird die Größe der Aktivierungsspannung für den weiteren Dehnbetrag durch den Verlauf der Spannungsdehnungskurve oberhalb von  $\epsilon$  bestimmt. Während dieser Verformung von  $\epsilon$  zu  $\epsilon_i$  ändert sich nun die Verteilung der Aktivierungsenergie. Orowan nimmt an, daß die durchschnittliche Dehnung  $\bar{g}$  pro aktivierten Vorgang nicht konstant ist, sondern umgekehrt proportional dem Quadrat der Dehnung. Über die Voraussetzung, daß

$$d\epsilon/dt = N \bar{g}$$

ist, wobei N die durch eine Boltzmann-Verteilung gegebene Zahl an örtlich ablaufenden Verformungsprozessen pro Zeiteinheit ist, ergibt sich

$$\epsilon = \text{const. } t^{1/3}$$

Mott <sup>20)</sup> hat diese Vorstellungen von Orowan modifiziert und ordnet der Aktivierungsenergie einen definierten Versetzungsmechanismus zu. Er nimmt an, daß sich beim Andrade-Kriechen Erholungsvorgänge und Verfestigungen überlagern.

Seeger <sup>16)</sup> schlägt eine Theorie für das Übergangskriechen vor, die die beobachteten Zeitdehnungsabhängigkeiten in den drei Bereichen der Verfestigungskurve von Einkristallen erklärt. Auch in dieser Theorie werden wie bei Mott und Orowan die thermisch aktivierten Schneidprozesse von Versetzungen als geschwindigkeitsbestimmende Vorgänge betrachtet. Unter Berücksichtigung der Auswölbungen der Versetzungsbögen kann Seeger die zur Be-



stimmung der Zeitabhängigkeit der Abgleitgeschwindigkeit  $\dot{a}$  notwendige Abhängigkeit der Aktivierungsenergie  $U$  von  $\tau_s$  bestimmen.  $\tau_s$  ist die zur Durchschneidung notwendige Spannung. Es ergibt sich für  $U \sim \tau_s^2 / N^{(w)}$ , wobei  $N^{(w)}$  die Dichte der Waldversetzungen darstellt.

Im Bereich I der Verfestigungskurve ist  $N^{(w)}$  konstant. Man erhält nun, wenn die Abhängigkeit  $\tau_s$  von der Abgleitung  $a$  bekannt ist, nach einigen Zwischenschritten

$$a = \alpha \log_q (\delta v' t + 1)$$

wobei

$$\alpha = \frac{3kT}{2vN_I}$$

$$\delta = \exp\left(\frac{U_0 - v\tau^0}{kT}\right)$$

$$v' = \frac{NFbV_0}{\alpha}$$

ist.

$v$  = Aktivierungsvolumen

$N_I$  = Verfestigungskoeffizient im Bereich I.

$U_0$  = Aktivierungsenergie ohne angelegte Spannung.

$\tau^0$  = Schubspannung, die bei Beginn des Kriechens an der Versetzung angreift.

$N$  = Zahl der Schneidprozesse pro Volumeneinheit.

$F$  = Fläche, die von einer Versetzung pro Schneidprozeß unterstrichen wird.

$b$  = Burgers-Vektor

$V_0$  = Schwingfrequenz.

Es ergibt sich so für den Bereich I der Verfestigungskurve ein logarithmisches Zeitgesetz.

Für den Bereich II, wo die Waldversetzungsdichte nicht mehr konstant ist, nimmt Seeger eine logarithmische Abhängigkeit der Aktivierungsenergie  $U$  von der Abgleitung  $a$  an und erhält das hyperbolische Zeitgesetz  $m > 1$ .

Eine Erklärung des  $\beta$ -Kriechens sucht Wyatt in der Annahme, daß die ablaufenden Vorgänge durch Erholungsprozesse beeinflusst werden. Diese Vorstellung wurde von Mott <sup>20)</sup> zum ersten Mal geäußert. Er nimmt an, daß das  $\beta$ -Kriechen mit dem Klettern von Versetzungen verbunden ist und charakteristisch ist für den Fall einer Spannungs-Dehnungskurve, bei der die Fließspannung noch die angelegte Spannung überschreitet. Als Argument für diese Vorstellung führt Mott die von Andrade <sup>21,22)</sup> gefundene Tatsache an, daß nach Aufbringen einer Verformung der Bereich des Übergangskriechens verschwindet. Seeger <sup>23)</sup> vertritt die Ansicht, daß das  $\beta$ -Kriechen nicht erklärt werden kann durch einen Mechanismus, der derselbe ist, wie beim sekundären Kriechen, da sonst die Aktivierungsenergie dieses Kriechens nicht wesentlich kleiner als die Aktivierungsenergie des sekundären Kriechens sein dürfte. Nach Seeger läßt sich das  $\beta$ -Kriechen durch die sogenannte dynamische Erholung erklären. Unter dynamischer Erholung versteht Seeger einen Erholungsvorgang, wie z.B. das Quergleiten von Schraubenversetzungen. Diese Vorgänge ergeben sich im Bereich III der Verfestigungskurve von kubisch-flächenzentrierten Metallen, wenn es zur Auflösung von Versetzungsaufstauungen kommt.

### 3. Versuchsdurchführung

#### 3.1 Probenmaterial, Probenform und Wärmebehandlung

Die weitaus größte Zahl an Versuchen wurde an einer aushärtbaren Eisen-Chrom-Nickel-Legierung vom Typ Inconel X 750 durchgeführt. Das Kriechverhalten dieser Legierung, das im Mittel-

punkt der Arbeit stand, wurde in einigen Fällen mit dem einer nichtaushärtbaren Eisen-Chrom-Nickel-Legierung verglichen. Versuche an dieser Legierung, die vom Typ Inconel 600 ist, sollten Aussagen über den Einfluß der Ausscheidung ermöglichen, sowie eine Wärmebehandlung erlauben, die nicht eine Änderung der mechanischen Eigenschaften durch Ausscheidungen bewirkte.

Die chemische Zusammensetzung der untersuchten Legierungen ist in Tabelle 1 wiedergegeben.

Die in Bild 1 wiedergegebenen Auslagerungskurven der aushärtbaren Legierung sollen einen Eindruck vermitteln, in welchem Ausmaß die mechanischen Eigenschaften bei der Auslagerung beeinflusst werden<sup>24)</sup>. Als Probenform für die Kriechversuche wurde eine Gewindekopfprobe gewählt mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Meßlänge von 50 mm. Die Probe hatte als Begrenzung der Meßlänge angedrehte Kragen, an denen das Meßgestänge zur Ermittlung der Dehnung befestigt werden konnte. Der verhältnismäßig starke Durchmesser garantierte einerseits eine genügend große Zahl Körner über den Querschnitt und ermöglichte andererseits beim Abschrecken der Proben noch eine hohe Abkühlungsgeschwindigkeit im Inneren des Materials. Bild 2 zeigt einen Längsschnitt der Probe.

Für die Wärmebehandlung der Proben wurden drei verschiedene Öfen benutzt. Langzeitglühungen, die z.B. den Einfluß des Kornwachstums zeigen sollten, wurden in einem Rohrofen durchgeführt, wobei die Proben in einem evakuierten Quarzrohr lagen. Die normale Homogenisierungsbehandlung und die Auslagerung erfolgte in einem Kammerofen unter Reinargonatmosphäre. Das Abschrecken geschah durch Öffnen der Ofentür und Herauskippen der Probenunterlage, so daß die Proben in den Behälter mit der Abschreckflüssigkeit fielen. Eine Reihe von Proben wurden in einem Vakuumabschreckofen (Bauart HERAEUS) wärmebehandelt. Dieser Ofen erlaubte es, vier Proben, die zu einem Paket verschnürt waren, in einem Rezipienten mit einer Heizwicklung aufzuhängen. Die

Glühung erfolgte in einem Vakuum von  $8 \cdot 10^{-6}$  Torr. Durch eine entsprechende Vorrichtung konnten die Proben von außen gelöst werden und fielen durch ein Schleusensystem in den direkt darunterliegenden Abschreckbehälter. Die Zeit vom Auslösen der Proben bis zum Eintauchen ins Kühlmedium betrug weniger als  $1/2$  sec. Diese Wärmebehandlung garantierte ein Höchstmaß an Reproduzierbarkeit des Abschreckvorganges. Die Temperatur wurde während des Versuches mit einem Platin-Platin-Rhodium-Thermoelement gemessen.

Die Temperatur für die Homogenisierung betrug  $1150^{\circ}\text{C}$ , die Glühdauer, wenn nicht anders angegeben, eine Stunde. Die Abschreckung erfolgt im Wasser. Lediglich in einer Versuchsreihe über den Einfluß der Abkühlgeschwindigkeit auf das Kriechverhalten wurden andere Kühlmedien verwendet.

Die Auslagerung der Proben wurde unter Normalatmosphäre durchgeführt, da bei den hochwarmfesten Nickellegierungen in dem Temperaturbereich um  $600^{\circ}\text{C}$  keine starke Oxydation eintritt. Die ausgelagerten Proben wurden ebenfalls in  $\text{H}_2\text{O}$  abgekühlt.

### 3.2.a Kriechversuche

Als Versuchsstand wurde eine Zeitstandbatterie (Bauart Mohr & Federhaff) verwendet, bei der die Probe über einen Hebelarm belastet wurde. Die Dehnung der Probe wurde durch einen induktiven Wegnehmer gemessen und auf einen Zeitlinienschreiber übertragen. Eine dimetrische Darstellung der Zeitstandanlage ist in Bild 3 wiedergegeben.

Die Probe wurde mit ihren Gewindeköpfen in die Haltestange Ha eingeschraubt. Der untere Teil der Haltestange ist mit der Bodenplatte durch ein Gewinde so verbunden, daß es möglich ist, die Höhe der Probeneinspannung zu variieren. Der obere Teil der Haltestange ist über ein Gelenk mit dem Hebelarm He verschraubt. Dieses Gelenk erlaubt in jeder Stellung des Hebelarmes die Übertragung der Kraft in achsialer Richtung. Der Hebel-

arm ist im Unterstützungspunkt U fast reibungsfrei gelagert. Am entgegengesetzten Ende des Hebelarmes ist ebenfalls über ein Gelenk die Gewichtsübertragungsstange Gst befestigt. Am unteren Teil dieser Stange ist eine Platte angeschweißt. Auf diese Platte können runde Bleisteine verschiedener Stärke gelegt werden, deren Gewicht durch das Hebelsystem übertragen wird und so die Belastung der Probe ermöglicht. Die Gewichte werden vor der Belastung der Probe durch einen hydraulischen Heber HH unterstützt. Die Lastfreigabe erfolgt durch Öffnen des Ölablaßventiles des Hebers. Auf Grund des Absinkens der Unterstützungsplatte wird die Belastung mit einer definierten Geschwindigkeit stoßfrei aufgebracht. Eine Feineinstellung der Belastung ist durch das Laufgewicht Lg auf dem Hebelarm möglich. Über die Probe kann man bei Versuchen mit höheren Temperaturen einen Ofen fahren. Der Ofen ist durch ein Gestänge so aufgehängt, daß die durch die Dehnung der Probe hervorgerufene relative Verschiebung der Probe im Ofen kompensiert wird. Durch diese Anordnung bleibt die Probe immer zentrisch im Ofen und damit bei konstanter Temperatur.

Die Dehnungsmessung erfolgt über ein Meßgestänge, das an der Probe angebracht wird. Bild 4 gibt das Meßgestänge mit einer Probe wieder. Die angedrehten Kragen an der Probe ermöglichen es, das Gestänge völlig starr mit der Probe zu verbinden. Dehnt sich die Probe unter der angelegten Spannung, so wird das Gestänge gegeneinander verschoben. Diese Bewegung wird auf den Kern bzw. die Spule eines induktiven Weggebers übertragen, der am unteren Ende des Gestänges befestigt ist. Der Ferritkern des induktiven Gebers ist über eine Rändelschraube mit dem Gehänge verbunden. Durch diese Rändelschraube ist es möglich, den Ferritkern vor jedem Versuch in den elektrischen Nullpunkt des Gebers zu drehen. Als induktiver Weggeber wurde ein volltransistorisiertes Modell verwendet, das sekundärseitig Gleichspannungen lieferte. Der Weggeber wurde mit 6 Volt Gleichspannung gespeist und lieferte nach der Verlagerung des Ferritkernes um 1 mm eine Gleichspannung von 320 mV. Diese Gleichspannung wurde von einem Zeitlinienschreiber aufgezeich-

net. Die maximal erlaubte Verlagerung des Kernes im Bereich der linearen Proportionalität von Verlagerung des Kernes und abgegebener Gleichspannung betrug 10 mm, was einer Gesamtdehnung der eingesetzten Proben von 20% entspricht. Um einerseits eine möglichst große Auflösung der Dehnung zu erhalten, und andererseits die kontinuierlich zu verfolgende Gesamtdehnung nicht zu gering zu halten, wurde eine Kompensationsschaltung verwendet. Das Schaltschema ist in Bild 5 wiedergegeben. Der verwendete Schreiber hat eine Schreibbreite von 10 Zoll. Die elektrische Schaltung war so ausgelagt, daß diese 10 Zoll genau 0,32 mV entsprechen, was eine Dehnung von 0,1 mm bedeutet. Somit ergibt sich für 1  $\mu$ m Dehnung ein Spannungsausschlag von 1/10 Zoll oder 2,5 mV. Bei genauer Abmessung des kleinsten Ausschlages kann man Längenänderungen von  $4 \cdot 10^{-4}$  mm noch erkennen. Das Auflösungsvermögen der Dehnungsmessung kann somit bei einer Meßlänge von 50 mm mit  $\sim 1 \cdot 10^{-5}$  angegeben werden.

Überschreitet die Gesamtdehnung den Wert von 0,1 mm, so wird eine Spannung von 0,32 mV entgegengeschaltet, so daß die Schreiberfeder in den Nullpunkt der Schreiberbreite zurückkehrt. Auf diese Weise konnte die Spannung von 0,32 mV bzw. 0,1 mm Dehnung bis zu 6 mal kompensiert werden, was eine kontinuierliche Aufzeichnung der Dehnung bis 0,6 mm bedeutet. Die zur Kompensation notwendige Gleichspannung wurde einer Batterie entnommen und über eine Spannungsteilerschaltung auf den gewünschten Wert reduziert. Jeder zuschaltbaren Stufe mußte die Summe der bereits zugeschalteten Kompensationsspannungen plus 0,32 mV entsprechen. Da der Spannungsschreiber aber einerseits einen konstanten Außenwiderstand für eine über die gesamte Schreiberbreite proportionale Dehnungsaufzeichnung erforderte, und der Widerstand des induktiven Gebers andererseits sich mit der Verlagerung des Ferritkernes kontinuierlich änderte, mußte die Kompensationsspannung für jede Stufe durch entsprechende Widerstände abgeglichen werden.

Die Federgeschwindigkeit entsprach 20 Zoll/sec., d.h. die pro

Stufe maximal noch meßbare Kriechgeschwindigkeit lag bei  $2 \cdot 10^{-1}$ /sec. Dieser Wert liegt über den während der Versuche erreichten Kriechgeschwindigkeiten.

Die zweite neben der Dehnung entscheidende Größe für die Bestimmung einer Kriechkurve ist die Zeit. Die Bestimmung des Kriechbeginns und die genaue Erfassung der Kriechkurve ganz am Anfang sind gerade beim logarithmischen Kriechen von Bedeutung. Aus der logarithmischen Form  $\underline{\epsilon} = \alpha \ln t$  ergibt sich, daß die Dehnung gegen  $-\infty$  geht, wenn die Zeit gegen Null geht. Daraus folgt, daß die logarithmische Abhängigkeit erst ab einer bestimmten Zeit nach Kriechbeginn ihre Gültigkeit haben kann.

Um eine möglichst hohe Auflösung der ersten Sekunden des Kriechens zu erhalten, war bei der Wahl des Zeitlinienschreibers darauf geachtet worden, daß der Papiervorschub möglichst hoch war. Der verwendete Schreiber besaß einen max. Papiervorschub von 60 Zoll/min. Dadurch konnte die während  $1/10$  sec. ablaufende Dehnungsänderung noch gut gemessen werden.

Eine entscheidende Frage bei der Bestimmung einer Kriechkurve ist die nach dem Zeitpunkt  $t = 0$ , d.h. nach dem tatsächlichen Kriechbeginn. In dieser Arbeit wurde die Zeit  $t = 0$  definiert als der Zeitpunkt, bei dem die Probe vollständig belastet ist. Aus diesem Grunde wurde zwischen der Unterstüztungsplatte des hydraulischen Hebers und der Gewichtsplatte ein Mikroschalter eingebaut. Dieser Schalter, der ein "Totspiel" von 0,5 mm besitzt, schaltete den Papiervorschub des Schreibers automatisch ein, wenn die Unterstüztungskraft des Hebers weniger als 60 g betrug. Bei einem Hebelverhältnis von Lastarm zu Kraftarm wie 1:15 und einem Querschnitt von rund  $18 \text{ mm}^2$ /Probe schaltete der Schreiber den Papierschub ein, wenn die Last bis auf  $0,05 \text{ kg/mm}^2$  aufgebracht war. Das Einschalten des Papiervorschubes erfolgte durch Ankoppeln an einen laufenden Elektromotor. Um sicher zu sein, daß das Anlaufen des Papiervorschubes keine Verzerrung

der Zeitachse der Kriechkurve hervorruft, wurden Eichmessungen mit einer elektrischen Uhr durchgeführt. Die elektrische Uhr und der Papiervorschub wurden so geschaltet, daß das Ansprechen der Uhr und das Ankoppeln des Papiervorschubes an den laufenden Elektromotor gleichzeitig erfolgte. Die elektrische Uhr erlaubte eine exakte Zeitermittlung auf weniger als  $1/100$  sec. Die gemessenen Zeitwerte sind in Bild 6 wiedergegeben. Wie sich zeigt, ist die "Totzeit" des Papiervorschubes so gering, daß sich keine bemerkbare Verzerrung der Kriechkurven durch einen verzögerten Papiervorschub ergibt.

Große Aufmerksamkeit wurde auf die exakte Belastung der Probe gerichtet. Aus diesem Grund wurden die Proben über die Meßlänge an 10 verschiedenen Stellen mit einer Mikrometerschraube auf  $1/100$  mm ausgemessen. Der niedrigste Wert wurde nach nochmaligem Überprüfen als Bezugswert für die Lastaufgabe verwendet. Die Belastung konnte mit Hilfe des Laufgewichtes am Lastarm auf  $\pm 0,25$  kg eingestellt werden. Da die Proben durchschnittlich einen tragenden Querschnitt von etwa  $18 \text{ mm}^2$  hatten, ergab sich eine Genauigkeit für die Belastung von  $\sim 6 \cdot 10^{-3}\%$ . Die Meßlänge der Probe wurde optisch nach jedem Kriechversuch neu bestimmt. Die Genauigkeit betrug hier bei einer Sollmeßlänge von 50 mm etwa  $2 \cdot 10^{-2}\%$ . Es muß allerdings vermerkt werden, daß die Genauigkeit der Meßlänge keinen solchen entscheidenden Einfluß auf die Reproduzierbarkeit der Kriechkurven hat, wie z.B. die Belastung, da die gemessenen Dehnbeträge verhältnismäßig klein sind.

Die Kriechversuche wurden im einzelnen folgendermaßen durchgeführt: Die Proben wurden in die obere und untere Haltestange eingeschraubt und das Meßgestänge mit der Probe fest verbunden. Mit Hilfe des Gewindes am unteren Ende der unteren Haltestange wurde der gesamte Probenstrang so fest gedreht, daß die Probe unter einer ganz geringen Vorspannung stand. Anschließend wurde der Ferritkern durch die Rändelschraube in seine Nullstellung gedreht. Zur Überprüfung der Ansprechempfindlichkeit des



induktiven Weggebers wurde die Vorlast der Probe weiter geringfügig erhöht und der Zeigerausschlag verfolgt. Danach wurde der Papiervorschub kurze Zeit eingeschaltet, um das Leer spiel des Getriebes auszuschalten. Die eingeschaltete Papiervorschubgeschwindigkeit betrug für die ersten 10-20 sec. 60 Zoll/min. und wurde anschließend durch den Knopfdruck auf eine Geschwindigkeit von 2 Zoll/min. umgeschaltet. Die Versuchszeiten lagen zwischen  $10^3$  und  $10^6$  sec.

Der Versuchsaufbau stand in einem thermokonstanten Raum mit einer Temperatur von  $+25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}$ . Für Versuche mit höheren Temperaturen wurde ein Rohrofen benutzt, der eine temperaturkonstante Länge von 280 mm hat und dessen Temperatur von 3 Platin-Platin-Rhodium-Thermoelementen kontrolliert wird. Die Temperaturkonstanz betrug  $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ .

### 3.3 Sonstige Untersuchungsmethoden

#### a) Elektrische Leitfähigkeitsmessungen

Da im Rahmen der Untersuchungen auch der Einfluß der Entmischung auf das Kriechverhalten ermittelt wurde, war es notwendig, den Entmischungsgrad zu bestimmen. Dies geschah mit Hilfe der Messung der elektrischen Leitfähigkeit, wobei es jedoch notwendig war, die Messungen an Drähten durchzuführen.

Das Material, das aus der gleichen Charge stammte, wie die Kriechproben, wurde zu Vierkantdrähten gewalzt. Die Probenabmessung betrug  $1,4 \times 1,4 \times 120$  mm. Die Meßlänge betrug 100 mm. Als Meßbrücke wurde eine Thomson-Brücke verwendet, die eine Empfindlichkeit von  $\sim 5 \cdot 10^{-5}$   $\sqrt{\text{Ohm}}$  besitzt. Die Temperatur, die  $25^{\circ}\text{C}$  betrug, wurde während der Messung auf  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  konstant gehalten. Die Wärmebehandlung der Proben entsprach der der Kriechproben, was jedoch Unterschiede im Entmischungsverhalten auf Grund der verschiedenen Probendurchmesser nicht ganz ausschließt. Da die Proben bei der Homogenisierungsbehandlung ebenso wie bei der Auslagerung eine - wenn auch sehr dünne - Oxid-

schicht erhielten, die als Übergangswiderstand wirkte, mußten die Proben nach jeder Behandlung sandgestrahlt werden. Stichversuche zur Ermittlung des Einflusses der geringen Kaltverformung durch das Sandstrahlen auf die Leitfähigkeit ließen keinen solchen Einfluß erkennen.

Der elektrische Widerstand wurde an der homogenisierten sandgestrahlten Probe gemessen und die Probe auf einer Mikrowaage anschließend gewogen. Nach der nun folgenden Auslagerung und dem anschließenden Sandstrahlen wurde die Probe erneut gewogen und der durch die Oxydation und nachfolgenden Sandstrahlung aufgetretene Gewichtsverlust ermittelt. Dieser Gewichtsverlust wurde bei der Bestimmung des Widerstandes der ausgelagerten Proben berücksichtigt. Der Widerstand bzw. die elektrische Leitfähigkeit wurde nach der Auslagerung im Bereich zwischen 450 und 850°C bei Raumtemperatur gemessen.

#### b) Gefügeuntersuchung

Um Aussagen über die Gefügeänderungen an den Kriechproben nach einer Reihe von Versuchen machen zu können, wurden Schliffbilder sowohl von der ausgehärteten als auch von der nichtausgehärteten Legierung untersucht. Es wurden Schliffe von den Probenköpfen und den Teilen der Meßlänge hergestellt. Da im Laufe der Untersuchung an einer Probe mehrere Kriechversuche durchgeführt wurden, waren für die Schliffe Proben so ausgewählt worden, daß sowohl die Zahl der Kriechversuche, die an diesen Proben durchgeführt worden waren, variierten, wie auch die Gesamtglühdauer, der die Proben im Laufe der Gesamtuntersuchung ausgesetzt waren. Die Proben befanden sich im homogenisierten Zustand. Schliffbilder der nichtausgehärteten Legierung sollten Aufschluß über die Erholung des Materials nach einer Kaltverformung von ungefähr 1% geben. Die Proben wurden geschliffen und mit Diamantpaste von 0,25 µ Körnung poliert. Als Ätzmittel wurde eine Mischung aus 80 ml HCl, 4 ml HNO<sub>3</sub>, 1 g CuCl<sub>2</sub> und 20 ml Glyzerin benutzt.

### c) Elektronenmikroskopische Untersuchungen

Die Proben für die elektronenmikroskopischen Untersuchungen der Ausscheidungen wurden aus einem Blech hergestellt, das auf 0,2 mm Stärke gewalzt worden war. Nach der Wärmebehandlung, die aus der Homogenisierung und der Auslagerung bestand, wurde eine Probe von etwa  $1 \text{ cm}^2$  auf eine Dicke von 0,06 mm abgeschliffen. Als Abdünnverfahren wurde das Verfahren nach Bollmann gewählt. Der Elektrolyt bestand aus  $12,5 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{SO}_4$ ,  $2,15 \text{ cm}^3 \text{ H}_3\text{PO}_4$  und 25 g  $\text{CrO}_3$ . Die angelegte Spannung war 5 Volt. Die Stromdichte lag zwischen 0,2 und  $0,4 \text{ Amp/cm}^2$ . Aus dem abgedünnten Bereich wurde eine Probe, die noch etwa eine Dicke von  $1500 \text{ \AA}$  hatte, herausgestanzt. Diese Folie wurde im Elmiskop 1A der Firma Siemens durchstrahlt.

## 4. Versuchsergebnisse

### 4.1 Kriechversuche

#### 4.1.1 Versuche zur Reproduzierbarkeit

Im Laufe dieser Untersuchung wurden über 500 Kriechkurven aufgezeichnet und ausgewertet. Ein nicht unerheblicher Teil der Versuche wurde der Frage der Reproduzierbarkeit gewidmet, da sich schon nach wenigen Versuchen zeigte, daß die Dehnbeträge nach gleichen Zeiten bei Proben gleicher Wärmebehandlung stark streuten. Diese Versuche zur Reproduzierbarkeit wurden an homogenisierten Proben der aushärtbaren Legierung durchgeführt. Die Belastung betrug stets  $26 \text{ kg/mm}^2$ . Die Wärmebehandlung bestand im Normalfall in einer einstündigen Glühung bei  $1150^\circ\text{C}$  unter Argonatmosphäre und einem nachfolgenden Abschrecken in Wasser. In Bild 7 sind die Kriechkurven verschiedener Proben wiedergegeben, wobei die Zeit logarithmisch aufgetragen ist. Wie man erkennen kann, gleichen sich die Kriechkurven zwar deutlich in der Form, die Dehnbeträge für gleiche Versuchszeiten streuen aber stark.

Um sicher zu sein, daß diese Streuungen nicht durch kleinere

Materialfehler in den Proben hervorgerufen wurden, wurden mehrere Kriechversuche an einer Probe durchgeführt. Zwischen den einzelnen Versuchen wurde die Probe jeweils einer Wärmebehandlung unterworfen, wie sie bereits angegeben wurde. Diese Wärmebehandlung hatte die Aufgabe, die durch die Kriechversuche eingebrachte Verfestigung aufzuheben und den Ausgangszustand der Probe wieder herzustellen. Die Verformung bei einem Versuch, der etwa  $10^3$  sec. dauerte, lag meist unter 0,1%. Einige Kriechkurven der gleichen Probe sind in Bild 8 dargestellt. Auch hier zeigen sich Streuungen, die in der gleichen Größenordnung liegen, wie sie bereits bei den Versuchen an verschiedenen Proben auftraten, sodaß Fehler in den Proben nicht als Ursache für das unterschiedliche Kriechverhalten in Frage kommen. Neben diesen Streuungen von Versuch zu Versuch wurde bei längeren Versuchsreihen mit der gleichen Probe ein Trend zu immer größeren Kriechgeschwindigkeiten mit steigender Zahl an Glühungen erkennbar. Die Proben wurden immer "weicher".

Zur Ermittlung der Ursachen für die Streuungen und Änderungen im Kriechverhalten war es notwendig, die möglichen Einflußgrößen zu untersuchen. Die Ursachen mußten in einem unterschiedlichen Zustand der Probe bezüglich ihres Ausscheidungsgrades oder ihrer Mikrostruktur zu suchen sein. Es erschien daher sinnvoll als Einflußgröße

- a) die Homogenität der Probe nach der Wärmebehandlung,
- b) die Änderung der chemischen Zusammensetzung durch die Glühungen, z.B. infolge von Oxidation,
- c) die Änderung der Korngröße nach den Glühbehandlungen und
- d) die Abschreckgeschwindigkeit

zu untersuchen.

- a) Einfluß der Homogenisierungsdauer

Da es sich bei den Proben um eine aushärtbare Legierung han-

delte, mußte durch die Homogenisierungsglühung vor allem eine gleichmäßige und statistische Verteilung der für die Aushärtung mitverantwortlichen Legierungselemente Titan und Aluminium erreicht werden. Um sicher zu sein, daß die Glühzeit von 1 Std. bei 1150°C diese Verteilung erreichte und die Proben damit wirklich als "homogenisiert" zu betrachten waren, wurde die Homogenisierungszeit bei einigen Versuchen auf 18 Stunden erhöht. Eine Erhöhung der Temperatur, die wirkungsvoller sein dürfte und naheliegend war, barg die Gefahr eines verstärkten Kornwachstums in sich, was verständlicherweise nicht erwünscht war. Die Kriechkurven der Proben nach einer 18-stündigen Homogenisierung gibt Bild 9 wieder. Die Kurven streuen ebenfalls und lassen keinen Einfluß der Homogenisierungsdauer erkennen, so daß eine inhomogene Verteilung der Legierungselemente als Ursache für die Streuungen im Kriechverhalten entfällt.

b) Untersuchung der chemischen Zusammensetzung der Randzonen der Proben

Trotz der bewußt gering gehaltenen Glühdauer und der Spülung des Ofenraumes mit Argon während der Glühung war es nicht zu vermeiden, daß die Proben an der Oberfläche leicht oxidieren. Es lag daher durchaus im Bereich der Möglichkeit, daß durch diese Oxidation eine Änderung der chemischen Zusammensetzung, wie z.B. eine Abreicherung des oxidationsempfindlichen Titans, in einer Randzone auftreten konnte, die so mit steigender Zahl an Glühbehandlungen zu einer Abnahme der Festigkeit führen konnte.

Aus diesem Grunde wurde mit einer Mikrosonde die Konzentrationsverteilung der Elemente Ni, Cr, Fe, Al und Ti über eine Randzone von 0,4 mm an verschiedenen Proben geprüft, die unterschiedlich oft geglüht worden waren. Die Untersuchung zeigte keine erkennbaren Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung nach den Glühbehandlungen. Wohl zeigte sich eine Verschiebung der Konzentrationen in der Korrosionsschicht und in der direkt darunter liegenden Metallschicht, doch waren keine Unterschiede zwischen den verschieden oft geglühten Proben zu

erkennen. Es darf daher angenommen werden, daß ein Zusammenhang zwischen den Streuungen und den Glühungen nicht über eine Änderung der chemischen Zusammensetzung besteht.

c) Bestimmung des Korngrößeneinflusses

Einen erkennbaren Einfluß auf das Kriechverhalten mußte von einer Änderung der Korngröße zu erwarten sein. Mit zunehmender Korngröße sollten die Proben bei Raumtemperatur weicher werden. Durch das Wechselspiel von Verformung und Glühbehandlung war bei zahlreichen Proben es durchaus vorstellbar, daß die Korngröße mit steigender Versuchszahl zunahm. Diese Vorstellung wurde durch die Auswertung von Schliffbildern auch tatsächlich bestätigt. In Bild 10 ist die Änderung der Korngröße mit der Glühzeit dargestellt. Die Kornvergrößerung ist, wenn nicht allein, so doch hauptsächlich der Grund für die bereits genannte zunehmende "Weichheit" der Proben mit steigender Versuchszahl. Eine Erklärung für die starken Streuungen im Kriechverhalten, die oft von Versuch zu Versuch beobachtet werden, kann durch die Korngrößenänderung nicht gegeben werden.

d) Einfluß der Abschreckgeschwindigkeit

Da die Proben nach der Homogenisierungsbehandlung stets auf die gleiche Art in Wasser abgeschreckt wurden, konnten die Unterschiede in der Abkühlgeschwindigkeit - wenn sie überhaupt vorhanden waren und eine Beeinflussung des Kriechverhaltens hervorriefen - nur gering sein. Die Unterschiede konnten z.B. begründet sein in einer Verzögerung des Eintauchens in das Kühlmedium, vielleicht auf Grund von unterschiedlich schnell durchgeführten Handgriffen. Um solche Faktoren auszuschalten und eine möglichst hohe Reproduzierbarkeit des Abkühlvorganges und der Glühtemperatur zu erhalten, wurden die Abschreckversuche in einem automatischen Abschreckofen durchgeführt. Bei diesen Versuchen wurden je 4 Proben mit Draht zu einem Bündel zusammengebunden, so daß sich eine symmetrische Anordnung bildete. Dieses Bündel fiel nach der Glühung durch eine Automatik ausgelöst in das Kühlmedium Wasser. Die gemessenen

Kriechkurven von Proben verschiedener Bündel wie auch von Proben des gleichen Paketes streuten ebenso stark wie die in den vorangegangenen Versuchen. In einigen Fällen traten sogar solche starke Unterschiede im Kriechverhalten auf, daß eine Probe des gleichen Paketes ein normales Kriechverhalten zeigte, während eine zweite Probe erst nach Erhöhung der Last um etwa  $1 \text{ kg/mm}^2$  deutlich zu kriechen begann.

Da die einzige Erklärung dieser erstaunlichen Tatsache in der Abkühlung zu suchen ist, muß man annehmen, daß die Abkühlgeschwindigkeit auf Grund von gegenseitiger Beeinflussung der Proben und einer damit verbundenen unterschiedlichen Wärmeabfuhr im Kühlmedium, trotz Einhaltung reproduzierbarer Versuchsbedingungen verschieden war.

Um den Einfluß der Abkühlgeschwindigkeit genauer kennenzulernen, wurden Abschreckversuche mit verschiedenen Kühlmedien durchgeführt. Bei diesen Versuchen wurden Proben bei  $1150^\circ\text{C}$  eine Stunde geglüht und abgeschreckt. Als Kühlmedien wurden gesättigte Natronlauge, Öl, eine Kältemischung mit etwa  $-80^\circ\text{C}$  und flüssige Luft gewählt. Die Proben wurden anschließend unter der normalen Belastung von  $26 \text{ kg/mm}^2$  bei Raumtemperatur geprüft. In Bild 11 ist die mittlere Kriechgeschwindigkeit zwischen der 10. und 11. Sekunde nach Kriechbeginn für die verschiedenen Kühlmedien aufgetragen. Die angegebenen Werte sind Mittelwerte aus mehreren Versuchen. Die Kühlwirkung der Medien sind hier nur qualitativ in Bezug zueinandergesetzt. Wie Bild 11 zeigt, hat die Abkühlungsgeschwindigkeit einen sehr starken Einfluß auf das Kriechverhalten dieser aushärtbaren Legierung.

Grundsätzlich kann man diesen Einfluß zwei unterschiedlichen, wenn auch miteinander teilweise verknüpften Vorgängen zuordnen. Durch die Abkühlungsgeschwindigkeit kann der Ausscheidungsgrad einer aushärtbaren Legierung beeinflußt werden. Es könnte daher sein, daß sich die Proben auf Grund einer unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeit in einem Zustand verschiedenen Ent-

mischungsgrades befinden und damit unterschiedliche Kriech-eigenschaften besitzen. Andererseits beeinflusst die Abkühlgeschwindigkeit Größen, wie die Leerstellenkonzentration und die Versetzungsdichte und -Konfiguration. Diese Größen bestimmen aber ihrerseits ebenfalls das Kriechverhalten einer Legierung entscheidend. Um eine Aussage machen zu können, welche Einflußgröße überwiegt, schien es sinnvoll, Abschreckversuche an Proben der nichtaushärtbaren Legierung durchzuführen. Auch diese Proben wurden bei  $1150^{\circ}\text{C}$  eine Stunde geglüht und anschließend abgeschreckt. Die Belastung bei diesen Kriechversuchen lag bei  $16 \text{ kg/mm}^2$ . Die mittleren Kriechgeschwindigkeiten sind analog zu Bild 11 in Bild 12 wiedergegeben. Wie man erkennt, streuen die Werte der Kriechgeschwindigkeit ebenfalls, allerdings zeigt sich deutlich, daß die Werte keine erkennbare Abhängigkeit von der Abkühlungsgeschwindigkeit zeigen. Es ist daher richtig anzunehmen, daß der starke Einfluß der Abkühlgeschwindigkeit bei der aushärtbaren Legierung in erheblichem Maße auf einen unterschiedlichen, beginnenden Entmischungszustand zurückzuführen ist.

Daß der Vorgang der Entmischung nicht allein verantwortlich gemacht werden kann für die Streuungen im Kriechverhalten, zeigen die Ergebnisse von Kriechversuchen an der nichtaushärtbaren Nickellegierung. Die Proben, die in gleicher Weise wärmebehandelt wurden wie die Proben vom Typ Inconel X 750, kriechen bei Raumtemperatur ebenfalls unterschiedlich stark. In Bild 13 sind drei Kurven wiedergegeben.

#### 4.1.2 Analyse des Verlaufs der Kriechkurven

Vergleicht man die Kriechkurven von homogenisierten Proben, die mit  $26 \text{ kg/mm}^2$  belastet wurden miteinander, so zeigt sich, daß die Kurven trotz der erheblichen Streuungen im Kriechverhalten in der Form übereinstimmen. Drei Kurven für homogenisierte Proben, die sehr starke Unterschiede im Kriechverhalten zeigen, sind im Bild 14 wiedergegeben. Deutlich läßt sich jede dieser Kurven, die repräsentativ für eine große Zahl von Versuchen sein



sollen, in zwei Bereiche einteilen. Der erste Teil umfaßt bei logarithmischer Zeitauftragung den gekrümmten Teil der Kurve, der vom Versuchsumfang bis durchschnittlich 20-30 Sekunden reicht. Oberhalb etwa 100 Sekunden zeigen alle Kurven eine logarithmische Abhängigkeit der Dehnung von der Versuchszeit. Dieser logarithmische Verlauf ist, wie Langzeitversuche gezeigt haben, noch oberhalb  $1 \times 10^6$  sec. gültig. Im Bild 15 ist als Beispiel eine Kurve wiedergegeben, die bis etwa  $2 \times 10^6$  sec. aufgezeichnet wurde.

Den logarithmischen Teil der Kriechkurve kann man durch die Gleichung wiedergeben:

$$\epsilon = A_{\alpha} \cdot \log t - C_1 ,$$

wobei  $A_{\alpha}$  und  $C_1$  Konstanten sind.

$\epsilon$  = Dehnung nach der Lastaufgabe,

t = Zeit.

Eine Analyse des gekrümmten Anfangsbereiches läßt erkennen, daß dieser Bereich ebenfalls in zwei Teile zu unterteilen ist. Auswertungen von über 70 Kriechkurven zeigten, daß der erste Teil dieses gekrümmten Anfangsbereiches durch ein exponentielles Gesetz der Form

$$\epsilon = A_{\beta} \cdot t^{1/3} - C_2$$

$A_{\beta}$  und  $C_2$  sind Konstanten - beschrieben werden kann. Diese  $t^{1/3}$ -Abhängigkeit umfaßt einen Zeitabschnitt von max. 12 sec. Danach ändert die exponentielle Funktion ihren Exponenten kontinuierlich, bis die Abhängigkeit in eine logarithmische Funktion übergeht.

Für die in Bild 14 dargestellten Kriechkurven ist der exponentielle Anfangsteil mit einem Exponenten von  $1/3$  im Bild 16 wiedergegeben. Man erkennt, daß eine Auftragung der Dehnung  $t^{1/3}$

zu einer Geraden führt, die bis etwa 3 sec. die Dehnungszeitabhängigkeit beschreibt. In einer allgemeinen Darstellung läßt sich der Zusammenhang zwischen der Versuchszeit und dem jeweils gültigen exponentiellen oder logarithmischen Gesetz am Besten darstellen, wenn man statt des Exponenten  $m$  der Zeitdehnungsabhängigkeit den Exponenten  $n$  des Kriechgeschwindigkeitszeitgesetzes ermittelt. Man erhält diesen Wert durch Differentiation des Zeitdehnungsgesetzes. Trägt man den Exponenten  $n$  aus 65 Versuchen über der logarithmisch aufgezeichneten Versuchszeit  $t$  auf, so ergibt sich Bild 17.

Alle Kurven zeigen bis zu einer Versuchszeit von mindestens 2 sec. einen Exponenten von  $-2/3$ . Zwischen dieser Zeit und ungefähr 100 sec. steigt  $n$  kontinuierlich an und erreicht dann einen Wert von  $-1$ , der sich nicht mehr mit der Zeit ändert. Die Versuche zeigten, daß der Übergangsbereich von  $-2/3$  und  $-1$  sehr unterschiedlich lang ist. Teilweise ist der Zeitraum zwischen dem Bereich mit  $n = -2/3$  und  $n = -1$  außerordentlich kurz und umfaßt nur Zeiten von wenigen Sekunden. Teilweise erstreckt sich aber dieser Übergangsbereich über Zeiten von mehreren 10 sec. In Tabelle 2 sind die  $A_{\beta}$ - und  $A_{\alpha}$ -Werte, sowie die Dauer der Gültigkeit der beiden Gesetze für eine größere Zahl von Versuchen wiedergegeben. Es zeigt sich bei genauer Betrachtung der  $A_{\alpha}$ - und  $A_{\beta}$ -Werte ein Zusammenhang wie er in Bild 18 gezeigt wird. In diesem Bild sind die Werte für  $A_{\beta}$  über den entsprechenden  $A_{\alpha}$ -Werten aufgetragen, wie sie sich aus den Kurven der homogenisierten Proben ermitteln lassen. Man erkennt, daß die Punkte sich gut mit einer Geraden beschreiben lassen. Der Anstieg der Geraden, der dem Verhältnis von  $A_{\alpha}$  zu  $A_{\beta}$  entspricht, ergibt einen Wert von 1,2, sodaß gilt:  $A_{\alpha} = 1,2 \cdot A_{\beta}$ . Diese Abhängigkeit dokumentiert deutlich den Zusammenhang zwischen dem exponentiellen und dem logarithmischen Teil der Kriechkurve, unabhängig davon, ob die Probe eine hohe oder eine niedrige Kriechgeschwindigkeit zeigt.

Die hier gegebene qualitative Beschreibung der Kriechkurven von homogenisierten Proben der aushärtbaren Legierungen gilt

ebenfalls für die Kriechkurven der nichtaushärtbaren Legierung vom Typ Inconel 600. Auch bei diesen Versuchen läßt sich - von der Kriechgeschwindigkeit unabhängig - die Kriechkurve in einen exponentiellen und einen logarithmischen Teil einteilen. Da die Kriechversuche an dieser Legierung nur als Ergänzungsversuche dienten, ist es verständlich, daß die geringe Versuchszahl nicht ausreichte, um Aussagen mit entsprechender Sicherheit machen zu können, wie sie bei der Auswertung der Versuchsergebnisse der aushärtbaren Legierung möglich sind. Trotzdem dürfte die Aussage, daß der Zusammenhang zwischen  $A_{\alpha}$ - und  $A_{\beta}$ -Werten bei den Proben der nichtaushärtbaren Legierung in etwa den Verhältnissen bei den homogenisierten Proben der ersten Legierung entspricht, richtig sein, wenn man die Ergebnisse, die in Bild 19 eingezeichnet sind, berücksichtigt.

#### 4.1.3 Kurvenverlauf nach Veränderungen der Versuchsbedingungen

##### 4.1.3.a Einfluß der Belastung

Eine interessante Frage war die nach dem Einfluß der Belastung auf das Übergangskriechen von homogenisierten Proben. Aus diesem Grunde wurde die Belastung zwischen 20 und 30 kg/mm<sup>2</sup> variiert. Die gemessenen Kurven für Belastungen von 22, 24, 25, 26 und 27 kg/mm<sup>2</sup> sind in Bild 20 wiedergegeben. Wie man erkennen kann, zeigen diese Kurven trotz ihrer verschiedenen Belastung keine wesentlichen Unterschiede in der Form, sie besitzen sowohl einen exponentiellen wie auch einen logarithmischen Teil. Daß die Kriechgeschwindigkeiten teilweise nicht entsprechend den Belastungen ansteigen oder abfallen, ist auf die starken Streuungen zurückzuführen. Die Kurven für die Belastungen von 28 und 30 kg/mm<sup>2</sup> mußten mit einer veränderten Meßeinrichtung registriert werden, da die hohe Kriechgeschwindigkeit bei diesen Belastungen das notwendige Rückstellen der Schreiberfeder nach 1/10 mm Dehnung nicht mehr erlaubte. Diese veränderte Meßeinrichtung erlaubte nicht, die Kurven direkt nach der Belastung aufzuzeichnen, sodaß eine Aussage bei diesen Belastungen über den exponentiellen Anfangsteil nicht möglich ist. Die Kur-

ven für diese hohen Belastungen sind in Bild 21 dargestellt, wobei der Beginn der Aufzeichnung bei 100 sec. liegt. Diese Kurven zeigen, daß das logarithmische Kriechgesetz für die Belastungen ebenfalls seine Gültigkeit behält.

#### 4.1.3.b Einfluß der Temperatur

Als weiterer Versuchsparameter wurde der Einfluß einer Temperatur auf den Verlauf der Kriechkurven untersucht. Es war von Interesse festzustellen, ob das logarithmische Zeitgesetz, das die Kriechverformung vorausberechenbar steuert, auch bei höheren Temperaturen seine Gültigkeit behält. Es wurden daher Versuche bei Temperaturen von 150, 180 und 200°C durchgeführt. Die Belastung betrug 22 kg/mm<sup>2</sup>. Diese Kriechkurven wurden mit der gleichen Meßanordnung aufgezeichnet, wie sie bei den Belastungen von 28 und 30 kg/mm<sup>2</sup> benutzt wurde. Daher liegt der Beginn der Aufzeichnung erst bei 100 sec. nach Lastaufgabe und eine Aussage über den Anfangsteil des Kriechvorganges ist nicht möglich. Der Verlauf der Kurven ist in Bild 22 wiedergegeben. Wie sich zeigt, folgen die Kurven von homogenisierten Proben der aushärtbaren Legierung bis zu Temperaturen von 180°C dem logarithmischen Kriechgesetz. Oberhalb 180°C verliert das logarithmische Gesetz seine Gültigkeit und die Kurven zeigen einen exponentiellen Verlauf, der nicht durch eine einfache mathematische Beziehung zu beschreiben ist.

#### 4.1.3.c Einfluß des Aushärtungszustandes

Alle bisher mitgeteilten Ergebnisse waren an Proben gewonnen worden, die im homogenisierten Zustand vorlagen. Es war eine interessante Frage, wie sich das Kriechverhalten einer Probe ändert, wenn sie sich nicht mehr im homogenisierten Zustand befand.

Um den Einfluß der Auslagerung auf den Kriechkurvenverlauf quantitativ erfassen zu können, wurden die Auslagerungstemperaturen und -zeiten in den meisten Fällen so gewählt, daß

die bei den homogenisierten Proben verwendete Belastung von  $26 \text{ kg/mm}^2$  beibehalten werden konnte. Nur in einigen Fällen wurde der Auslagerungszustand so eingestellt, daß die Belastung erhöht werden mußte, damit noch ein deutliches Kriechen zu registrieren war. In den Bildern 23 bis 25 sind die Kriechkurven von ausgelagerten Proben wiedergegeben. Die Auslagerungstemperaturen lagen zwischen  $500$  und  $600^\circ\text{C}$ , die Auslagerungszeiten betragen 5 min. bis mehrere Stunden. Bei allen Versuchen wurde eine Belastung von  $26 \text{ kg/mm}^2$  gewählt.

Die Bilder zeigen, daß alle Kurven, unabhängig vom Entmischungszustand oberhalb 100 sec. einer logarithmischen Funktion folgen. Dies gilt ebenfalls für die Auslagerung bei  $700^\circ\text{C}$  während 15 Std., sowie für die Probe, die 1 Stunde bei  $800^\circ\text{C}$  ausgelagert wurde, wie Bild 26 zu entnehmen ist. Die Belastung lag bei diesen Versuchen bei über  $50 \text{ kg/mm}^2$ . Man kann somit feststellen, daß das logarithmische Gesetz durch Auslagerungen seine Gültigkeit nicht verliert.

Ein starker Einfluß der Auslagerung ist jedoch auf die Kriechvorgänge der ersten Sekunden vorhanden, wie Bild 27 zu entnehmen ist. In diesem Bild sind die Kriechkurven von 3 Proben nach einer Auslagerung bei  $600^\circ\text{C}$  eingezeichnet. Es läßt sich erkennen, daß eine Verkürzung des exponentiellen Teiles der Kriechkurve mit steigender Auslagerungszeit auftritt. Während der Beginn des logarithmischen Kriechens bei den homogenisierten Proben, wie bereits gezeigt, im allgemeinen oberhalb 10-30 Sekunden liegt, verschiebt sich dieser Beginn nach einer Auslagerungszeit von 5 min. auf etwa 2,5 sec. Nach einer Auslagerungszeit von 15 min. beginnt das logarithmische Kriechen bereits nach einer Versuchszeit von weniger als einer Sekunde und eine Auslagerungszeit von 1 Std. unterdrückt den Bereich des exponentiellen Kriechens fast ganz. Wie sich der Beginn des logarithmischen Kriechens mit zunehmender Auslagerungszeit bei  $600^\circ\text{C}$  zu immer kürzeren Zeiten verschiebt, ist in Bild 28 dargestellt.

Daß die Abnahme des exponentiellen Verlaufes der Kurve nicht ein Effekt der abnehmenden Kriechgeschwindigkeit ist, die durch die Auslagerung bewirkt wird, soll in Bild 29 gezeigt sein. In diesem Bild sind die Kriechkurven einer homogenisierten und einer 6 Stunden bei 500°C ausgelagerten Probe eingezeichnet. Die trotz der Auslagerung hohe Kriechgeschwindigkeit ist eine Folge der extremen "Weichheit" der hier gemessenen Probe im homogenisierten Zustand. Beide Proben zeigen eine gut übereinstimmende Kriechgeschwindigkeit. Man kann erkennen, daß der exponentielle Teil, der bei der homogenisierten Probe sehr ausgeprägt ist, bei der ausgelagerten Probe völlig verschwunden ist. Daß ein Zusammenhang zwischen dem Beginn des logarithmischen Kriechens und der "Weichheit" der Probe besteht, zeigen - trotz der starken Streuungen - auch die in Tabelle 2 angegebenen Werte. Man kann feststellen, daß der Beginn des logarithmischen Kriechens bei den Proben am spätesten einsetzt, deren Kurven die höchsten  $A_{\alpha}$ -Werte besitzen.

#### 4.1.3.d Einfluß der Erholungsglühung

Nachdem sich gezeigt hatte, daß die bei der Auslagerung sich bildenden Teilchen einen sehr starken Einfluß auf den Anfangsverlauf der Kriechkurve ausüben, war es naheliegend zu untersuchen, ob die Störung des Anfangsteiles auch durch Kaltverformung hervorgerufen wurde. Aus dieser Vorstellung heraus wurde in einer weiteren Versuchsreihe der Einfluß einer Kaltverformung über Erholungsglühungen verfolgt. Um bei den Glühungen den Einfluß von Ausscheidungen zu vermeiden, wurde diese Versuchsreihe mit Proben der nichtaushärtbaren Legierung durchgeführt. Das bisher beschriebene Kriechverhalten der aushärtbaren Legierung im homogenisierten Zustand und der nichtaushärtbaren Legierung stimmt so gut überein, daß angenommen werden darf, daß die an der nichtaushärtbaren Legierung gewonnenen Ergebnisse auch auf den Typ der aushärtbaren Legierung im nicht-ausgehärteten Zustand übertragen werden dürfen.

Die Versuche wurden folgendermaßen durchgeführt: Mehrere Proben

wurden bei  $1000^{\circ}\text{C}$  18 Std. geglüht und in Wasser abgeschreckt. Die Kriechkurven zeigen bei  $16\text{ kg/mm}^2$  Belastung einen Verlauf wie es zu erwarten war und in Bild 13 bereits wiedergegeben wurde.

Die wärmebehandelten Proben wurden anschließend auf einer Zerreißmaschine um etwa 1% gereckt. Bei einer Spannung von  $16\text{ kg/mm}^2$  zeigten diese Proben nach der Kaltverformung kein Kriechen mehr. Durch Glühungen wurde nun der Abbau der Kaltverformung anhand der Kriechkurven studiert. Nach jeder Glühung wurde die Probe neu der Belastung im Kriechversuch ausgesetzt und die gemessene Dehnung über der Zeit registriert. Typische Kriechkurven von Proben, die nach der Kaltverformung zwischen  $700$  und  $900^{\circ}\text{C}$  verschiedene Zeiten geglüht worden waren, sind in Bild 30 wiedergegeben. Man sieht, daß die Kriechkurven dem logarithmischen Zeitgesetz folgen und keinen oder einen nur sehr wenig ausgeprägten exponentiellen Teil besitzen. Diese Glühungen wurden solange fortgesetzt, bis die Proben wieder eine Kriechgeschwindigkeit zeigten, die in der gleichen Größe lagen, wie sie an den unverformten Proben beobachtet wurde. Es zeigte sich, daß alle Glühungen zwischen  $700$  und  $1500^{\circ}\text{C}$  keine erkennbare Zunahme der Kriechgeschwindigkeit bewirkten. Es ist auffallend, daß die Glühungen unabhängig von der Höhe der Temperatur und der Dauer stets zu Kriechkurven führten, die in einem schmalen Streuband liegen. Erst eine Glühung bei  $1100^{\circ}\text{C}$  bringt eine deutliche Beeinflussung des Kriechverhaltens und führt zu Kriechkurven, die denen der unverformten Probe gleichen. Trägt man die Dehnung, die sich nach einer Versuchszeit von 100 sec. im Kriechversuch ergibt, über der Glühtemperatur auf, so erhält man Bild 31. Die angegebenen Dehnungen sind Mittelwerte aus einer größeren Zahl von Versuchen. Deutlich erkennbar ist in dieser Auftragung der plötzliche Anstieg der Dehnung bei einer Glühtemperatur von  $1100^{\circ}\text{C}$ . Die Kriechkurven nach der Glühung bei  $1100^{\circ}\text{C}$  zeigen auch wieder einen deutlichen exponentiellen Teil, wie man aus Bild 32 ersehen kann, wo die Kriechkurve einer Probe wiedergegeben ist, die bei dieser Temperatur eine Stunde geglüht worden war. Schliffbilder von Proben vor

und nach der Glühung bei  $1100^{\circ}\text{C}$  zeigen keinen Unterschied, so daß von einer erkennbaren Rekristallisation nicht gesprochen werden kann.

#### 4.1.4 Einfluß der Auslagerung auf den Kriechvorgang

In den vorangegangenen Versuchen hatte sich gezeigt, daß die Auslagerungen das logarithmische Zeitgesetz nicht beeinflussen. Deutlich änderte sich durch die Auslagerungsbehandlung neben dem exponentiellen Anfangsteil vor allem der Kriechwiderstand der Probe, d.h. die Kriechgeschwindigkeit nahm ab. In der folgenden Untersuchung sollte versucht werden, den Einfluß der durch die Auslagerung hervorgerufenen Ausscheidung auf die Kriechgeschwindigkeit zu bestimmen. Da sich bei den Versuchen zur Reproduzierbarkeit des Kriechverhaltens gezeigt hatte, daß eine Homogenisierungsbehandlung zu sehr unterschiedlichen Kriechgeschwindigkeiten führen konnte, mußte der Vergleich zwischen der Kriechgeschwindigkeit vor und nach der Auslagerung so durchgeführt werden, daß zwischen den Versuchen die Proben nicht mehr einer Homogenisierungsbehandlung unterworfen wurden. Aus diesem Grunde wurden die Kriechgeschwindigkeiten nach folgender Versuchsdurchführung ermittelt: Die Proben wurden bei  $1150^{\circ}\text{C}$  homogenisiert und mit  $26\text{ kg/mm}^2$  kurzzeitig belastet. Die Kriechkurven wurden solange aufgezeichnet, bis sie mit Sicherheit dem logarithmischen Zeitgesetz folgten. Die Proben wurden anschließend der gewünschten Auslagerungsbehandlung unterworfen, ohne daß eine weitere Homogenisierungsbehandlung voranging und der weitere Kriechverlauf bei  $26\text{ kg/mm}^2$  ermittelt. Bei der Übertragung der Kriechkurven in einfachlogarithmischem Maßstab wurde die Kriechkurve der ausgelagerten Probe direkt an das Ende der Kriechkurve der Probe im homogenisierten Zustand angesetzt, so daß sich Zeiten und Dehnungen addierten. Auf diese Weise erhält man eine Kriechkurve, wie sie in Bild 33 wiedergegeben ist. Daß dieses Verfahren zulässig ist, konnte durch Versuche an nicht ausgelagerten Proben gezeigt werden.

Da die homogenisierte Probe dem logarithmischen Zeitgesetz folgt, ist es möglich, den Dehnbetrag zu bestimmen, den man



erhalten hätte, wenn der Kriechversuch nicht unterbrochen worden wäre. Dieser Dehnbetrag wurde dem wirklich gemessenen Betrag gegenübergestellt. Definiert man als Maß der Kriechgeschwindigkeit der homogenisierten Probe die Dehnung, die man erhalten würde, wenn der Kriechversuch der nicht ausgelagerten Probe nicht unterbrochen worden wäre und stellt diese Geschwindigkeit der wirklich gemessenen Kriechgeschwindigkeit der ausgelagerten Probe gegenüber, so erhält man einen Wert, der den Einfluß der Auslagerung charakterisiert. Der Einfluß der Auslagerung wurde in dieser Untersuchung definiert, als die nach der Auslagerung verbleibende mittlere Kriechgeschwindigkeit, angegeben in Prozent, der ursprünglichen mittleren Kriechgeschwindigkeit.

In manchen Versuchen ergibt sich nach der Auslagerung keine solch deutliche Erniedrigung der Dehnbeträge mit steigender Zeit, wie in Bild 33 zu sehen ist. Vor allem bei sehr kurzen Auslagerungszeiten und niedrigen Auslagerungstemperaturen steigt die Kriechgeschwindigkeit bei Wiederbelastung zunächst sehr stark an, fällt aber nach einigen Minuten wieder ab und geht danach in ein logarithmisches Kriechen über. Bei der Charakterisierung des Auslagerungseinflusses wurde diese Erhöhung nicht berücksichtigt, sondern graphisch eliminiert. In Bild 34 ist als Beispiel eine Kurve mit einer kurzzeitigen Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit dargestellt. Der angegebene Wert für den Auslagerungseinfluß wurde ohne Berücksichtigung dieser Erhöhung ermittelt. Nach dieser beschriebenen Methode wurde der Einfluß der Auslagerung bei Temperaturen von 400, 500, 550, 600, 650 und 700°C bestimmt. Die Auslagerungszeiten lagen zwischen einer Minute und mehreren Stunden. Trägt man die verbleibende prozentuale Kriechgeschwindigkeit nach den Auslagerungen auf über der Auslagerungszeit, so erhält man Werte, die sich trotz ihrer Streuung eindeutig durch Kurven verbinden lassen, wie sie in Bild 35 wiedergegeben sind. Man erkennt bei diesen Kurven den mit steigender Auslagerungstemperatur und -zeit erwarteten zunehmenden Einfluß der Auslagerung auf die Kriechgeschwindigkeit. Setzt man voraus, daß der gleiche Entmischungs-

zustand einen gleichen Einfluß auf die Kriechkurve hat, so läßt sich aus der Kurvenschar die Aktivierungsenergie für den Vorgang ermitteln, der zur Reduktion der Kriechgeschwindigkeit führt. In Bild 36 sind die Auslagerungszeiten, die zu einer Reduktion der Dehnung von 10, 50 und 80% nach einer konstanten Versuchszeit führen, aufgetragen über den  $1/T$ -Werten. Wie sich zeigt, lassen sich die Punkte recht gut durch die Geraden verbinden und so die Aktivierungsenergie bestimmen. Man erhält einen Mittelwert von etwa 15 kcal/Mol.

#### 4.2 Elektrische Leitfähigkeitsmessungen

Um einen Überblick über das Ausscheidungsverhalten der hier untersuchten aushärtbaren Nickellegierungen zu erhalten und damit eine Zuordnung des Entmischungszustandes zu den Änderungen der Kriechgeschwindigkeiten zu ermöglichen, wurde die elektrische Leitfähigkeit nach verschiedenen Auslagerungszuständen bestimmt. Die Auslagerungen wurden in den Temperaturintervallen zwischen 450 und 850°C durchgeführt. Die Ergebnisse sind in den Bildern 37 und 38 wiedergegeben, in denen die prozentuale Widerstandsänderung über der Auslagerungszeit aufgetragen ist.

Die Kurven lassen sich in zwei Gruppen einteilen. Die eine Gruppe besteht aus den Kurven für die Temperaturen von 450, 500 und 600°C. Diese Kurven zeigen mit steigender Auslagerungszeit einen Anstieg des elektrischen Widerstandes, der bei längeren Zeiten für die Temperatur von 600°C wieder abnimmt. Für die Temperaturen von 500 und 450°C wurde bei den erreichten Auslagerungszeiten ein Abfall des Widerstandes nicht festgestellt. Das Maximum dieser Kurven dürfte erst bei größeren Zeiten liegen. Die Höhe des Maximums verschiebt sich mit fallender Temperatur von etwa 5% Widerstandserhöhung bei 700°C auf mehr als 15% bei 500°C.

Die zweite Gruppe besteht aus Kurven für die Temperaturen von 700, 750 und 800°C. Diese Kurven zeigen - abgesehen von

einer leichten Erhöhung des Widerstandes zu Beginn - für die Temperaturen von  $700^{\circ}$  und  $750^{\circ}\text{C}$  einen deutlichen Abfall des Widerstandes mit steigender Zeit. Nach Auslagerungszeiten von ungefähr  $3 \cdot 10^3$  sec. werden Widerstandsabnahmen bis über 10% für die Temperatur von  $800^{\circ}\text{C}$  erreicht.

Unter der Annahme, daß die gleiche Menge ausgeschiedener Teilchen eine gleich große Widerstandsänderung bewirkt, ist es möglich, aus diesen Kurven, wenn auch nur näherungsweise, die Aktivierungsenergie für das Teilchenwachstum zu bestimmen. Zur Bestimmung der Energie wurden nur die Kurven für die Temperaturen von 700, 750 und  $800^{\circ}\text{C}$  verwendet, da bei diesen Temperaturen der Widerstand mit der Auslagerung abnahm und so das für Entmischungsvorgänge zu erwartende Bild zeigte. Die Tatsache, daß so die Aktivierungsenergie nur durch drei Punkte festgelegt wird, ergibt eine Unsicherheit bei der Bestimmung des Wertes. Trotzdem darf die Größenordnung der Energie als gesichert betrachtet werden. In Bild 39 ist die Auslagerungszeit für eine Erhöhung des Widerstandes um 0,5% aufgetragen über  $1/T$ . Die auf Grund der Steigung der Geraden sich ergebende Aktivierungsenergie beträgt etwa 95 kcal/Mol und liegt damit um den Faktor 7 höher als die aus den Kriechkurven ermittelte Energie.

#### 4.3 Elektronenmikroskopische Aufnahmen

Es war ein naheliegender Gedanke zu versuchen, den elektronenmikroskopischen Nachweis für die Ausscheidungen zu erbringen, die die Kriechgeschwindigkeit und den exponentiellen Teil der Kriechkurve so stark beeinflussen. Ein elektronenmikroskopischer Nachweis erschien umso interessanter, als die Kriech Eigenschaften nach Auslagerungen bei Temperaturen beeinflusst wurden, so die Messungen der elektrischen Eigenschaften einen Anstieg des Widerstandes zeigte, was vermuten ließ, daß es sich um sehr frühe Entmischungszonen handelte, wie sie auch bei den GP-Zonen bei der Aushärtung von Al sich ergeben. Die Auswertung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen ergab, daß erst ab einer Auslagerungstemperatur von  $700^{\circ}\text{C}$  und einer Auslage-

rungszeit von einer Stunde Ausscheidungen sichtbar werden. In den Bildern 41 und 42 sind die Aufnahmen von Proben wiedergegeben, die verschiedene Zeiten bei 700°C und 850°C ausgelagert wurden.

Bei einer Auslagerungszeit von 3 Minuten bei 700°C läßt das Bild keine eindeutige Aussage zu. Möglicherweise sind die dunklen Schatten bereits der Beginn der Ausscheidung. Sehr deutlich und klar ausgebildet sind die runden Teilchen nach einer 50-stündigen Glühung bei 700°C. Die gegenüber der Auslagerungszeit von 1 Stunde schon deutlich im Durchmesser gewachsenen Ausscheidungen werden bei einer Temperatur von 850°C noch größer und wie in Bild 41 zu sehen ist, weisen die Schatten um die Teilchen auf starke Spannungsfelder hin.

#### 5. Diskussion der Ergebnisse

Bevor im folgenden versucht werden soll, die gefundenen Ergebnisse in den Rahmen der heute in der Literatur bekannten Vorstellungen einzufügen, scheint es nützlich, die wichtigsten Ergebnisse dieser Untersuchung noch einmal kurz darzustellen.

Es ist trotz äußerster Sorgfalt beim Einstellen der Versuchsbedingungen nicht möglich, die Streuungen im Kriechverhalten der Proben zu vermeiden. Die Untersuchungen über die Ursachen dieser Streuungen führen zu dem Schluß, daß die Abkühlungsgeschwindigkeit als deutlichste Einflußgröße angesehen werden muß. Daß die Streuungen bei den homogenisierten aushärtbaren Proben am stärksten auftreten, entspricht der Vorstellung, daß unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten zu unterschiedlichen Entmischungszuständen führen und sich so die Streuungen im Kriechverhalten ergeben.

Unabhängig von den Streuungen zeigen alle homogenisierten Proben einen ähnlichen Kriechkurvenverlauf. Die Analyse des Verlaufes zeigt, daß die Kriechkurven sich in drei Bereiche einteilen lassen. In den ersten Sekunden, die durch die günstigen

apparativen Voraussetzungen sehr genau erfaßt werden können, folgt die Kriechkurve einem exponentiellen Zeitgesetz der Form  $\epsilon = A_B t^{1/3} - C$ . Auswertungen einer großen Zahl an Versuchen zeigen, daß die zeitliche Gültigkeit dieses Gesetzes durchschnittlich etwa 4-5 Sekunden beträgt. In dem sich anschließenden Teil der Kurve geht das exponentielle Gesetz allmählich in ein logarithmisches Zeitgesetz über. Dieser Übergangsbereich, dem im Kriechgeschwindigkeits-Zeitgesetz der Übergang des Exponenten von  $-2/3$  auf  $-1$  zugeordnet werden kann, umfaßt etwa 15-20 sec. Oberhalb dieser Zeit folgt die Dehnung dem logarithmischen Zeitgesetz, das, wie Langzeitversuche gezeigt haben, seine Gültigkeit nicht mehr verliert.

Versuche mit verschiedenen Belastungen lassen erkennen, daß die Gültigkeit des logarithmischen Zeitgesetzes nicht beeinträchtigt wird. Eine Untersuchung über den Einfluß von Ausscheidungen auf die Kriechkurven führt zu dem Ergebnis, daß das logarithmische Gesetz unabhängig vom Entmischungsgrad erhalten bleibt.

Einen starken Einfluß auf den exponentiellen Anfangsteil lassen die Versuche mit Proben verschiedenen Entmischungsgrades erkennen. Es zeigt sich, daß mit steigendem Entmischungsgrad der exponentielle Teil immer stärker zurückgedrängt wird, bis das logarithmische Gesetz den Kriechverlauf völlig bestimmt.

Versuche an kaltverformten Proben, die einer steigenden Erholungsglühung unterworfen wurden, zeigen, daß eine Kaltverformung den Kriechkurvenverlauf in gleicher Weise beeinflusst wie Ausscheidungen. Auch durch Kaltverformung wird der Gültigkeitsbereich des logarithmischen Gesetzes zu immer früheren Zeiten hin verschoben. Die Erholungsglühungen führen zu dem Ergebnis, daß die eingebrachte Kaltverformung in zwei Stufen abgebaut wird.

Bis zu Temperaturen von  $1050^{\circ}\text{C}$  bleibt ein Betrag an Kaltverformung erhalten, der erst ab  $1100^{\circ}\text{C}$  ausgeheilt wird. Bis zu dieser Temperatur zeigen die Kurven einen nur geringen exponentiell-

len Anfangsteil, während die Kriechkurven nach einer Glühung bei  $1100^{\circ}\text{C}$  wieder einen ausgeprägten exponentiellen Teil und einen Übergangsbereich besitzen. Die Kriechgeschwindigkeit, die durch die Glühungen bis  $1050^{\circ}\text{C}$  kaum beeinflusst wird, steigt nach der  $1100^{\circ}\text{C}$ -Glühung ebenfalls stark an.

Über den Einfluß der Ausscheidungen auf die Kriechgeschwindigkeit war es möglich, die Aktivierungsenergie für das Wachstum der zu Reduktion der Kriechgeschwindigkeit führenden Vorgänge zu ermitteln. Man findet eine Aktivierungsenergie, die nur etwa einem Fünftel der für das Wachstum von  $\gamma'$ -Teilchen bekannten Energie entspricht.

Diese Ergebnisse sollen im einzelnen nun diskutiert werden.

Nach der heute allgemein akzeptierten Vorstellung<sup>25)</sup> härten die Ni-Cr-Fe-Legierungen mit Zusätzen von Al und Ti über die kohärente  $\gamma'$ -Phase aus. Nach P.S. Rudman, P.A. Flinn und B.L. Averbach<sup>26)</sup> ergeben sich beim Abschrecken des übersättigten Mischkristalles Nahordnungszonen. Diese Nahordnungszonen sind kleine Bereiche, die eine Anhäufung von Atomen darstellen, an denen der Mischkristall übersättigt ist. Diese Cluster sind Keime für die kohärente geordnete  $\gamma'$ -Ausscheidung, die aus  $\text{Ni}_3(\text{Al},\text{Ti})$ -Teilchen besteht. Bei diesen Teilchen sind Al-Atome der  $\text{Ni}_3\text{Al}$ -Ausscheidungen teilweise durch Ti-Atome ersetzt.

Das Wachstum dieser Ausscheidungen läßt sich in zwei Phasen einteilen. Der erste Teil umfaßt ein Wachstum der Zonen bis zu einer Größe von  $30 \text{ \AA}$ . Das Wachstum der Teilchen erfolgt sehr rasch und ist durch die hohe Leerstellenübersättigung, die durch den Abschreckvorgang erreicht wird, beeinflusst<sup>27,28)</sup>. Der zweite Anteil des Ausscheidungsvorganges ist durch ein langsames Wachsen der Teilchen charakterisiert, das durch die Oberflächenenergie der Teilchen gesteuert wird. Die Frage, ob es beim Abschreckvorgang schon zur Ausbildung von Zonen kommt, scheint abhängig zu sein von der Übersättigung des Mischkristalles. Bei Ni-Legierungen mit Al-Gehalt oberhalb 8-Atom-% finden E. Hornbogen und M. Mucherjee<sup>29)</sup>, daß diese Legierung

sich nach dem Abschreckvorgang nicht im homogenisierten Zustand befindet; d.h., es wird keine statistische Verteilung der Al-Atome im Mischkristall erreicht, sondern es kommt bereits zu diesem frühen Zeitpunkt zur Ausbildung von Zonen.

Während die Verformung im kubisch-flächenzentrierten homogenen Gitter durch die Wanderung von Einzelversetzungen erfolgt, wobei die Versetzung bevorzugt in einer Gleitebene bleibt, kommt es bei Abwesenheit von kohärenten Ausscheidungen mit einer Überstruktur zu Beeinflussungen der Versetzungsbewegungen, wobei die Versetzungen sich paarweise bewegen <sup>30)</sup>. Grundsätzlich sind zwei Wechselwirkungen zwischen den Versetzungen und den Zonen möglich. Entweder die Entmischungszone wird nicht durchgeschnitten, dann kommt es zur Bildung eines Versetzungsringes, wie er nach dem Orowan-Mechanismus erwartet wird, oder die Zonen werden durchgeschnitten, bevor die äußere Schubspannung groß genug ist. Welcher Vorgang zum Tragen kommt, hängt von einer Reihe Faktoren ab, die hier nicht diskutiert werden sollen. In jedem Falle aber wird die kritische Schubspannung durch die Ausscheidungen erhöht.

Auf Grund der Vorstellungen über den Beginn der kohärenten Ausscheidungen in diesem Typ von Ni-Legierungen und dem Mechanismus der Beeinflussungen der Verformungen durch diese Ausscheidungen, lassen sich die starken Streuungen der Kriechgeschwindigkeiten und die Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit erklären. Im Prinzip sind zwei Annahmen über den Beginn der Ausscheidungen in den hier untersuchten Kriechproben sinnvoll. Es ist vorstellbar, daß die Homogenisierungsglühung in der Matrix keine statistische Verteilung der Al- und Ti-Atome bewirkt und die Bildung von Zonen bereits vor dem Abschreckvorgang liegt. Während des Abkühlvorganges wachsen die Zonen auf Grund der hohen Leerstellenkonzentration rasch an. Eine unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeit bedeutet verschiedene Zeiten für das Wachstum und verschieden hohe Leerstellenkonzentration. Durch beide Tatsachen kann es zu unterschiedlich stark ausgebildeten Entmischungszonen kommen. Nimmt man an, daß die Ausbildung von Nahordnungsbereichen erst mit Beginn des Abschreckvorganges einsetzt,

so ergibt sich ein gleiches Bild, wie bei der bereits geschilderten ersten Annahme, wobei lediglich sich ein Unterschied in der absoluten Größe der Zonen ergeben kann. Ob die erste oder die zweite Annahme richtig ist, läßt sich an Hand der Versuche nicht klären und ist auch für die Beurteilung des Einflusses der Zonen auf die Kriechgeschwindigkeit nicht von Bedeutung.

Im folgenden soll versucht werden, den Einfluß der Zonen auf die Kriechgeschwindigkeit zu analysieren, wobei vor allem die Kenntnisse über den Einfluß der Auslagerung bei einer unterbrochenen Kriechkurve berücksichtigt werden soll.

Nach den Vorstellungen über das Kriechen im Temperaturbereich, in dem dieser Vorgang noch nicht diffusionsgesteuert ist, sind die thermisch aktivierten Schneidprozesse zwischen Versetzungen als die geschwindigkeitsbestimmenden Größen anzusehen <sup>16)</sup>. Seeger setzt die durch die Schneidprozesse sich ergebende Abgleitung pro Zeiteinheit durch eine Arrhenius-Gleichung an, da es sich um einen thermisch aktivierten Vorgang handelt. Man erhält für die Kriechgeschwindigkeit:

$$\dot{\epsilon} = A \exp. - \frac{U(K)}{kT}$$

A ist hierbei eine Konstante, U ist die Aktivierungsenergie für den Schneidprozeß und K ist die Kraft, die auf den Durchschneidungspunkt wirkt.

Wie die Auslagerungsversuche gezeigt haben, nimmt die Kriechgeschwindigkeit auf Grund der durch die Auslagerung sich ergebenden  $\gamma'$ -Teilchen ab. Geht man von der oben aufgezeigten Vorstellung über die Kriechgeschwindigkeit aus, so muß man folgern, daß die Zahl der Abgleitungen pro Zeiteinheit durch die gebildeten Teilchen reduziert wird. Folgt man dem Bild weiter, so erscheint die Abnahme dadurch erklärbar, daß man annimmt, daß die Zahl der Versetzungen, die aktiviert werden können und so zu Schneidprozessen führen, durch die Ausscheidungen verringert wird. Jede Versetzung, die in ihrer Bewegung von einem Teilchen gehindert wird, wird dort festgehalten werden, da zur Überwin-



dung des Hindernisses eine höhere Schubspannung notwendig ist. Da die Kriechgeschwindigkeit mit der Auslagerungstemperatur und -zeit und also mit der Teilchengröße abnimmt, muß angenommen werden, daß ein direkter Zusammenhang zwischen der Teilchengröße und den pro Zeiteinheit möglichen Schneidprozessen besteht. Eine Beeinflussung der zur Durchschneidung notwendigen Energie über eine Erhöhung der Differenz von angelegter Spannung und notwendiger Spannung ist nicht vorstellbar, da selbst bei der Annahme, daß die Teilchen zu starken Kohärenzspannungsfeldern führen, was bei den sehr kleinen Zonen zu diesem frühen Zeitpunkt nicht glaubhaft ist, kein Grund für eine systematische Erniedrigung der am Durchschneidungspunkt auftretenden Spannung gesehen werden kann. Es ist daher sinnvoll anzunehmen, daß mit steigender Teilchengröße die pro Teilchen festgehaltenen Versetzungen zunehmen und es so zur Reduktion der Kriechgeschwindigkeit kommt. Das sich anbietende Argument, daß die Reduktion eine Folge der sich ändernden Teilchenzahl auf Grund der Auslagerungszeit ist, entfällt, da es nicht vorstellbar ist, daß die Zeit, die für das Wachstum der Teilchen zur Verfügung steht, ausreicht, um eine "Ostwald-Reifung" zu ermöglichen.

Lassen sich die streuenden Kriechgeschwindigkeiten auf Grund der Ausscheidungsvorgänge und ihrer Beeinflussung der Kriech-eigenschaften gut verstehen, so zeigen die Versuche an Proben der nichtaushärtbaren Legierungen, daß der unterschiedliche Entmischungszustand nicht der einzige Grund der Streuungen sein kann, da auch diese Proben Streuungen im Kriechverhalten zeigen. Die Ursache hierfür dürfte ebenfalls in der Abkühlgeschwindigkeit zu suchen sein. Man muß annehmen, daß unterschiedlich stark entwickelte Gitterfehler mit ihren Spannungsfeldern durch die rasche Abkühlgeschwindigkeit erzeugt werden, die zusammen mit einer hohen Leerstellenkonzentration zu Streuungen im Kriechverhalten führen. So berichtet G. Lucas und G. Masing<sup>8, 12)</sup> von starken Streuungen im Kriechverhalten bei Al-Draht. Den Autoren gelang es, durch eine spezielle Wärmebehandlung die Reproduzierbarkeit stark zu verbessern. Es ist anzunehmen, daß durch diese Wärmebehandlung eine Beseitigung von besonders instabilen

Gitterdefekten erreicht wurde, die zu starken unterschiedlichen Kriecheigenschaften führten. Diese Ergebnisse zeigen, daß die Streuungen im Zusammenhang mit der Vorgeschichte der Probe stehen. Als entscheidende Größe der Vorgeschichte muß bei gleicher Glühtemperatur die Abkühlgeschwindigkeit angesehen werden. Ein systematischer Zusammenhang zwischen Abkühlgeschwindigkeit und Kriechgeschwindigkeit war bei den hier untersuchten nicht aushärtbaren Proben nicht nachweisbar. Inwieweit auch bei diesem Legierungstyp Ausscheidungsvorgänge eine Rolle spielen, ist ungeklärt. Wenn auch hier in erster Linie an nicht kohärente Ausscheidungen gedacht werden soll, z.B. an Karbide, und man daher annehmen darf, daß diese Vorgänge auf Grund der notwendigen Keimbildungsarbeiten nicht so rasch ablaufen, so ist bei der Kompliziertheit dieser technischen Legierung auch die Bildung kleinster Mengen von kohärenten Ausscheidungen nicht auszuschließen.

Die Untersuchungen über den Einfluß der durch Kaltverformung eingebrachten Gitterfehler und ihre Auflösung durch Erholungsglühungen lassen Rückschlüsse auf die zur Reduktion der Kriechgeschwindigkeit führenden Gitterfehler zu. Nach den Untersuchungen von Gay, Hirsch und Kelly <sup>31)</sup> ergibt sich durch eine Verformung bei Raumtemperatur für ein polykristallines Gefüge eine Substruktur, die aus verschiedenen stark verformten Bereichen besteht. Die Versetzungsdichte ist in den Subkorngrenzen sehr viel höher als in den Körnern selbst. Durch Glühungen bei Rekristallisationstemperatur werden die erzeugten Gitterfehler ausgeheilt. Die Ergebnisse der Versuche von L.M. Clarebrough und Mitarbeiter <sup>32,33)</sup> zeigen, daß bei reinem Nickel mit drei Ausheilstufen nach einer Kaltverformung gerechnet werden kann. Die beiden ersten Stufen ergeben sich durch die Ausheilung der Zwischengitteratome und der Leerstellen, während die dritte Stufe, je nach Kaltverformung, oberhalb 600°C liegt und durch die Rekristallisation begrenzt ist. In dieser dritten Stufe werden Versetzungswälle aufgelöst, heilen Versetzungen aus und wandern Versetzungen vom Innern der Unterbereiche in die Korngrenzen.

Die eigenen Versuche zeigen, daß eine Kaltverformung von etwa 1% ausreicht, um die kritische Schubspannung so zu erhöhen, daß bei der angelegten Spannung jede Kriechverformung unterbunden wird.

Glüht man die Proben im Temperaturbereich zwischen 600 und 1100°C, so erkennt man, daß die Ausheilung der Kaltverformung in zwei Stufen erfolgt. Die Glühungen im Temperaturbereich zwischen 600 und 1050°C führen zu einem Zustand, der ein geringes und von der Glühtemperatur unabhängiges Kriechen ermöglicht. Wenn man von der Vorstellung ausgeht, daß durch die Kaltverformung, die bei der angelegten Spannung am Durchschneidungspunkt von Versetzungen notwendige Kraft nicht vorhanden ist, so kann man das durch die Glühungen auftretende Kriechen so verstehen, daß ein geringer Teil der festgehaltenen Versetzungen frei wird und es so zu der Kriechverformung kommt. Es ist anzunehmen, daß bei den Versetzungsaufstauungen, die durch die Kaltverformung hervorgerufen werden, ein Teil der Versetzungen, die z.B. durch einen Kletterprozeß eine freie Gleitebene finden, nun den Kriechprozeß ermöglichen. Auf diese Weise kommt es zu einem Kriechen, das fast unabhängig von der Glühtemperatur ist, oder nur einen leichten Anstieg der Kriechgeschwindigkeit zeigt. Da es erst nach der Glühung bei 1100°C zu einem starken Kriechen kommt, ist zu schließen, daß erst ab dieser Temperatur die Versetzungswälle aufgelöst werden und so ein dem unverformten Gitter weitgehend ähnlicher Zustand hergestellt wird.

Unabhängig von den zu Streuungen führenden Parametern zeigen alle gemessenen Kriechkurven eine gleiche Dehnungs-Zeitabhängigkeit, die für längere Zeiten eine logarithmische Form besitzen. Wie die Versuche ergeben, wird diese Abhängigkeit sowohl bei der aushärtbaren, wie bei der nichtaushärtbaren Legierung beobachtet. Die Auslagerungsversuche zeigen ferner, daß der Entmischungszustand die logarithmische Form der Kriechkurve nicht verändert. Diese Ergebnisse können nur so verstanden werden, daß der geschwindigkeitsbestimmende Verformungsgang unabhängig vom Zustand der Proben sich mit steigender Verformung in gleicher Weise verändert.

Nach der Erschöpfungstheorie, wie sie von Mott und Nabarro erstmals formuliert wurde, ist die Unabhängigkeit des logarithmischen Gesetzes vom Zustand der Probe so zu deuten, daß man annimmt, daß die Verteilungskurven der Aktivierungsenergien durch den Zustand der Proben nicht beeinflußt werden. Nach der von Seeger vorgeschlagenen Theorie, bei der die Schneidprozesse den Verformungsvorgang bestimmen, bedeutet die gefundene Unabhängigkeit des logarithmischen Zeitgesetzes, daß die Änderung der Aktivierungsenergie des Schneidens der Versetzungen mit steigender Verformung unabhängig vom Ausgangszustand bleibt. Die Veränderungen der Kriechgeschwindigkeit, die die logarithmische Form des Zeitgesetzes nicht beeinflußt, bedeutet, sowohl für die Vorstellungen der Erschöpfungstheorie, wie auch für die zweite Theorie, daß sich die Zahl der aktivierten Prozesse pro Zeiteinheit ändert. Wie sich die Aktivierungsenergie mit der Verformung ändert, ist an Hand der hier erhaltenen Ergebnisse nicht zu klären. Der für den Bereich I der Verfestigungskurve eines Einkristalles angegebene Zusammenhang zwischen der Aktivierungsenergie  $U$  und der Abgleitung  $\Delta a$  ist nicht auf polykristallines Material übertragbar, da hier keine "easy-glide"-Prozesse stattfinden können. Die Abgleitung des logarithmischen Zeitgesetzes ergibt sich bei Seeger nur für den Bereich I, da dort die Waldversetzungsdichte einen konstanten Wert besitzt. Diese Tatsache darf aber nicht zur Beurteilung der Anwendbarkeit der dieser Ableitung zu Grunde liegenden Vorstellung herangezogen werden, da die formulierte Theorie quantitativ auf experimentell ermittelte Zusammenhänge an Einkristallen zugeschnitten ist. Da auch bei polykristallinem Material das logarithmische Zeitgesetz auftritt, muß daher angenommen werden, daß die Verformungsabhängigkeit der durch Sekundärleitung sich ändernden Waldversetzungsdichte zu einem Exponenten des Kriechgeschwindigkeitsgesetzes von eins führt.

Die logarithmische Form des Zeitgesetzes wird, wie die Versuche mit verschiedenen Belastungen zeigten, durch höhere Spannungen nicht beeinflußt. Dieses Ergebnis läßt sich in das Bild über den Mechanismus der Verformung eingliedern. Eine höhere

Spannung bedeutet eine am Durchschneidungspunkt größere Kraft und im Falle von bereits vorhandenen kleinen Entmischungszonen eine geringe Zahl an festgehaltenen Versetzungen. Beide Effekte führen zu einer erwarteten Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit, ohne daß eine Änderung der Abhängigkeit des geschwindigkeitsbestimmenden Verformungsvorganges vom Verformungsgrad eintritt. Diese Tatsache ist nicht trivial. Es ist denkbar, daß bei sehr hohen Spannungen, die zu starken Verformungen innerhalb kurzer Zeit führen, die für die logarithmische Abhängigkeit notwendige lineare Beziehung zwischen der Aktivierungsenergie und der Aktivierungsspannung nicht mehr existiert, sondern durch eine andere mathematische Beziehung ersetzt werden muß. Aus den hier durchgeführten Versuchen mit Belastungen zwischen 20 und 30 kg/mm<sup>2</sup> ist daher zu schließen, daß in diesem Bereich die sowohl in der Erschöpfungstheorie wie auch in der Theorie, die den Verfestigungseinfluß berücksichtigt, angenommene lineare Abhängigkeit der Aktivierungsenergie von der Spannung gültig bleibt.

Der Übergang vom logarithmischen Kriechen zum exponentiellen Zeitgesetz, der, wie die Versuche zeigen, zwischen 180 und 200°C erfolgt, deckt sich mit den bereits zitierten Ergebnissen von Olds und von Wyatt. Auch diese Autoren finden mit steigender Temperatur einen Übergang vom logarithmischen zum exponentiellen Kriechen. Die Auswertung der eigenen Versuche für eine Temperatur von 200°C zeigt, daß die zuerst vermutete Superposition von exponentiellem und logarithmischem Gesetz, wie sie z.B. von Haasen und Leibfried bei Al gefunden wurde, nicht existiert. Es ist nicht gelungen, die Kriechkurven dieser Temperatur in eine einfache mathematische Form zu bringen. Offensichtlich sind die ablaufenden Vorgänge in ihrer nach außen als Dehnung sich zeigenden Gesamtwirkung sehr komplex, so daß, wie bei den von Wyatt gefundenen Kriechkurven an Cadmium, ein überschaubarer mathematischer Zusammenhang nicht existiert. Es ist möglich, daß bei Temperaturen ab 200°C z.B. Vorgänge wie Korn-grenzengleiten oder erste Erholungsvorgänge mit zur Gesamtverformung beitragen und so zu komplizierten Zusammenhängen führen.

Die Kurven der homogenisierten Proben der aushärtbaren Legierungen, sowie die Proben der nichtaushärtbaren Legierungen zeigen zu Beginn des Kriechvorganges eine höhere Kriechgeschwindigkeit als sie nach dem logarithmischen Zeitgesetz zu erwarten ist. Dieser erste Teil läßt sich durch eine  $t^{1/3}$ -Darstellung wiedergeben. Die Form dieser Abhängigkeit entspricht der des sogenannten Andrade-Kriechens. Dieses  $t^{1/3}$ -Kriechgesetz ist in der Literatur oft beschrieben und an sehr verschiedenen Werkstoffen gefunden worden. Die Aussage, daß es sich hier um ein Andrade-Kriechen handelt, ist bedeutungslos, da die von Andrade zum ersten Mal beobachtete  $t^{1/3}$ -Dehnungsabhängigkeit nicht an die Vorstellungen eines bestimmten Kriechmechanismus geknüpft ist. Man findet einen Exponenten von  $1/3$  für das Zeitgesetz sehr oft bei Materialien, die einer verhältnismäßig großen Belastung ausgesetzt wurden. Ein bestimmter gemeinsamer Mechanismus kann diesem Gesetz nicht zu Grunde liegen, da man diese Abhängigkeit an Zelluloid wie auch an Einkristallen und polykristallinem Gefüge beobachtet hat. Die vor allem von Wyatt herausgestellte Tatsache, daß mit steigender Temperatur das logarithmische Gesetz abgelöst wird durch einen stärker werdenden  $t^{1/3}$ -Teil, dem sogenannten  $\beta$ -Kriechen, deckt sich mit dem von Mott vertretenen Versuch, daß  $\beta$ -Kriechen als Einschwingvorgang in das stationäre Kriechen zu erklären. Zweifellos kann das in dieser Arbeit beobachtete exponentielle Kriechgesetz mit einem Exponenten von  $1/3$  nicht durch die oben zitierten Vorstellungen erklärt werden. Auch scheint die von Seeger geäußerte Vermutung, daß es sich beim  $\beta$ -Kriechen um Vorgänge im Bereich III der Verfestigungskurve von kubisch-flächenzentrierten Einkristallen handelt, nicht für die hier zur Diskussion stehende Erscheinung anwendbar. Die Versuche zeigen, daß dieses  $t^{1/3}$ -Kriechen eher als ein Einschwingvorgang in das logarithmische Gesetz aufgefaßt werden kann, was auch den mehr oder weniger stark ausgebildeten Übergangsbereich erklärt. Daß der hierbei zu Beginn auftretende Exponent von  $1/3$  mit dem Andrade-Kriechen identisch ist, ist vermutlich zufällig.

Welcher Mechanismus zu dieser höheren Kriechgeschwindigkeit

führt, ist an Hand der Versuche nicht zu erkennen. Eine Erklärung für die Tatsache, daß ein exponentielles Gesetz vorliegt, kann rein formal dadurch gegeben werden, daß man annimmt, daß der für das logarithmische Kriechen angesetzte lineare Zusammenhang zwischen der Aktivierungsenergie und der Spannung bei Beginn des Kriechens nicht erfüllt ist. Diese Abhängigkeit wird erst erreicht, nachdem eine bestimmte Zahl an Verformungsbeiträgen erbracht ist. Daß nicht ein Absolut-Betrag an Dehnung Voraussetzung für den Übergang zum logarithmischen Kriechen ist, zeigt Tabelle 2, wo die eingetragenen Zeiten für das Ende des  $t^{1/3}$ -Bereiches und für den Anfang des logarithmischen Teiles keinen Zusammenhang erkennen lassen. Es ist bekannt, daß der Zusammenhang zwischen Aktivierungsenergie und Aktivierungsspannung unterschiedlich angesetzt werden kann und vom Zustand des Gitters abhängt. Becker gibt für diesen Zusammenhang eine quadratische Funktion an, während Nabarro und Mott für ausscheidungsgehärtete Legierungen eine exponentielle Abhängigkeit ableitet<sup>34)</sup>. Beide Ansätze führen zu einem exponentiellen Kriechgesetz.

Die im exponentiellen Anfangsteil ablaufenden Vorgänge stehen in direkter Beziehung zu den im logarithmischen Teil sich ergebenden Verformungen, wie Bild 18 zu entnehmen ist, wo die  $A_{\alpha}$ - und  $A_{\beta}$ -Werte eingezeichnet sind. Diese beiden Faktoren bestimmen die absolute Höhe der Kriechgeschwindigkeit. Sie sind ein Maß für die Zahl der pro Zeiteinheit sich bewegenden Versetzungen, ohne daß dabei eine Aussage über die Änderung der Kriechgeschwindigkeit mit der Zeit verbunden ist. Das unabhängig von der Größe der Werte gefundene Verhältnis von  $A_{\alpha}$  zu  $A_{\beta} = 1,2$  bedeutet nach der Erschöpfungstheorie, daß die Verteilungskurve der aktivierbaren Elemente unabhängig von der Zahl der Elemente und stets gleich ist. Dieses gefundene Verhältnis erlaubt ferner, auf Grund der Kenntnis des Kriechverhaltens der ersten Sekunden auf die nach längeren Zeiten zu erwartende Dehnung zu extrapolieren.

Wie die Auslagerungsversuche gezeigt haben, wird der exponen-

tielle Anfangsteil sehr stark durch Ausscheidungen beeinflusst. Unabhängig von der Höhe der Kriechgeschwindigkeit ändert sich die Kriechgeschwindigkeit im exponentiellen Anfangsteil sehr viel weniger mit der Zeit als im logarithmischen Teil; d.h. die Differenz zwischen der Zahl von aktivierten Elementen pro Zeiteinheit zum Zeitpunkt  $t_1$  und der Zahl zum Zeitpunkt  $t_2$  ist im exponentiellen Bereich kleiner als im logarithmischen. Anders ausgedrückt heißt das, daß die Änderung der Zahl von Versetzungen, die für eine konstante Aktivierungsspannung nicht aktiviert werden kann, im  $t^{1/3}$ -Bereich kleiner ist, als im logarithmischen Teil der Kriechkurve. Man muß also annehmen, daß zu Beginn des Kriechens die Abnahme der pro Zeiteinheit aktivierten Versetzungen langsamer erfolgt, da noch keine Hindernisse im Gitter einen Einfluß auf die aktivierbaren Elemente ausüben. Nach und nach nimmt der Spannungszustand im Material aufgrund der bereits gewanderten Versetzungen und der dadurch entstandenen Aufstauungen so zu, daß sich ein Zustand einstellt, der zu der für das logarithmische Gesetz notwendigen Abnahme der Versetzungen, die pro Zeiteinheit aktiviert werden, führt. Die Auslagerungsbehandlung führt zu einem Zustand, wie man ihn für einen späteren Zeitpunkt bei einer nicht ausgelagerten Probe findet. Je stärker die Auslagerung ist, umso früher wird der Zustand erreicht, der eine stärkere Abnahme der pro Zeiteinheit aktivierbaren Versetzungen zur Folge hat.

Die Beeinflussung des exponentiellen Anfangsteiles durch eine Kaltverformung, wie sie an den Proben der nicht aushärtbaren Legierung gefunden wurde, entspricht den Vorstellungen, wie sie für die Beeinflussung durch Ausscheidungen ergeben. Auch durch eine Kaltverformung wird eine Art "easy-glide"-Möglichkeit im weitgehend ungestörten Gitter, die zur  $t^{1/3}$ -Abhängigkeit führt, verhindert. Eine vor dem Versuch eingebrachte Kaltverformung bedeutet eine Verschiebung des Versuchsbeginns in dem logarithmischen Teil der Kriechkurve.

Die aus der Reduktion der Kriechgeschwindigkeit ermittelte niedrige Aktivierungsenergie für das Teilchenwachstum wird ver-



ständig, wenn man berücksichtigt, daß die Teilchen außerordentlich klein sind. Wahrscheinlich liegt die Größe der gebildeten  $\gamma'$ -Teilchen noch in dem Gebiet, wo die durch das Abschrecken hervorgerufene überhöhte Leerstellenkonzentration das Wachstum stark beeinflußt. Diese Möglichkeit wurde, wie bereits berichtet, von F. Seitz und von de Sorbo und Mitarbeitern beschrieben. Auch W. Köster und G. Hofmann <sup>35)</sup> berichten über sehr geringe Aktivierungsenergien bei der Kaltaushärtung einer Al-Zn-Legierung, die sich auf Grund der hohen Leerstellenkonzentration ergibt. K. Detert und H. Pohl <sup>36)</sup> finden ebenfalls sehr kleine Q-Werte bei der Untersuchung über das Ausscheidungsverhalten von Ni-Legierungen mit Al- und Ti-Zusätzen. Auch diese Autoren geben als Ursache für die geringen Werte die erhöhte Leerstellenkonzentration an.

Daß die aus den elektrischen Widerstandsmessungen sich ergebende Aktivierungsenergie von ungefähr 95 kcal/Mol weit höher und in der Größenordnung der Selbstdiffusion liegt, wie von W.J. Mitchell <sup>37)</sup> für Inconel X angegeben wird, ist verständlich, da dieser Q-Wert aus Messungen bei Temperaturen ab 700°C bestimmt wurde. In diesem Temperaturbereich erfolgen die Diffusionsvorgänge schon so schnell, daß auch nach kurzer Zeit bereits die  $\gamma'$ -Teilchen in der vorher beschriebenen Phase 2 des Wachstums sich befinden. Deutlich zeigen auch die beiden Gruppen von Widerstandskurven, wie sie bei den Versuchsergebnissen aufgeteilt dargestellt wurden, daß es sich um verschiedene Wachstumsphasen handelt, da bei der ersten Gruppe Widerstandsanstiege mit der Zeit festgestellt wurden, während die zweite Gruppe der Kurven für die Temperaturen von 700 bis 850°C einen Widerstandsabfall zeigen.

Oberhalb 650°C befindet man sich also in einem Gebiet, wo die durch das Abschrecken eingefrorene Leerstellenkonzentration gegenüber der im thermischen Gleichgewicht sich befindenden Konzentration keinen so starken Unterschied mehr darstellt und wo die zum Wachstum der Teilchen notwendigen Al- und Ti-Atome bereits größere Diffusionswege zurückzulegen haben. Diese Vorstel-

lung macht verständlich, daß die Aktivierungsenergie des Teilchenwachstums in dieser Wachstumsphase in der Größenordnung der Selbstdiffusion liegen muß, wobei, genau genommen, die Diffusion der Al- und Ti-Atome im Ni das Wachstum steuert.

Die Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Untersuchungen ordnen sich gut in die bisher gebildete Vorstellung ein. In dem Bereich, in dem sich schon eine deutliche Kriecheigenschaftsänderung zeigt und eine Aktivierungsenergie von nur 15 kcal/Mol gemessen wird, befindet man sich noch in der ersten Phase des Teilchenwachstums, wobei die Teilchen sehr klein sind und unter dem Auflösungsvermögen des Elektronenmikroskopes liegen. Erst bei Auslagerungstemperaturen oberhalb 650°C ergeben sich elektronenmikroskopisch erkennbare Ausscheidungen. Diese Teilchen wachsen nach einem  $t^{1/3}$ -Zeitgesetz<sup>35)</sup> und sind diffusionsgesteuert mit einer Aktivierungsenergie von  $\sim 90$  kcal/Mol.

## 6. Zusammenfassung

Es wurde das Kriechverhalten einer über die  $\gamma'$ -Phase aushärtbaren Nickel-Chrom-Eisen-Legierung im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und  $200^{\circ}\text{C}$  studiert. Die Meßmethode erlaubte eine kontinuierliche Aufzeichnung der Kriechkurven ab  $1/10$  Sekunde nach Lastaufgabe. Die Ergebnisse der Untersuchung lassen sich wie folgt wiedergeben:

- 1.) Die Kriechkurven von homogenisierten Proben lassen sich in 3 Bereiche einteilen.

Im ersten Bereich folgt die Dehnung einem exponentiellen Gesetz mit einem Exponenten von  $1/3$ , der zweite Bereich ist durch einen sich stetig ändernden Exponenten gekennzeichnet und im dritten Bereich läßt sich die Dehnungs-Zeitabhängigkeit durch ein logarithmisches Gesetz beschreiben.

- 2.) Die trotz Einhaltung reproduzierbarer Versuchsbedingungen auftretenden Streuungen im Kriechverhalten sind in erster Linie eine Folge unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeiten, die zu unterschiedlichen Entmischungszuständen führen.

- 3.) Das logarithmische Zeitgesetz behält seine Gültigkeit auch nach Veränderung der Belastung und Variation des Aushärtungszustandes. Die Belastung lag zwischen 20 und  $30 \text{ kg/mm}^2$ ; die Auslagerungen erfolgten zwischen  $500$  und  $850^{\circ}\text{C}$ .

- 4.) Versuche bei erhöhter Temperatur zeigen, daß das logarithmische Gesetz bis etwa  $180^{\circ}\text{C}$  seine Gültigkeit behält.

- 5.) Einen sehr starken Einfluß des Aushärtungszustandes auf den exponentiellen Anfangsbereich der Kriechkurven lassen die Versuche mit ausgelagerten Proben erkennen. Es zeigt sich, daß mit steigendem Entmischungszustand der

exponentielle Anfangsteil zu immer kürzeren Zeiten verschoben wird, bis schließlich das logarithmische Gesetz die Kriechkurve vollständig beschreibt.

- 6.) Eine vor dem Kriechversuch eingebrachte Kaltverformung führt ebenfalls zu einer Beeinflussung des exponentiellen Anfangsteiles.

Versuche zur Ermittlung des Einflusses einer Erholungsglühlung auf das Kriechen zeigen, daß erst oberhalb  $1050^{\circ}\text{C}$  eine völlige Ausheilung der Kaltverformung erfolgt.

- 7.) Über den Einfluß der Auslagerung auf die Kriechgeschwindigkeit wurde die Aktivierungsenergie für das Teilchenwachstum bestimmt. Der Wert wurde mit der über elektrische Leitfähigkeitsmessungen bestimmten Aktivierungsenergie verglichen.

### Literaturangaben

- 1.) O. H. Wyatt: Nature 167 (1951), 866
- 2.) O. H. Wyatt: Proc. Phys. Soc. B 66 (1953), 459
- 3.) F. Philipps: Phil. Mag. 9 (1905), 513
- 4.) E. N. da C. Andrade: Proc. Roy. Soc. A 84 (1910) 1
- 5.) M. Davis u. N. Thompson: Proc. Phys. Soc. 63 B (1950) 847
- 6.) N. F. Mott u. F.R.N. Nabarro:  
Report on Bristol Conference on Strength of  
Solids (London: Phys. Soc.) P.1 (1948)
- 7.) G.C.E. Olds: Proc. Phys. Soc. 67 B (1954) 832
- 8.) G. Lucas u. G. Masing: Z.f. Metallkd. 43 (1952) 341
- 9.) P. Haasen u. G. Leibfried: Z.f. Metallkd. 43 (1952) 317
- 10.) G. Masing u. H. Weik: Z.f. Metallkd. 45 (1954) 417
- 11.) A. H. Cottrell u. V. Aytakin: J.Inst.Met. 77 (1949) 389
- 12.) A.P.T. Tyndall: J.Appl.Phys. 21 (1950) 939
- 13.) H. Blank: Z.f.Metallkd. 49 (1958) 27
- 14.) M. Michelitsch: Z.f.Metallkd. 50 (1959) 548
- 15.) M. Bauser u. U. Dehlinger: Z.f.Metallkd. 45 (1954) 618
- 16.) A. Seeger: Moderne Probleme der Metallphysik I, S. 155
- 17.) A.H. Cottrell: Dislocations and Plastic Flow in Crystals  
(Oxford at the Clarendon Press, 1956)
- 18.) C.L. Smith: Proc. Phys.Soc. 61 B (1948) 201
- 19.) E. Orowan: J.West.Scot. Iron and Steel Inst. 54 (1947) 45
- 20.) N.F. Mott: Phil.Mag. 44 (1953) 742
- 21.) E. N. da C. Andrade: Proc.Roy.Soc. A 90 (1914) 329
- 22.) E. N. da C. Andrade: J.Iron Steel Inst. 171 (1952) 217
- 23.) A. Seeger: Handbuch d. Physik, Bd. 7/2 (1958) 202

- 24.) H. Böhm, W. Dienst, H. Hauck u. H.J. Laue  
J.Nucl.Mat. 20 (1966) 87
- 25.) Zusammenfassende Darstellungen siehe:  
P. Schwab u. K. Hagen: Z.f.Metallkd. 54 (1963) 25
- 26.) P.S. Rudman, P.A. Flinn, B.L. Averbach:  
Journ.appl.Ph. 24 (1953) 365
- 27.) F. Seitz: L'Etat Solide, Inst.Intern.Phys. Solvay (1952) 401
- 28.) W. de Sorbo, N. Treafis, D. Turnbull:  
Acta Met. 6 (1958) 401
- 29.) G. Hornbogen u. M. Muklerjee: Z.f.Metallkd. 55 (1964) 293
- 30.) H. Gleiter u. E. Hornbogen: Phys.stat.sol. 12 (1965) 235
- 31.) P. Gay, P.B. Hirsch, A. Kelly:  
Acta Cryst. 7 (1954) 41
- 32.) L.M. Clarebrough, M.E. Hargreaves and G.W. West:  
Proc.Roy.Soc. 232 (1955) 252
- 33.) L.M. Clarebrough, M.E. Hargreaves, M.H.Loretto and G.W.West:  
Acta Met. 8 (1960) 797
- 34.) A.H. Cottrell: Dislocations and Plastic Flow in crystals  
(Oxford at the Clarendon Press, 1956) S.12 bzw.129
- 35.)) W. Köster u. G. Hofmann: Z.f.Metallkd. 54, 570
- 36.) K. Detert u. H. Pohl: Z.f.Metallkd. 55 (1964) 36
- 37.) W.I. Mitchell: Diskussionstagung des Aushärtungsausschusses  
am 26. und 27. Oktober 1965 in Frankfurt/Main.

Tabelle 1

Die chemische Zusammensetzung der aushärtbaren Nickellegierung

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Co	Ti	Al
0,05	0,29	0,56	0,008	0,007	15,3	71,6	0,10	2,56	0,80

Fe	Zr	Ta/Nb	(Gew.-%)
7,70	0,102	1,03	

Die chemische Zusammensetzung der nichtaushärtbaren Nickellegierungen

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Fe	(Gew.-%)
0,059	0,43	1,16	0,010	0,004	16,33	76,61	5,00	

Tabelle 2

Probe	$A_{\beta} \times 10^{-3}$	$A_{\alpha} \times 10^{-3}$	Ende d. $t^{1/3}$ - Bereiches (sec.)	Anfang d.logar. Bereiches (sec.)
25	0,26	0,34	4	16
25	0,66	0,90	6	10
25	0,82	1,00	3	20
25	1,74	2,26	3	10
24	0,32	0,355	4	10
24	1,01	1,48	6	7
24	1,70	1,20	3	3
24	0,72	0,86	4	12
24	1,50	1,70	5	15
23	0,21	0,25	2	3
23	0,50	0,56	6	9
23	1,12	1,00	2	15
23	0,72	1,09	6	30
22	0,30	0,325	3	20
22	0,31	0,33	3	20
22	0,56	0,62	4	20
22	0,66	0,69	4	5
22	0,56	0,82	6	20
22	0,92	1,20	6	30
22	0,42	0,54	5	20
22	0,42	0,54	4	8
22	0,40	0,46	2	20
22	1,25	1,24	3	5



Probe	$A_{\beta} \times 10^{-3}$	$A_{\alpha} \times 10^{-3}$	Ende des $t^{1/3}$ - Bereiches (sec.)	Anfang d.logar. Bereiches (sec.)
20	0,35	0,34	2	10
20	0,68	0,69	5	7
20	0,72	0,46	4	5
20	0,56	0,90	5	20
20	0,355	0,54	7	10
20	0,43	0,52	5	7
20	0,40	0,545	5	6
19	0,24	0,31	6	20
19	0,46	0,80	8	12
19	0,42	0,64	7	10
18	0,33	0,33	3	20
18	0,26	0,32	3	12
18	0,58	0,70	6	7
18	0,36	0,48	6	20
18	0,61	0,90	7	20
16	0,96	0,72	2	3
15	0,23	0,26	2	15
14	0,28	0,24	3	20
12	0,52	0,57	4	10
11	0,48	0,58	5	15
10	0,44	0,565	8	10
9	0,415	0,57	8	9
8	0,24	0,28	6	10
7	0,23	0,235	5	7
6	0,25	0,32	6	20
5	0,41	0,49	4	30

Probe	$A_{\beta} \times 10^{-3}$	$A_{\alpha} \times 10^{-3}$	Ende des $t^{1/3}$ - Bereiches (sec.)	Anfang d.logar. Bereiches (sec.)
4	0,21	0,14	3	4
2	0,57	0,77	6	25
2	0,83	1,12	5	20
2	1,50	1,82	3	20
4	1,05	2,42	20	30
19	0,74	0,845	15	25
25	2,04	2,97	4	10
14	1,76	2,54	6	12
7	1,76	3,4	12	20
33	0,825	0,92	9	20

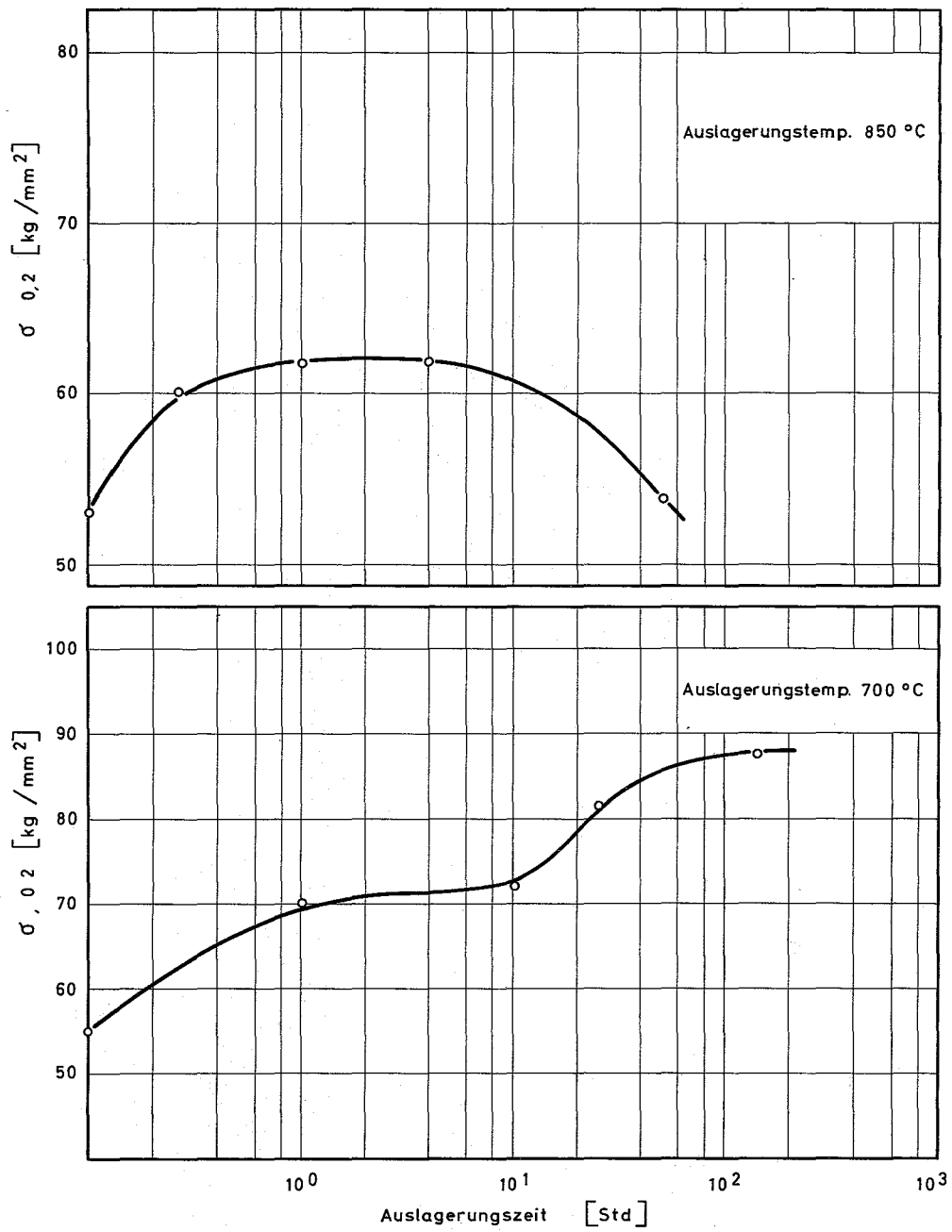


Bild 1 Änderung der Streckgrenze mit der Auslagerungszeit bei 700° und 850° der aushärtbaren Legierung bei R.T.

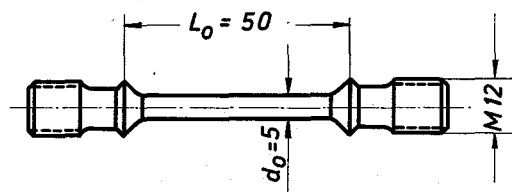
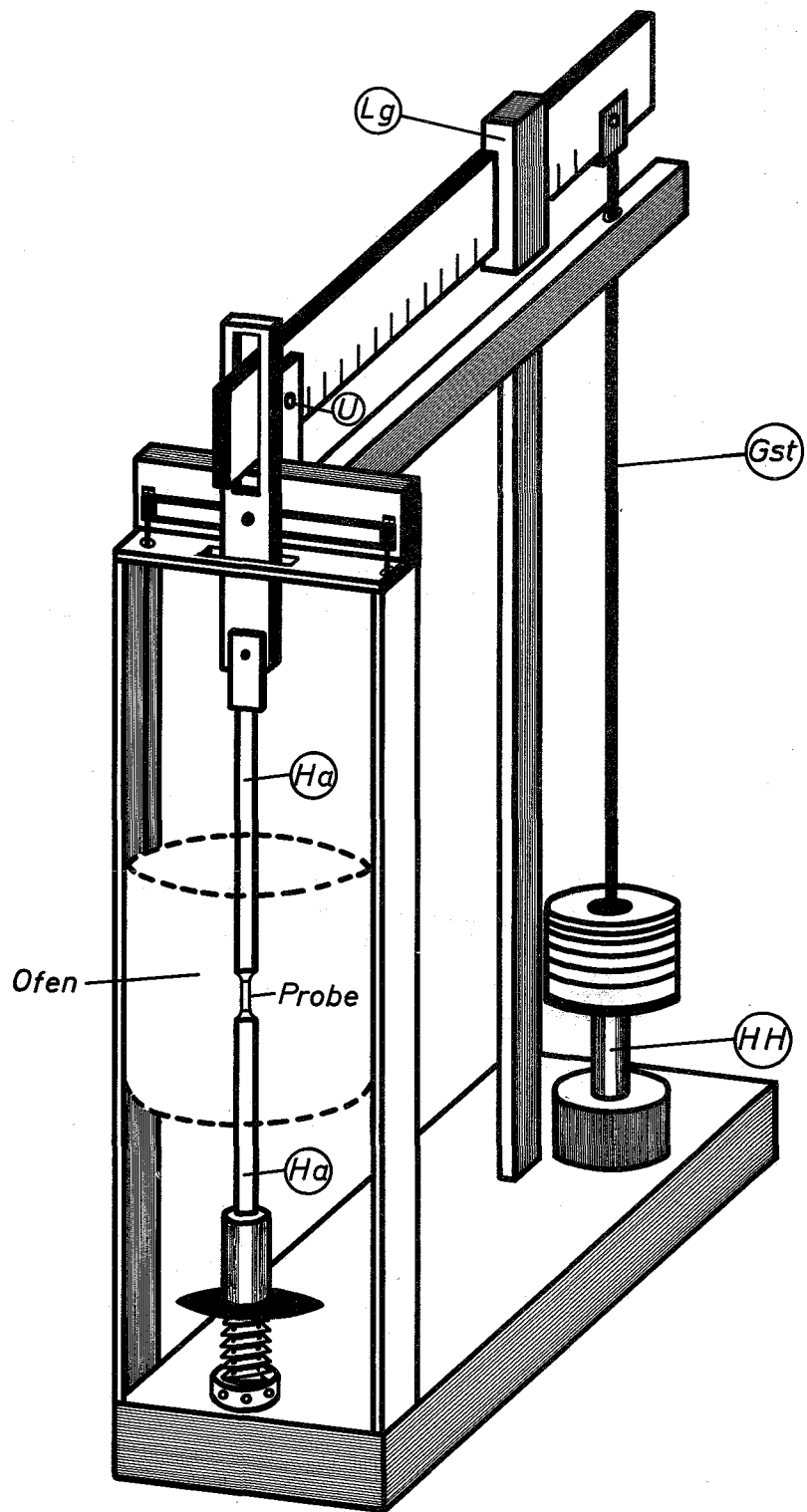
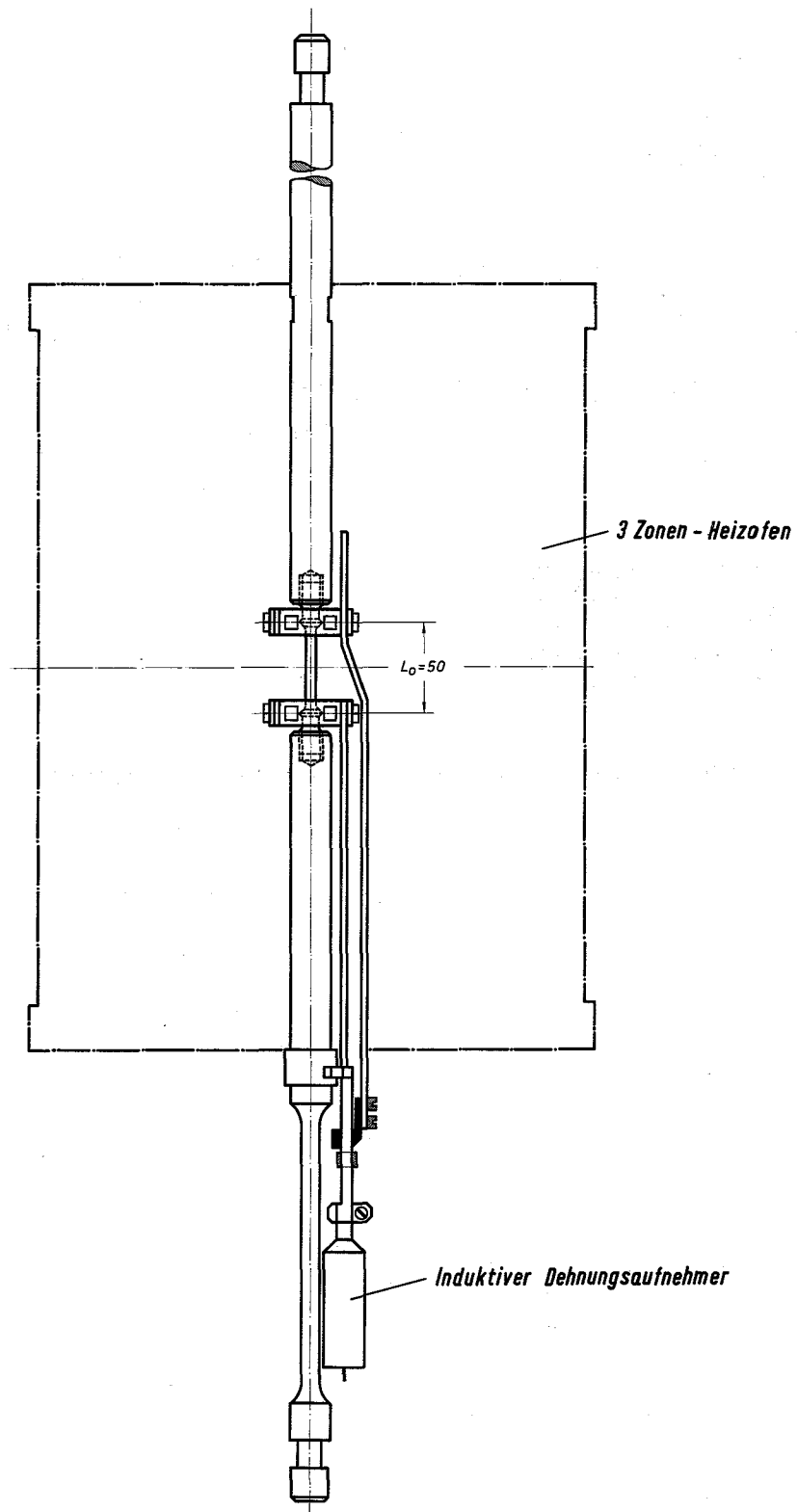


Bild 2 Kriechprobe



**Bild 3** Dimetrische Darstellung der Kriechapparatur



**Bild 4** Einspann- und Meßgehänge

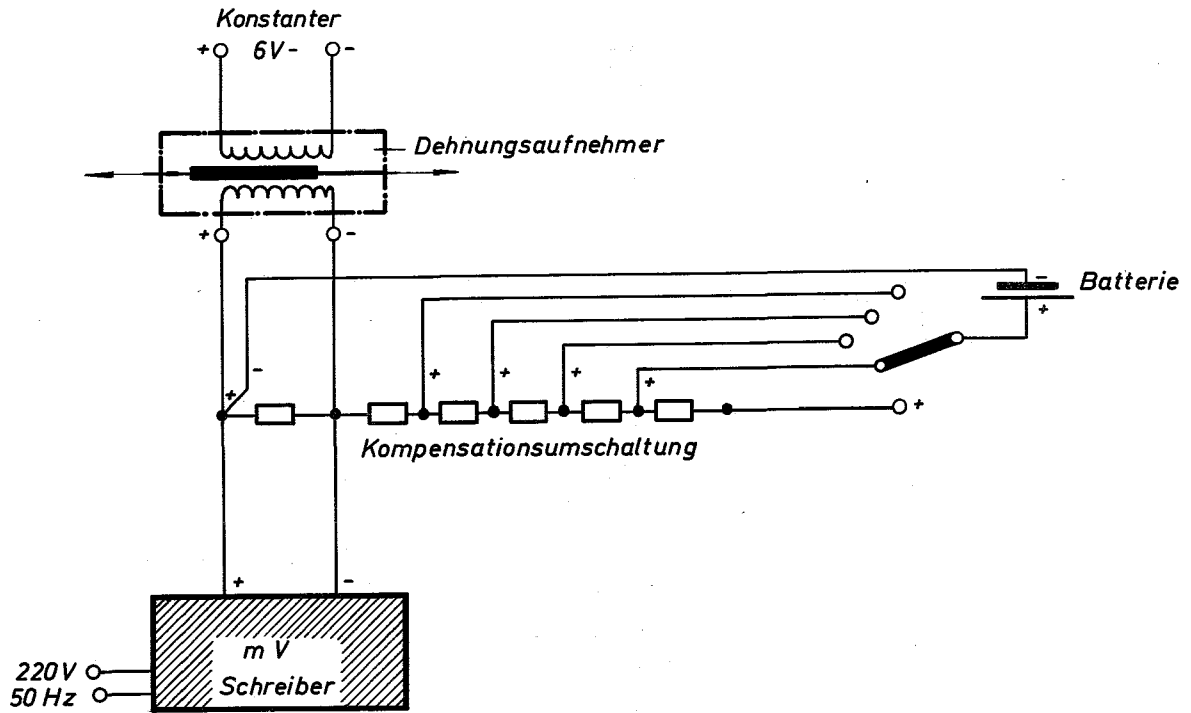


Bild 5 Schaltschema der Dehnungs-Meßanordnung

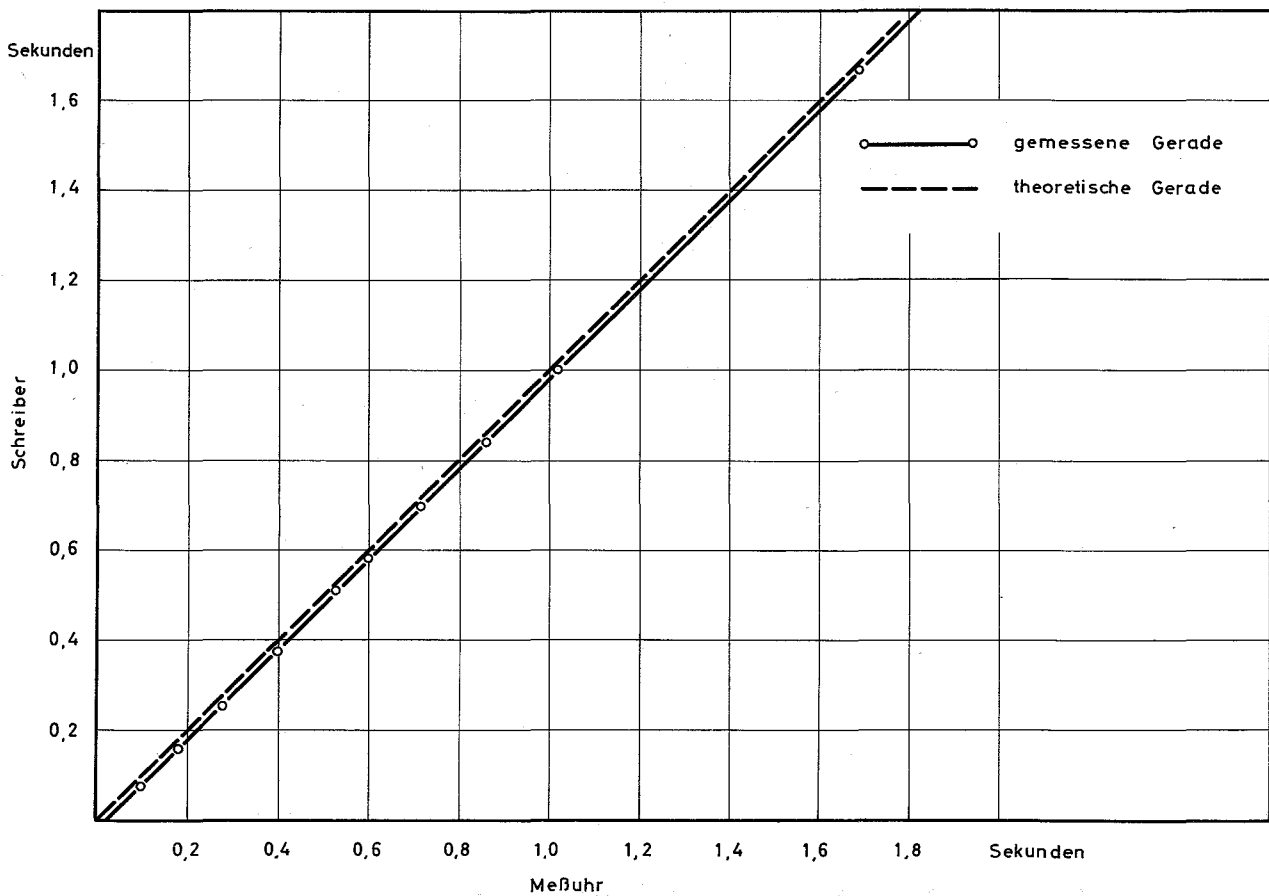


Bild 6 Eichkurve des Papiervorschubes des Schreibers

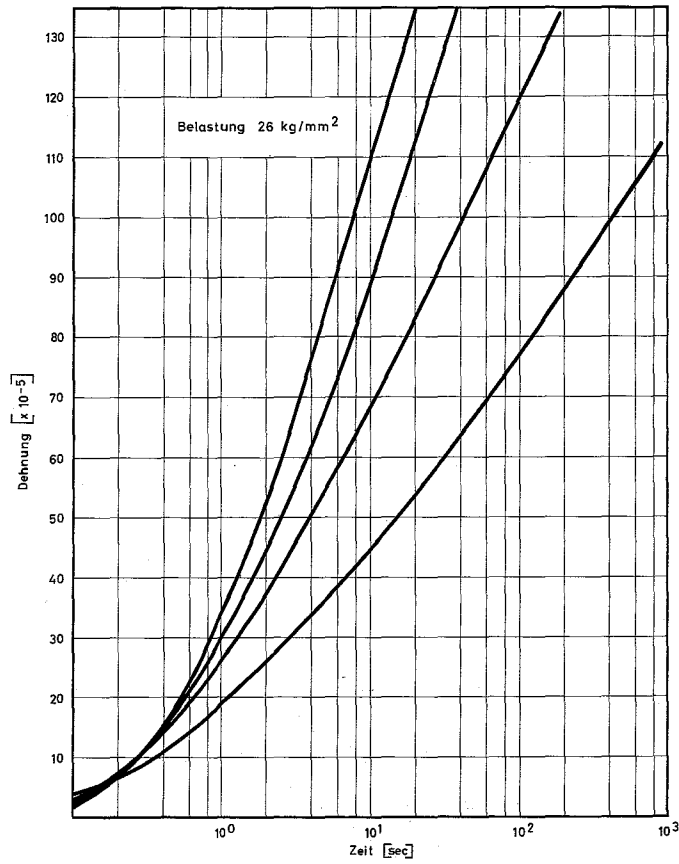


Bild 7 Divergierende Kriechkurven für homogenisierte Proben unter gleichen Versuchsbedingungen

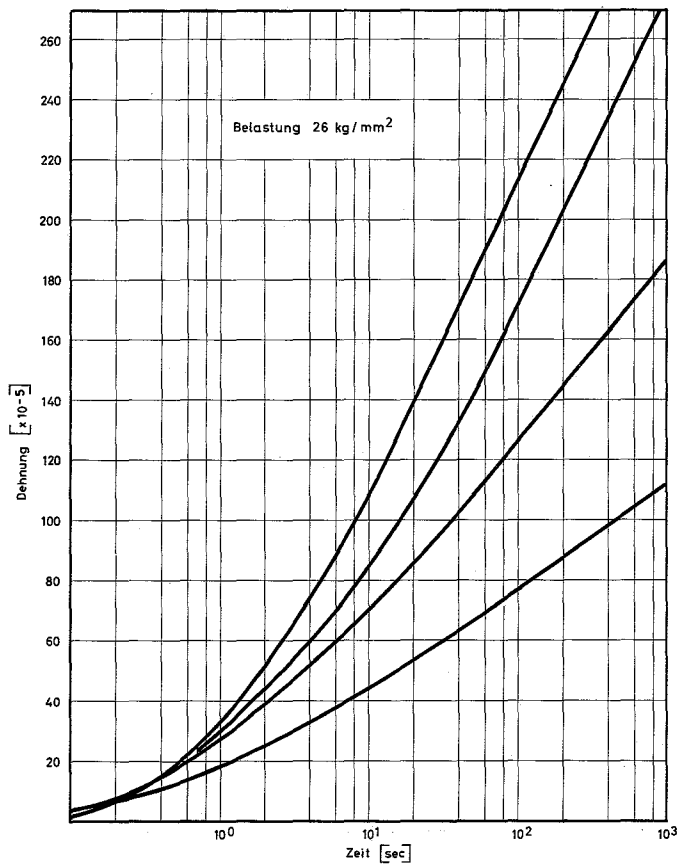


Bild 8 Verschiedene Kriechkurven der gleichen Probe unter gleichen Versuchsbedingungen

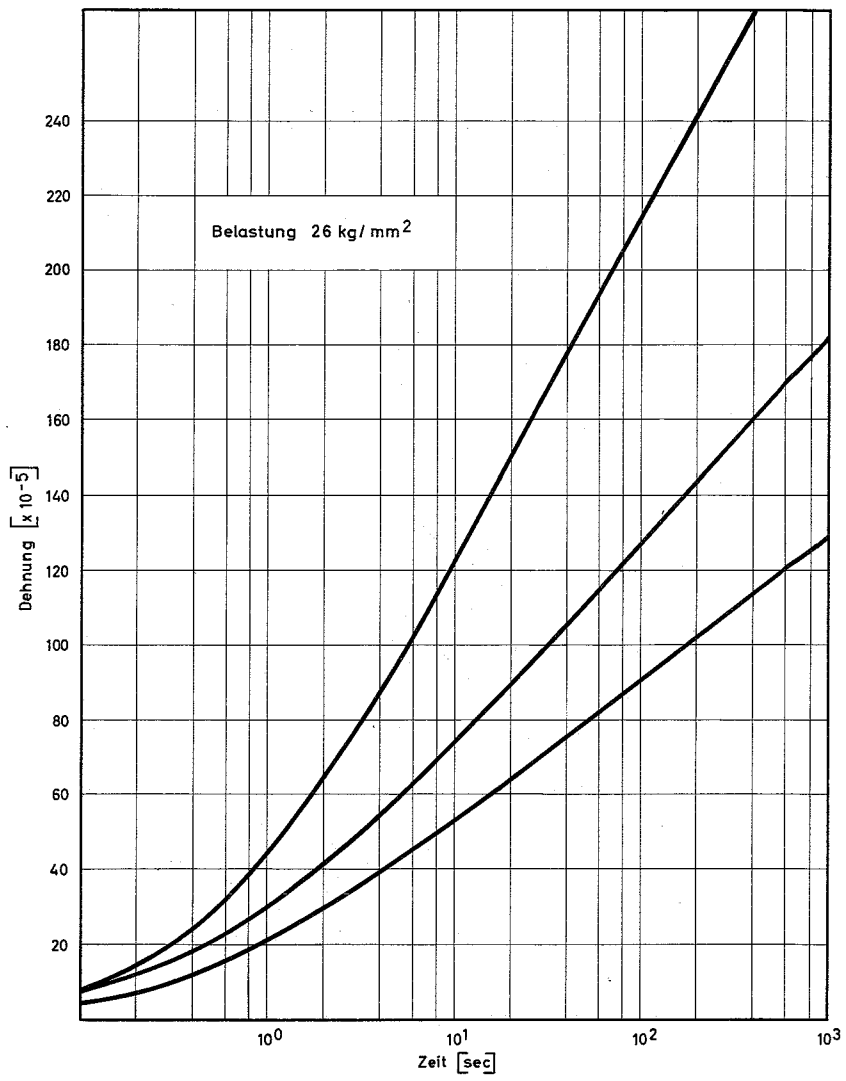


Bild 9 Kriechkurven nach einer Homogenisierung von 18 Stunden bei 1150°C

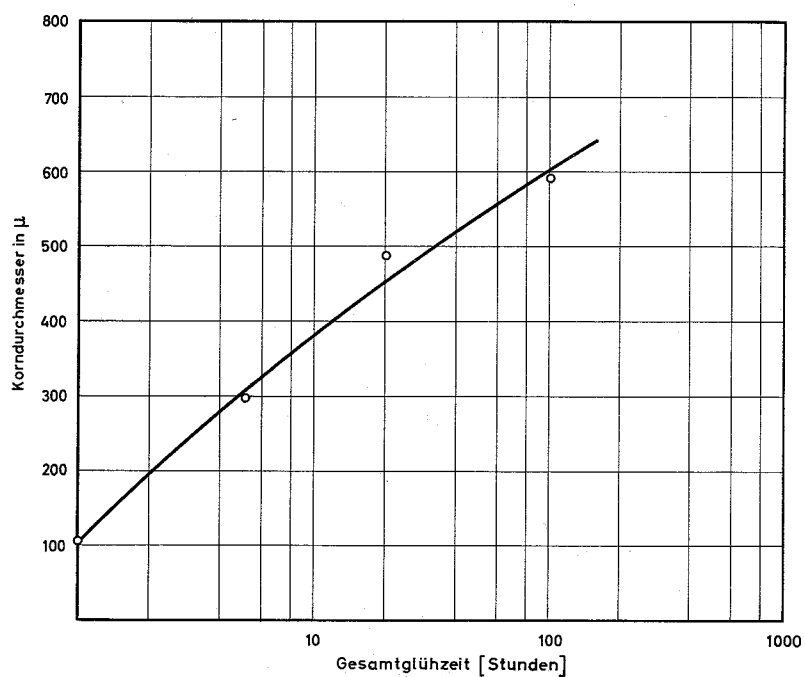


Bild 10 Änderung der Korngröße mit der Gesamtglühzeit  
( Glühtemperatur 1150°C )



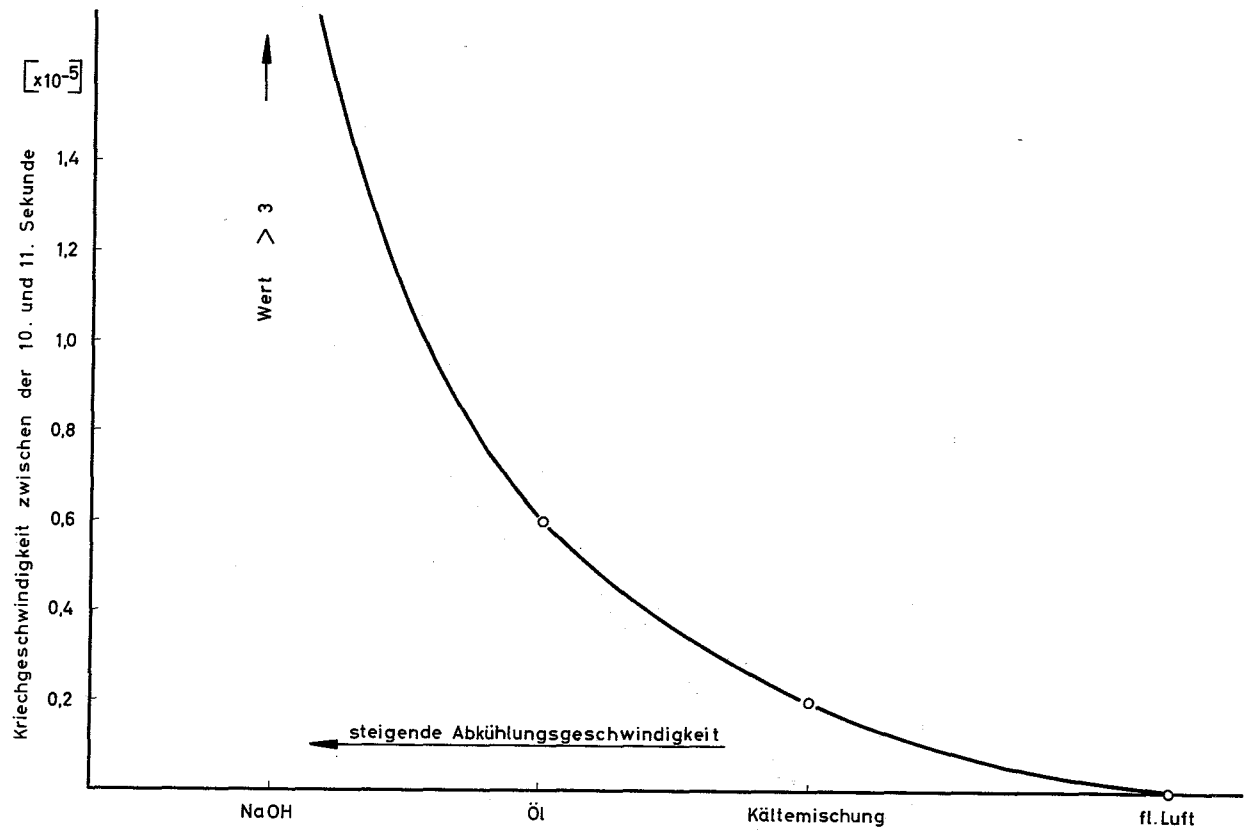


Bild 11 Einfluß der Abkühlungsgeschwindigkeit auf die Kriechgeschwindigkeit von Proben der aushärtbaren Legierung

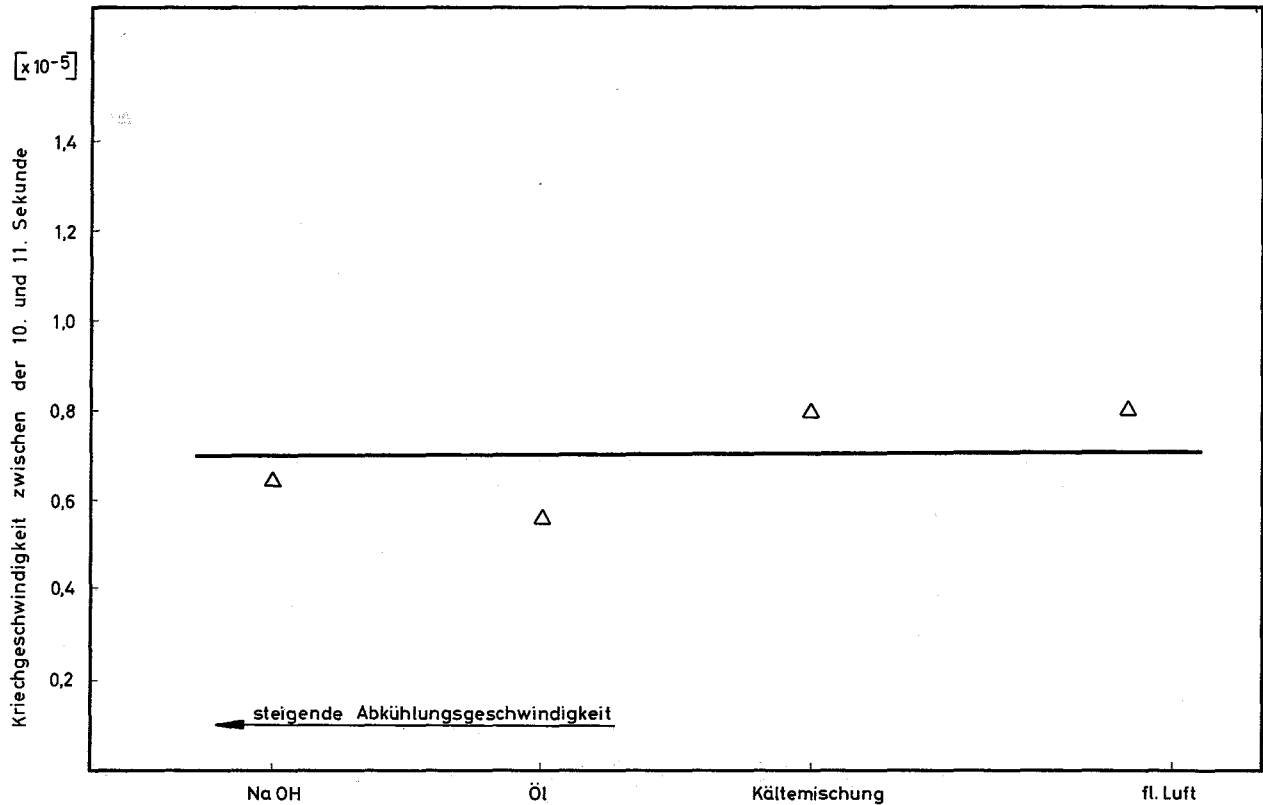


Bild 12 Einfluß der Abkühlgeschwindigkeit auf die Kriechgeschwindigkeit von Proben der nicht aushärtbaren Legierung

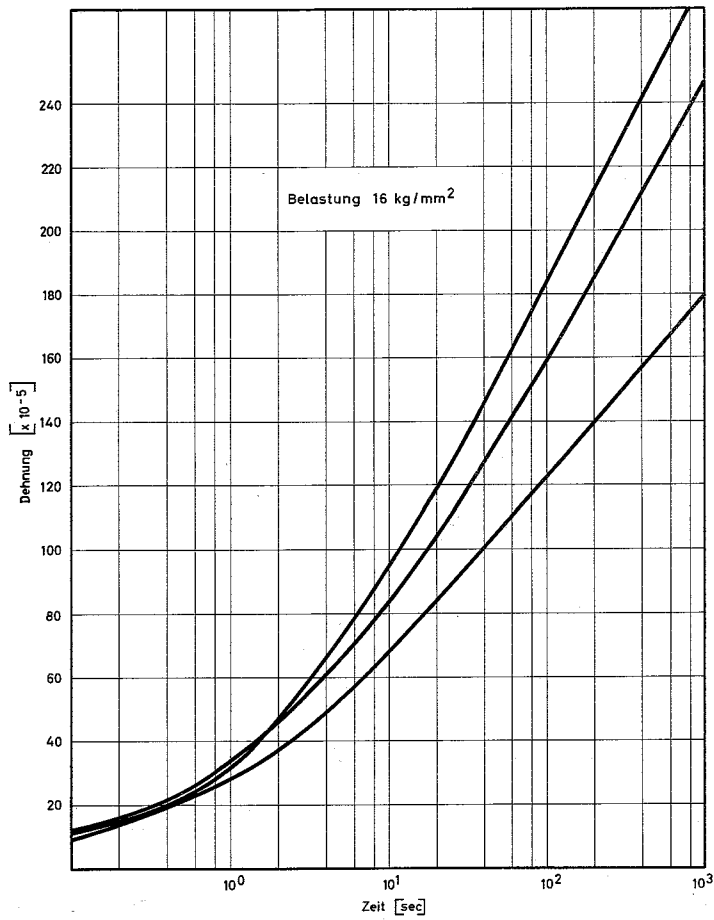


Bild 13 Kriechkurven der nicht aushärtbaren Legierung

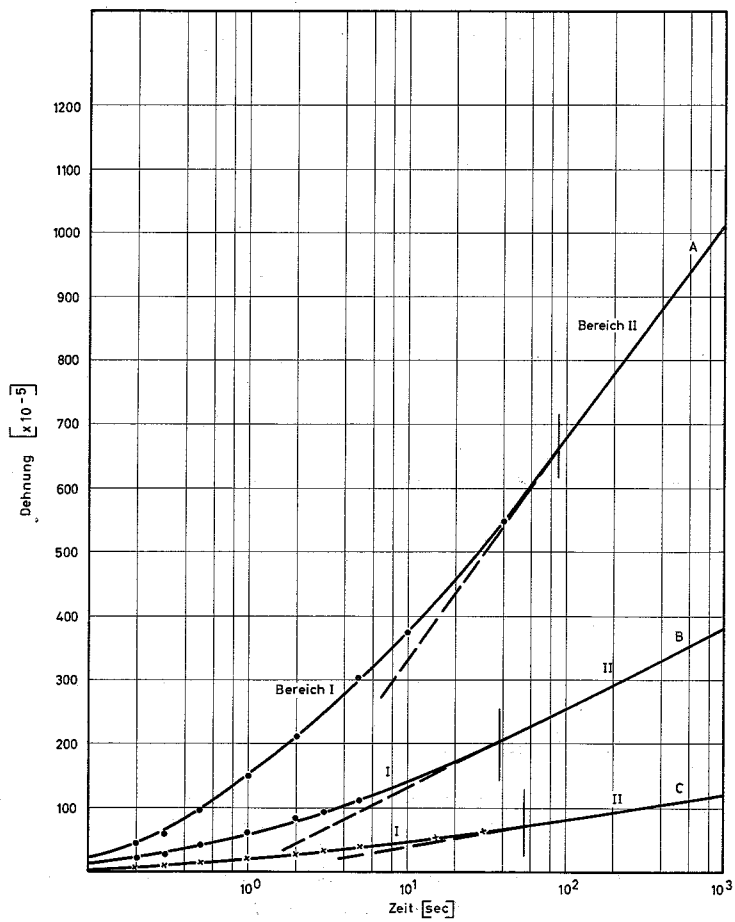


Bild 14 Zweiteilung der Kriechkurven von homogenisierten Proben

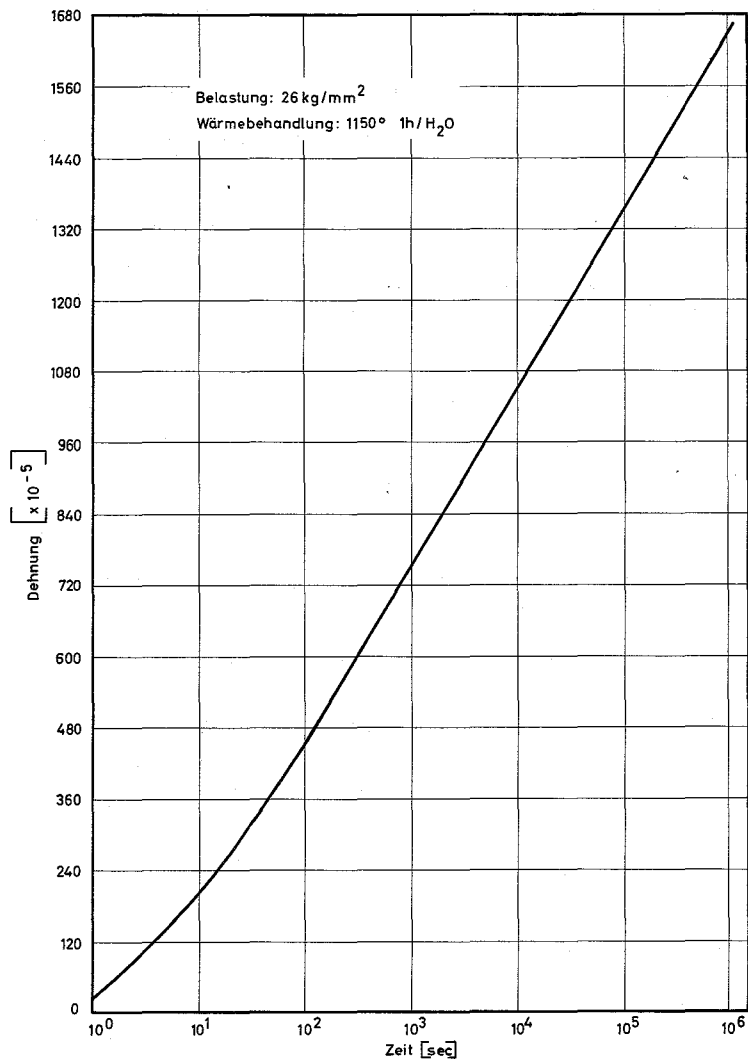


Bild 15 Langzeitkriechversuch

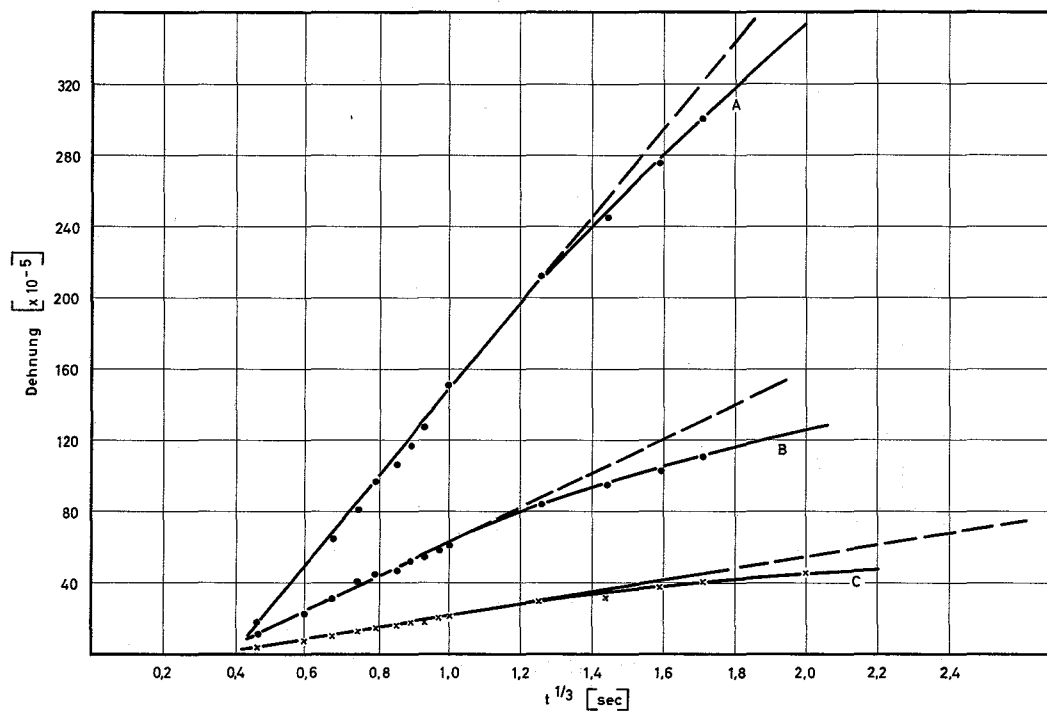


Bild 16 Anfangsteil der Kriechkurven aus Bild mit  $t^{1/3}$  - Zeitachse

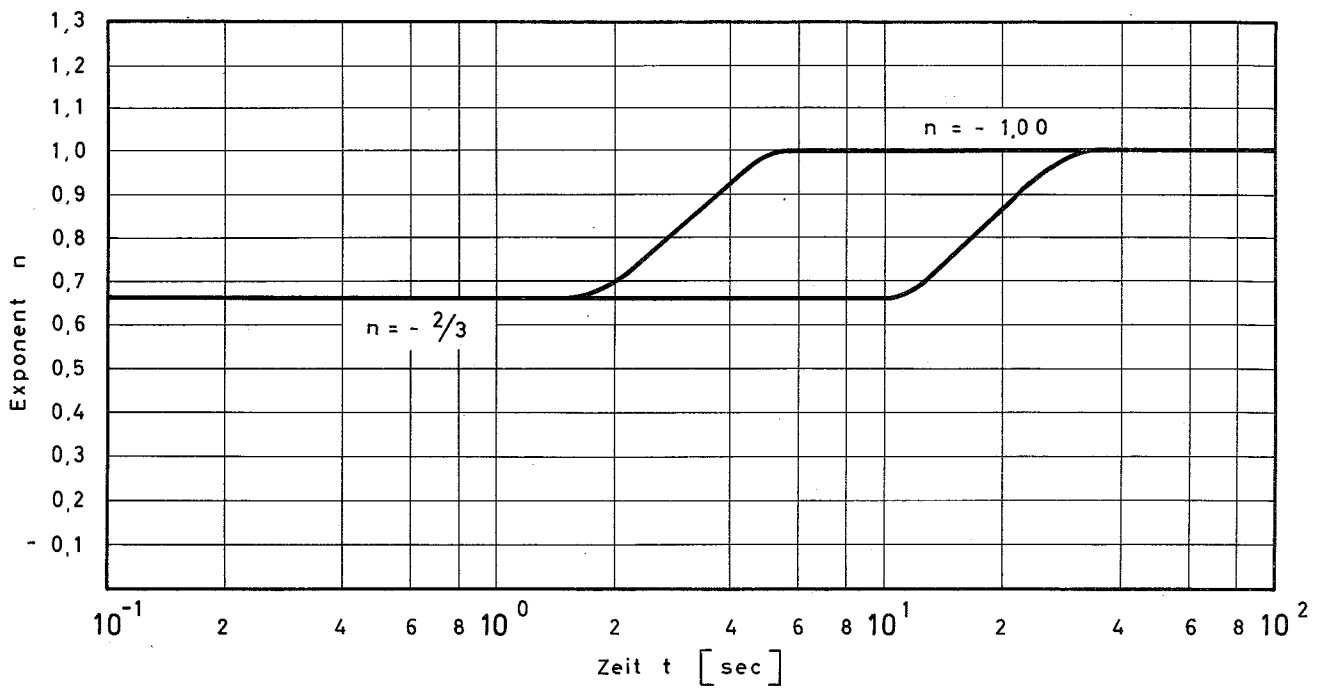


Bild 17 Exponent  $n$  des Kriechgeschwindigkeit - Zeit - Gesetzes in Abhängigkeit von der Versuchszeit

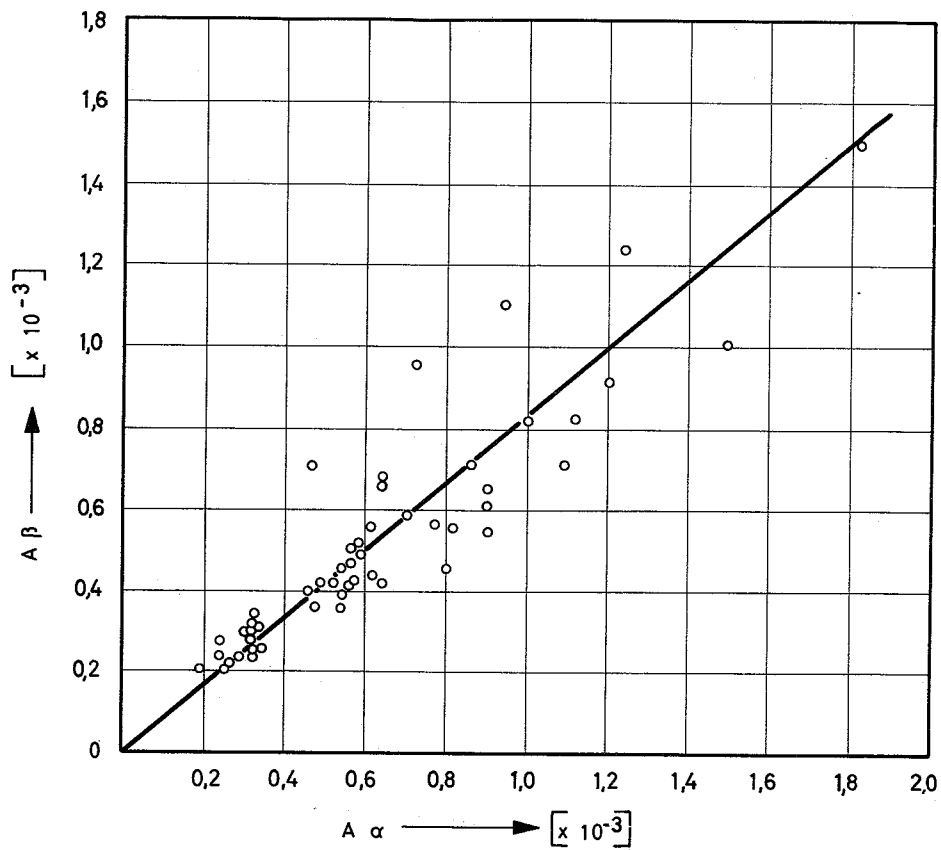


Bild 18  $A\beta$  in Abhängigkeit von  $A\alpha$

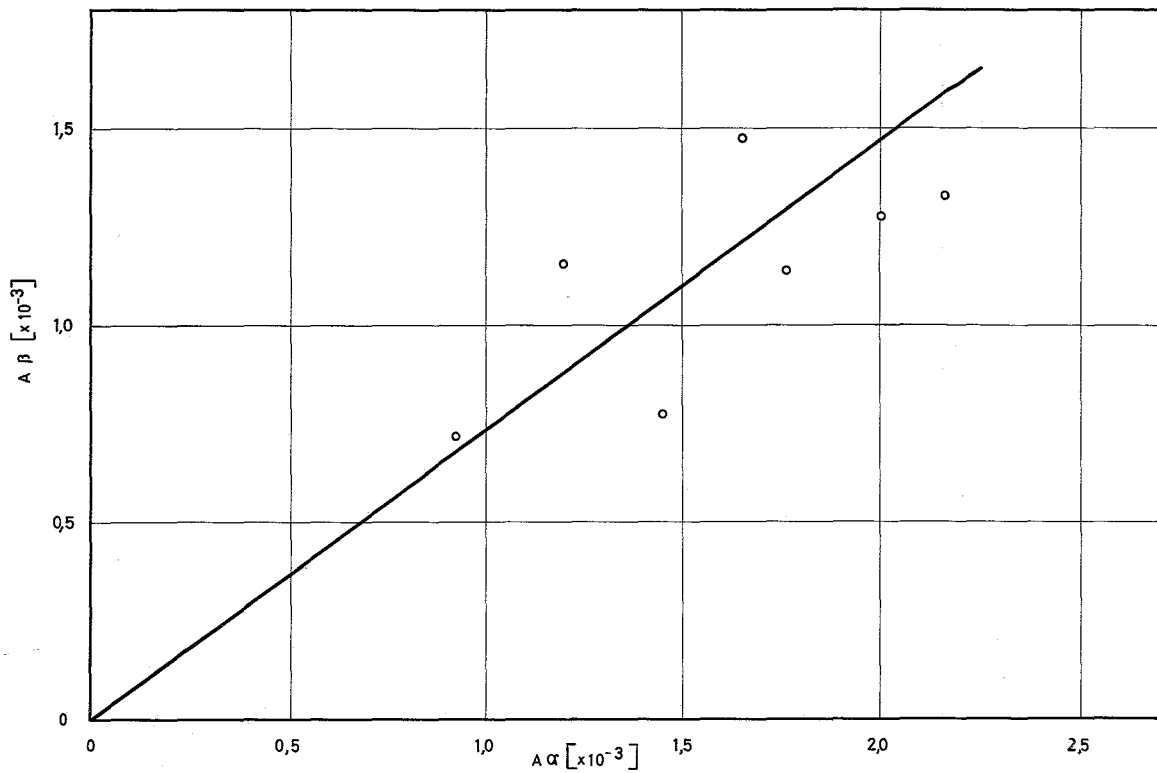


Bild 19 Zusammenhang zwischen den  $A\alpha$ - und  $A\beta$ -Werten für Proben der nicht aushärtbaren Legierung

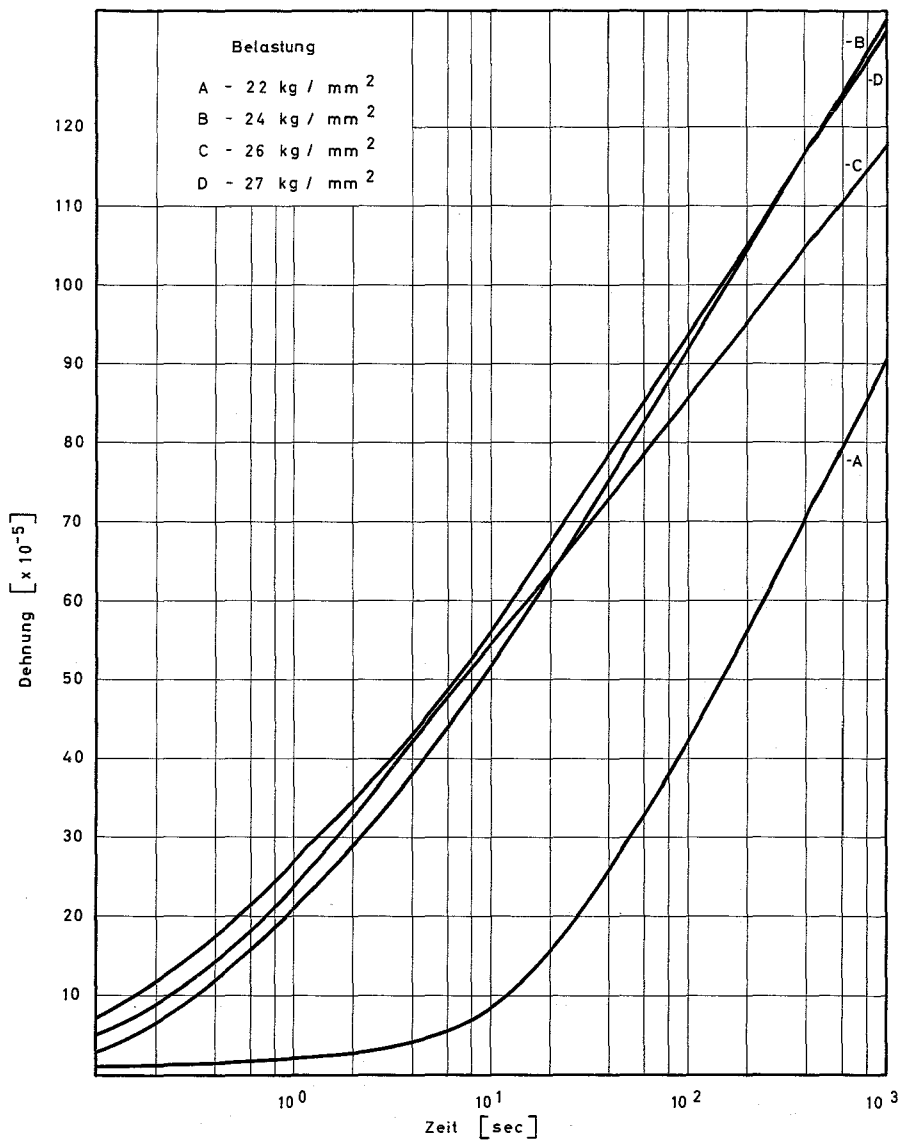


Bild 20 Kriechkurven von homogenisierten Proben mit verschiedenen Belastungen

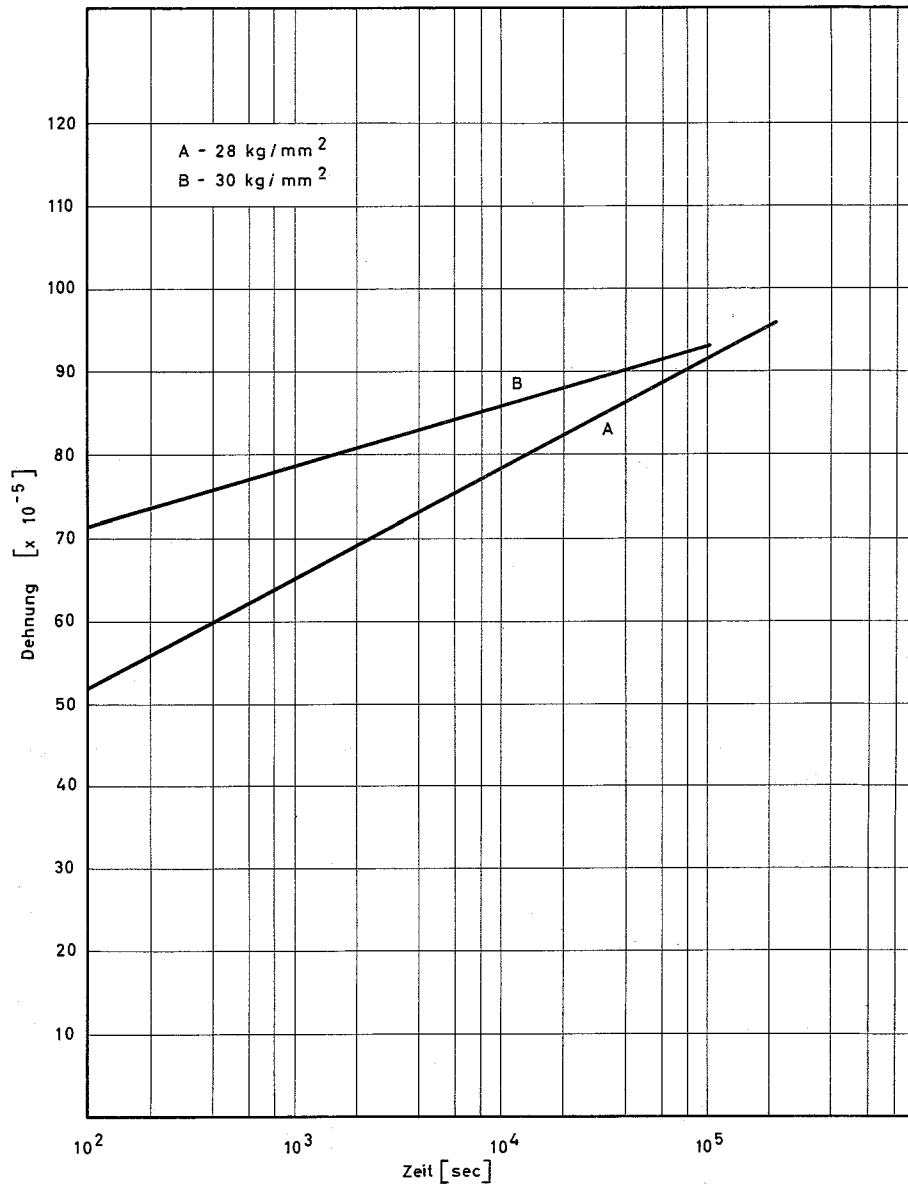


Bild 21 Kriechkurven von homogenisierten Proben mit Belastungen von 28 kg/mm<sup>2</sup> und 30 kg/mm<sup>2</sup>

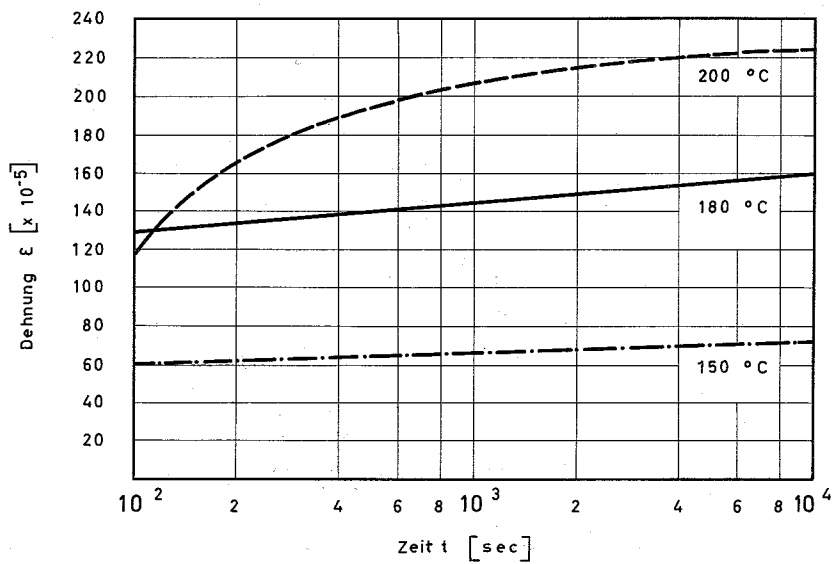


Bild 22 Einfluß der Temperatur auf die Kriechkurven bei 22 kg/mm<sup>2</sup> Belastung

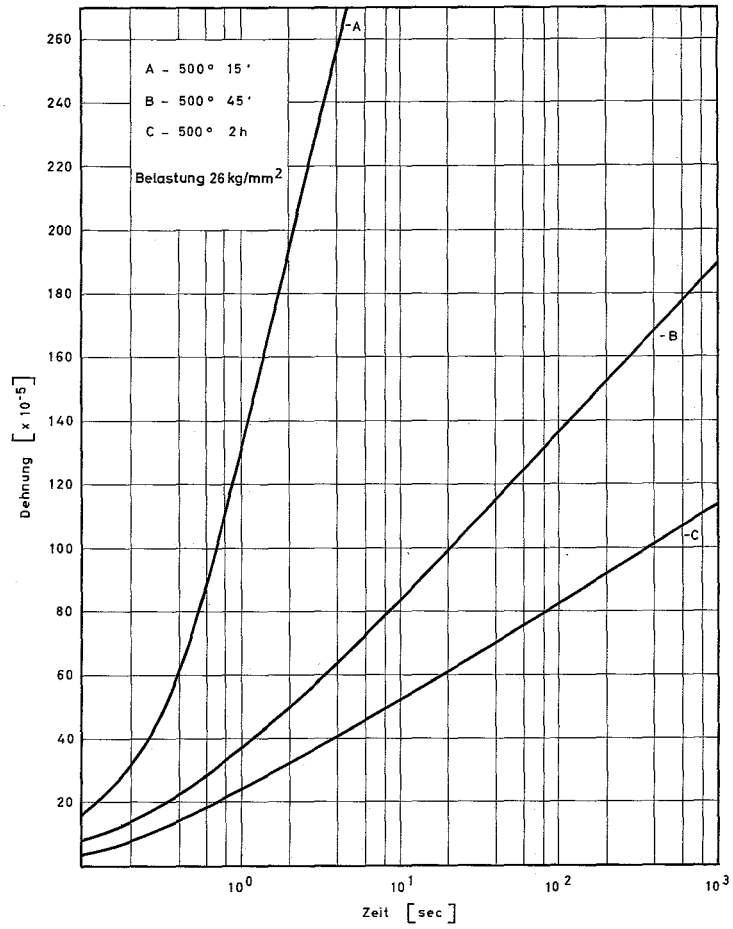


Bild 23 Kriechkurven nach Austagerungen bei 500 °C

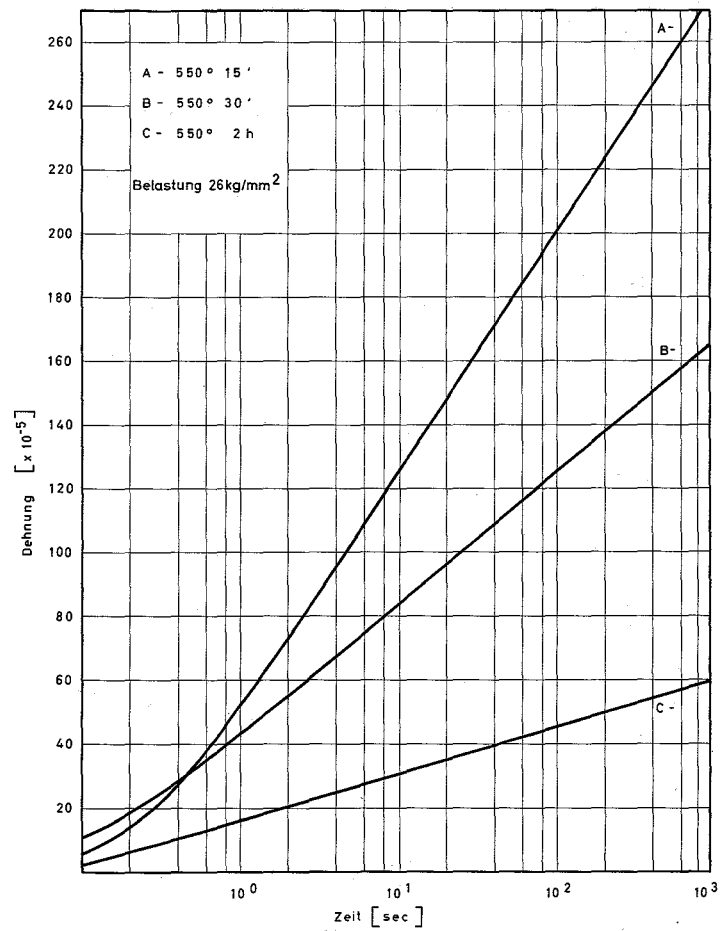


Bild 24 Kriechkurven nach Austagerung bei 550 °C

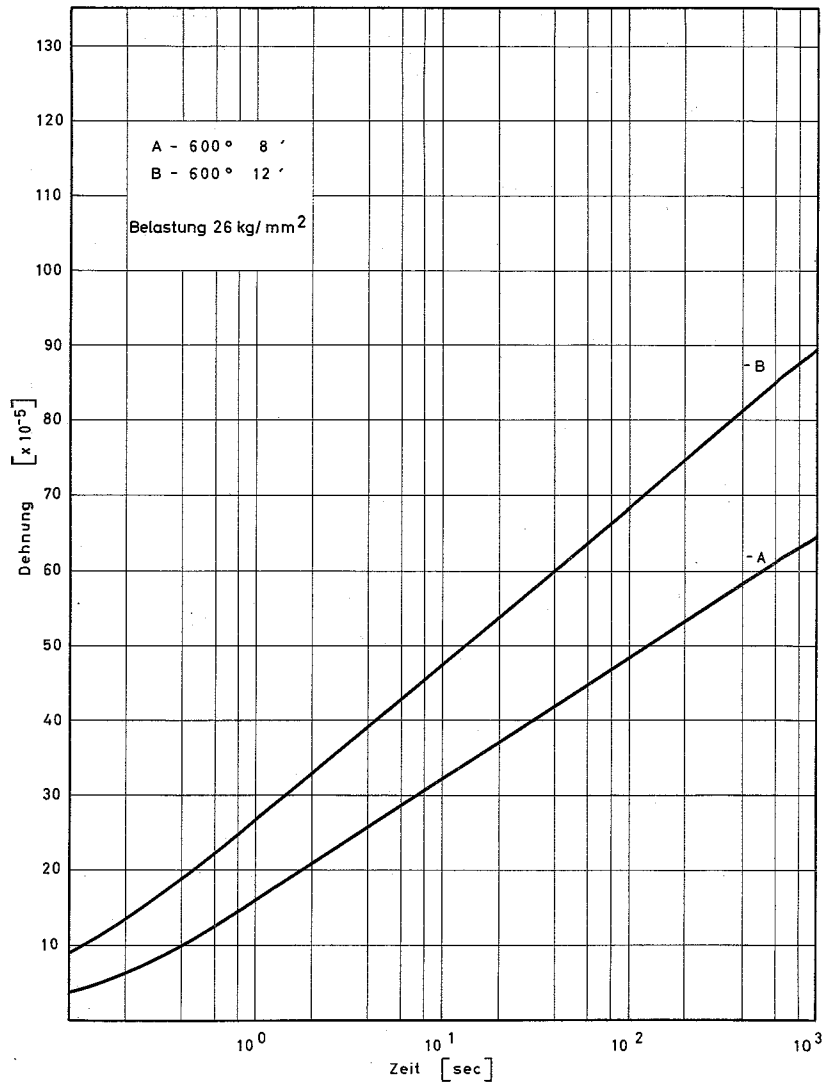


Bild 25 Kriechkurven nach Auslagerung bei 600°

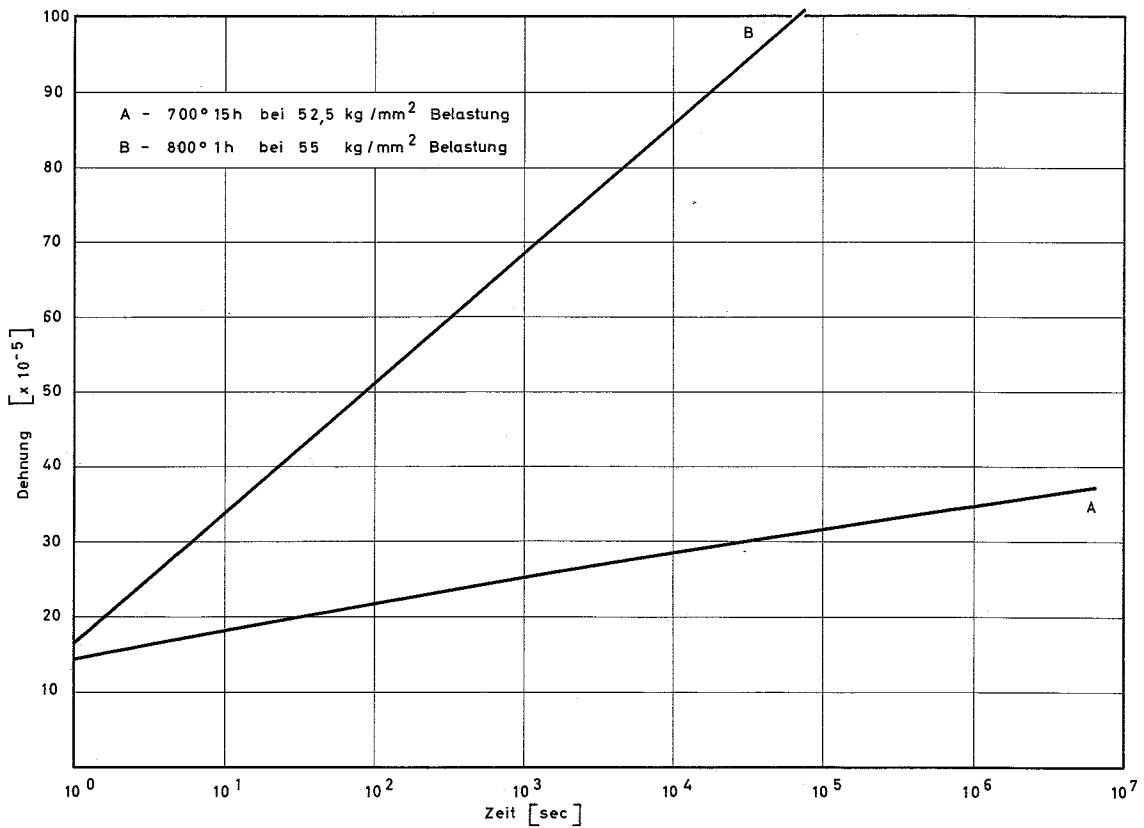


Bild 26 Kriechkurven nach einer Auslagerung von 700° 15h und 800° 1h



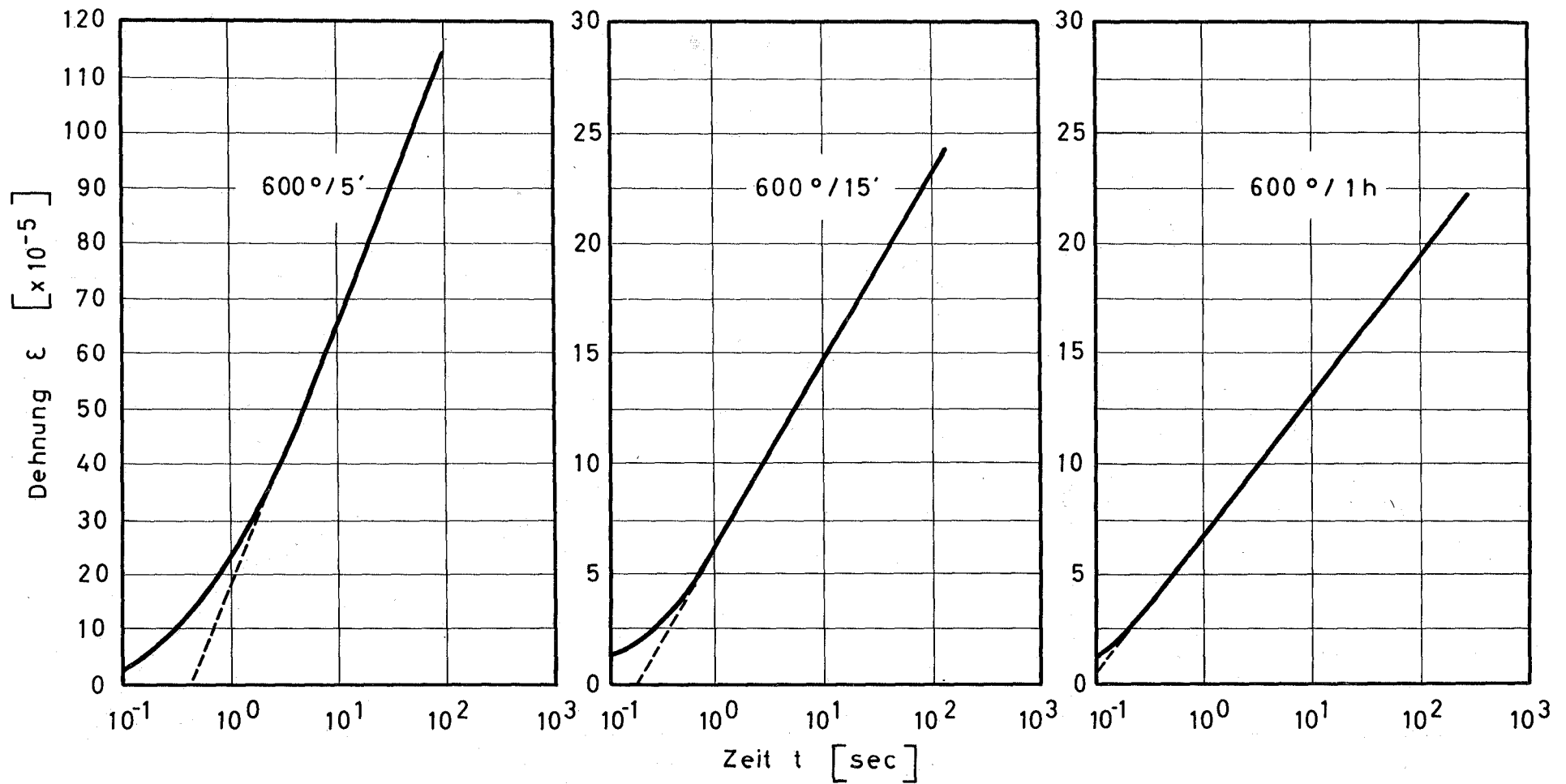


Bild 27 Einfluß der Auslagerungszeit bei 600 °C auf die Kriechkurven bei Raumtemperatur (Belastung 26 kg/mm<sup>2</sup>)

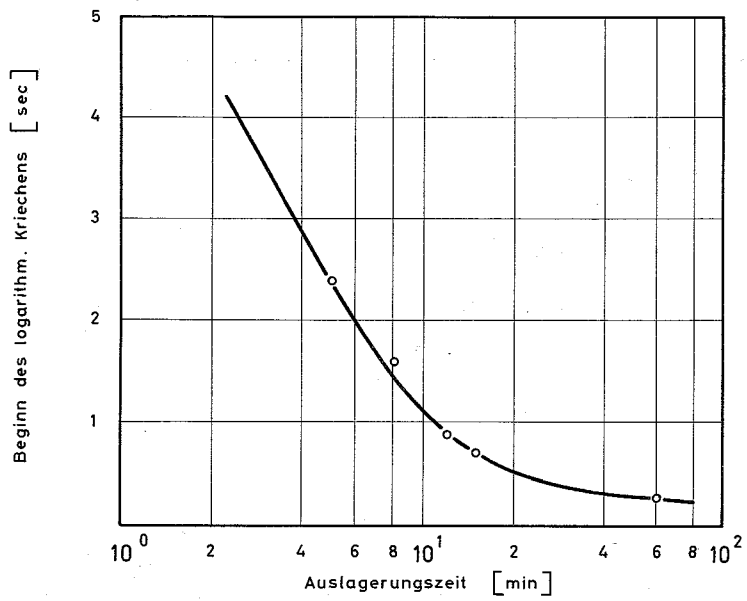


Bild 28 Beginn des logarithmischen Kriechens in Abhängigkeit von der Auslagerungszeit bei 600 °C

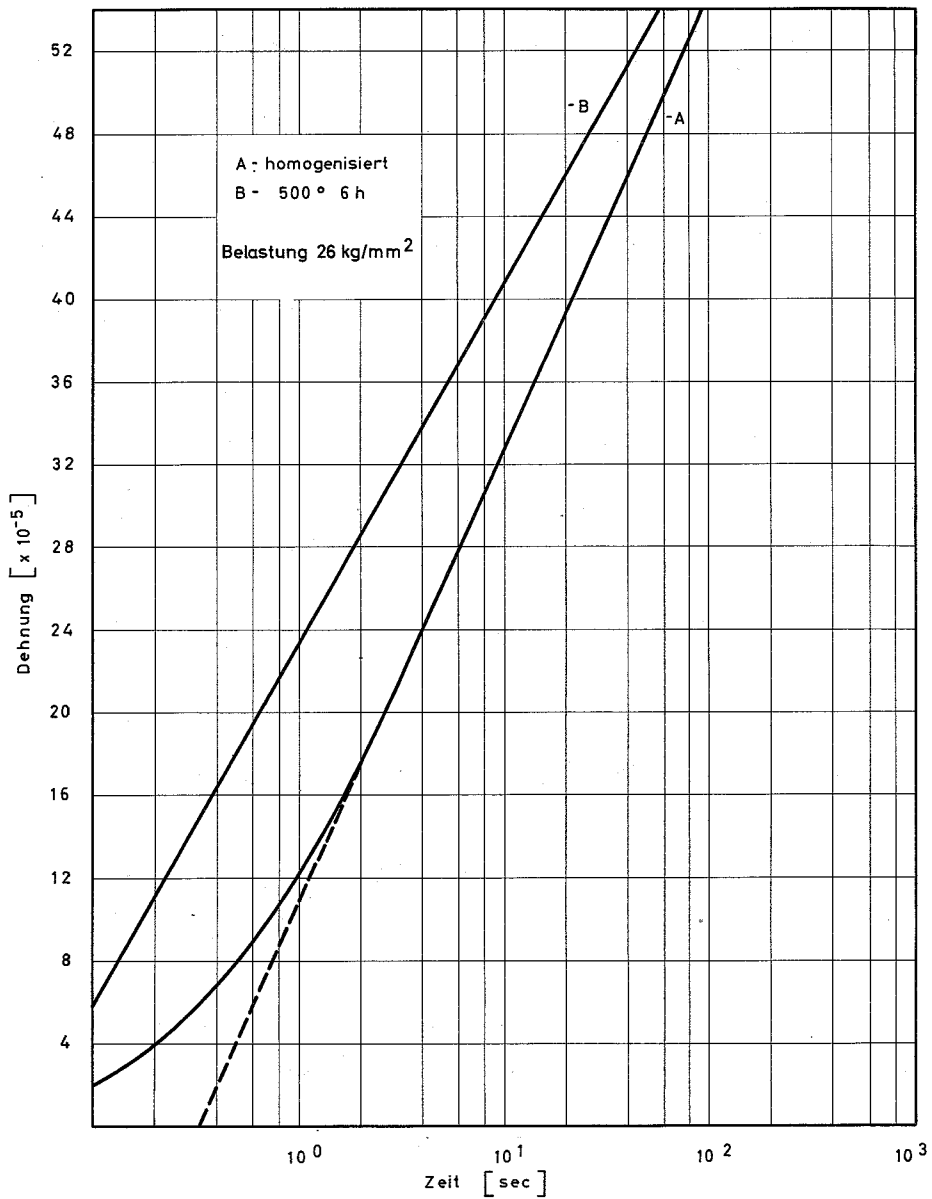


Bild 29 Kriechkurve einer homogenisierten und einer ausgelagerten Probe

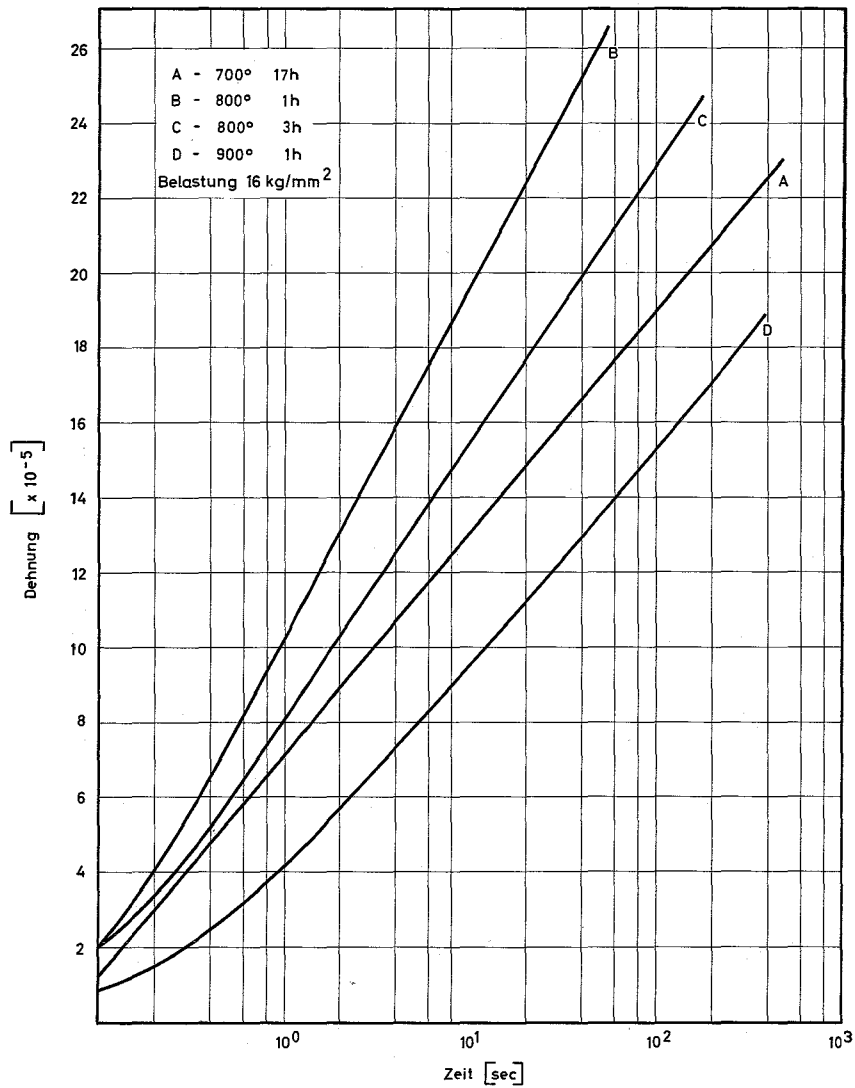


Bild 30 Kriechkurven einer um 1,1% gereckten Probe der nicht aushärtbaren Legierung nach verschiedenen Erholungsglühungen

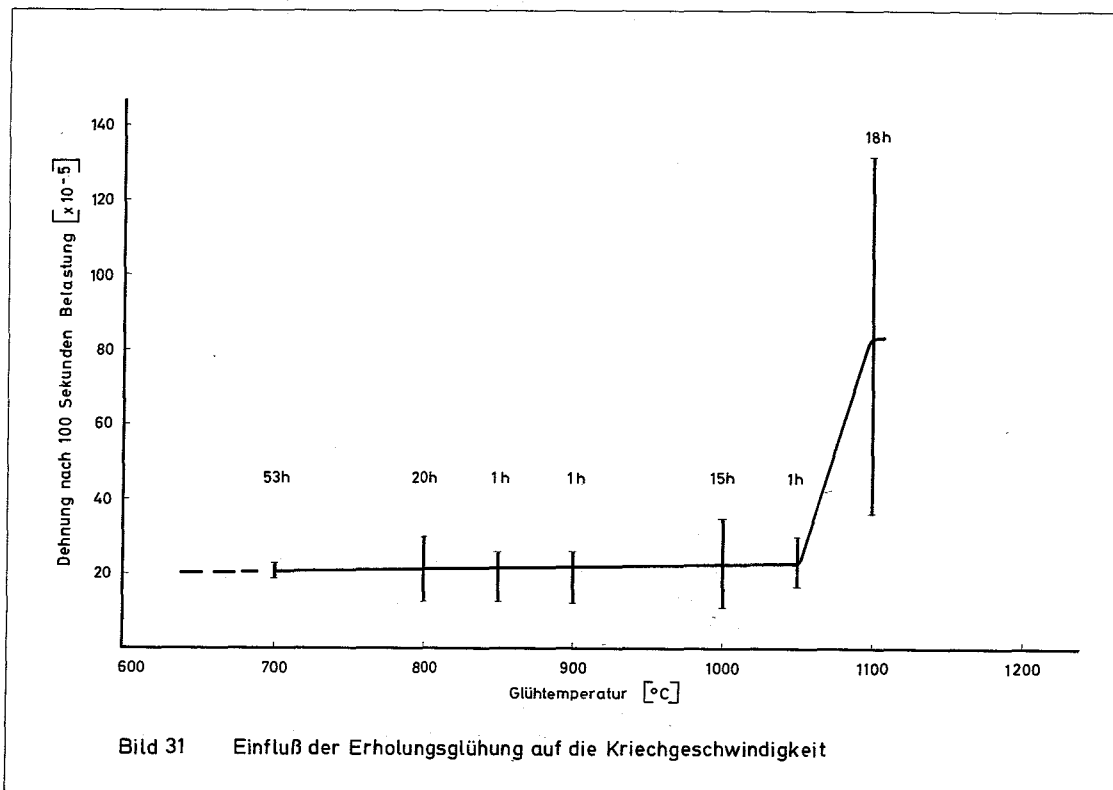


Bild 31 Einfluß der Erholungsglühung auf die Kriechgeschwindigkeit

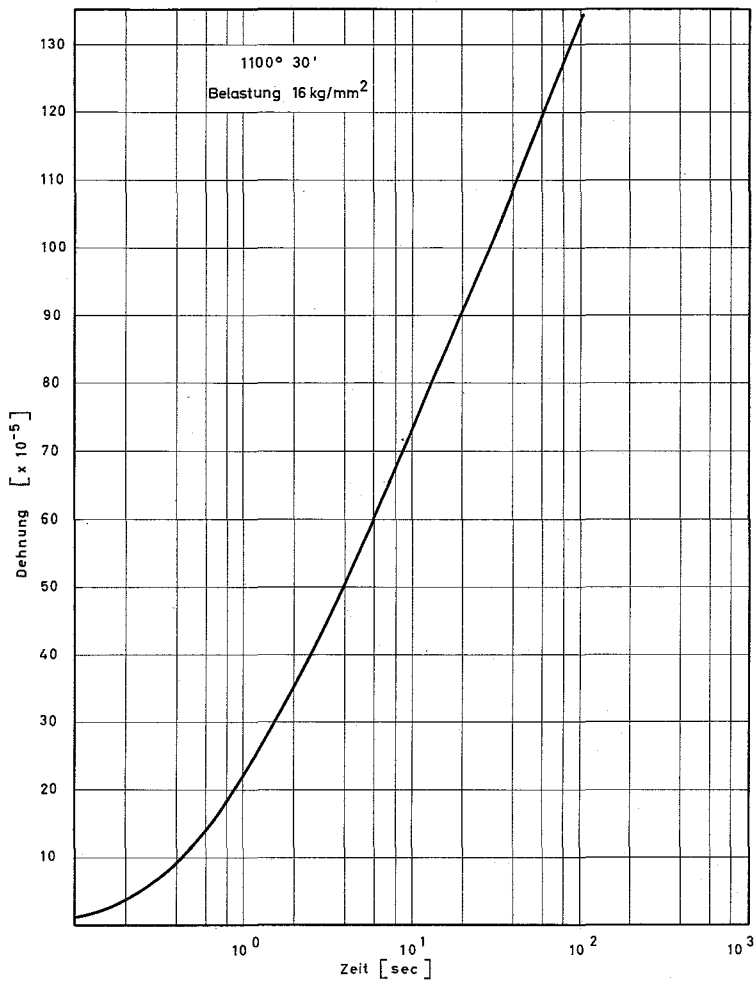


Bild 32 Kriechkurve einer um 1.1 % kaltverformten Probe der nicht aushärtbaren Legierung nach einer Erholungsglühung bei 1100 °C

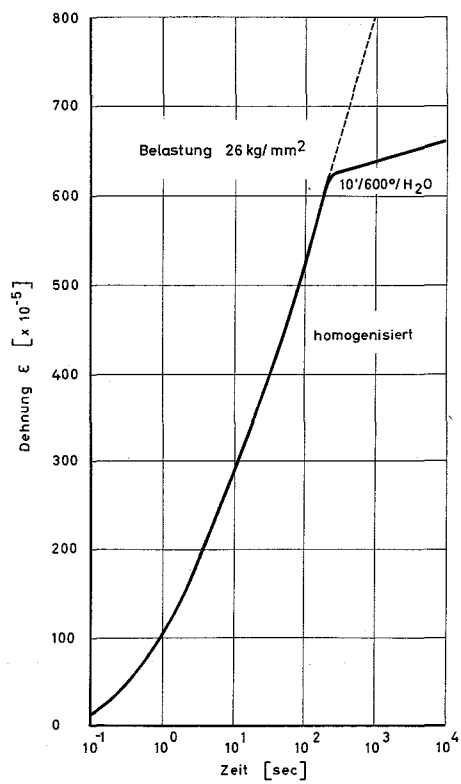


Bild 33 Kriechkurve einer Probe vor und nach der Auslagerung bei 600°C

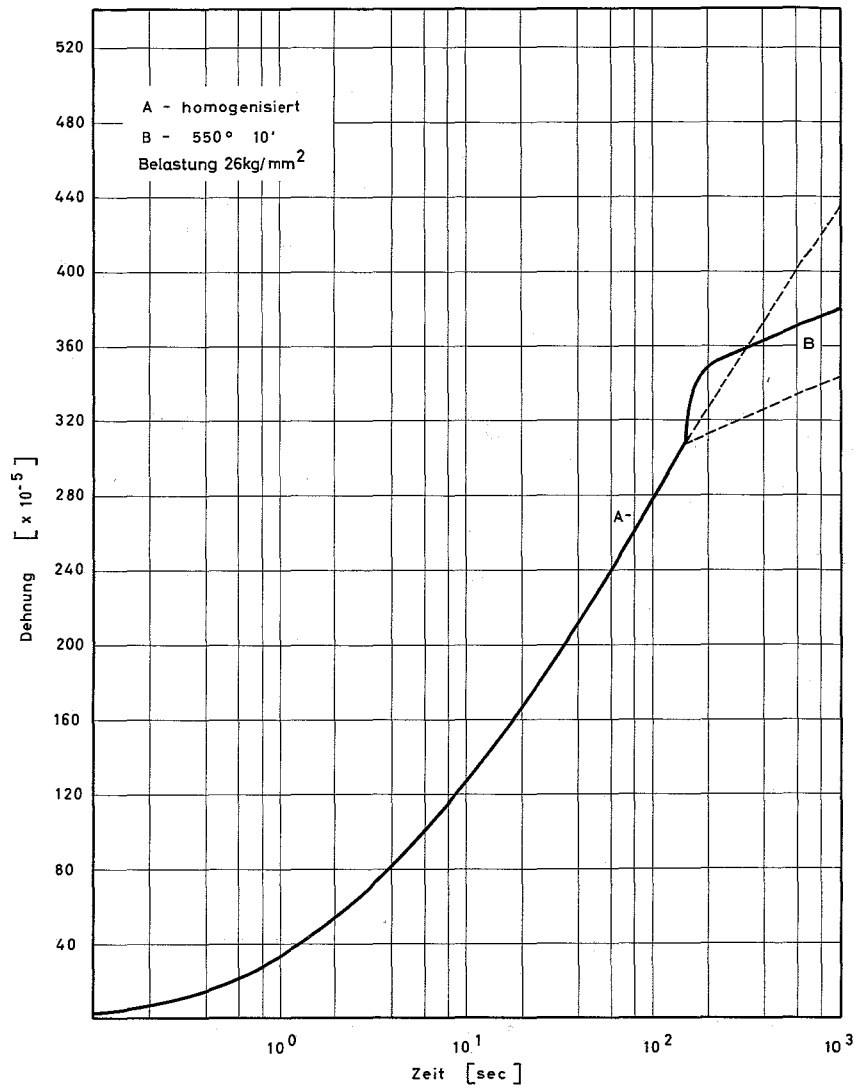


Bild 34 Kriechkurve einer Probe vor und nach der Auslagerung

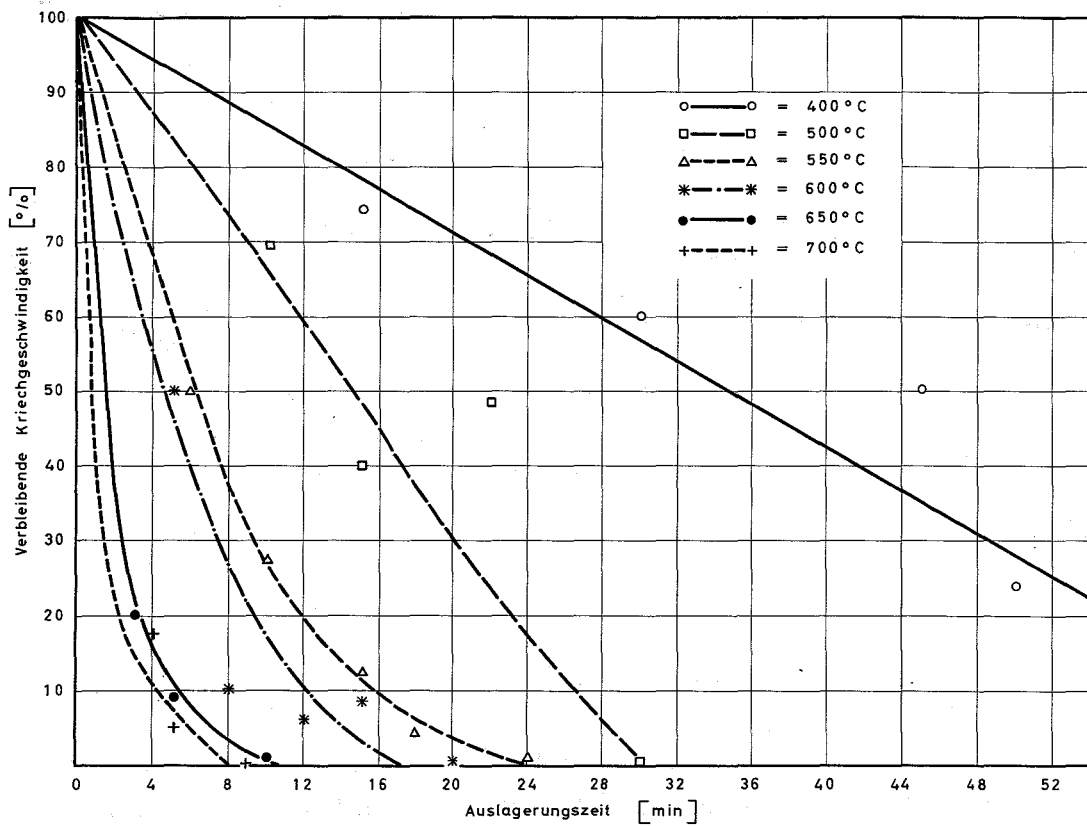


Bild 35 Einfluß der Auslagerung auf die Kriechgeschwindigkeit (Belastung 26kg/mm<sup>2</sup>)

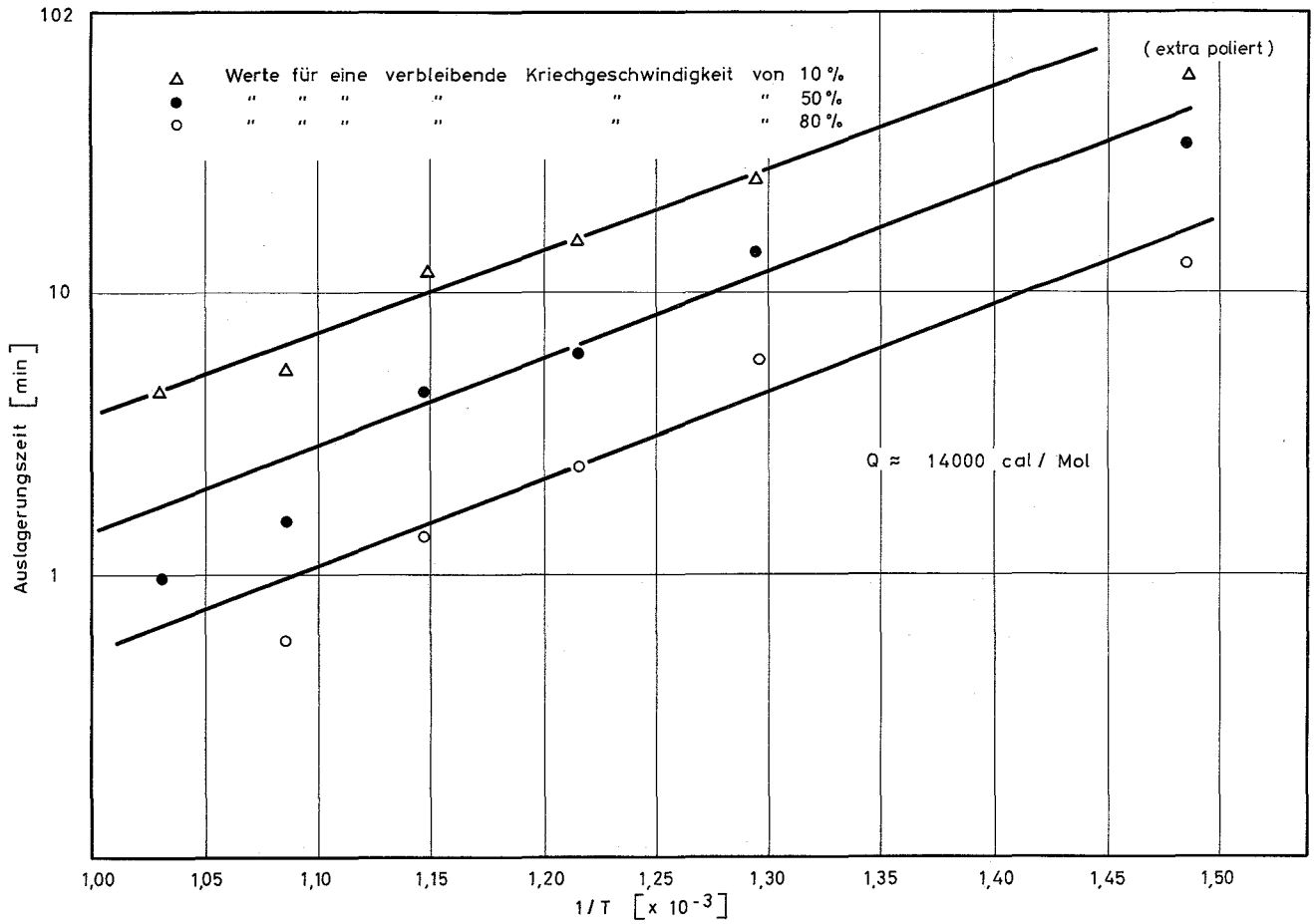


Bild 36 Ermittlung der Aktivierungsenergie aus Kriechversuchen

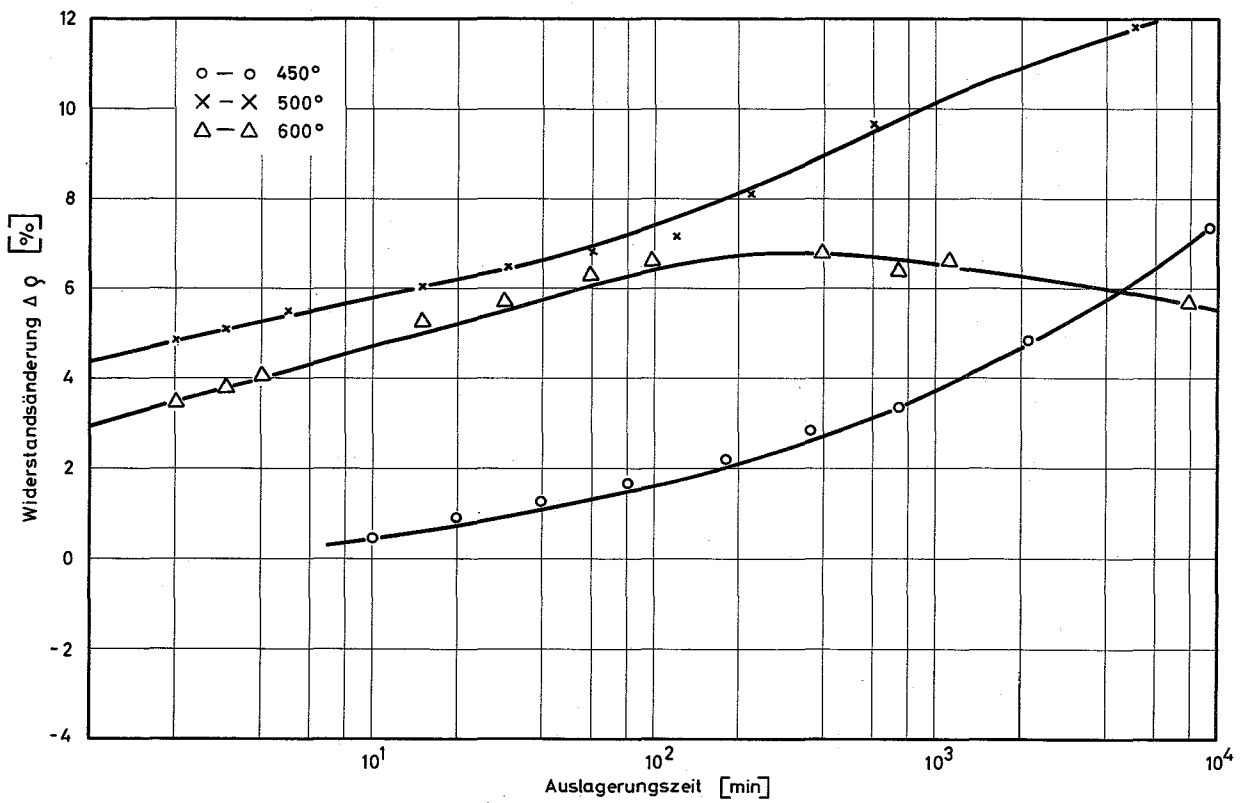


Bild 37 Einfluß der Auslagerung bei 450, 500 und 600°C auf den elektrischen Widerstand

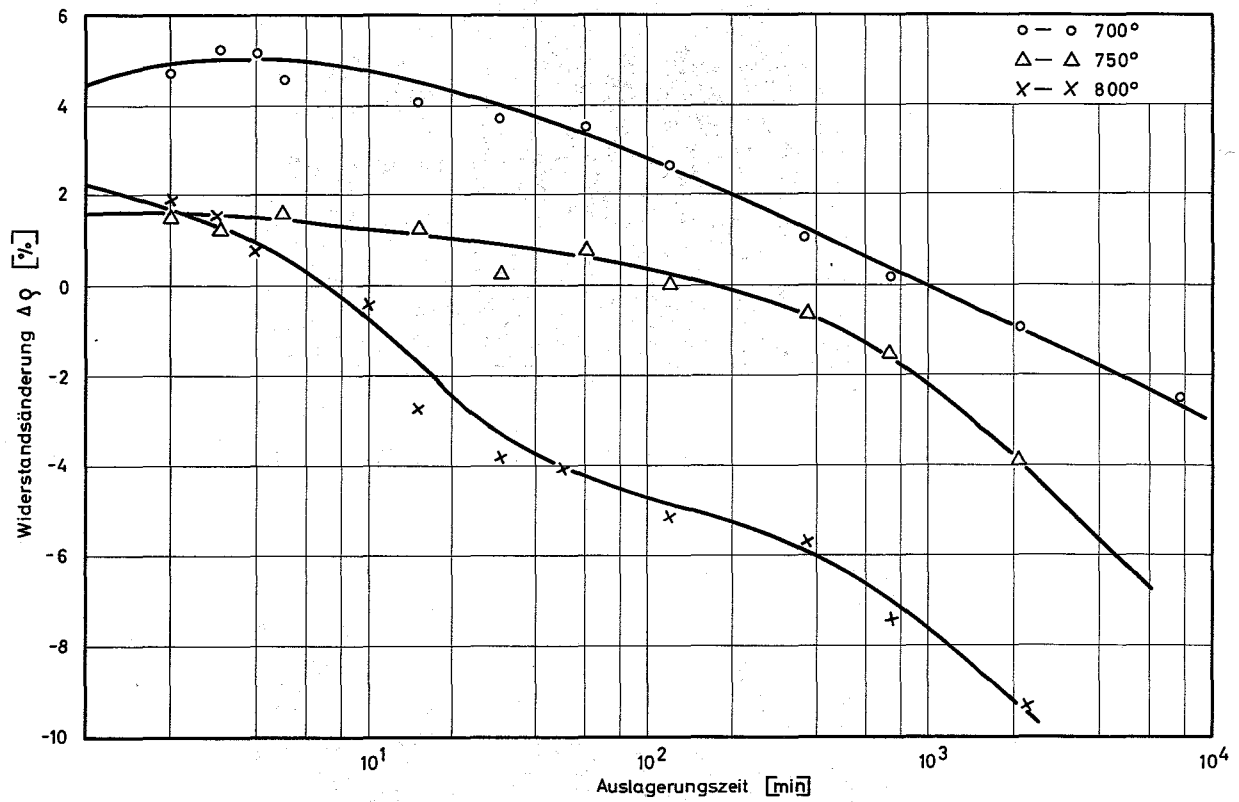


Bild 38 Einfluß der Auslagerung bei 700, 750 und 800°C auf den elektrischen Widerstand

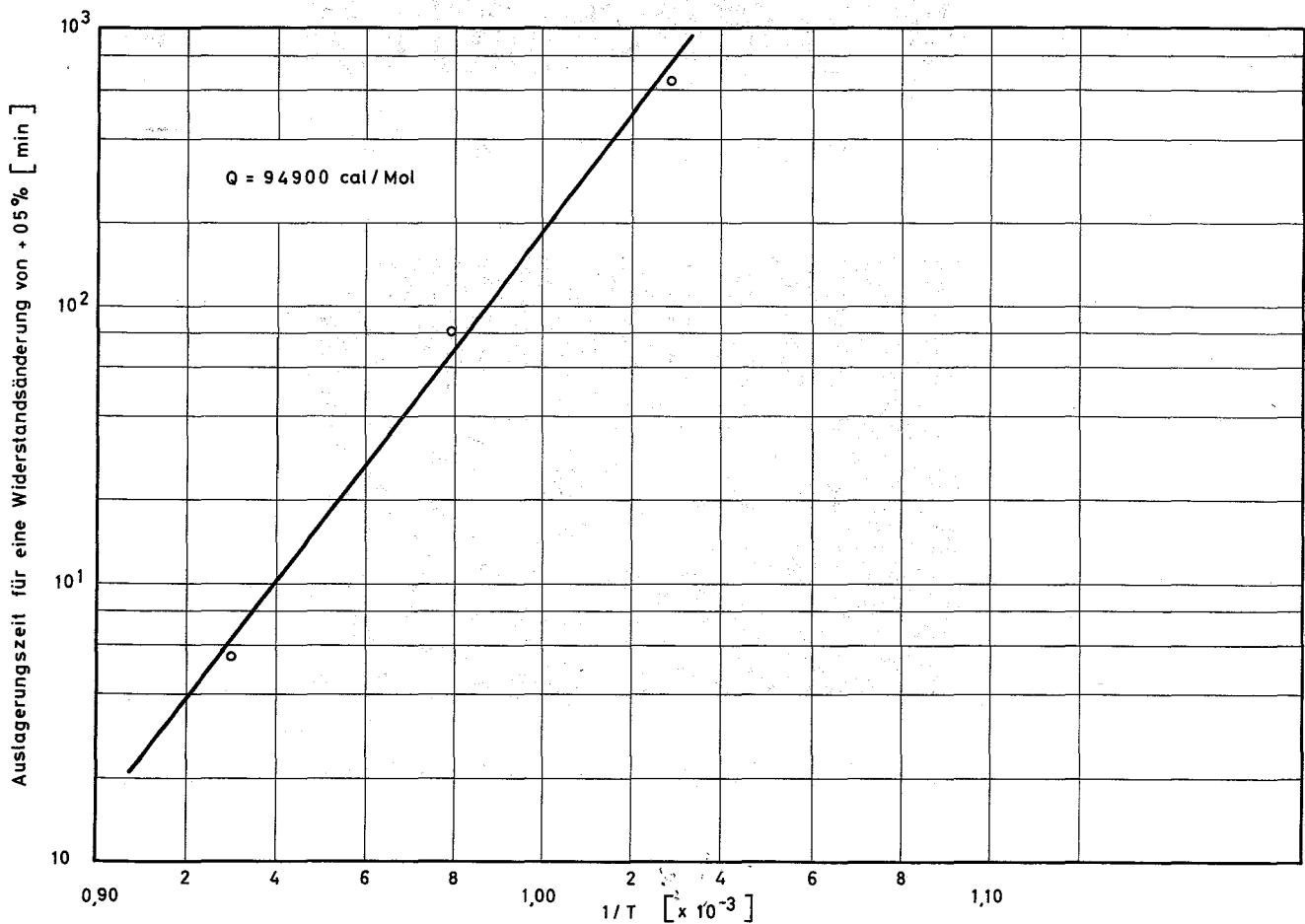
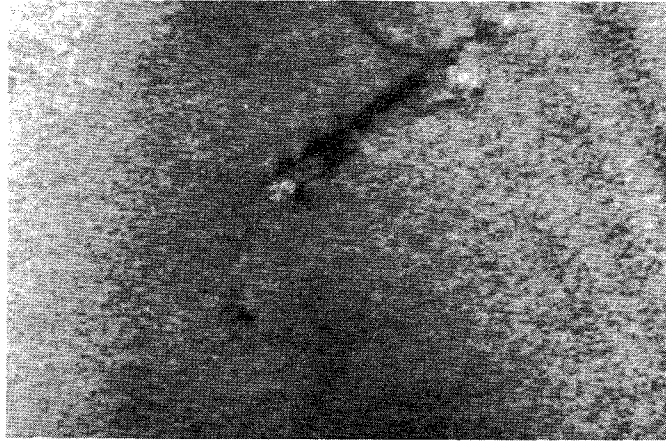
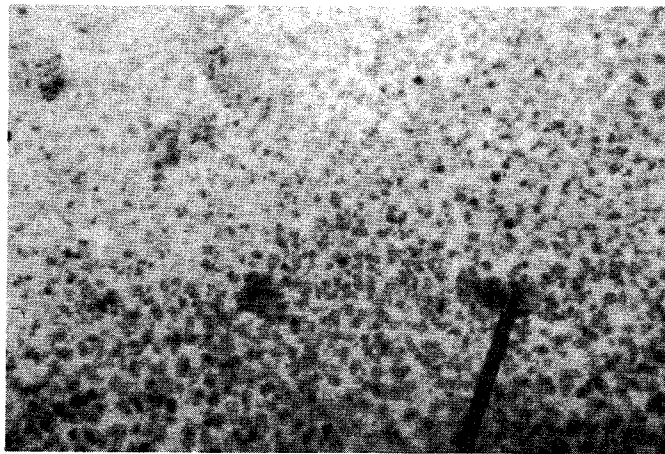


Bild 39 Ermittlung der Aktivierungsenergie aus Widerstandsmessungen



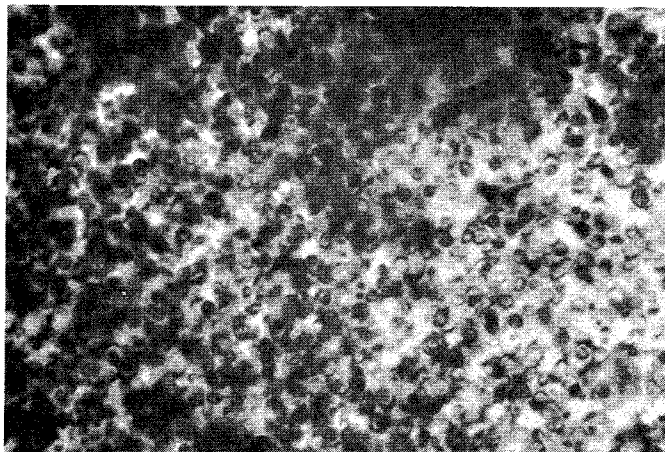
V= 80 000 x

d.) 1150° 1h/ H<sub>2</sub>O + 3' 700°/ H<sub>2</sub>O



V= 80 000 x

e.) 1150° 1h/ H<sub>2</sub>O + 1h 700°/ H<sub>2</sub>O

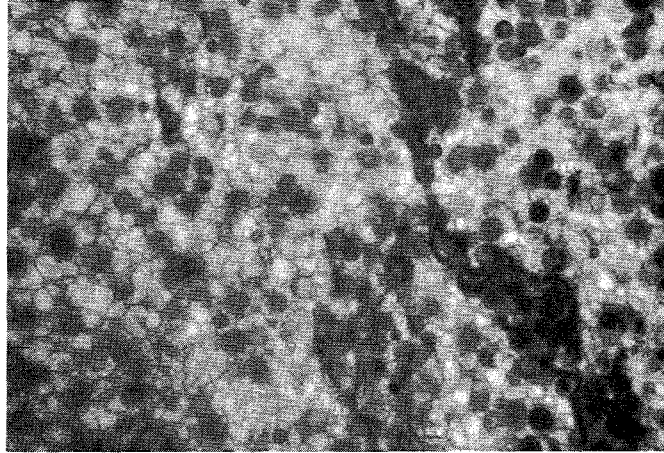


V= 80 000 x

f.) 1150° 1h/ H<sub>2</sub>O + 50h 700°/ H<sub>2</sub>O

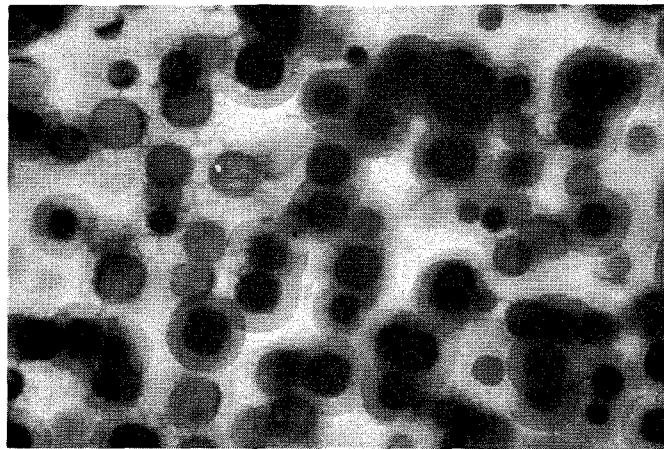
Bild 40 : Elektronenmikroskopische Durchstrahlungsaufnahmen





V= 80 000 x

g.) 1150° 1h/H<sub>2</sub>O + 1h 850°/H<sub>2</sub>O



V= 80 000 x

h.) 1150° 1h/H<sub>2</sub>O+9h 850°/ H<sub>2</sub>O

Bild 41 : Elektronenmikroskopische  
Durchstrahlungsaufnahmen