

**KERNFORSCHUNGSZENTRUM
KARLSRUHE**

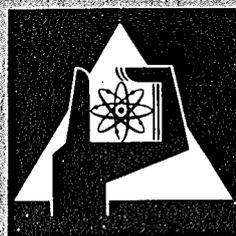
August 1973

KFK 1855

Institut für Material- und Festkörperforschung

**Einfluß der Korngröße auf das Zeitstand- und Kriechverhalten
des austenitischen CrNi-Stahls X8 CrNiMoVNb 1613**

H. Scholz



**GESELLSCHAFT
FÜR
KERNFORSCHUNG M.B.H.**

KARLSRUHE

Als Manuskript vervielfältigt

Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.
KARLSRUHE

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

KFK 1855

Institut für Material- und Festkörperforschung

EINFLUSS DER KORNGRÖSSE AUF DAS ZEITSTAND- UND KRIECHVERHALTEN
DES AUSTENITISCHEN CrNi-STAHLS X8 CrNiMoVNb 1613 ⁺⁾

von

Hartmut Scholz

Gesellschaft für Kernforschung m.b.H., Karlsruhe

⁺⁾ Von der Fakultät für Maschinenbau der
Universität Karlsruhe genehmigte Dissertation

Zusammenfassung

Es wurde das Zeitstand- und Kriechverhalten des austenitischen CrNi-Stahls X8 CrNiMoVNb 1613 in Abhängigkeit von der Korngröße untersucht. Die mittleren Korndurchmesser der Proben lagen zwischen 2 und 400 μm . Die Kriechversuche wurden im Temperaturbereich von 575 bis 750°C und im Spannungsbereich von 22 bis 38 kp/mm^2 durchgeführt. Zur Bestimmung des Verfestigungsverhaltens in Abhängigkeit von der Korngröße wurden zusätzlich Zugversuche durchgeführt.

Bei einer Spannung von 28 kp/mm^2 und einer Temperatur von 650°C nehmen die Belastungsdehnung und der Verfestigungsanstieg mit der Korngröße zu. Die minimale Kriechgeschwindigkeit verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße unabhängig von der Spannung und der Temperatur über ein Minimum. Der Einfluß der Korngröße auf die minimale Kriechgeschwindigkeit nimmt mit steigender Temperatur ab. Die Standzeit t_B verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum. Die Standzeit ändert sich aber nicht in dem Maße wie die minimale Kriechgeschwindigkeit. Die 1%-Dehnzeiten $t_{1\%}$ ändern sich in Abhängigkeit von der Korngröße im gleichen Maße wie die minimalen Kriechgeschwindigkeiten. Das Verhältnis $t_{1\%}/t_B$ verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum. Der maximale Wert von $t_{1\%}/t_B$ nimmt mit fallender Temperatur zu. Während der Kriechversuche scheidet sich an den Versetzungslinien Niobkarbid aus.

Der Einfluß der Korngröße auf das Zeitstand- und Kriechverhalten konnte mit Hilfe mehrerer sich gegenseitig beeinflussender Prozesse erklärt werden. Bei kleinen Korngrößen sowie hohen Spannungen und Temperaturen können die Annihilationsprozesse von Versetzungen ablaufen, ohne von Ausscheidungsvorgängen beeinflusst zu werden. Bei tieferen Temperaturen und Spannungen sind jedoch Ausscheidungsvorgänge zu berücksichtigen. Proben mit sehr großen Korngrößen zeigen kein reines Vielkristallverhalten mehr.

The Influence of Grain Size on the Creep-Rupture and Creep-Behaviour
of the austenitic CrNi-Steel X8 CrNiMoVNb 1613

Abstract

The effect of grain size on the creep-rupture and creep behaviour of the austenitic CrNi-steel X8 CrNiMoVNb 1613 was investigated. The average grain size of the specimens varied between 2 and 400 μm . The Creep tests were performed in the temperature range of 575 to 750°C and at nominal stresses between 22 and 38 kp/mm^2 . In addition, tensile tests were performed in order to study strain hardening behaviour as a function of the grain size.

At a stress of 28 kp/mm^2 and a temperature of 650°C the initial strain ϵ_{ow} and the rate of hardening increases with the grain size. According to the grain size, the minimum creep rate shows a well-defined minimum, independent of the stress and temperature. The influence of the grain size on the minimum creep rate decreases with increasing temperature. The time to rupture t_B depends on the grain size and passes through a maximum. The time to rupture does not change to the same degree as the minimum creep rate. The 1%-yield time $t_{1\%}$ is affected by the grain size to the same extent as the minimum creep rate. The ratio $t_{1\%}/t_B$ goes through a maximum as a function of the grain size. The maximum value $t_{1\%}/t_B$ increases with decreasing temperature. During the creep tests, particles of niobium carbide precipitate on the dislocation lines.

The effect of grain size on the creep-rupture and creep behaviour could be explained by the simultaneous influence of several processes. Annihilation of dislocation take place in specimens with small grain size at high temperatures and stresses, without being affected by precipitation processes. The latter are of importance at lower temperatures and stresses. Specimens with extremely high grain sizes do not exhibit a true polycrystalline behaviour.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung
2. Literaturübersicht
 - 2.1 Einfluß der Korngröße auf das primäre Kriechen
 - 2.2 Einfluß der Korngröße auf das sekundäre Kriechen
 - 2.3 Einfluß der Korngröße auf das tertiäre Kriechen
3. Versuchsdurchführung
 - 3.1 Probenmaterial, Vorbehandlung, Zustand
 - 3.2 Mechanische Werkstoffuntersuchungen
 - 3.2.1 Kriechversuche
 - 3.2.2 Zugversuche
 - 3.3 Metallographische Untersuchungen
 - 3.4 Texturbestimmung
 - 3.5 Elektronenmikroskopische Untersuchungen
4. Versuchsergebnisse
 - 4.1 Kurzzeitfestigkeitsverhalten
 - 4.2 Zeitstandverhalten
 - 4.3 Kriechverhalten
 - 4.3.1 Primäres Kriechverhalten
 - 4.3.2 Sekundäres Kriechverhalten
 - 4.3.3 Tertiäres Kriechverhalten
 - 4.4 Bruchverhalten
 - 4.5 Härteänderungen durch Kriechen
 - 4.6 Elektronenmikroskopische Untersuchungen
5. Diskussion der Ergebnisse
6. Zusammenfassung
7. Literaturverzeichnis
8. Bildanhang

1. Einleitung

Der Einsatz von austenitischen CrNi-Stählen bei höheren Arbeitstemperaturen hat sich in den letzten Jahrzehnten stark durchgesetzt. Die Ursache für die weit verbreitete Verwendung dieser Werkstoffgruppe beruht hauptsächlich auf ihrer Korrosionsbeständigkeit und auf ihrer Kriechfestigkeit bis etwa 700°C. Obwohl über das Hochtemperaturverhalten der austenitischen Stähle viele Untersuchungen vorliegen, besteht immer noch das Interesse, die Kenntnisse über diese Werkstoffgruppe in Hinblick auf spezielle Anwendungsbereiche zu erweitern und ihr Zeitstand- und Kriechverhalten zu verbessern. Maßnahmen, die zur Verbesserung des Zeitstand- und Kriechverhaltens ergriffen werden können, umfassen den weiten Bereich der metallkundlichen Möglichkeiten.

Der Einfluß der Korngröße auf das Zeitstand- und Kriechverhalten ist bereits an einigen austenitischen Stählen untersucht worden, die jedoch unterschiedliche chemische Zusammensetzungen aufweisen. Hieraus ergaben sich innerhalb dieser Legierungsgruppe unterschiedliche Ergebnisse. Die an Hand eines Teiles dieser Ergebnisse aufgestellten Kriechtheorien decken sich ebenfalls nur teilweise mit Vorstellungen, die an anderen Legierungen gewonnen wurden.

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, die Korngrößenabhängigkeit des Zeitstand- und Kriechverhaltens eines Nb-stabilisierten austenitischen Stahles zu prüfen und mit bestehenden Theorien zu vergleichen. Wegen seiner technischen Bedeutung wurde hierfür der Stahl mit der Werkstoffkurzbezeichnung X8 CrNiMoVNb 1613 ausgewählt.

2. Literaturübersicht

Der Einfluß der Korngröße auf das Zeitstand- und Kriechverhalten wird allgemein in der Literatur in Abhängigkeit von den einzelnen Kriechbereichen, das heißt vom primären, sekundären und tertiären Kriechen behandelt. Es erscheint darum sinnvoll, in der vorliegenden Literaturübersicht die gleiche Unterteilung zu wählen.

2.1 Der Einfluß der Korngröße auf das primäre Kriechen

Als Grundlage zur Beschreibung der Korngrößenabhängigkeit des primären Kriechens dient die von F. Garofalo¹⁾ empirisch ermittelte Dehnungs-Zeit-Beziehung

$$\epsilon_w = \epsilon_{ow} + \epsilon_{TW} (1 - e^{-rt}).$$

Hierbei ist ϵ_w die wahre Gesamtdehnung, ϵ_{ow} die wahre Belastungsdehnung, ϵ_{TW} die wahre Dehnung im Primärbereich, r ist das Verhältnis der Kriechgeschwindigkeit zur Zeit $t = 0$ zur Primärdehnung ϵ_{TW} .

F. Garofalo, W. F. Domis und F. v. Gemmingen²⁾ untersuchten den Korngrößeneinfluß auf das Kriechverhalten an einem austenitischen Stahl bei einer Temperatur von 704°C. Die Korngröße wurde zwischen 9 und 190 μm variiert. Die Parameter ϵ_{ow} , ϵ_{TW} und r zeigten ein von der Korngröße abhängiges, charakteristisches Verhalten. Die Werte von ϵ_{ow} und ϵ_{TW} steigen bei kleinen Korngrößen mit der Korngröße stark an. Es schließt sich dann ein Abschnitt an, in dem sie weitgehend korngrößenunabhängig sind. Ab einer Korngröße von 160 μm fallen sie wieder ab. Die r -Werte verhalten sich in Abhängigkeit von der Korngröße umgekehrt wie die ϵ_{ow} - u. ϵ_{TW} -Werte. Von B. Wilshire³⁾ wurden an einer Ni-0,1%-Ag-Legierung bei einer Temperatur von 600°C im Korngrößenbereich von 21 bis 85 μm Kriechversuche durchgeführt. In diesem Bereich nehmen die ϵ_{ow} -Werte mit steigender Korngröße leicht zu, die ϵ_{TW} -Werte leicht ab, während die r -Werte stark ansteigen.

Die Abhängigkeit der Belastungsdehnung von der Korngröße, wie sie von F. Garofalo et al.²⁾ gemessen wurde, steht nicht im Einklang mit dem von H. Conrad⁴⁾ und von J. Meakin und N. Petch⁵⁾ aufgestellten Verfestigungsmodell. Nach dem Modell sollte bei konstanter Spannung die Belastungsdehnung mit der Korngröße ansteigen, so wie in der Arbeit von B. Wilshire³⁾ nachgewiesen werden konnte. Die Ergebnisse von F. Garofalo et al.²⁾ lassen sich also nicht allein mit der Verfestigungstheorie erklären. Die Methode der unterschiedlichen Temperaturbehandlung, die zur Einstellung der verschiedenen Korngrößen benutzt wurde, scheint bei der verwendeten Legierung zu "Sekundäreffekten" geführt zu haben. Danach wäre es auch verständlich, warum F. Garofalo

et al.²⁾ und B. Wilshire³⁾ unterschiedliche Ergebnisse in der Korngrößenabhängigkeit der Parameter ϵ_{TW} und r erhielten.

2.2 Einfluß der Korngröße auf das sekundäre Kriechen

Über den Einfluß der Korngröße auf das sekundäre Kriechen liegt eine größere Anzahl theoretischer Ansätze und Versuchsergebnisse vor, als es für das primäre Kriechen der Fall ist. Die einzelnen Theorien lassen sich nach den Eigenschaften unterteilen, die den Korngrenzen zugeschrieben werden. Bei hohen Temperaturen, d.h. $T > 0,8 T_m$, wobei T_m die Schmelztemperatur bedeutet, und bei niedrigen Spannungen⁶⁾ kann die Kriechverformung darauf zurückgeführt werden, daß die Korngrenzen als Quellen und Senken für Leerstellen wirken. Bei angelegter Spannung findet dann ein gerichteter Massetransport durch das Kornvolumen statt, und es ergibt sich nach F.R.N. Nabarro⁷⁾ und C. Herring⁸⁾ für die Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_s$ in Abhängigkeit von der Korngröße d die Gleichung

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{5b^3 D_v \sigma}{kT d^2} \sim \frac{1}{d^2},$$

b ist der Burgersvektor, σ die angelegte Spannung, T die Temperatur, D_v der Volumendiffusionskoeffizient und k die Boltzmann'sche Konstante.

Wenn angenommen wird, daß der Materialtransport nicht durch das Kornvolumen sondern an den Korngrenzen erfolgt, und den Korngrenzen eine bestimmte Dicke W zugesprochen wird, so ergibt sich nach E. Coble⁹⁾ die Geschwindigkeits-Korngrößenbeziehung

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{150 D_b \cdot \Omega \cdot W \cdot \sigma}{d^3 \cdot k \cdot T} \sim \frac{1}{d^3},$$

wobei D_b der Korngrendiffusionskoeffizient und Ω das Atomvolumen ist.

F. Garofalo et al.²⁾ betrachten die Korngrenzen und Subkorngrenzen als Quellen und Senken für Versetzungen. Die Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ soll von der Dichte der beweglichen Versetzungen ρ_m gemäß der Orwan'schen Gleichung

$$\dot{\epsilon} = \beta \rho_m b \bar{v}$$

abhängig sein. Hierbei ist b der Burgersvektor, \bar{v} ist die mittlere Versetzungsgeschwindigkeit und β ist eine Konstante. Die Dichte der beweglichen Versetzungen setzt sich aus zwei Anteilen zusammen. Einmal aus dem Anteil der Versetzungen ρ_{sb} , die an den Subkorn Grenzen und zum anderen aus dem Anteil von Versetzungen ρ_b , die an den Korngrenzen gebildet werden.

Die Anteile ρ_{sb} und ρ_b zeigen folgende Abhängigkeiten:

$$\rho_{sb} = B \cdot z' \cdot C \cdot N \cdot d^2 \quad \text{und} \quad \rho_b = \frac{D_L \cdot z'' \cdot L'}{d}$$

Hierbei ist B die Anzahl der Hindernisse, die durch Quergleitvorgänge von den Versetzungen überwunden werden müssen, z' ist die durchschnittliche Anzahl von Versetzungsschleifen, die in dem Zeitintervall zwischen der Erzeugung und einem Quergleitungsschritt einer Versetzung neu erzeugt werden, C und N sind Konstanten. D_L ist die Dichte der Versetzungsquellen auf den Korngrenzen, z'' ist die Anzahl der Versetzungen, die pro mittlere Lebensdauer einer beweglichen Versetzung von einer Quelle gebildet wird, und L' ist die Länge einer Versetzungsschleife.

Mit Hilfe dieser Annahmen kommen F. Garofalo et al.²⁾ für die Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße zu der Beziehung

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{K_b}{d} + K_{sb} \cdot d^2$$

Die Konstante K_b berücksichtigt die Dichte der Versetzungsquellen an den Korngrenzen und die Konstante K_{sb} die Versetzungsbildung an den Subkorn Grenzen. Bei tiefen Temperaturen, bei denen K_b klein ist, steigt die Kriechgeschwindigkeit mit dem Quadrat der Korngrößen an. Bei hohen Temperaturen überwiegt der Einfluß der Korngrenzen, und es ergibt sich daher eine umgekehrte Proportionalität zwischen der sekundären Kriechgeschwindigkeit und der Korngröße. Bei mittleren Temperaturen verläuft die Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße über ein Minimum. Die Korngröße d_m , bei der die minimale Kriechgeschwindigkeit herrscht, läßt sich durch Minimalisieren

der Gleichung $\dot{\epsilon}_s = \frac{K_b}{d} + K_{sb} d^2$ ermitteln. Die Korngröße minimaler

Kriechgeschwindigkeit ist demnach $d_m = \sqrt[3]{\frac{K_b}{2 K_{sb}}}$.

Neben der Wirkung der Korngrenzen als Einflußgröße auf Korndehnungsmechanismen sind korngrenzenspezifische Mechanismen erkannt worden, die unter dem Begriff des Korngrenzengleitens zusammengefaßt werden. Unter dem Korngrenzengleiten wird die gegenseitige Verschiebung von Körnern entlang der Korngrenzen verstanden. Je nachdem ob der Verformungsvorgang in einem engen oder ausgedehnten Bereich von der Korngrenze stattfindet, spricht man vom idealen Korngrenzengleiten oder vom Korngrenzenzonengleiten. R. Lagneborg¹¹⁾ schlägt für die sekundäre Kriechgeschwindigkeit die Gleichung

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_{intra} + \gamma \dot{A}u(d)/d$$

vor. Der Anteil $\dot{\epsilon}_{intra}$ ist der Beitrag zur Kriechgeschwindigkeit, der von Korndehnungsmechanismen aufgebracht wird. Die Funktion $\gamma \dot{A}u(d)/d$ stellt den Beitrag des Korngrenzengleitens $\dot{\epsilon}_{gb}$ zur Gesamtkriechgeschwindigkeit dar, wobei $\dot{A}u$ die Korngrenzenabgleitgeschwindigkeit und γ eine Konstante ist.

C. R. Barrett, J. L. Lytton, O. D. Sherby¹²⁾ berücksichtigen, daß am Korngrenzengleiten eine Zone endlicher Breite beteiligt ist und erhalten die Beziehung

$$\dot{\epsilon}_s = \dot{\epsilon}_{intra} + (\dot{\epsilon}_{zone} - \dot{\epsilon}_{intra}) \frac{\alpha d_{sg}}{d}$$

Der Term $\dot{\epsilon}_{zone}$ stellt den Kriechgeschwindigkeitsbeitrag der Korngrenzenzone dar, d_{sg} ist der Subkorndurchmesser und α ist eine Konstante.

Die von F. Garofalo et al.²⁾ aufgestellte Beziehung ist in der Literatur häufig diskutiert worden. F. Garofalo et al.²⁾ fanden ihre Überlegungen durch Untersuchungen an einem austenitischen 17/14 CrNi-Stahl bestätigt. Ebenso konnten die Autoren die Korngrößenabhängigkeiten erklären, wie sie von P. Shahinian, J.R. Lane¹³⁾ an Monel im Temperaturbereich von 370 bis 705°C bei Korngrößen zwischen 34 und 780 µm gefunden worden waren.

Einwände gegen das von F. Garofalo et al.²⁾ vorgeschlagene Versetzungsmodell zur Erklärung des Kriechverhaltens in Abhängigkeit von der Korngröße sind von B. Wilshire³⁾ zusammengestellt worden. So wurde von mehreren Autoren nachgewiesen, daß während des sekundären Kriechens die Subkorngröße^{2,12,14)} und die Versetzungsdichte in den Subkörnern unabhängig von der Korngröße sind und somit die Grundlage für die oben genannte Theorie fehlt. Die über ein Minimum verlaufende Abhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße wird einmal auf den stark zunehmenden Einfluß von Korngrenzgleitvorgängen mit abnehmender Korngröße zurückgeführt. Der Anstieg der Kriechgeschwindigkeit bei großen Korngrößen wird zum anderen tertiären Kriechvorgängen zugeschrieben, die das sekundäre Kriechen überlagern, was dann zu einer scheinbaren Erhöhung der sekundären Kriechgeschwindigkeit mit der Korngröße führt.

Barrett et al.¹²⁾, die das Kriechverhalten von reinem Kupfer im Temperaturbereich von 406 bis 626°C und bei Korngrößen zwischen 30 und 700 µm untersuchten, sehen in der Zunahme der sekundären Kriechgeschwindigkeit mit abnehmender Korngröße einen erhöhten Beitrag des Korngrenzgleitens und nicht ein von der Korngröße beeinflusstes Korngleiten. Ebenso führt T. G. Langdon¹⁶⁾ an Hand mehrerer Beispiele die Zunahme der sekundären Kriechgeschwindigkeit mit abnehmender Korngröße auf einen verstärkten Beitrag des Korngrenzgleitens zurück. Zu einem gleichen Ergebnis kam R. Lagneborg¹¹⁾, der einen 20/35 CrNi-Stahl bei Temperaturen von 600 und 700°C im Korngrößenbereich von 35 bis 600 µm untersuchte.

Der Nachweis, daß die Zunahme der sekundären Kriechgeschwindigkeit bei extrem hohen Korngrößen auf das frühzeitige Einsetzen von tertiären Kriechvorgängen zurückzuführen ist, konnte von mehreren Autoren erbracht werden.

R. Lagneborg¹¹⁾ stellte fest, daß bei manchen grobkörnigen Proben der primäre Kriechbereich direkt in den tertiären Bereich einmündet. Daraus ergibt sich eine scheinbare Erhöhung der sekundären Kriechgeschwindigkeit, die durch das frühzeitige Einsetzen von tertiären Kriechvorgängen vorgetäuscht wird. Da die Bruchneigung im Druckver-

sich verringert ist, und somit eine Überlagerung von sekundären und tertiären Kriechvorgängen nicht wahrscheinlich ist, führte T.G. Langdon¹⁷⁾ an LiF-Vielkristallen, die eine Korngröße von 160-3000 μm besaßen, Kriechversuche unter Druckbeanspruchung durch. Bei diesen konnte keine Erhöhung der sekundären Kriechgeschwindigkeit mit der Korngröße festgestellt werden.

Zwei wesentliche "Sekundäreffekte", die das Kriechverhalten in Abhängigkeit von der Korngröße beeinflussen können, sind einmal die für die Herstellung unterschiedlicher Korngrößen benutzten unterschiedlichen Lösungsglühtemperaturen, die den Mischkristall- bzw. Ausscheidungszustand von Legierungen beeinflussen. Ferner nimmt bei Kriechversuchen, die bei Spannungen oberhalb der Streckgrenze durchgeführt werden, die Belastungsdehnung mit der Korngröße zu, wodurch das Material für die anschließenden Kriechversuche in unterschiedlichen Warmverformungsgraden vorliegt.

Über den Einfluß der Lösungsglüh Temperatur auf das Kriechverhalten liegen in der Literatur Ergebnisse vor, die sowohl an stabilisierten als auch an unstabilisierten Stählen gewonnen worden waren. R. Lagneborg¹¹⁾ fand bei Ti+Al-stabilisierten Stählen, daß die Kriechgeschwindigkeit von der Lösungsglüh Temperatur abhing. Oberhalb einer Lösungsglüh Temperatur von 1000°C nahm die sekundäre Kriechgeschwindigkeit mit der Lösungsglüh Temperatur ab, was auf die Zunahme des in Lösung befindlichen Titans und Kohlenstoffs zurückgeführt wurde. Diese Elemente scheiden sich dann während des Kriechens als TiC an den Versetzungen aus und verringern somit die Kriechgeschwindigkeit. K. J. Irvine, J. D. Murray und F. B. Pickering¹⁸⁾ führen in einer Zusammenstellung über den Einfluß der Korngröße an stabilisierten und unstabilisierten austenitischen Stählen aus, daß bei unstabilisierten Stählen kein Einfluß der Korngröße auf die Kriechfestigkeit festzustellen ist. Die Erhöhung der Kriechfestigkeit mit steigender Korngröße ist bei stabilisierten Stählen auf die gleichzeitige Erhöhung der für die Erzeugung großer Korngrößen notwendigen Rekristallisationstemperatur zurückzuführen.

Als Beispiele für die unstabilisierten Stähle waren ein 18/10 CrNi-Stahl im Korngrößenbereich von 20 bis 250 μm und ein 17/12 CrNi-Stahl mit 2,5% Mo im Korngrößenbereich von 10 bis 400 μm angeführt worden. Für die Untersuchungen an stabilisierten Stählen dienten ein 18/12 CrNi-Stahl mit 1% Nb im Korngrößenbereich von 6 bis 180 μm und ein Ti-stabilisierter 18/10 CrNi-Stahl im Korngrößenbereich von 7-29 μm .

An einem unterstabilisierten 16/18 CrNi-Stahl konnten ebenfalls J. Myers und G. Willoughby¹⁹⁾ im Korngrößenbereich von 50 bis 165 μm keinen Einfluß der Korngröße auf die sekundäre Kriechgeschwindigkeit nachweisen.

Der Einfluß des anderen "Sekundäreffekts", der durch die von der Korngröße beeinflussten Belastungsdehnung gegeben ist, kann nur unzureichend abgeschätzt werden, da über den Einfluß der Belastungsdehnung oder einer Warmverformung auf das Kriechverhalten keine Literatur gefunden werden konnte. Da jedoch die Belastungszeiten bei Kriechversuchen allgemein sehr kurz sind, sodaß während der Belastung keine Erholung wahrscheinlich ist, soll auf Ergebnisse über den Einfluß der Kaltverformung auf das Kriechverhalten hingewiesen werden. F. Garofalo, F. von Gemmingen und W. F. Domis²⁰⁾ konnten an einem Stahl vom Typ 316 einen günstigen Einfluß auf das Kriechverhalten bis zu Verformungsgraden von 25% nachweisen. H. Böhm, M. Schirra, R. Solano, R. Garcia²¹⁾ verbesserten das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahls der Normkurzbezeichnung X8 CrNiMoVNb 1616 durch eine Kaltverformung mit anschließender Wärmebehandlung. Aus dem letztgenannten Versuch läßt sich ableiten, daß durch eine vorausgegangene Kaltverformung wiederum Ausscheidungsvorgänge während des Kriechens beeinflusst werden können.

2.3 Einfluß der Korngröße auf das tertiäre Kriechen

Der Einfluß der Korngröße auf das tertiäre Kriechen wird allgemein als ein Einfluß der Korngröße auf die Bildung von interkristallinen Rissen und Poren angesehen. Dabei wird vorausgesetzt, daß das tertiäre Kriechen durch die Bildung von Rissen und Poren eingeleitet wird, und daß die Riß- und Porenbildung durch Korngrenzengleiten hervorgerufen wird.

Die Bildung von Poren durch das Korngrenzengleiten wurde durch verschiedene Arbeiten bestätigt. J. Intrater, E. S. Machling²²⁾ fanden, daß die Anzahl der Poren direkt vom Betrag des Korngrenzenabgleitens abhängig ist. H. E. Evans²³⁾ konnte an einer Mg-0,8%-Al-Legierung, die im Korngrößenbereich von 9-300 µm bei Temperaturen zwischen 25 und 400°C untersucht wurde, das Porenwachstum auf das Korngrenzengleiten zurückführen. Die Wachstumsgeschwindigkeit der Poren entsprach der Geschwindigkeit des Korngrenzengleitens. B. Wilshire³⁾ zeigte, daß Bruchvorgänge unabhängig von der Korngröße durch Porenbildung eingeleitet wurden. Der Porenabstand in den Korngrenzen war unabhängig von der Korngröße, woraus sich eine Zunahme der Porenanzahl pro Probenvolumen mit abnehmender Korngröße ergab. Das Porenwachstum steigt jedoch mit der Korngröße, welches sich auf eine Zunahme des Korngrenzenabgleitens mit der Korngröße zurückführen ließ.

K. Skuin²⁴⁾ fand im Einklang mit den vorausgegangenen Ergebnissen am Stahl der Normkurzbezeichnung X10 CrNiTi 1810, der bei 650°C im Korngrößenbereich von 25 bis 700 µm untersucht worden war, daß die Anzahl der Poren und Risse mit zunehmender Korngröße abnahm. Bei grobkörnigen Proben ist jedoch die Möglichkeit gegeben, daß durch die Überbrückung von mehreren Poren frühzeitig Risse mit der zur spontanen Ausbreitung notwendigen kritischen Länge entstehen.

An Hand des Modells über die durch Korngrenzengleiten bedingte Bildung von Poren und Rissen leiten die oben genannten Autoren für die untersuchten Korngrößenbereiche eine Zunahme der Bruchdehnung und der Standzeit mit abnehmender Korngröße ab.

3. Versuchsdurchführung

3.1 Probenmaterial, Vorbehandlung und Zustand

Als Versuchsmaterial diente ein voll stabilisierter austenitischer Stahl der Werkstoffkurzbezeichnung X8 CrNiMoVNB 1613. Die Legierung wurde von der Firma Röchling als lösungsgeglühtes Schmiedestück mit den Abmessungen 200 x 200 x 250 mm geliefert. Die genaue chemische Zusammensetzung der Legierung geht aus der Tabelle 1 hervor. Aus dem

Schmiedestück wurden Vierkantstäbe von 18 x 18 mm und 11 x 11 mm und 120 mm Länge herausgearbeitet, bei 1300°C 2 Stunden in einem Vakuumabschreckofen gegläht, im Ofen bis auf 1050°C abgekühlt, eine halbe Stunde bei dieser Temperatur gehalten und in Wasser abgeschreckt. Das Vakuum betrug bei der Temperatur von 1300°C 2×10^{-5} Torr. Nach der Glühbehandlung wurden die Stäbe auf einen Durchmesser von 16 und 10 mm abgedreht und anschließend auf 6 mm Durchmesser kalt heruntergeschmiedet, was einem Verformungsgrad von 84% bzw. 64% entspricht.

Zur Herstellung unterschiedlicher Korngrößen wurde das Material bei verschiedenen Temperaturen über verschiedene Zeiten im Vakuumabschreckofen gegläht. Die Glühbehandlungen gehen aus der Tabelle 2 hervor. Die hergestellten mittleren Korngrößen betragen 400, 170, 90, 10, 5,5 und 2 μm (Bild 1a - f). Bei der Herstellung von Proben mit Korngrößen zwischen 10 und 100 μm sowie mit extrem großen Korngrößen traten erhebliche Schwierigkeiten auf. Bei Temperaturen unterhalb 1180°C konnte auch durch längere Glühzeiten nach erfolgter Primärrekristallisation keine Kornvergrößerung erreicht werden. Glühungen oberhalb 1180°C führten nach abgeschlossener Primärrekristallisation sehr schnell zur sekundären Rekristallisation, welche zur Ausbildung von Gefügen mit unregelmäßiger Korngröße führte.

Die in der Nähe von 1300°C stattfindende Kornvergrößerung brachte auch über längere Glühzeiten keine Korngröße von mehr als 200 μm Durchmesser. Proben, die oberhalb 1320°C gegläht wurden, schmolzen an den Korngrenzen auf und die Korngröße nahm wieder mit steigender Glühtemperatur ab. Die Ausnutzung des kritischen Verformungsgrades zur Herstellung grobkörniger Proben scheiterte an der ungenügenden Reproduzierbarkeit.

Aus diesem Grunde wurde das Probenmaterial zur Herstellung eines grobkörnigen Gefüges erst im Bereich der sekundären Rekristallisation gegläht und anschließend im Bereich der Kornvergrößerung. Hierdurch konnten grobkörnige Proben hergestellt werden. Die mittlere Korngröße schwankte bei Anwendung dieses Verfahrens von Probe zu Probe zwischen 250 und 600 μm .

Um bei allen Proben den gleichen Mischkristallzustand zu gewährleisten, schloß sich den Rekristallisationsglühungen, die oberhalb einer Temperatur von 1050°C durchgeführt wurden, eine halbstündige Glühung bei 1050°C an. Um Auslagerungsvorgänge während des Kriechens so weit wie möglich auszuschließen, wurden alle Proben 6 Stunden bei 750°C im Vakuum von 10^{-5} Torr geglüht und im Ofen abgekühlt. Eine Ausnahme bildeten die Proben mit nur $2\ \mu\text{m}$ Korndurchmesser, bei denen die Auslagerungstemperatur gleichzeitig die Rekristallisationstemperatur war.

Aus dem Material wurden 10D-Proportionalitätsstäbe von 3 mm Durchmesser hergestellt. Die genauen Abmessungen der verwendeten Proben gehen aus Bild 2 hervor.

3.2 Mechanische Werkstoffuntersuchungen

3.2.1 Kriechversuche

Für die Kriechuntersuchungen stand eine Zeitstandanlage der Firma Mohr & Federhaff zur Verfügung. Die Zeitstandversuche wurden im Bereich von 575 bis 750°C unter Normalatmosphäre durchgeführt, die Temperaturabweichungen betragen über die Probenlänge und die Zeit $\pm 2^{\circ}\text{C}$. Die Anfangsspannungen lagen zwischen 22 und $38\ \text{kp}/\text{mm}^2$. Die Kriechproben, welche zur Bestimmung der Härte in Abhängigkeit von der Kriechdehnung verwendet werden sollten, wurden nach bestimmten Kriechbeträgen unter Last an Luft abgekühlt.

Die Probendehnung wurde mit Hilfe induktiver Wegaufnehmer gemessen, die über ein Meßgestänge mit der Probe verbunden worden waren. Die Meßeinrichtung erlaubte es, Probenverlängerungen bis zu $0,002\ \text{mm}$ aufzulösen. Da an den Zeitstandproben keine Meßschneiden angebracht worden waren, wurden zwischen den Proben und dem Zuggestänge Zwischenstücke mit Kragen eingeschraubt. Da bei dieser Dehnungsaufnahme auch die Dehnung in den Gewindeköpfen mitgemessen wurde, wurde an einigen Zeitstandproben der Meßlängenabstand von $30\ \text{mm}$ markiert. Nach erfolgter Kriechbeanspruchung wurde die Verlängerung zwischen den Markierungen ausgemessen und mit der über die induktiven Wegaufnehmer ge-

messenen verglichen. Dabei stellte sich heraus, daß die Meßwerte, die mit Hilfe der induktiven Wegaufnehmer gemessen worden waren, um 7% höher lagen, als die Werte, die sich aus den Abstandsmessungen der Markierungen ergaben. Die 7% höhere Dehungsanzeige durch die induktiven Wegaufnehmer wurde bei der Auswertung berücksichtigt, indem die Probenverlängerungen allgemein auf eine Meßlänge von 32 mm bezogen wurden.

3.2.2 Zugversuche

Um Aussagen über die Korngrößenabhängigkeit des Verfestigungsverhaltens und über die bei den Kriechversuchen zu erwartenden Belastungsdehnungen vornehmen zu können, wurden bei Raumtemperatur und bei 650°C Zugversuche durchgeführt. Für die Versuche standen elektronische Zerreißmaschinen zur Verfügung. Die Querschnittsgeschwindigkeiten betragen 0,5, 3,0 und 30 mm/min, welches anfänglichen Verformungsgeschwindigkeiten von 0,94, 5,63 und 56,3 h⁻¹ entspricht, wenn die Dehnung wie bei den Kriechversuchen auf eine Meßlänge von 32 mm bezogen wird. Die Versuchstemperatur konnte bei 650°C in den Grenzen von $\pm 2^\circ\text{C}$ konstant gehalten werden.

3.3 Metallographische Untersuchungen

Zur Ermittlung der Korngröße und der Gefügeausbildung der Kriechproben wurden metallographische Untersuchungen durchgeführt. Von den Proben wurden Längsschliffe angefertigt, die mit der sogenannten VA-Beize geätzt wurden, die sich aus 100cm³ Wasser, 100 cm³ Salzsäure, 10 cm³ Salpetersäure und 0,3 cm³ Sparbeize der Firma Wirtz zusammensetzt.

Die Korngrößenbestimmung erfolgte nach dem Durchmesserverfahren²⁵⁾. Danach wurden auf den Schlibfbildern parallel und senkrecht zu den Stabachsen der Proben Linien gezogen und die Anzahl z der von den Linien geschnittenen Körner gemessen.

Der Korndurchmesser d ergibt sich dann aus der Gleichung

$$d = \frac{L \cdot p \cdot 10^3}{z \cdot V} \text{ (}\mu\text{m)},$$

L ist die Länge einer Linie in mm, p ist die Anzahl der Linien und V der Abbildungsmaßstab.

3.4 Texturbestimmung

Um etwaige Sekundäreffekte bei der Untersuchung der Abhängigkeit des Kriechverhaltens von der Korngröße zu erkennen, wurde die Textur von Proben unterschiedlicher Korngröße untersucht. Die Untersuchungen wurden mit einem Texturgoniometer unter Verwendung der $\text{Cr}_{K\alpha 1,2}$ -Strahlung vorgenommen. Als Proben dienten Querschliffe von 6 mm Durchmesser des nach Tabelle 1 vorbehandelten Materials. Da sich hieraus eine Probenoberfläche ergab, die der Ausdehnung des Röntgenstrahles entsprach, mußte auf die integrierende Translationsbewegung der Probe verzichtet werden. Gemessen wurden die Intensitäten der {111}-Flächenpole in Abhängigkeit vom Horizontalwinkel. Die Proben mit Korngrößen von 2, 5,5 und 10 μm zeigten eine gewöhnliche $\langle 111 \rangle$ -Fasertextur, wie es aus den Intensitätsdiagrammen (Bild 3) hervorgeht. Eine Texturbestimmung der grobkörnigen Proben wurde nicht vorgenommen, da wegen der wenigen zur Reflexion gelangenden Kristallite keine geschlossenen Intensitätsmaxima zu erwarten waren.

3.5 Elektronenmikroskopische Untersuchungen

Zum Nachweis mikrostruktureller Veränderungen in Abhängigkeit von der Kriechbeanspruchung wurden elektronenmikroskopische Untersuchungen durchgeführt. Für die Untersuchungen stand ein 200 kV-Gerät der Firma Jeol zur Verfügung.

Von den kriechbelasteten Proben wurden senkrecht zur Probenachse Scheiben herausgeschnitten und auf eine Dicke von 0,12 mm abgeschliffen. Die weitere Abdünnung der Proben erfolgte nach dem elektrolytischen Doppelstrahlverfahren. Als Elektrolyt diente eine Mischung aus 20% Schwefelsäure und 80% Methanol. Die Badtemperatur lag zwischen 20-22°C. Die Spannung betrug 11 V, die Stromdichte etwa 10 mA/mm².

4. Versuchsergebnisse

4.1 Kurzzeitfestigkeitsverhalten

Da die Kriechversuche bei höheren Spannungen, $\sigma \geq 22 \text{ kp/mm}^2$, durchgeführt wurden, und bei diesen Spannungen bereits beträchtliche Belastungsdehnungen auftreten, wurde das Kurzzeitfestigkeitsverhalten untersucht. In Bild 4 sind die Werte für die Zugfestigkeit, für die Bruchdehnung und für die Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Korngröße aufgetragen worden. Die Zugfestigkeit fällt bei Raumtemperatur mit der Korngröße ab. Der Abfall ist bei kleinen Korngrößen stärker als bei größeren Korngrößen. Bei 650°C steigt die Zugfestigkeit demgegenüber bis zu einer Korngröße von $10 \mu\text{m}$ an, mit größer werdender Korngröße bleibt sie dann konstant. Die Bruchdehnung verläuft bei Raumtemperatur über ein schwach ausgeprägtes Maximum. Bei 650°C ist die Bruchdehnung unabhängig von der Korngröße. Die Brucheinschnürung fällt sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 650°C mit der Korngröße ab, der Abfall ist jedoch bei 650°C stärker als bei Raumtemperatur.

In Bild 5b sind die Streckgrenzenwerte und einige Fließspannungswerte gegen $d^{-1/2}$ für Raumtemperatur und 650°C aufgetragen worden. Diese Auftragungsart ergibt sich aus der sogenannten Hall-Petch-Beziehung (26,27) $\sigma_s = \sigma_i + k' d^{-1/2}$, die die Streckgrenze σ_s mit der Korngröße d verknüpft. Hierbei sind σ_i und k' Konstanten. Von R. Armstrong et al. (28) wurde nachgewiesen, daß diese Gleichung nicht nur für die Korngrößenabhängigkeit der Streckgrenze σ_s sondern auch für die der Fließspannung σ_F angewendet werden kann. Aus dem Diagramm ersieht man, daß sich die Korngrößenabhängigkeit der Streckgrenze auch im vorliegenden Fall für beide Temperaturen befriedigend durch die Hall-Petch-Beziehung beschreiben läßt. Für die Konstante k' ergibt sich unter Berücksichtigung der Streuungen der Meßwerte bei beiden Temperaturen ein Wert von ungefähr $18 \text{ kp/mm}^{2/3}$. Der σ_i -Wert beträgt bei Raumtemperatur 28 kp/mm^2 und bei 650°C 14 kp/mm^2 . Die Abhängigkeit der Fließspannung läßt sich bei Raumtemperatur mit steigender Dehnung ebenfalls mit der Hall-Petch-Beziehung beschreiben, wobei die σ_i - und die k' -Werte mit der Dehnung zunehmen. Bei 650°C gilt die Hall-Petch-Beziehung nicht. Bei dieser Temperatur verläuft die Fließspannung in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum.

Das Maximum wird mit der Dehnung zu größeren Korngrößen verschoben.

Da die Kriechversuche fast ausschließlich bei Spannungen oberhalb der Streckgrenze durchgeführt wurden, bestand das Interesse, den Verfestigungsanstieg $\theta = \frac{d\sigma_w}{d\epsilon_w}$ der Proben durch die Belastungsdehnung zu ermitteln. In Bild 6 wurden darum die Verfestigungskurven für verschiedene Korngrößen aufgezeichnet, wie sie sich zum Beispiel bei einer Querhauptgeschwindigkeit von 0,5 mm/min ergaben. Für verschiedene Querhauptgeschwindigkeiten sind dann in Bild 7 die Verfestigungsanstiege bei einer konstanten wahren Dehnung von 0,05 gegenüber der Korngröße aufgetragen worden. Zusätzlich sind noch die entsprechenden Verfestigungsanstiege, die sich aus den Belastungsdehnungen ergaben, eingezeichnet worden. Wie man erkennt, verläuft der Verfestigungsanstieg in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum. Die Werte für den Verfestigungsanstieg nehmen mit der Querhauptgeschwindigkeit zu. Die Dehnungsgeschwindigkeiten der Kriechproben lassen sich aus dem Diagramm mit etwa 0,4 mm/min bzw. 1,25%/min abschätzen.

Wird an Hand von Bild 6 der Verfestigungsanstieg bei konstanter Spannung ermittelt und gegenüber $d^{1/2}$ aufgetragen, siehe Bild 8, so ergibt sich bei einer Spannung von 28 kp/mm² eine Zunahme des Verfestigungsanstieges mit der Korngröße. Bei einer Spannung von 36 kp/mm² verläuft jedoch der Verfestigungsanstieg über ein Maximum. Eine Zunahme des Verfestigungsanstieges mit der Korngröße könnte mit Hilfe des von H. Conrad⁴⁾ sowie von J. Meakin und N. Petch⁵⁾ aufgestellten "Verfestigungsmodells" verstanden werden.

Wird von der Gleichung

$$\sigma_w(\epsilon_w) = \alpha' \mu b \sqrt{\rho(\epsilon_w)} \text{ ausgegangen,}$$

α' ist eine Konstante, μ ist der Schubmodul, ρ ist die Versetzungsdichte und σ_w, ϵ_w und b haben ihre bekannte Bedeutung, so ergibt sich durch Differenzieren die Beziehung

$$\theta \equiv \frac{d\sigma_w}{d\epsilon_w} = \frac{\alpha' \mu b}{2\sqrt{\rho}} \cdot \frac{d\rho}{d\epsilon_w}$$

Wenn die Änderung von ρ mit ϵ_w unabhängig von d ist, und die Hall-Petch-Beziehung gilt, dann folgt aus den oben genannten Gleichungen, daß der Verfestigungsanstieg der Quadratwurzel aus der Korngröße proportional ist. Wie jedoch aus Bild 8 hervorgeht, ist diese Proportionalität nicht erfüllt. Der Verfestigungsanstieg nimmt erst stark und dann weniger mit der Korngröße zu.

4.2 Zeitstandverhalten

Zur Beurteilung eines Werkstoffes für die Eignung bei Kriechbeanspruchung werden verschiedene Werkstoffkenngrößen herangezogen, die im Zeitstandschaubild dargestellt werden. Im Zeitstandschaubild wird einmal die Zeit bis zum Erreichen eines bestimmten Dehnbetrages und zum anderen bis zum Bruch gegenüber der Spannung doppelt logarithmisch aufgetragen. In Bild 9 ist die Standzeit t_B in Abhängigkeit von der Spannung σ mit der Korngröße als Parameter dargestellt worden. Die Standzeit nimmt im Korngrößenbereich von 2 bis 10 μm mit der Korngröße stark zu. Der Anstieg der Standzeit mit weiter zunehmender Korngröße ist dann nur noch geringfügig. Bei extrem hohen Korngrößen $> 170 \mu\text{m}$ geht die Standzeit mit zunehmender Korngröße wieder leicht zurück. Diese Abnahme ist jedoch bei hohen Spannungen stärker als bei niedrigen Spannungen. Man erkennt ferner, daß sich die Spannungsabhängigkeit der Standzeit t_B in dem untersuchten Spannungsbereich durch die Gleichung $t_B = A \sigma^{-n'}$ befriedigend beschreiben läßt. Hierbei sind A und n' Konstanten. Der Spannungsexponent n' beträgt im Korngrößenbereich von 5,5 bis 170 μm etwa 6,7, bei einer Korngröße von 400 μm 7,3 und bei der kleinen Korngröße von 2 μm etwa 4,4. Bei sehr hohen Spannungen, oberhalb von 36 kp/mm^2 , steigt die Spannungsabhängigkeit der Standzeit nochmals deutlich an.

In Bild 10 ist die Standzeit bei einer Spannung von 28 kp/mm^2 in Abhängigkeit von der Temperatur T für verschiedene Korngrößen wiedergegeben. Erwartungsgemäß läßt sich die Temperaturabhängigkeit befriedigend durch eine Arrhenius-Beziehung der Form $t_B = c \cdot e^{E/RT}$ beschreiben. In dieser Gleichung ist R die allgemeine Gaskonstante, E ist die charakteristische Größe für die Temperaturabhängigkeit

und c ist eine Konstante. Man erkennt, daß die Größe E bei Korngrößen $\geq 5,5 \mu\text{m}$ Korngrößenunabhängig ist und einen Wert von 110 kcal/mol aufweist. Für Proben mit einer Korngröße von $2 \mu\text{m}$ beträgt $E = 90 \text{ kcal/mol}$. Damit ergibt sich für Proben mit kleiner Korngröße eine geringere Temperaturabhängigkeit als für grobkörnige Proben.

Zur Beschreibung des Verhaltens der Zeitdehngrenzwerte wurden als Beispiel die 1%-Zeitdehngrenzwerte herangezogen. Der Verlauf der Zeitdehngrenzwerte in ihrer Korngrößen- und Spannungsabhängigkeit entspricht qualitativ ungefähr den entsprechenden Abhängigkeiten der Zeitstandwerte (Bild 11).

In Bild 12 ist das Verhältnis der Zeit bis zum Erreichen von 1% Dehnung zur Standzeit in Abhängigkeit von der Korngröße mit der Spannung als Parameters dargestellt. Man erkennt, daß bei einer Spannung von 22 kp/mm^2 das Verhältnis $t_{1\%}/t_B$ mit der Korngröße stetig ansteigt. Bei höheren Spannungen verläuft das Verhältnis über ein Maximum. Wird das Verhältnis $t_{1\%}/t_B$ in Abhängigkeit von der Korngröße für verschiedene Temperaturen aufgetragen, Bild 13, so ergibt sich, daß $t_{1\%}/t_B$ mit steigender Temperatur abnimmt.

4.3 Kriechverhalten

4.3.1 Primäres Kriechverhalten

Die Kenntnis über das Primärkriechverhalten eines Werkstoffs ist von entscheidender Bedeutung, weil die zulässigen Dehnungsbeträge von Konstruktionselementen fast immer so eng gefaßt sind, daß sie im primären Kriechbereich liegen.

Zur näheren Analyse des Primärkriechen wurden in Bild 14 für den Primärbereich die wahren Dehnungen gegenüber dem Logarithmus der Zeit für verschiedene Korngrößen aufgetragen. Mit Ausnahme der Anfangsbereiche der Kriechkurven läßt sich durch diese Auftragungsart die Dehnung gegenüber der Zeit durch eine Gerade darstellen. Der logarithmische Dehnungsanteil ist, bezogen auf die gesamte Primärdehnung, bei großen Korngrößen ausgeprägter als bei kleineren Korngrößen. Mit

zunehmender Spannung und Temperatur verstärkt sich der nichtlogarithmische Anteil der Primärdehnung, wie aus Bild 15 und 16 hervorgeht.

In Bild 17a und b sind die Beträge der Primärdehnung ϵ_{T_w} , das ist die Dehnung, die die Probe nach der Belastung bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit aufweist, in Abhängigkeit von der Korngröße einmal für unterschiedliche Spannungen und zum anderen für unterschiedliche Temperaturen dargestellt worden. Die Primärdehnung ϵ_{T_w} verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum. Mit der Spannung und der Temperatur werden die Kurven zu höheren Dehnungswerten verschoben. Während durch eine Spannungserhöhung die Gestalt der Kurven nicht verändert wird, flacht sich mit zunehmender Temperatur das Minimum ab.

4.3.2 Sekundäres Kriechverhalten

Von F. Garofalo¹⁾ wurde zur Beschreibung der minimalen Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit von der wahren Spannung σ_w für einige Metalle und Legierungen die empirisch gewonnene Gleichung

$$\dot{\epsilon}_{\min} = A'' (\sinh \alpha'' \sigma_w)^n$$

herangezogen. Die Symbole A'' , α'' und n sind Konstanten. Für die Konstante α'' gibt F. Garofalo¹⁾, unabhängig von der Korngröße, den Wert $1,11 \times 10^{-1} \text{ mm}^2/\text{kp}$ an. In Bild 18 wurde die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ gegenüber dem Sinus hyperbolicus des Produkts aus der wahren Spannung und der Konstanten α'' für verschiedene Korngrößen doppelt logarithmisch aufgetragen. Die Berechnung der wahren Spannung erfolgte nach der Beziehung $\sigma_w = \sigma_0 (1 + \epsilon)$, wobei sich die nominale Dehnung ϵ aus der Belastungsdehnung ϵ_0 und der Primärdehnung ϵ_T zusammensetzt. Wie aus dem Bild 18 zu entnehmen ist, kann analog zu den Ergebnissen von F. Garofalo¹⁾ die Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Spannung durch ein sinh-Gesetz beschrieben werden. Deutliche Abweichungen von einem sinh-Gesetz wurden lediglich bei einer Korngröße von $2 \mu\text{m}$ oberhalb einer Spannung von 32 kp/mm^2 gefunden.

Die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße wurde in Bild 19 für verschiedene Spannungen dargestellt. Um bei dieser Auftragung die bei Kriechversuchen an komplexen Legierungen auftretenden hohen Streuungen der Meßwerte auszuschließen, wurden interpolierte Werte verwendet, wie sie sich aus den in Bild 18 eingezeichneten Kurven ergaben. Wie man erkennt, verläuft die minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum.

Insoweit wie die minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum verläuft, entspricht der oben beschriebene Kurvenverlauf den bereits erwähnten Meßergebnissen von F. Garofalo et al.²⁾, wenn $\dot{\epsilon}_{\min}$ der sekundären Kriechgeschwindigkeit gleichgesetzt wird.

Zur Charakterisierung der Temperaturabhängigkeit von Kriechvorgängen bei höheren Temperaturen geht man von der Vorstellung aus, daß das Kriechen durch Diffusionsvorgänge bestimmt wird.

Da Diffusionsvorgänge in Abhängigkeit von der Temperatur nach einem Exponentialgesetz der Form $D \sim e^{-Q/RT}$ ablaufen, D ist die Diffusionskonstante, Q die Aktivierungsenergie, R und T haben die übliche Bedeutung, sollten auch Kriechvorgänge die gleiche Temperaturabhängigkeit wie Diffusionsvorgänge aufweisen. In Bild 20 sind darum die Logarithmen der minimalen Kriechgeschwindigkeiten gegenüber der reziproken absoluten Temperatur über einen Temperaturbereich von 575-750°C für eine Spannung von 28 kp/mm² aufgetragen worden. Für Proben mit der Korngröße $\geq 10 \mu\text{m}$ ergeben sich Geraden, aus deren Steigungen sich für die Aktivierungsenergie Werte zwischen 140 und 146 kcal/mol errechnen lassen. Für Proben mit einer Korngröße von 5,5 μm wurde für die Aktivierungsenergie der Wert 106 kcal/mol ermittelt. Für Proben mit einer Korngröße von 2 μm sind zwei Bereiche zu unterscheiden. Unterhalb von etwa 625°C liegt die Aktivierungsenergie in der gleichen Höhe wie bei den Proben mit einer höheren Korngröße, oberhalb von 625°C ergab sich der Wert 84 kcal/mol.

Die Abhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße für verschiedene Temperaturen ist in Bild 21 dargestellt. Bei dieser Auftragung wurden ebenfalls interpolierte Werte verwendet,

die mit Hilfe der in Bild 20 eingezeichneten Kurven ermittelt wurden. Für den untersuchten Temperaturbereich von 625-725°C ergaben sich qualitativ die bereits an Hand von Bild 19 diskutierten Ergebnisse. Man erkennt jedoch, daß sich zusätzlich der Unterschied zwischen der Kriechgeschwindigkeit bei einer Korngröße von 2 µm und der bei der Korngröße mit niedrigster Kriechgeschwindigkeit mit zunehmender Temperatur von ungefähr 3,5 auf 2,5 Zehnerpotenzen verringert. In Bild 21 sind ebenfalls die nach F. Garofalo et al.²⁾ an einem 17/14 CrNi-Stahl bei einer Temperatur von 704°C und einer Spannung von 13,1 kp/mm² gemessenen Kriechgeschwindigkeiten aufgetragen worden. Wie man sieht, entsprechen sie qualitativ den in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnissen.

Soll beim Kriechversuch die Spannungszunahme durch die mit fortschreitender Dehnung bedingte Querschnittsabnahme berücksichtigt werden, so wird allgemein der Logarithmus der Kriechgeschwindigkeit gegenüber der wahren Dehnung aufgetragen. Diese Auftragsart leitet sich aus dem Nortonschen Kriechgesetz²⁹⁾ der Form $\dot{\epsilon}_s = k \sigma_w^n$ ab. k und n sind Konstanten, σ_w ist die wahre Spannung. Bleibt das Probenvolumen während des Kriechversuches konstant, so gilt $\sigma_w = \sigma_0 \times (1 + \epsilon)$, σ_0 ist die Anfangsspannung, ϵ ist die nominale Dehnung. Aus den obigen Gleichungen ergibt sich durch Logarithmieren die Beziehung

$$\ln \dot{\epsilon}_s = \ln k + n \ln \sigma_0 + n \epsilon_w,$$

wenn für $\ln(1 + \epsilon)$ definitionsgemäß ϵ_w eingesetzt wird. Für die wahre Spannung gilt dann $\sigma_w = \sigma_0 \cdot e^{\epsilon_w}$.

In Bild 22 sind darum für eine Versuchstemperatur von 700°C und einer Anfangsspannung von 28 kp/mm² die Kriechgeschwindigkeiten gegenüber den wahren Dehnungen mit der Korngröße als Parameter aufgetragen worden. Wie aus dem Bild 22 zu entnehmen ist, schließt sich für Korngrößen mit einem Durchmesser von > 5,5 µm der minimalen Kriechgeschwindigkeit ein Bereich hoher Steigung an, der dann mit abnehmender Korngröße in einen mehr oder weniger ausgeprägten flacheren Bereich übergeht. Dem flacheren Bereich folgt dann wieder ein Kurvenabschnitt mit zunehmender Steigung. Bei Korngrößen mit einem Durchmesser von < 5,5 µm steigt die Kriechgeschwindigkeit nach

Durchlaufen der minimalen Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der wahren Dehnung nur langsam an. Die Form der Kurve wird jedoch nur indirekt von der Korngröße beeinflusst und ist von dem Kriechgeschwindigkeitsbereich abhängig, in dem die Kriechversuche durchgeführt werden. Wird z.B. die Kriechgeschwindigkeit durch eine Temperaturerhöhung gesteigert, so ergibt sich eine ähnliche wie die durch eine Korngrößenerhöhung bedingte Veränderung des Kurvenverlaufes. In Bild 23 sind als Beispiel die entsprechenden Kurven für eine Korngröße von 10 μm im Temperaturbereich von 625 bis 750°C wiedergegeben. In gleicher Weise wie die Temperatur wirkt sich eine Erhöhung der Anfangsspannung aus, wie es in Bild 24 für eine Korngröße von 5,5 μm und einer Temperatur von 700°C für den Spannungsbereich von 14 bis 28 kp/mm^2 zu sehen ist.

Wenn angenommen wird, daß nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit sekundäres Kriechen einsetzt, so sollten sich entsprechend der durch die Dehnung bedingte Spannungserhöhung aus der Auftragung von $\log \dot{\epsilon}_w$ gegen ϵ_w die gleiche Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit ableiten lassen, wie an Hand von Bild 18, in dem der $\sinh \alpha'' \sigma_w$ gegen $\dot{\epsilon}_{\min}$ doppelt logarithmisch aufgetragen wurde. Dabei ist jedoch vorauszusetzen, daß die Gleichung $\dot{\epsilon}_{\min} = A'' (\sinh \alpha'' \sigma_w)^n$ für $\alpha'' \sigma_w > 1,2$ durch die Gleichung $\dot{\epsilon}_{\min} = (A''/2^n) e^{n\alpha'' \sigma_w}$ angenähert werden kann. Durch Logarithmieren dieser Gleichung und Einsetzen von $\sigma_w = \sigma_0 (1 + \epsilon)$ erhält man die Beziehung

$$\ln \dot{\epsilon}_{\min} = \ln \frac{A''}{2^n} + n \alpha'' \sigma_0 + n \alpha'' \sigma_0 \epsilon.$$

Da $\epsilon \approx \epsilon_w$ ist, kann aus der Auftragung des Logarithmus von $\dot{\epsilon}_w$ gegen ϵ_w die Spannungsabhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit bestimmt werden.

An Hand von Bild 18, in dem $\lg \dot{\epsilon}_{\min}$ gegen $\lg \sinh \alpha'' \sigma_w$ und von Bild 25 in dem $\lg \dot{\epsilon}_w$ gegen ϵ_w aufgetragen worden sind, wurden die Spannungsexponenten ermittelt. Für den Spannungsexponenten ergaben sich in Abhängigkeit von der Korngröße folgende Werte:

d	$\frac{\Delta \lg \dot{\epsilon}_{\min}}{\Delta \lg \sinh \alpha'' \sigma_w}$	$\frac{\Delta \lg \dot{\epsilon}_w}{0,4343 \alpha'' \sigma_o \Delta \epsilon_w}$
400	1,9	-
170	1,9	8,4
90	-	-
10	1,9	-
5,5	2,1	5,6
2	1,5	1

Wie man erkennt, weichen die Ergebnisse in Abhängigkeit vom Auswertungsverfahren voneinander ab. Die n-Werte, die mit Hilfe der $\lg \sinh \alpha'' \sigma_w - \lg \dot{\epsilon}_{\min}$ -Auftragung bestimmt wurden, liegen zwischen 1 und 2, während die n-Werte, die aus der $\lg \dot{\epsilon}_w - \epsilon_w$ -Auftragung ermittelt wurden, mit der Korngröße von 1 auf 8,4 ansteigen. Bei der letztgenannten Auftragsart ergibt sich weiterhin die Schwierigkeit, daß nicht entschieden werden kann, nach welchen Dehnbeträgen sekundäres Kriechen einsetzt. Für Proben mit einer Korngröße von 2 µm schloß sich nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit in der $\lg \dot{\epsilon}_w - \epsilon_w$ -Auftragung ein geradliniger Bereich an, der einem sekundären Kriechbereich entspricht. Bei Proben mit einer größeren Korngröße als 2 µm steigt nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit die Kriechgeschwindigkeit mit der Dehnung extrem an und geht erst mit fortgeschrittener Dehnung in einen flachen, mehr oder weniger geradlinigen Bereich über. Ob in diesem Bereich sekundäres Kriechen vorliegt, kann nicht entschieden werden. Die gemessenen Spannungsexponenten von ungefähr 6 stimmen jedoch mit den Spannungsexponenten überein, wie sie oftmals bei ausscheidungsgehärteten Legierungen gefunden werden.

4.3.3 Tertiäres Kriechverhalten

Wie im vorangegangenen Kapitel ausgeführt wurde, ist es schwierig zu entscheiden, ob nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit sekundäres Kriechen einsetzt. Zur Klärung dieser Frage nahm A. Wirths³⁰⁾ an, daß nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwin-

digkeit tertiäres Kriechen beginnt. Hierbei ging A. Wirths³⁰⁾ von der Gleichung $\epsilon_w = \epsilon_{Tw} + \epsilon_{sw} + \epsilon_{Rw}$ aus, wobei ϵ_w und ϵ_{Tw} die bekannte Bedeutung haben, ϵ_{sw} die wahre sekundäre Dehnung und ϵ_{Rw} die wahre tertiäre Dehnung darstellt. Zur Beschreibung der tertiären Dehnung in Abhängigkeit von der Zeit wird häufig ein exponentielles Gesetz der Form $\epsilon_{Rw} = a e^{\gamma t}$ herangezogen³¹⁾³²⁾³³⁾. Dabei sind a und γ Konstanten. Bei geringer Primär- und Sekundärdehnung läßt sich dann die gesamte Kriechdehnung durch die Gleichung $\epsilon_w = a e^{\gamma t}$ beschreiben. Wird diese Gleichung differenziert und logarithmiert, so kommt man zu der Beziehung $\ln \dot{\epsilon}_w = \ln \gamma + \ln \epsilon_w$.

Wie bereits ausgeführt wurde, sollte für den Fall des sekundären Kriechens $\ln \dot{\epsilon}_w \sim \epsilon_w$ sein. Nach den Ausführungen von A. Wirths³⁰⁾ ergibt sich im tertiären Bereich für die entsprechenden Größen die Proportionalität $\ln \dot{\epsilon}_w \sim \ln \epsilon_w$.

In Bild 26 wurde darum die wahre Kriechgeschwindigkeit gegenüber der wahren Dehnung mit der Korngröße als Parameter für eine Versuchstemperatur von 700°C und einer Spannung von 28 kp/mm² unter Auslassung der Primärdehnung doppelt logarithmisch aufgetragen. Wie sich aus dem Diagramm ergibt, liegen die Werte von Proben mit einem Korndurchmesser von $d \leq 5,5 \mu\text{m}$ nicht auf einer Geraden. Bei Proben mit großen Korndurchmessern, $d \geq 10 \mu\text{m}$, ergaben sich Geraden.

Wird der Logarithmus der Kriechgeschwindigkeit gegenüber dem Logarithmus der wahren Dehnung für verschiedene Temperaturen aufgetragen, wie es in Bild 25 für eine Korngröße von 10 μm gezeigt ist, so ergeben sich nur in einem engen Temperaturbereich von 650 bis 700°C Geraden. Die Meßwerte bei den anderen Temperaturen scheinen auf einen S-förmigen Verlauf hinzudeuten. Aus den Meßergebnissen ergibt sich, daß entweder für das tertiäre Kriechen das exponentielle Gesetz nur in einem engen Temperaturbereich und für Korngrößen $\geq 10 \mu\text{m}$ gilt, oder daß in dem gesamten untersuchten Bereich nicht immer tertiäres Kriechen vorliegt.

4.4 Bruchverhalten

Das Bruchverhalten von kriechbeanspruchten Werkstoffen ist von ebenso großer Bedeutung wie das Kriechverhalten im primären und sekundären Bereich, da es gleichermaßen über die Einsatzmöglichkeiten der Werkstoffe entscheidet.

In Bild 28 ist die Bruchdehnung δ für Proben mit unterschiedlichen Korngrößen gegen die Standzeit bei 650°C aufgetragen. Man erkennt, daß die Bruchdehnung in allen Fällen ein Minimum durchläuft, welches sich zumindest im Gebiet kleiner Korngrößen mit der Korngröße zu längeren Zeiten verschiebt. Die Brucheinschnürungen sind in Bild 29 in Abhängigkeit von der Standzeit mit der Korngröße als Parameter dargestellt. Die Brucheinschnürungen nehmen mit wachsender Standzeit leicht zu. Bis zu einer Korngröße von $170\ \mu\text{m}$ nehmen die Brucheinschnürungswerte bei konstanter Standzeit mit steigender Korngröße ab. Proben mit einer Korngröße von $400\ \mu\text{m}$ zeigen wieder einen leichten Anstieg der Einschnürungswerte. Es wurde ferner beobachtet, daß nicht jede Einschnürung unbedingt zum Bruch führen muß, sich hingegen die Proben zwei- bis dreimal einschnüren können, bevor sich dann in einem Einschnürungsbereich der Bruch vollzieht (Bild 30).

Wird die Bruchzeit einer Probe in Abhängigkeit von ihrer Korngröße, der Einsatztemperatur und der aufgebrachten Spannung untersucht, so kommt man zu folgender Aussage. Bei den Proben treten unabhängig von der Korngröße und der Standzeit sowohl interkristalline als auch transkristalline Brüche auf. Bei Proben mit einer Korngröße von $\leq 5,5\ \mu\text{m}$ läßt sich die Bruchart nicht mehr genau erkennen.

Ein weiteres Kriterium zur Beschreibung der Bruchart ergibt sich aus der Bruchform. Aus ihr läßt sich erkennen, ob der Bruchvorgang durch die Bildung von Hohlräumen im Zentrum der Probe oder durch Risse, die auf Gleitebenen in der Richtung größter Schubspannung liegen, eingeleitet wurde³³⁾. Wird der Bruch durch Hohlräume im Zentrum der Probe ausgelöst, so kommt es zum sogenannten Normalspannungsbruch, dessen Bruchfläche senkrecht zur Probenachse liegt. Beginnt der Bruch mit der Bildung eines Risses, so kommt es zum Scherbruch, dessen Bruchfläche die Zugachse unter einem Winkel von 45° schneidet.

Proben mit einer Korngröße von 2 μm zeigten im untersuchten Temperatur- und Spannungsbereich einen Normalspannungsbruch mit Scherlippen. Bei Proben mit einer Korngröße von 5,5 μm ist diese Bruchform nur bis zu einer Temperatur von 675 $^{\circ}\text{C}$ zu beobachten. Oberhalb dieser Temperatur treten reine Scherbrüche auf. Bei allen Proben mit einer Korngröße größer als 5,5 μm Durchmesser sind im gesamten hier untersuchten Temperaturbereich nur reine Scherbrüche zu beobachten (Bild 31 u. 32). Ein ähnliches Bruchverhalten wie bei den Kriechversuchen wurde bei den Kurzzeitfestigkeitsversuchen beobachtet.

Einen Hinweis, ob die Korngröße die Standzeit vorwiegend über die Änderung der Kriechgeschwindigkeit oder Bruchvorgänge beeinflusst, liefert die Betrachtung der sogenannten Monkman-Grant-Beziehung³⁰⁾
 $\log t_B + m \log \dot{\epsilon}_s = K$. Hierbei haben t_B und $\dot{\epsilon}_s$ ihre bekannte Bedeutung und m und K sind Konstanten. Wenn die Korngröße die Standzeit nur über eine Änderung der Kriechgeschwindigkeit beeinflusst, so sollten alle Werte auf der gleichen Geraden liegen. Befinden sich die Werte für unterschiedliche Korngrößen jedoch auf verschiedenen Geraden, so bedeutet das, daß die Korngröße auch die Bruchvorgänge beeinflusst. Im Bild 33 ist die Logarithmus der minimalen Kriechgeschwindigkeit gegenüber dem Logarithmus der Standzeit für verschiedene Korngrößen aufgetragen worden. Zusätzlich sind für zwei Beispiele Werte miteinander verbunden worden, die bei gleichen Kriechspannungen gewonnen wurden. Wie aus dem Diagramm zu entnehmen ist, nimmt mit kleiner werdender Korngröße die Standzeit nicht in dem Maße ab, wie es bei einem gleichbleibenden Bruchverhalten aller Proben zu erwarten wäre. Das bedeutet, daß mit abnehmender Korngröße der Einfluß der Bruchvorgänge auf die Standzeit erniedrigt wird.

4.5 Härteänderungen durch Kriechen

Die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit im primären Kriechbereich wird auf die Verfestigung des Materials zurückgeführt. Die Verfestigung bedingt, daß die Streckgrenzenwerte bei Raumtemperatur mit der Kriechdehnung ansteigen.

Die Verfestigung bedingt, daß die Streckgrenzenwerte bei Raumtemperatur mit der Kriechdehnung ansteigen. Inwieweit auch ein entsprechender Anstieg der Härtewerte mit der Kriechdehnung erfolgt, sollten Härtemessungen zeigen, wie sie in Bild 34 dargestellt worden sind.

Wie man erkennt, steigt für alle Korngrößen, mit Ausnahme der von 2 μm , die Härte durch die Belastungsdehnung auf ungefähr den gleichen Wert an. Während der anschließenden Kriechverformung bleibt die Härte vorerst konstant. Im weiteren Kriechverlauf steigt sie bis zu einer Kriechdehnung von 4% stark an und bleibt dann wieder in Abhängigkeit von der Dehnung konstant. Um die Abhängigkeit der Härte von der Kriechdehnung mit der Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Kriechdehnung vergleichen zu können, wurden in Bild 35 a bis e die Kriechgeschwindigkeiten gegenüber der Kriechdehnung aufgetragen. Aus dem Vergleich der Härtekurven mit den entsprechenden Kriechkurven ergibt sich, daß bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit keine nachweisbaren Härteänderungen erfolgen. Nach Durchlaufen der minimalen Kriechgeschwindigkeit steigt die Härte stark an. Dieses Verhalten ist nochmals deutlich in Bild 36 für eine Korngröße von 170 μm dargestellt worden, in dem die Kriechgeschwindigkeit und die Härte zusammen gegenüber der Dehnung aufgetragen wurden.

4.6 Elektronenmikroskopische Untersuchungen

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen sollten die Frage beantworten, ob während des Kriechens Ausscheidungsvorgänge stattfinden und ob den einzelnen Kriechstadien in Abhängigkeit von der Korngröße bestimmte Mikrostrukturen zugeordnet werden können. Unbelastete Proben zeigen neben einzelnen Versetzungsgruppen hauptsächlich in der Nähe von Primärausscheidungen Versetzungen, wie es in Bild 37 am Beispiel einer Probe mit einem Korndurchmesser von 10 μm zu sehen ist. Eine Belastungsdehnung von 2,6% führt zu einer Erhöhung der Versetzungsdichte, Bild 38. Mit zunehmender Belastung bildet sich ein Versetzungsnetzwerk aus, wie es repräsentativ aus Bild 39 für eine Probe mit einer Korngröße von 170 μm hervorgeht, die bei einer Anfangsspannung von 28 kp/mm^2 , 532 h bei 650°C beansprucht wurde. Im Gegensatz zu den nicht kriechbeanspruchten Proben sind jedoch zusätzlich

Ausscheidungen an den Versetzungslinien zu erkennen. Bei Proben mit einer Korngröße von 2 μm bilden sich im Gegensatz zu den Proben mit höherer Korngröße Subkörner aus (Bild 40). In den Subkörnern werden Versetzungsnetzwerke beobachtet, die nur vereinzelt Ausscheidungen aufweisen.

5. Diskussion der Versuchsergebnisse

Bevor die Ergebnisse im einzelnen diskutiert werden, ist es sinnvoll, die wesentlichen Ergebnisse kurz zusammenzufassen. Anschließend sollen sie mit den in der Literatur angegebenen Theorien verglichen und eine Deutung versucht werden. Bei Untersuchungen über die Korngrößenabhängigkeit von komplexen Legierungen muß man sich vorher vergegenwärtigen, daß durch die unterschiedlichen Glühbehandlungen, die zur Herstellung von Proben mit verschiedenen Korngrößen notwendig sind, gleichzeitig andere innere Faktoren verändert werden können, wie z. B. der Ausscheidungszustand, die chemische Zusammensetzung der Matrix und wie auch für reine Metalle, die Orientierung der Körner (Textur), die ihrerseits Zeitstand- und Kriechverhalten beeinflussen und bei der Deutung zu berücksichtigen sind.

Die Ergebnisse dieser Arbeit haben gezeigt, daß der Verfestigungsanstieg bei konstanter Dehnung in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum und bei konstanter Spannung je nach Spannungslage ebenfalls über ein Maximum verläuft oder mit der Korngröße ansteigt. Die Standzeit verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum. Ebenso verläuft das Verhältnis $t_{1\%}/t_B$ zur Korngröße über ein Maximum. Analog zu dem Verlauf der Standzeit gegenüber der Korngröße verläuft die minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum. Die Änderung der Kriechgeschwindigkeit mit der Korngröße ist jedoch stärker als die der Standzeit. Bei der einfach-logarithmischen Auftragung der Kriechgeschwindigkeit gegenüber der wahren Dehnung (Bild 22 bis 25) lassen sich zwei Kurventypen unterscheiden. Einmal ergeben sich Kurven mit einem ausgeprägten Minimum und zum anderen Kurven mit einem sehr flach verlaufenden Minimum. Mit abnehmender Korngröße und mit zunehmender Temperatur und Spannung geht der zuerst erwähnte Kurventyp in den zweiten über. Während des Kriechens

laufen Ausscheidungsvorgänge an den Versetzungslinien ab. An kriechbeanspruchten Proben konnten unabhängig von der Korngröße bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit keine meßbaren Härteänderungen nachgewiesen werden. Erst nach dem Durchlaufen der minimalen Kriechgeschwindigkeit nahmen sie bis zum Erreichen eines Sättigungswertes zu.

Der beobachtete Anstieg der sekundären Kriechgeschwindigkeit mit kleiner werdender Korngröße bei $d < 10 \mu\text{m}$ wird in der Literatur einmal auf den zunehmenden Einfluß des Korngrenzgleitens und zum anderen auf den verstärkten Einfluß der Korngrenzen als Versetzungsquellen und -senken oder Leerstellenquellen und -senken zurückgeführt.

Bei den vorliegenden Versuchsergebnissen ist es wahrscheinlich, daß Korngrenzgleitvorgänge keinen wesentlichen Beitrag zu der Kriechverformung liefern. F. Garofalo³⁵⁾ untersuchte an austenitischen Stählen den Beitrag des Korngrenzgleitens in Abhängigkeit von der Spannung. Er stellte fest, daß oberhalb einer Spannung von 20 kp/mm^2 ein nur geringfügiger Beitrag des Korngrenzgleitens zur Gesamtdehnung zu erwarten ist. R. Lagneborg, R. Attermo³⁶⁾ fanden an einem 20/35 CrNi-Stahl, der 0,5% Ti und 0,5% Al enthielt und eine Korngröße von $25 \mu\text{m}$ besaß, bei einer Versuchstemperatur von 700°C oberhalb einer Spannung von 12 kp/mm^2 keinen entscheidenden Einfluß des Korngrenzgleitens. Untersuchungen über den Einfluß der Korngröße auf die sekundäre Kriechgeschwindigkeit, wie sie von R. Lagneborg¹¹⁾ und C. R. Barrett, J.L. Lytton, O.D. Sherby¹²⁾ durchgeführt wurden, ergaben, daß bei einem Einfluß des Korngrenzgleitens auf die Kriechgeschwindigkeit ein Exponent $-1/2$ bis -1 über der Korngröße zu erwarten sei. Bei den vorliegenden Untersuchungen ergab sich aber im Temperaturbereich von 625 bis 725°C im Bereich kleiner Korngrößen ein Korngrößenexponent von $-4,3$ bis $-2,3$. Die soeben aufgeführten Gründe lassen den Schluß zu, daß bei den vorliegenden Untersuchungen Korngrenzgleitvorgänge zu vernachlässigen sind.

Von F. Garofalo et al.²⁾ wurde das Modell aufgestellt, welches die

Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße mit dem Einfluß der Korngröße auf die Versetzungsdichte erklärt. Die unterschiedlichen Versetzungsdichten kommen dadurch zustande, daß die Versetzungen sowohl an den Korngrenzen als auch im Korninnern erzeugt werden. Diese Annahme führte, wie bereits abgeleitet wurde, zwischen der sekundären Kriechgeschwindigkeit und der Korngröße zu einer Beziehung der Form

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{k_b}{d} + k_{sb} d^2 .$$

Nach dieser Gleichung verläuft die sekundäre Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum. Das Minimum wird mit der Temperatur zu höheren Korngrößen verschoben, da mit der Temperatur der Einfluß auf die Versetzungserzeugung an den Korngrenzen ansteigt.

Die Versuchsergebnisse, die in Bild 19 und 21 dargestellt sind, zeigen, daß die Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum verläuft, wie es von F. Garofalo et al.²⁾ für mittlere Temperaturen gefordert wird. Im vorliegenden Fall kann jedoch die von F. Garofalo et al.²⁾ aufgestellte Theorie nicht zur vollständigen Erklärung der Versuchsergebnisse herangezogen werden. So beschreibt z. B. der Term der Garofaloschen Gleichung, der sich auf den Einfluß der Korngrenzen auf die minimale Kriechgeschwindigkeit bezieht, nicht den Kurvenverlauf bei kleinen Korngrößen. Der absolute Wert des Exponenten über der Korngröße beträgt nicht 1, wie von Garofalo gefordert, sondern 4,3 bis 2,3, wobei der Exponent mit steigender Temperatur kleiner wird.

Zur Erklärung der Korngrößenabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit bis zu einer Korngröße von 10 µm Durchmesser bietet sich weiterhin die von E. Coble⁹⁾ aufgestellte Theorie an, da übereinstimmend mit ihr bei den vorliegenden Untersuchungen für den Exponenten über der Korngröße ein Wert von ungefähr -3 gefunden wurde. Die Theorie von E. Coble⁹⁾ beruht auf der Annahme, daß Korngrenzen, die senkrecht zur Zugachse liegen, als Leerstellenquellen und Korngrenzen, die parallel zur Zugachse liegen, als Leerstellensenken wirken. Der Unterschied ΔC in der Leerstellenkonzentration zwischen Korngrenzen, die senkrecht

und parallel zur Zugachse liegen, bewirkt einen Leerstellenfluß entlang der Korngrenzen, der makroskopisch als Kriechverformung in Erscheinung tritt. Die sekundäre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_s$ ist vom Konzentrationsunterschied der Leerstellen ΔC nach E. Coble⁹⁾ entsprechend der Gleichung

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{150}{d^3} \Omega W D_e \Delta C$$

abhängig. Dabei ist D_e der Diffusionskoeffizient von Leerstellen in den Korngrenzen, die übrigen Symbole haben ihre bekannte Bedeutung. Von E. Coble⁹⁾ wird für ΔC in Abhängigkeit von der Spannung näherungsweise $\Delta C = C_0 \Omega \sigma / kT$ eingesetzt. Die Konstante C_0 bedeutet die Leerstellenkonzentration in einem spannungsfreien Kristall bei einer Temperatur T . Wird diese Beziehung in die oben genannte Gleichung eingesetzt, so ergibt sich zwischen der sekundären Kriechgeschwindigkeit und der Spannung eine lineare Abhängigkeit.

Um die Spannungsabhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit, wie sie sich aus den vorliegenden Ergebnissen ergibt, mit der nach dem Modell von E. Coble⁹⁾ vergleichen zu können, wird für

$$\Delta C = C_0 \sinh \sigma \Omega / kT \text{ und für } D_e = D_b / C_0 \Omega \text{ gesetzt}$$

und man erhält

$$\dot{\epsilon}_s = \frac{150}{d^3} (D_b W) \sinh \sigma \Omega / kT.$$

Der Ausdruck Ω / kT beträgt $1,2 \times 10^{-1} \frac{\text{mm}^2}{\text{kp}}$ wenn für $\Omega = 1,56 \times 10^{-20} \text{ mm}^3$ eingesetzt wird und entspricht damit in seiner Größe der Konstanten α'' , wie sie in der von F. Garofalo et al.²⁾ angegebenen Theorie eingeführt wurde. Der Wert des Exponenten n über dem Sinus hyperbolicus beträgt nach E. Coble⁹⁾ 1. Dieser Wert wurde bei den vorliegenden Versuchen nur für eine Korngröße von $2 \mu\text{m}$ mit Hilfe der $\lg \dot{\epsilon}_w - \epsilon_w$ -Auftragung ermittelt. Ein weiterer quantitativer Vergleich zwischen den Versuchsergebnissen und der oben angeführten Gleichung ist nicht möglich, da keine genauen Werte für D_b und W vorliegen.

Wie aus den obigen Ausführungen hervorgeht, kann die Abhängigkeit der sekundären Kriechgeschwindigkeit von der Korngröße und von der angelegten Spannung nicht mit den von F. Garofalo et al.²⁾ und E. Coble⁹⁾ vorgeschlagenen Modellen erklärt werden. Einer genauen quantitativen Deutung der Versuchsergebnisse steht erschwerend gegenüber, daß während der Kriechversuche Ausscheidungsvorgänge ablaufen, die indirekt von der Korngröße beeinflusst werden. Wie mit Hilfe der elektronenmikroskopischen Untersuchungen festgestellt wurde, bilden sich die Ausscheidungen während des Kriechens an den Versetzungslinien (Bild 39). Die Art der Ausscheidungen wurde von D. H. Haddrill, R. N. Younger, R. G. Baker³⁷⁾ an einem 18/12 CrNi-Stahl bestimmt, der 0,08% C und 1% Nb enthielt und nach 3%iger Kaltverformung bei 650°C gegläht worden war. Es handelte sich dabei um NbC, welches sich an den Versetzungssprüngen ausgeschieden hatte. Das Ausscheidungsverhalten von NbC an den Versetzungslinien kann indirekt von der Korngröße durch verschiedene Faktoren beeinflusst werden.

Nimmt man vorerst an, daß der Mischkristall- und der Ausscheidungszustand der eingesetzten Proben unabhängig von der Korngröße ist, so sollten bei gleichen äußeren Versuchsbedingungen etwaige, während der Versuche ablaufende Ausscheidungsvorgänge unabhängig von der Korngröße sein. Nach dem Verfestigungsmodell, wie es von H. Conrad⁴⁾ und von J. Meakin und N. Petch⁵⁾ aufgestellt wurde, sollten bei gleichen angelegten Spannungen die Versetzungsdichten im Korn ebenfalls unabhängig von der Korngröße sein. Nach dem Verfestigungsmodell kann kein Einfluß der Korngröße auf das Ausscheidungsverhalten über eine unterschiedliche Versetzungsdichte abgeleitet werden. Auch wenn man die Belastungsdehnung als eine vorausgegangene Kaltverformung ansieht, so ergibt sich nach dem oben erwähnten Modell kein Einfluß auf das Kriechverhalten aus der mit der Korngröße zunehmenden Belastungsdehnung (Bild 43).

Von H. Böhm und M. Schirra³⁹⁾ wurde z. B. an austenitischen Stählen festgestellt, daß je nach Legierungstyp die minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Kaltverformung nach 10% Kaltverformung zwischen 0,5 und 1,5 Zehnerpotenzen abfällt.

Aus den Versuchsergebnissen, wie sie in Bild 5 bis 8 dargestellt worden sind, geht hervor, daß das Verfestigungsmodell, in der Art wie es von H. Conrad⁴⁾ und von J. Meaklin und Petch⁵⁾ aufgestellt wurde, im vorliegenden Fall nicht gilt. Man muß sich darum vorstellen, daß sich mit steigender Korngröße die Laufwege der Versetzungen vergrößern und somit die Wahrscheinlichkeit zunimmt, daß die Versetzungen im Korn miteinander in Wechselwirkung treten und sich gegenseitig blockieren. Wenn sich die Versetzungen gegenseitig blockiert haben, so besteht die Möglichkeit, daß sich nach längeren Versuchszeiten, wie sie im Kriechversuch gegeben sind, Ausscheidungen an den Versetzungen bilden, welches zu der Ausbildung einer stärkeren Versetzungsstruktur und somit zu einer starken Verringerung der Kriechgeschwindigkeit mit der Korngröße führt.

In einer Arbeit von J. K. Tien, B. H. Kear, G. R. Leverant³⁸⁾ wird an mehreren Beispielen gezeigt, daß an dispersionsgehärteten oder an ausscheidungsgehärteten Legierungen, die entweder durch entsprechende Vorbehandlungen oder während des primären Kriechens oder durch beide Vorgänge zusammen eine stabilisierte Versetzungsstruktur ausgebildet hatten, Aktivierungsenergien in der Größe von 150-250 kcal/mol gemessen werden. Inwieweit eine Übereinstimmung mit den von den oben genannten Autoren³⁸⁾ angeführten Ergebnissen und den vorliegenden Untersuchungen besteht, sollten Messungen der Aktivierungsenergien in Abhängigkeit von der Korngröße und der Dehnung im Primärbereich zeigen. Die Aktivierungsenergien wurden, wie bereits beschrieben, aus den Steigungen der gegen $1/T$ aufgetragenen $\log \dot{\epsilon}_w$ -Werte bestimmt (Bild 41a-c). Die dazu notwendigen $\dot{\epsilon}_w$ - und T -Werte wurden Diagrammen entnommen, bei denen der $\log \dot{\epsilon}$ gegen ϵ_w für verschiedene Temperaturen aufgetragen war. Die in Bild 41a-c eingetragenen $\dot{\epsilon}_w$ -Werte für eine Dehnung von $\epsilon_w = 0$ sind Mittelwerte aus je drei Messungen, die durch Extrapolation gegen $\epsilon_w = 0$ an Hand der $\log \dot{\epsilon}_w - \epsilon_w$ -Auftragungen bestimmt wurden. Für die Aktivierungsenergien ergaben sich folgende Werte:

d in μm	ϵ_0	$\epsilon_{0,001}$	$\epsilon_{0,0015}$	$\epsilon_{0,002}$	$\epsilon_{0,006}$
5,5	107			119	124
10	120			134	217
170	116	180	217		

Aus den Werten geht ein Anstieg der Aktivierungsenergie mit zunehmender Primärdehnung und Korngröße hervor. Die Werte für die Aktivierungsenergien liegen in den von J. K. Tien, B. H. Kear, G. R. Leverant³⁸⁾ für das Kriechen ausscheidungs- bzw. dispersionsgehärtete Legierungen angegebenen Bereich.

Ein weiterer Faktor sollte ebenfalls bei der vorliegenden Legierung indirekt über die Korngröße einen Einfluß auf das Kriechverhalten ausüben. Bei austenitischen Stählen wird unter Kriechbeanspruchung an den Korngrenzen $M_{23}C_6$ ausgeschieden. Der Ausscheidungs Vorgang von $M_{23}C_6$ wird durch einen geringeren Stabilisierungsgrad begünstigt. Da mit abnehmender Korngröße die Korngrenzenfläche in der Probe ansteigt, sollte die Kohlenstoffkonzentration in der Matrix mit kleiner werdender Korngröße abnehmen. Die dadurch hervorgerufene Änderung des Mischkristallzustandes der Matrix sollte zu einer Zunahme der Kriechgeschwindigkeit mit fallender Korngröße führen. Da der in der vorliegenden Arbeit untersuchte Stahl überstabilisiert war, die Versuchszeiten verhältnismäßig kurz waren, und nur in wenigen Fällen Korngrenzensäume beobachtet wurden, die auf eine Ausscheidung von $M_{23}C_6$ an den Korngrenzen hingewiesen hätten, kann diesem Effekt bei den vorliegenden Untersuchungen keine große Bedeutung zugesprochen werden.

Der sich verringernde Einfluß der Korngröße auf die Kriechgeschwindigkeit ab einem Korndurchmesser von 10 μm und der Wiederanstieg der Kriechgeschwindigkeit ab einer Korngröße von 100 μm bei gleichen äußeren Bedingungen, läßt sich mit Hilfe der bereits besprochenen Einflüsse auf die Kriechgeschwindigkeit nicht erklären.

In der Literatur angegebene Untersuchungen weisen darauf hin¹¹⁾¹⁷⁾, daß bei großen Korngrößen frühzeitig tertiäre Kriechvorgänge einsetzen, die sich den primären und sekundären Kriechvorgängen überlagern und somit eine Erhöhung der minimalen Kriechgeschwindigkeit bewirken. Der stärkere Anstieg der minimalen Kriechgeschwindigkeit bei einer Korngröße von 400 μm ist sicherlich darauf zurückzuführen, daß in diesem Fall kein reines Vielkristallverhalten mehr zu erwarten war, da weniger als 10 Körner pro Probendurchmesser vorhanden waren⁴⁰⁾.

Das Zeitstandverhalten in Abhängigkeit von der Korngröße konnte nicht allein, wie aus Bild 33 hervorging, mit Hilfe der Korngrößenabhängigkeit der minimalen Kriechgeschwindigkeit erklärt werden. Wie nachgewiesen wurde, verändern sich die Standzeiten nicht im gleichen Maße wie die minimalen Kriechgeschwindigkeiten, welches auf den mit der Korngröße zunehmenden Einfluß von Bruchvorgängen zurückgeführt wurde. Zur Erklärung der Korngrößenabhängigkeit des Verhältnisses $t_{1\%}/t_B$ sind in Bild 43 die 1%-Dehnzeiten gegen $\dot{\epsilon}_{\min}$ doppelt logarithmisch aufgetragen worden. Wie man erkennt, lassen sich die 1%-Dehnzeiten in Abhängigkeit von $\dot{\epsilon}_{\min}$ für alle Korngrößen ausreichend gut durch eine Gerade darstellen, was bedeutet, daß sich die $t_{1\%}$ -Werte im gleichen Maße wie die $\dot{\epsilon}_{\min}$ -Werte ändern. Aus dem unterschiedlichen Verhalten der $t_{1\%}$ - und der t_B -Werte gegenüber der minimalen Kriechgeschwindigkeit, die ihrerseits von der Korngröße abhängig ist, erklärt sich die Abhängigkeit des Verhältnisses $t_{1\%}/t_B$ von der Korngröße.

Die Messungen über die Änderung der Härte in Abhängigkeit von der Kriechdehnung für verschiedene Korngrößen sollte dazu beitragen, die Frage zu klären, ob die Härtewerte im primären Kriechbereich wie die Streckgrenzenwerte mit der Kriechdehnung zunehmen. So wurde z.B. von H. Böhm⁴¹⁾ an einem Stahl vom Typ Incoloy 800 nachgewiesen, daß sich im Primärbereich die Streckgrenze erhöht und nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit konstant bleibt. Zu den gleichen Ergebnissen führten Untersuchungen an einem Nb-stabilisierten Stahl, die von E. R. A. A. El-Magd⁴²⁾ durchgeführt worden waren.

Das Verhalten der Härte in Abhängigkeit von der Kriechdehnung ist wahrscheinlich auf die während des Kriechens ablaufenden Ausscheidungs Vorgänge zurückzuführen. Diese Vermutung läßt sich aus Versuchsergebnissen an aushärtbaren Legierungen ableiten, bei denen sich zeigte, daß die Härten in Abhängigkeit von einer Verformung nicht immer parallel zu den Streckgrenzen verlaufen. G. Wassermann⁴³⁾ wies an Al-Legierungen nach, daß der Härteanstieg durch Verformung mit zunehmendem Ausscheidungsgrad abnahm und sogar negative Werte annehmen konnte, während die Streckgrenzenänderung mit dem Ausscheidungsgrad zunahm. Ein ähnliches Verhalten konnte H. Böhm⁴⁴⁾ an einer diskontinuierlich ausscheidenden CuIn-Legierung nachweisen.

6. Zusammenfassung

Das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahls der Normkurzbezeichnung X8 CrNiMoVNb 1613 wurde in Abhängigkeit von der Korngröße im Korngrößenbereich von 2 bis 400 μm Durchmesser untersucht. Die Versuchstemperaturen lagen zwischen 575 und 750 $^{\circ}\text{C}$, die angelegten Spannungen betragen 22 bis 38 kp/mm^2 . Zur Beschreibung des Verfestigungsverhaltens wurden zusätzlich Zugversuche durchgeführt. Die Ergebnisse der Untersuchungen lassen sich wie folgt wiedergeben:

1.) Die Zugversuche ergaben bei einer Temperatur von 650 $^{\circ}\text{C}$, daß bei einer Spannung von 28 kp/mm^2 die Dehnung und der Verfestigungsanstieg mit der Korngröße zunehmen.

2.) Die minimale Kriechgeschwindigkeit verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Minimum. Die Änderung der minimalen Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Korngröße nimmt mit der Temperatur ab.

3.) Die Standzeit verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum. Die Standzeit ändert sich aber nicht in dem Maße mit der Korngröße wie die minimale Kriechgeschwindigkeit.

4.) Die 1%-Dehnzeiten ändern sich in Abhängigkeit von der Korngröße im gleichen Maße wie die minimalen Kriechgeschwindigkeiten. Das Verhältnis $t_{1\%}/t_B$ verläuft in Abhängigkeit von der Korngröße über ein Maximum. Das Maximum von $t_{1\%}/t_B$ wird mit fallender Temperatur zu höheren Werten verschoben.

5.) Die Brüche verlaufen unabhängig von der Temperatur und der Standzeit sowohl inter- als auch transkristallin. Mit Überschreiten eines Korndurchmessers von 5,5 μm und einer Temperatur von 675 $^{\circ}\text{C}$ vollzieht sich ein Übergang vom Normalspannungsbruch zum Scherbruch.

6.) Die Aktivierungsenergien im Primärbereich, die bei konstanten Dehnbeträgen gemessen worden waren, steigen mit der Korngröße an. Die Aktivierungsenergien, die an Hand der minimalen Kriechgeschwindigkeiten gemessen worden waren, nehmen bis zu einer Korngröße von

10 μm zu und bleiben dann konstant.

7.) Die Härtewerte bei Raumtemperatur in Abhängigkeit von der Kriechdehnung bleiben im primären Kriechbereich konstant. Nach Durchlaufen der minimalen Kriechgeschwindigkeit steigen sie bis zum Erreichen von konstanten Werten an.

8.) Während der Kriechbeanspruchung laufen an den Versetzungslinien Ausscheidungsvorgänge ab.

Aus den Versuchsergebnissen geht hervor, daß sich die Korngrößenabhängigkeit des Zeitstand- und Kriechverhaltens beim Stahl X8 CrNiMo-VNb 1613 aus der Überlagerung mehrerer Vorgänge ergibt. Bei kleinen Korngrößen sowie hohen Spannungen und Temperaturen können die Annihilationsprozesse von Versetzungen in Zeiten ablaufen, in denen Ausscheidungsvorgänge an den Versetzungen noch nicht beginnen. Kommt die mittlere Lebensdauer einer Versetzung in einen Bereich, in dem Ausscheidungsvorgänge ablaufen können, so wird das Kriechverhalten durch das Ausscheidungsverhalten beeinflusst.

Bei extrem hohen Korngrößen ist zusätzlich zu berücksichtigen, daß die Proben nicht mehr reines Vielkristallverhalten zeigen.

7. Literaturverzeichnis

- (1) F. GAROFALO: Trans. AIME, 227(1963) 351
- (2) F. GAROFALO, W.F. DOMIS, F.v.GEMMINGEN:
Trans. AIME, 230(1964) 1460
- (3) B. WILSHIRE:
Scripta Metallurgica, 4(1970) 361
- (4) H. CONRAD:
Acta Met., 11(1963) 75
- (5) J. MEAKIN, N. PETCH:
Symp. on the Role of Substructure in the mechanical
Behavior of Metals, Orlando, Fla. ASD-7 D R -63-324(1963)
- (6) J. WEERTMAN:
Transactions of the ASM, 61(1968) 681
- (7) F.R.N. NABARRO:
Report of a Conference on the Strength of Solids,
Physical Society, London (1948) 75
- (8) C. HERRING:
Journal of applied Physics, 21(1950) 437
- (9) E. COBLE:
Journal of applied Physics, 34 (1963) 1679
- (10) OROWAN:
J. West Scot. Iron and Steel Inst., 54(1946-47) 45
- (11) R. LAGNEBORG:
Journal of the Iron and Steel Institute , 207(1969) 1503

- (12) C.R. BARRETT, J.L. LYTTON, O.D. SHERBY:
Trans. of the Metallurgical Society of AIME, 239(1967) 170
- (13) P. SHAHINIAN, J.R. LANE:
Trans. of the ASM, 45(1953) 177
- (14) P.W. DAVIES, R.N. STEVENS, B. WILSHIRE:
J. Inst. Metals, 94 (1966) 49
- (15) C.R. BARRETT, W.D. NIX, O.D. SHERBY:
Trans. ASM, 59 (1966) 3
- (16) T. G. LANGDON:
Phil. Mag., 22 (1970) 178
- (17) T.G. LANGDON:
Scripta Metallurgica, 4 (1970) 693
- (18) K.J. IRVINE, J.D. MURRAY, F.B. PICKERING:
"Structural Processes in Creep"
Percy Lund, Humphries & Co. Ltd., London and Bradford (1966) 246
- (19) J. MYERS, G. WILLOUGHBY:
Metallurgia, 73 (1966) 3
- (20) F. GAROFALO, F.v.GEMMINGEN, W.F. DOMIS:
Transactions of the ASM, 54(1961) 431
- (21) H. BÖHM, M. SCHIRRA, R. SOLANO, R. GARCIA:
KFK-1512 (1971)
- (22) J. INTRATER, E.S. MACHLIN:
Acta Metallurgica, 7 (1957) 140
- (23) H.E. EVANS:
Metal Science Journal, 3(1969) 33

- (24) K. SKUIN:
Neue Hütte, 14(1969) 547
- (25) H. SCHUMANN:
Metallographie, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie,
Leipzig (1962) 54
- (26) E.O. HALL:
Proc. Phys. Soc. (London), 64 (1951) 747
- (27) N.J. PETCH:
J. Iron and Steel Inst. (London), 174(1953)25
- (28) R. ARMSTRONG, J. CODD, R.M. DOUTHWAITE, N.J. PETCH:
Phil. Mag., 7 (1962) 45
- (29) F.H. NORTON:
McGraw Hill Publishing Co LTD (1929)
- (30) A. WIRTHS:
Unveröffentlichte Arbeit
- (31) P.W. DAVIES, W.J. EVANS, K.R. WILLIAMS, B. WILSHIRE:
Scripta Met., 3 (1969) 671
- (32) J.M. ADAMSON, J.W. MARTIN:
Journal of the Iron and Steel Institute, 210(1972) 271
- (33) A.S. TETELMAN, A.J. McEVILY:
"Bruchverhalten technischer Werkstoffe"
Verlag Stahleisen m.b.H., Düsseldorf, (1971) 35
- (34) F.C. MONKMAN, N.J. GRANT:
Proc. ASTM, 56 (1956) 593

- (35) F. GAROFALO:
"Fundamentals of Creep and Creep-Rupture in Metals"
McMillan Company, New York (1966) 142
- (36) R. LAGNEBORG, R. ATTERMO:
Journal of Materials Science, 4(1969) 195
- (37) D.H.HADDRILL, R.N. YOUNGER, R.G. BAKER:
Acta Metallurgica, 9 (1961) 982
- (38) J.K. TIEN, B.H. KEAR, G.R. LEVERANT:
Scripta Metallurgica, 6(1972) 135
- (39) H. BÖHM, M. SCHIRRA:
Unveröffentlichte Arbeit
- (40) P. MAYR, E. MACHERAUCH:
Zeitschrift für Metallkde., 58(1967) 361
- (41) H. BÖHM:
Zeitschrift für Metallkde., 6(1970) 947
- (42) E.R.A.A. EL-MAGD:
Dissertation, Aachen, 24. Nov. 1971
- (43) G. WASSERMANN:
Zeitschrift für Metallkde., 41(1950) 50
- (44) H. BÖHM:
Zeitschrift für Metallkde., 54(1963) 224

Tabelle 1

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni	V
0,075%	0,40%	1,09%	0,01%	0,006%	17,1%	1,38%	13,2%	0,71%

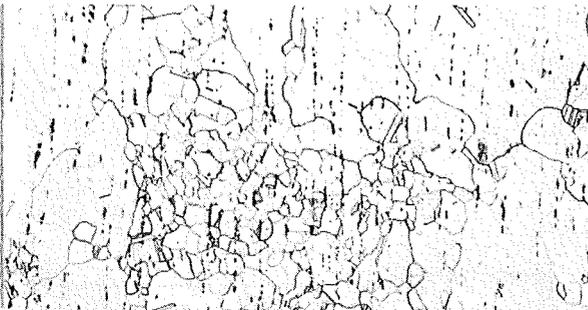
Nb	N	H	B
0,90%	0,13%	0,05%	70 ppm

Tabelle 2

Kaltverformungs- grad in %	Glühbehandlung	d in μm
84	1230°C, 2 h/0 + 1300°C, 1 h + 1050°C, $\frac{1}{2}$ h/W + 750°C, 6 h/0	250 - 600
64	1300°C, 2 h/0 + 1050°C, $\frac{1}{2}$ h/W + 750°C, 6 h/0	170
64	1200°C, 1 h/0 + 1050°C, $\frac{1}{2}$ h/W + 750°C, 6 h/0	90
84	1180°C, $\frac{1}{2}$ h/0 + 1050°C, $\frac{1}{2}$ h/W + 750°C, 6 h/0	10
84	1050°C, 4 min/W + 750°C, 6 h/0	5,5
84	750°C, 120 h/0	2



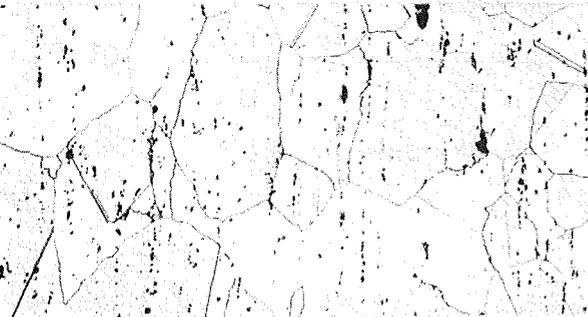
a) d = 2 x 500



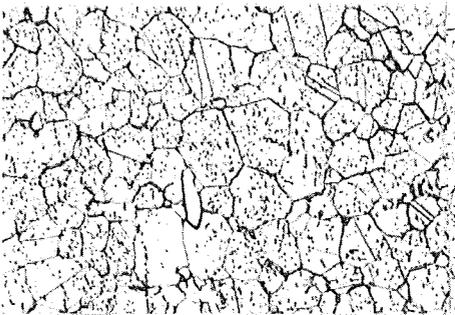
d) 90 x 50



b) 5,5 x 500



e) 170 x 50



c) 10 x 500



f) 400 x 20

Bild 1a-f Ausgangsgefüge der Kriechproben

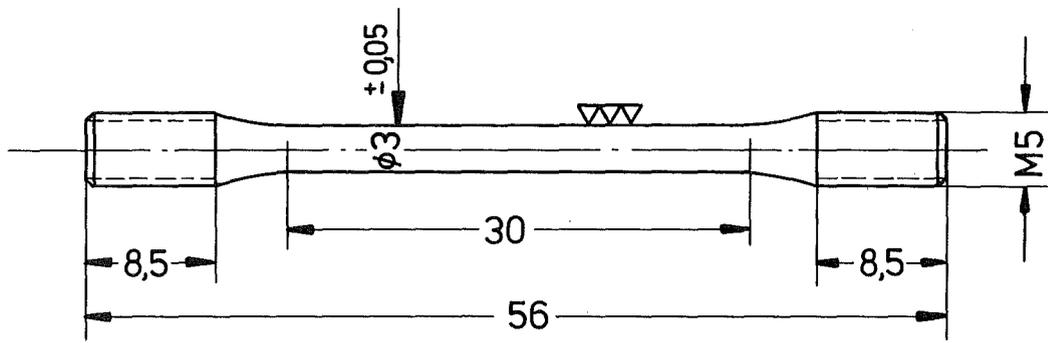


Bild 2: Kriechprobe

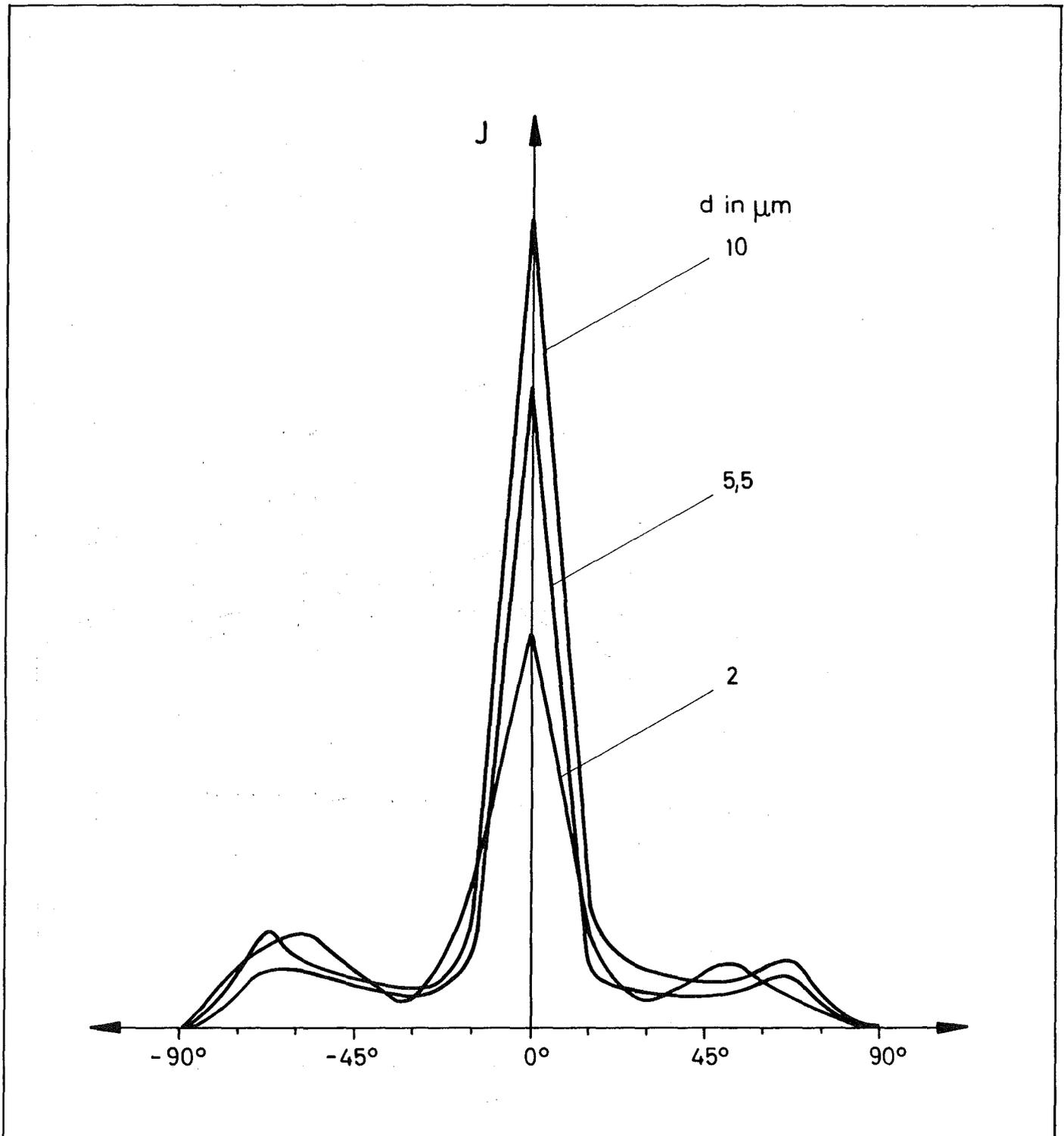


Bild 3: Intensität I der {111}-Flächenpole in Abhängigkeit vom Horizontalwinkel

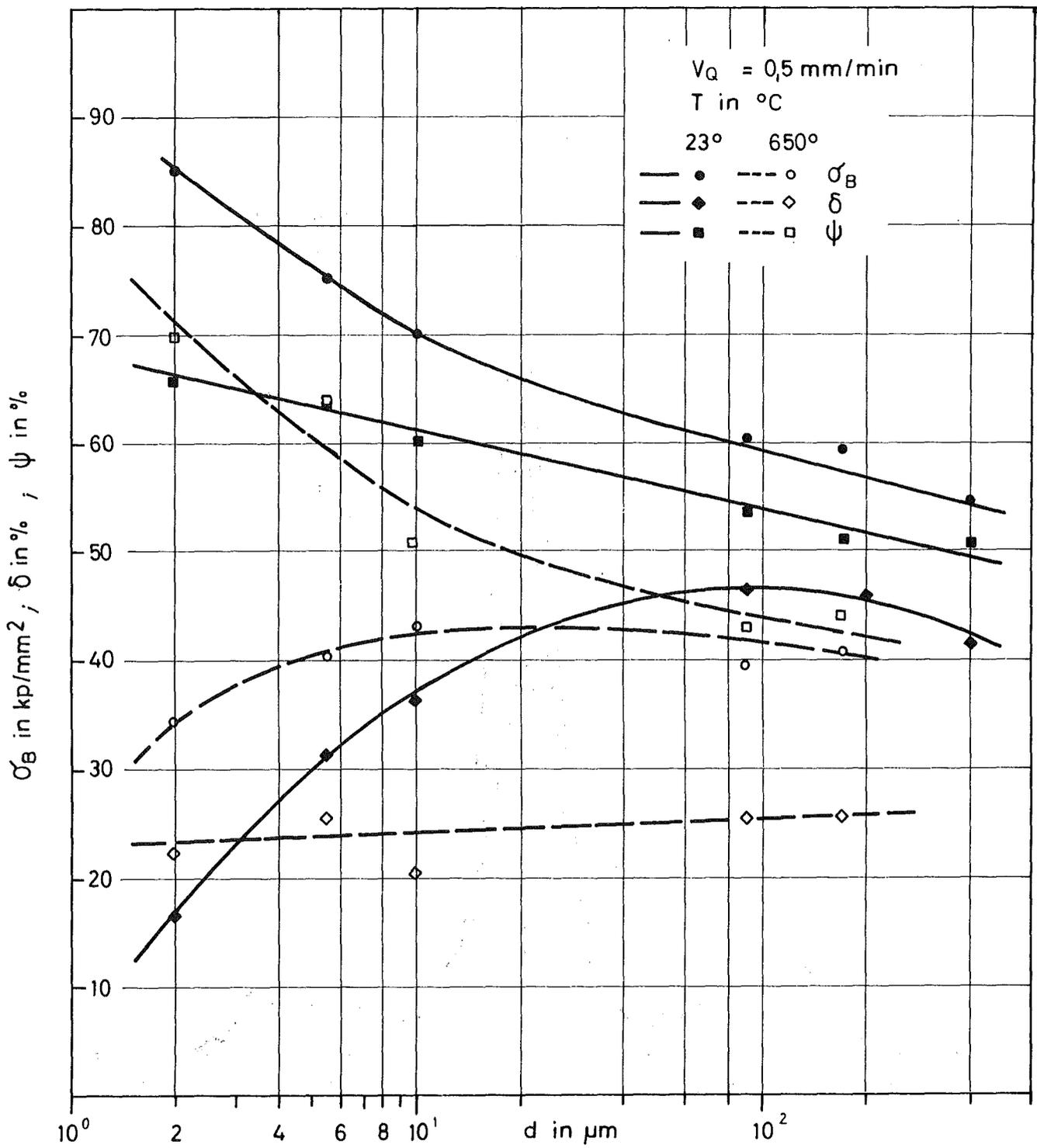


Bild 4: Zugfestigkeit σ_B , Bruchdehnung δ und Brucheinschnürung ψ in Abhängigkeit von der Korngröße d

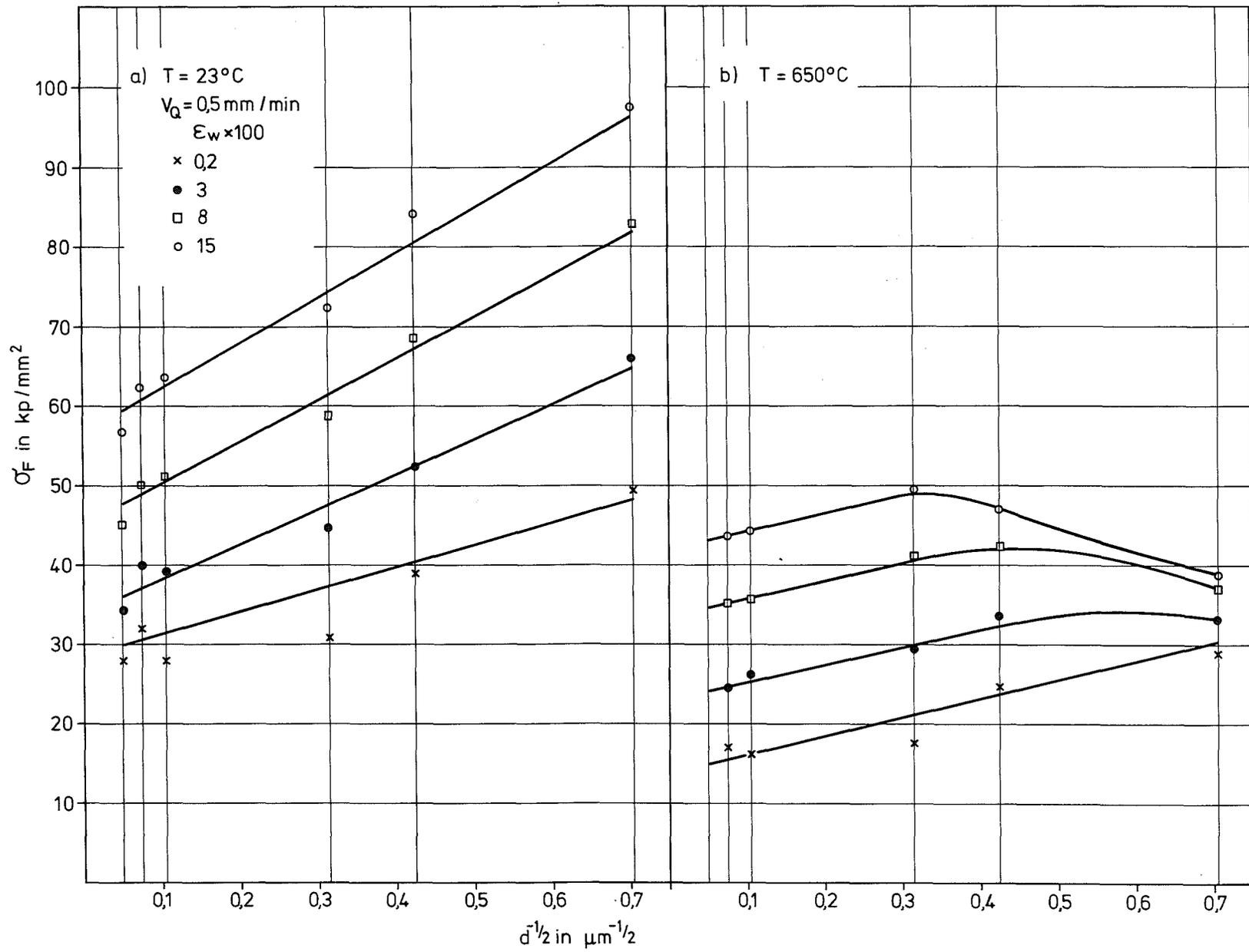


Bild 5 a u. b: Fließspannung σ_F in Abhängigkeit von der Korngröße d

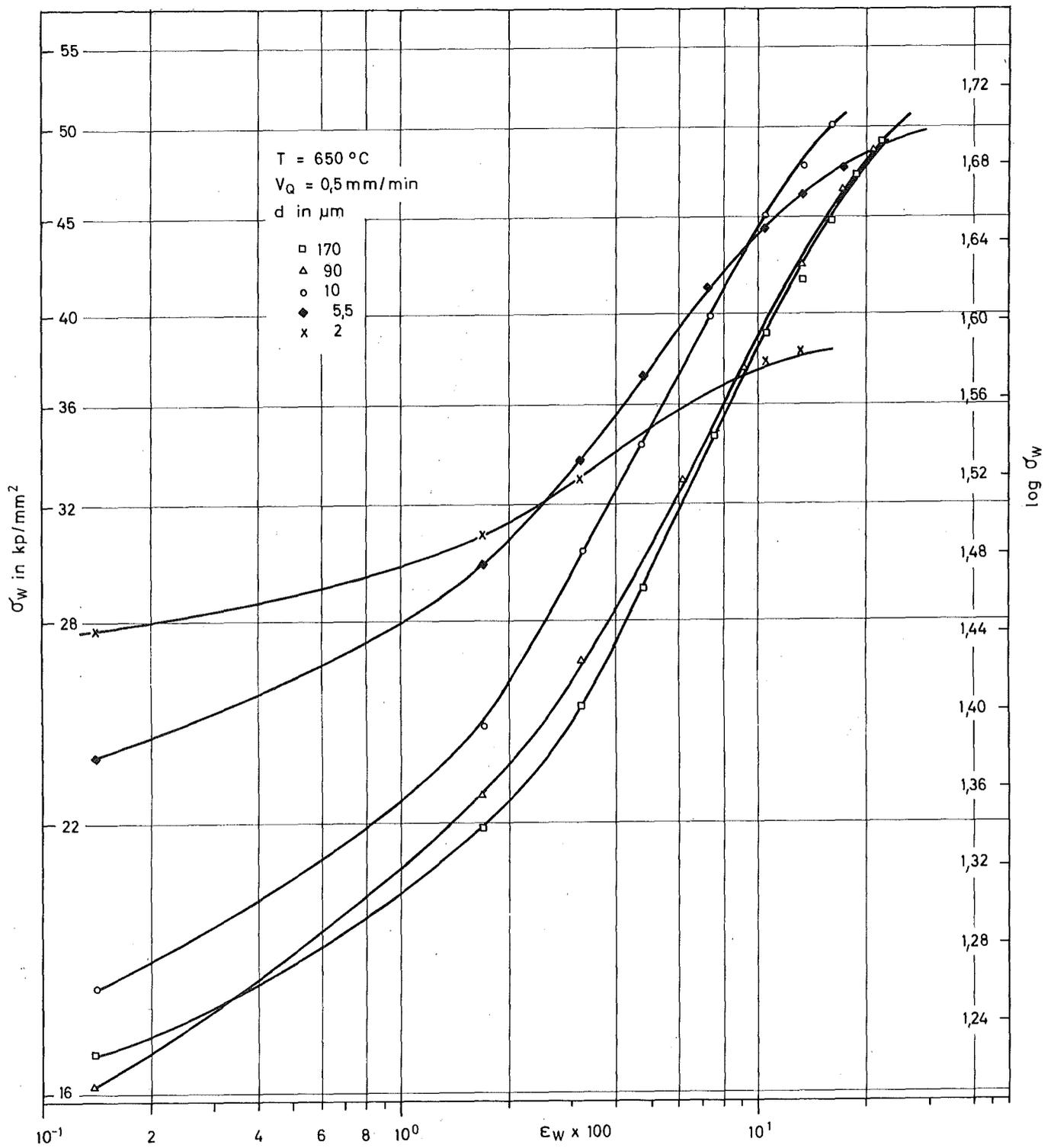


Bild 6: Wahre Spannung σ_w in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w

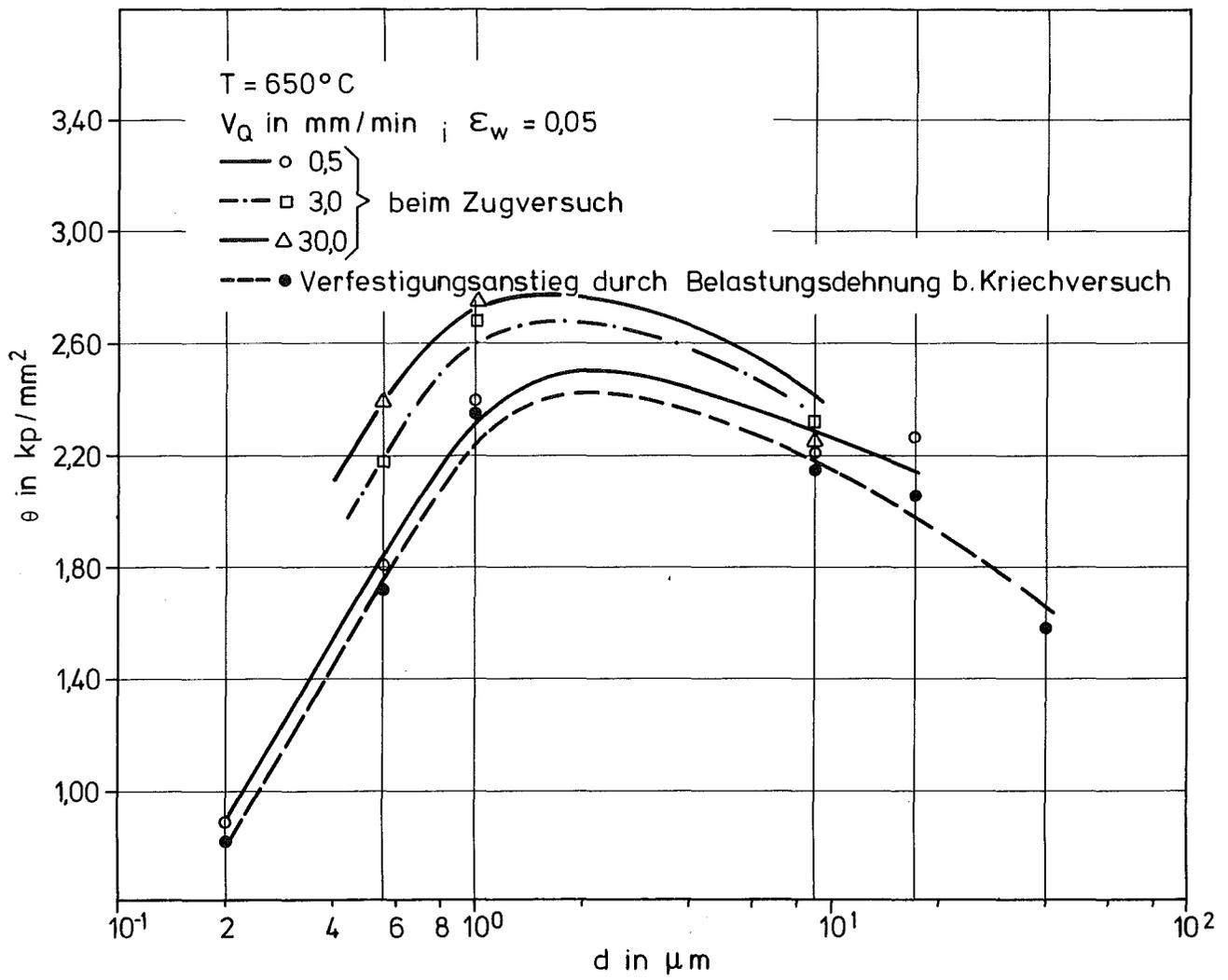


Bild 7: Verfestigungsanstieg θ in Abhängigkeit von der Korngröße d

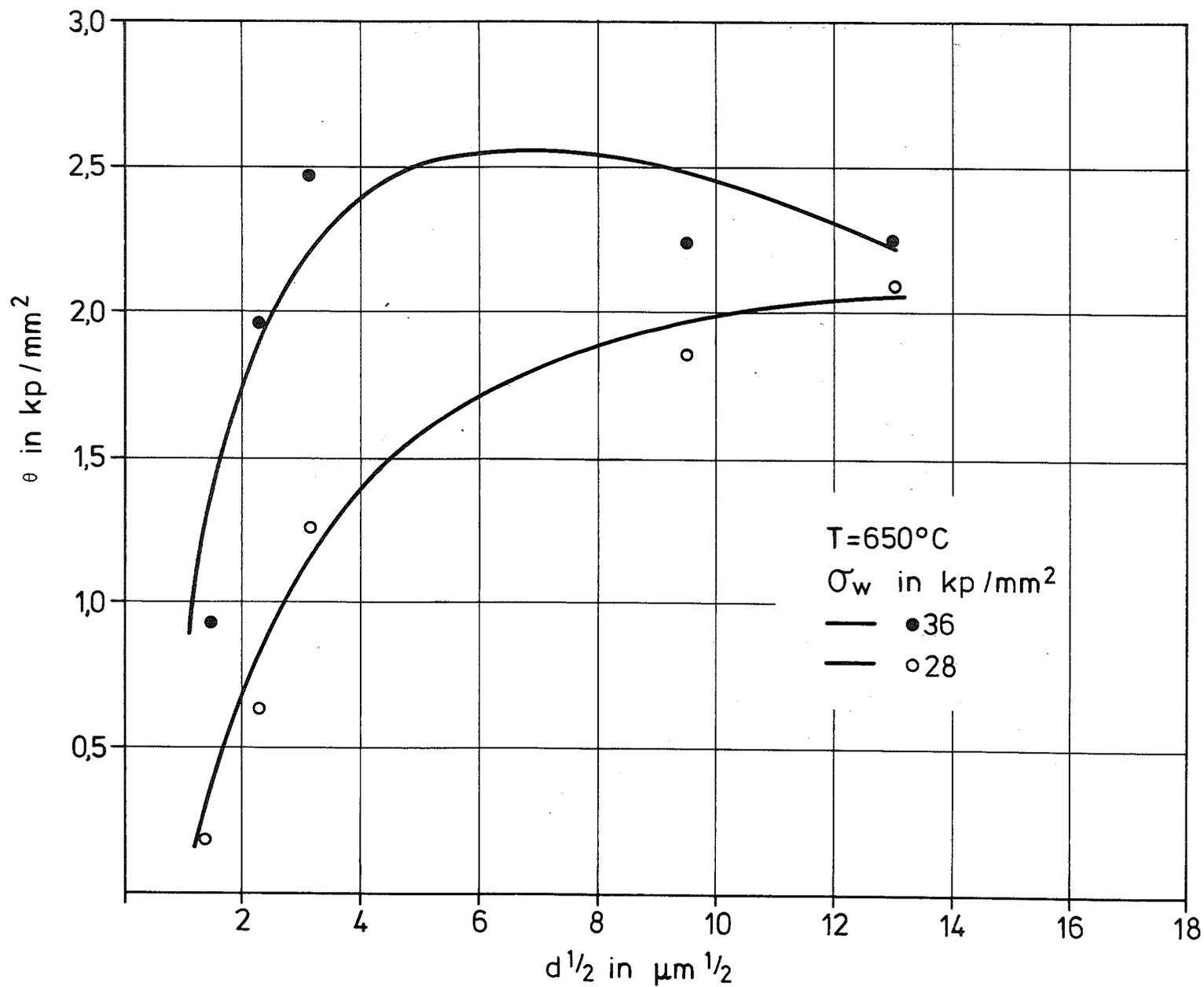


Bild 8: Verfestigungsanstieg θ in Abhängigkeit von der Korngröße d

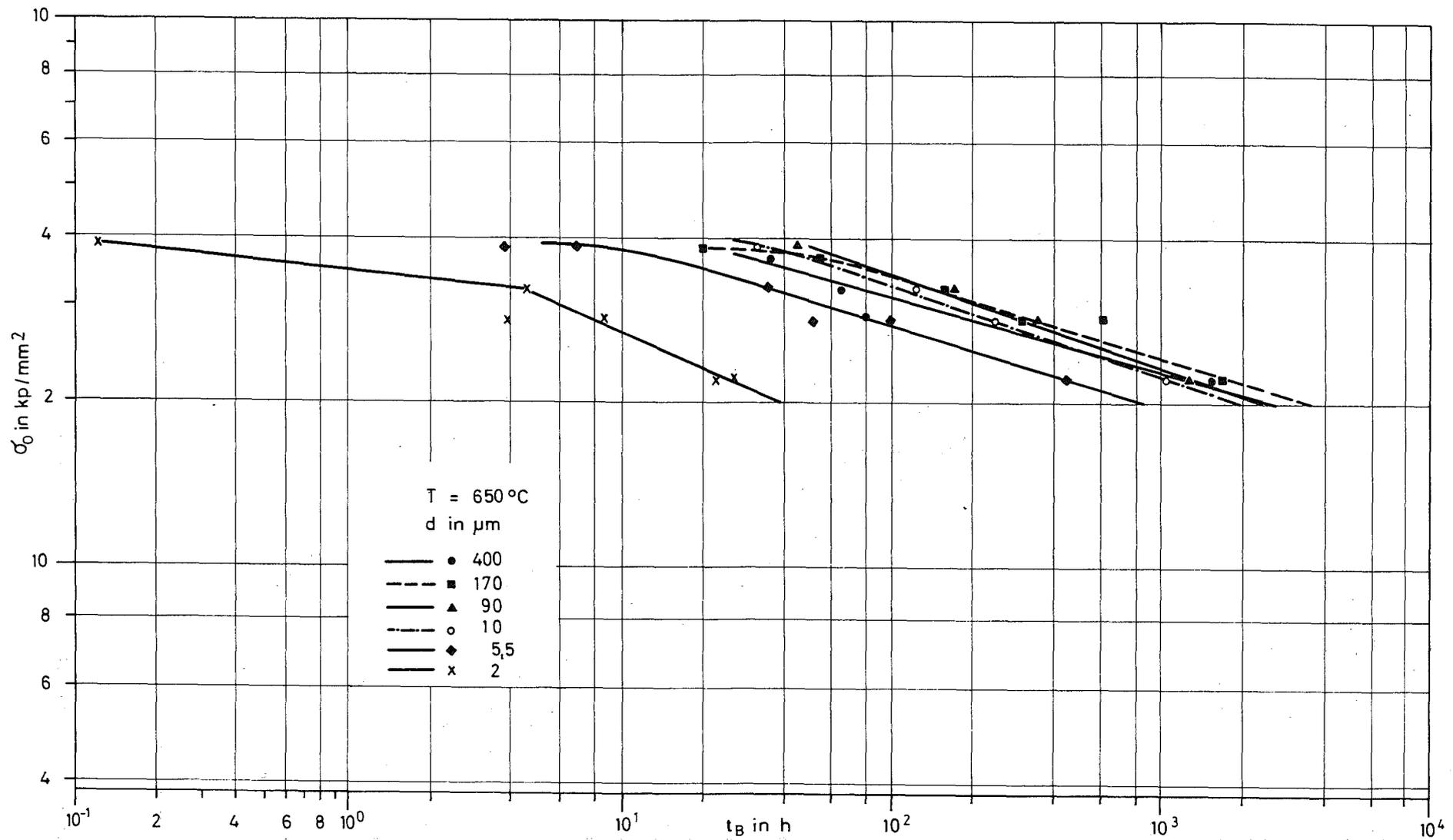


Bild 9: Standzeit t_B in Abhängigkeit von der angelegten Spannung σ_0

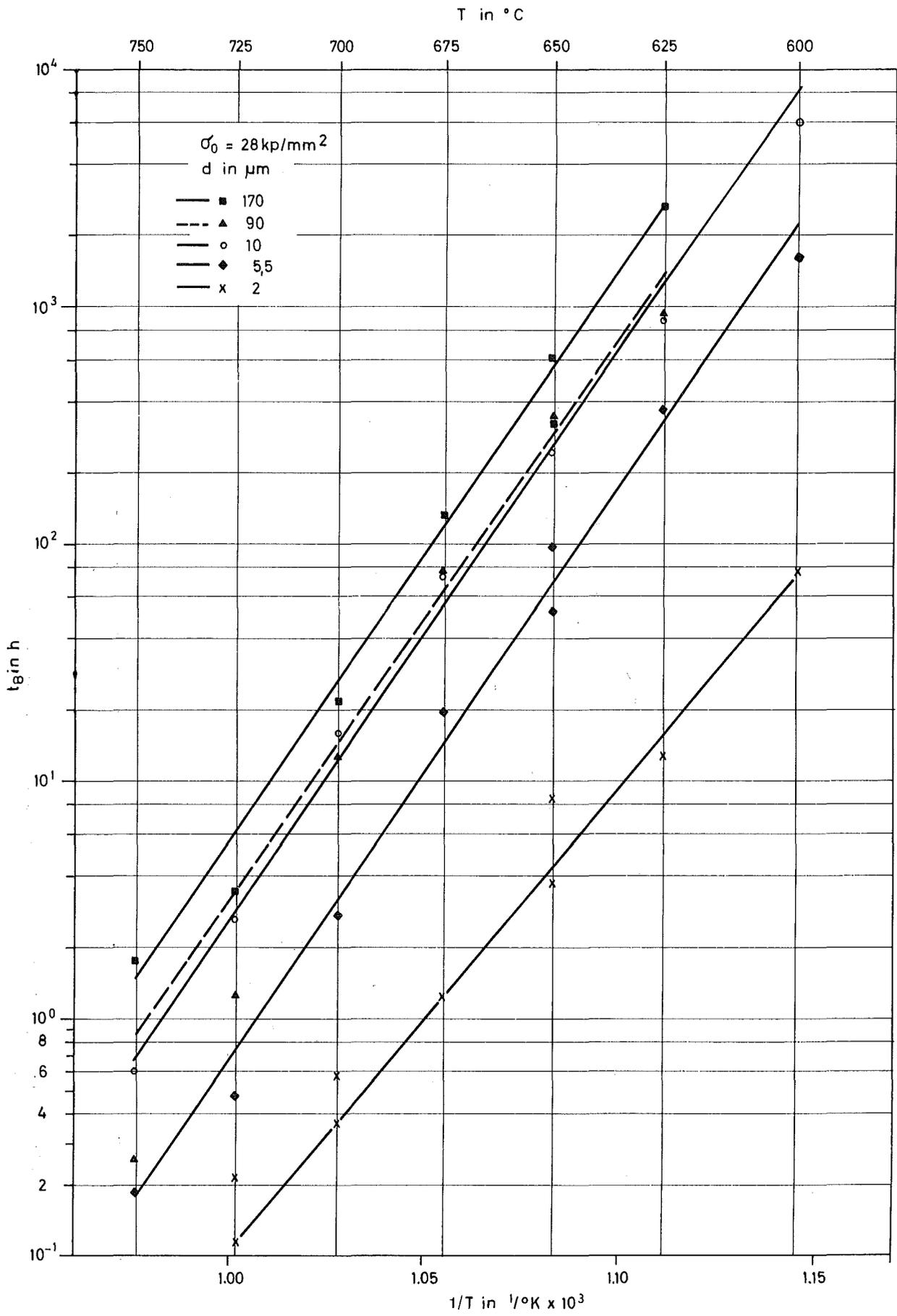


Bild 10: Standzeit t_B in Abhängigkeit von der Temperatur T

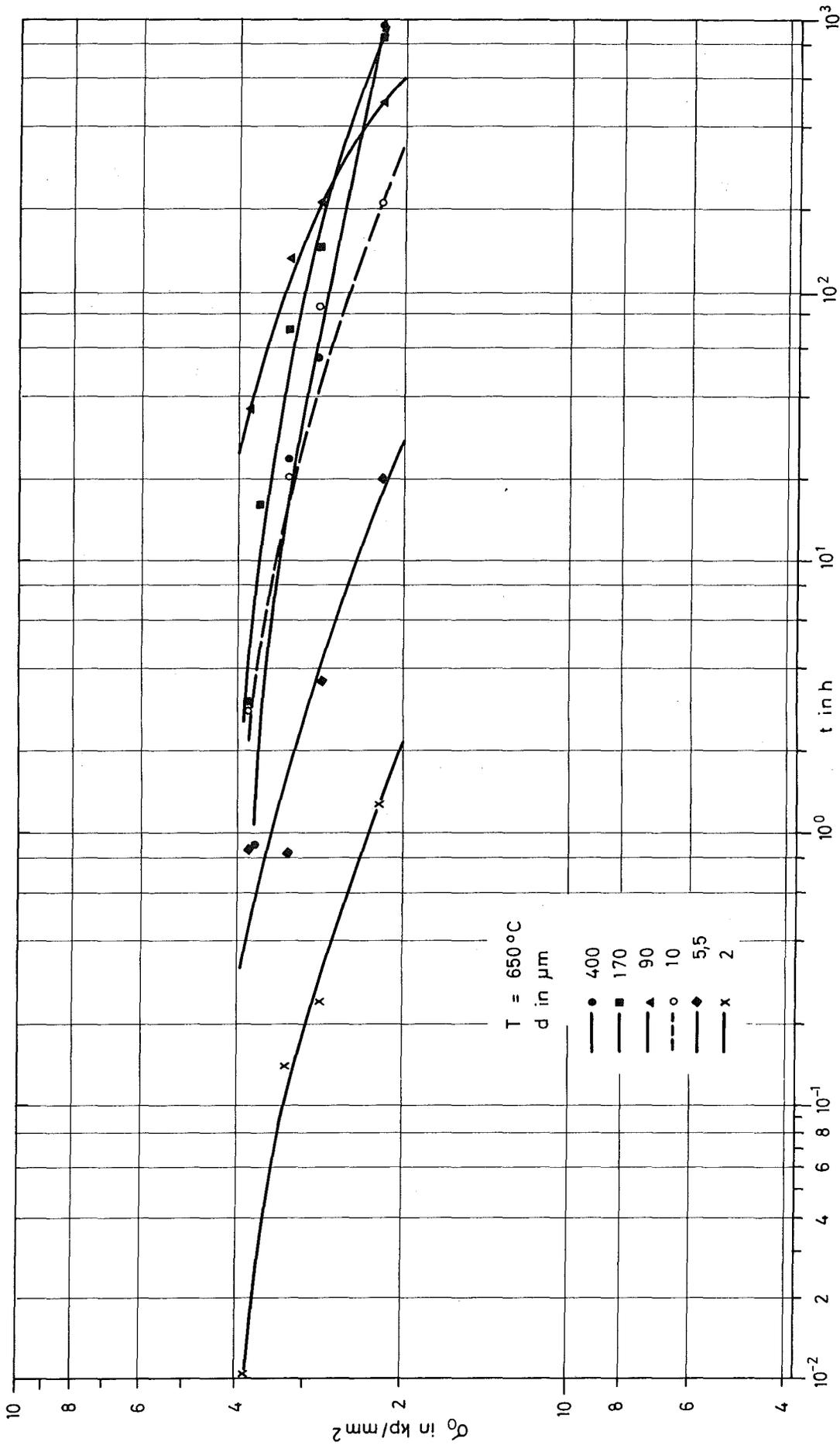


Bild 11: 1%-Zeitdehngrenzlinien

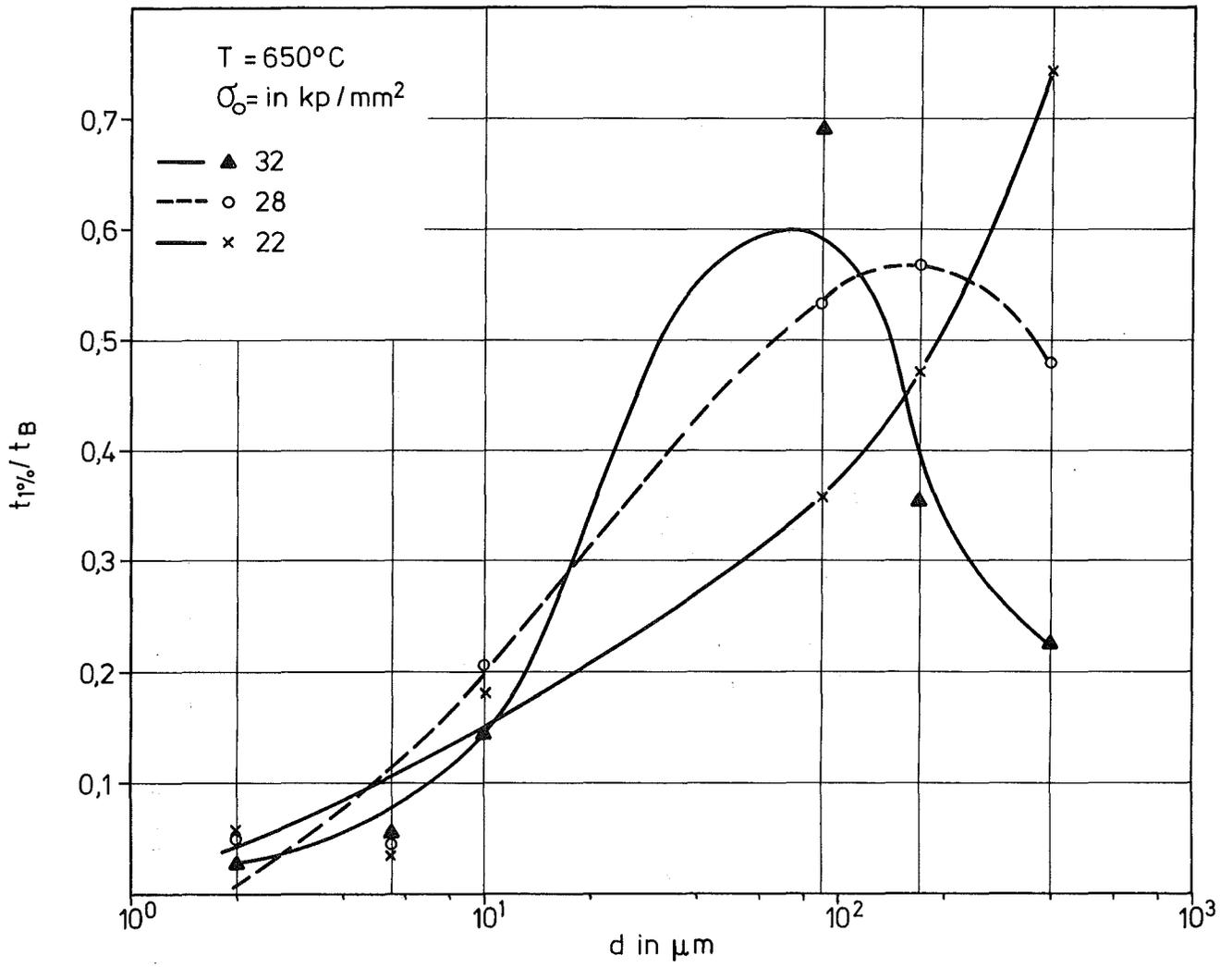


Bild 12: Verhältnis der Zeit bis zur Dehnung von 1% $t_{1\%}$ zur Standzeit t_B
 in Abhängigkeit von der Korngröße d

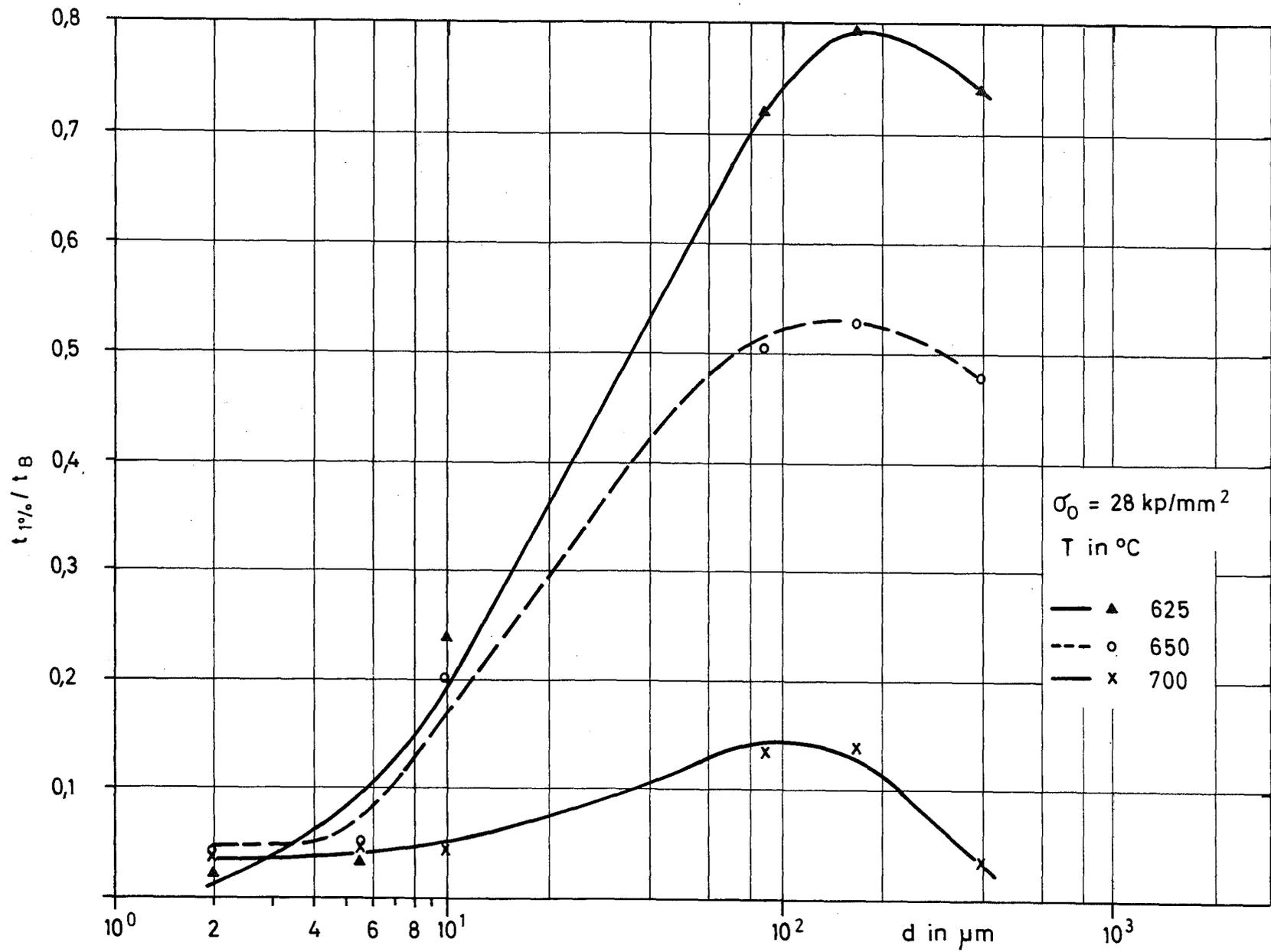


Bild 13: Verhältnis der Zeit bis zur Dehnung von 1% $t_{1\%}$ zur Standzeit t_B in Abhängigkeit von der Korngröße d

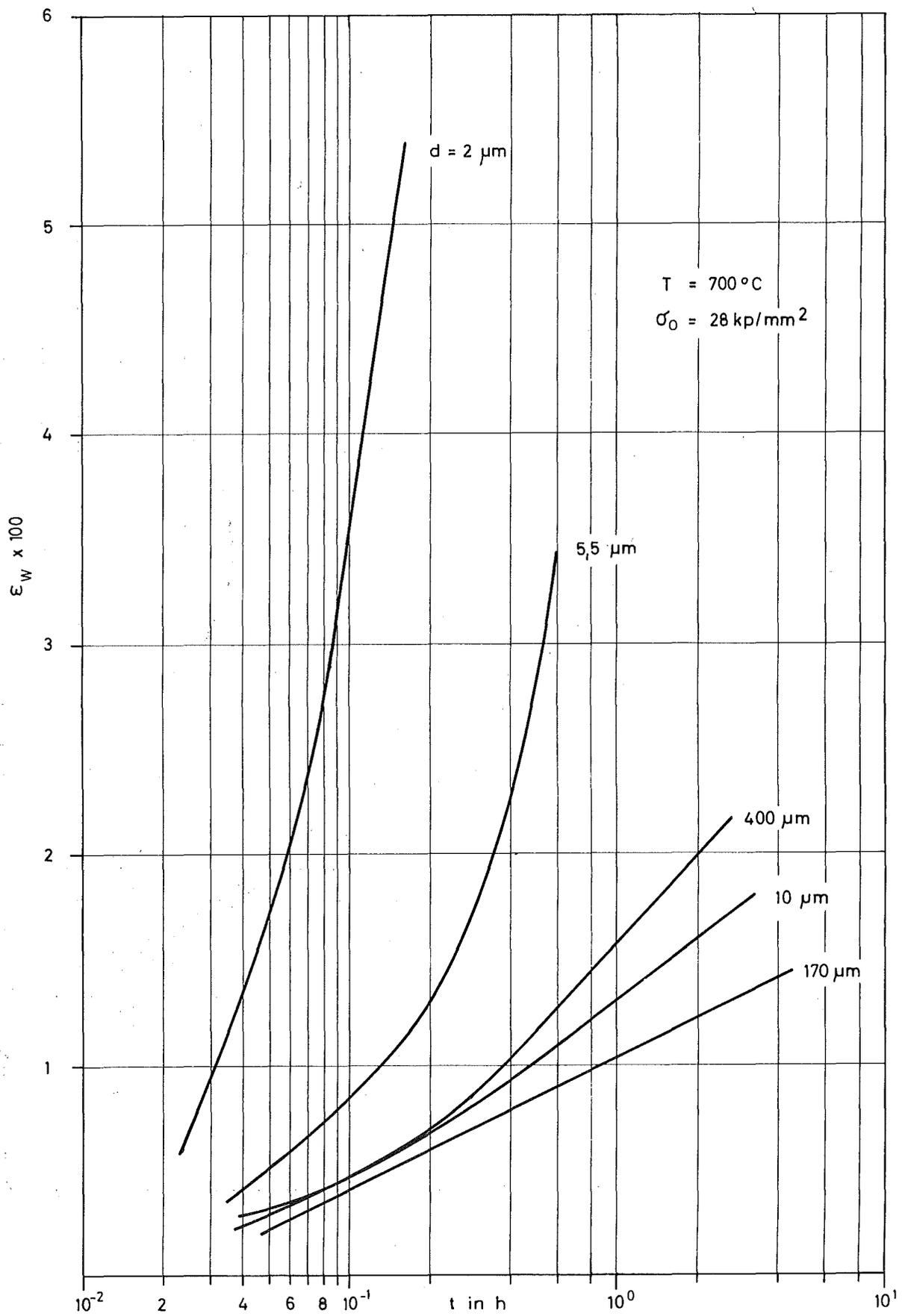


Bild 14: Wahre Dehnung ϵ_w in Abhängigkeit von der Zeit t im primären Kriechbereich

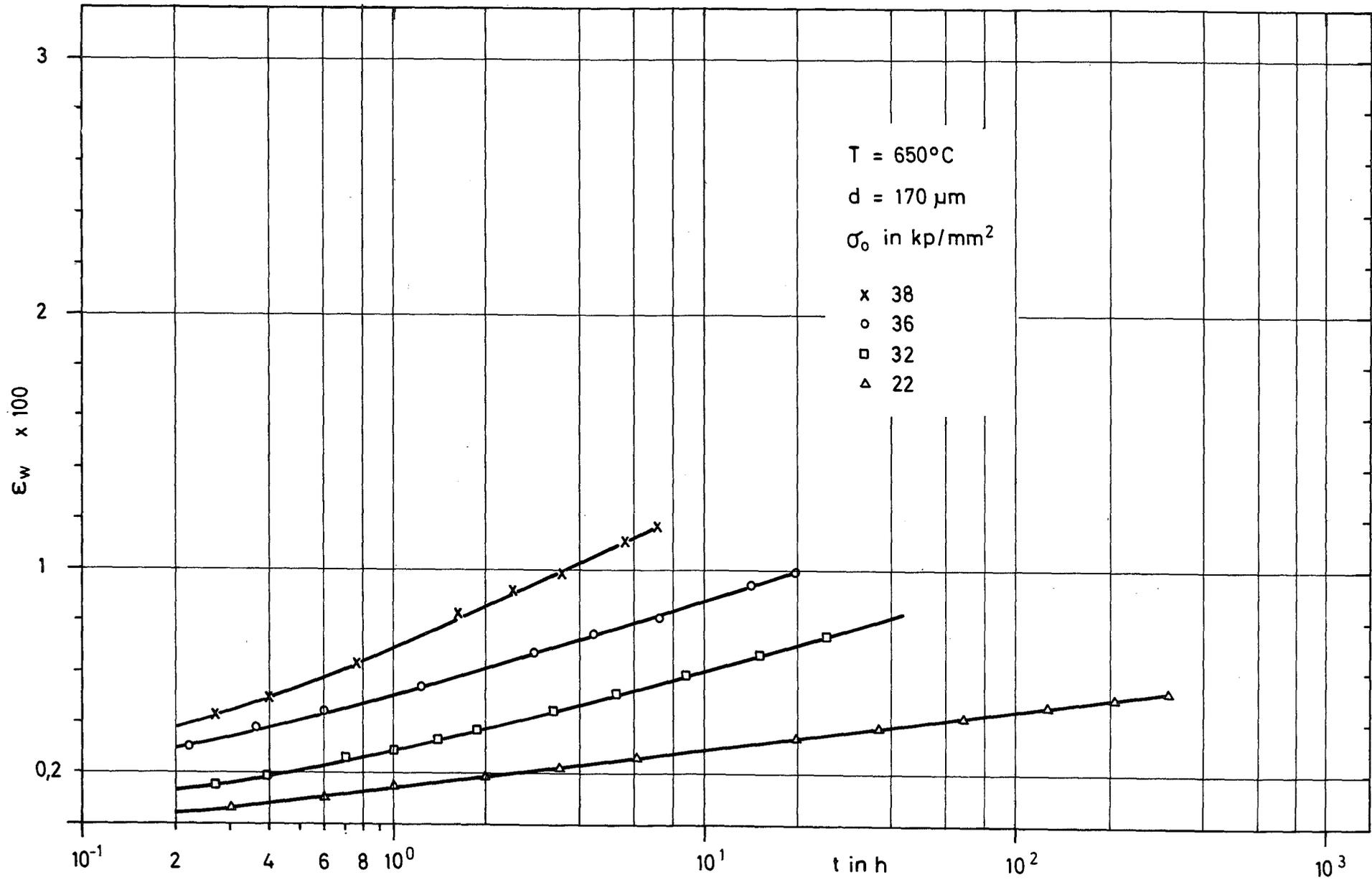


Bild 15: Wahre Dehnung ϵ_w in Abhängigkeit von der Zeit t im primären Kriechbereich

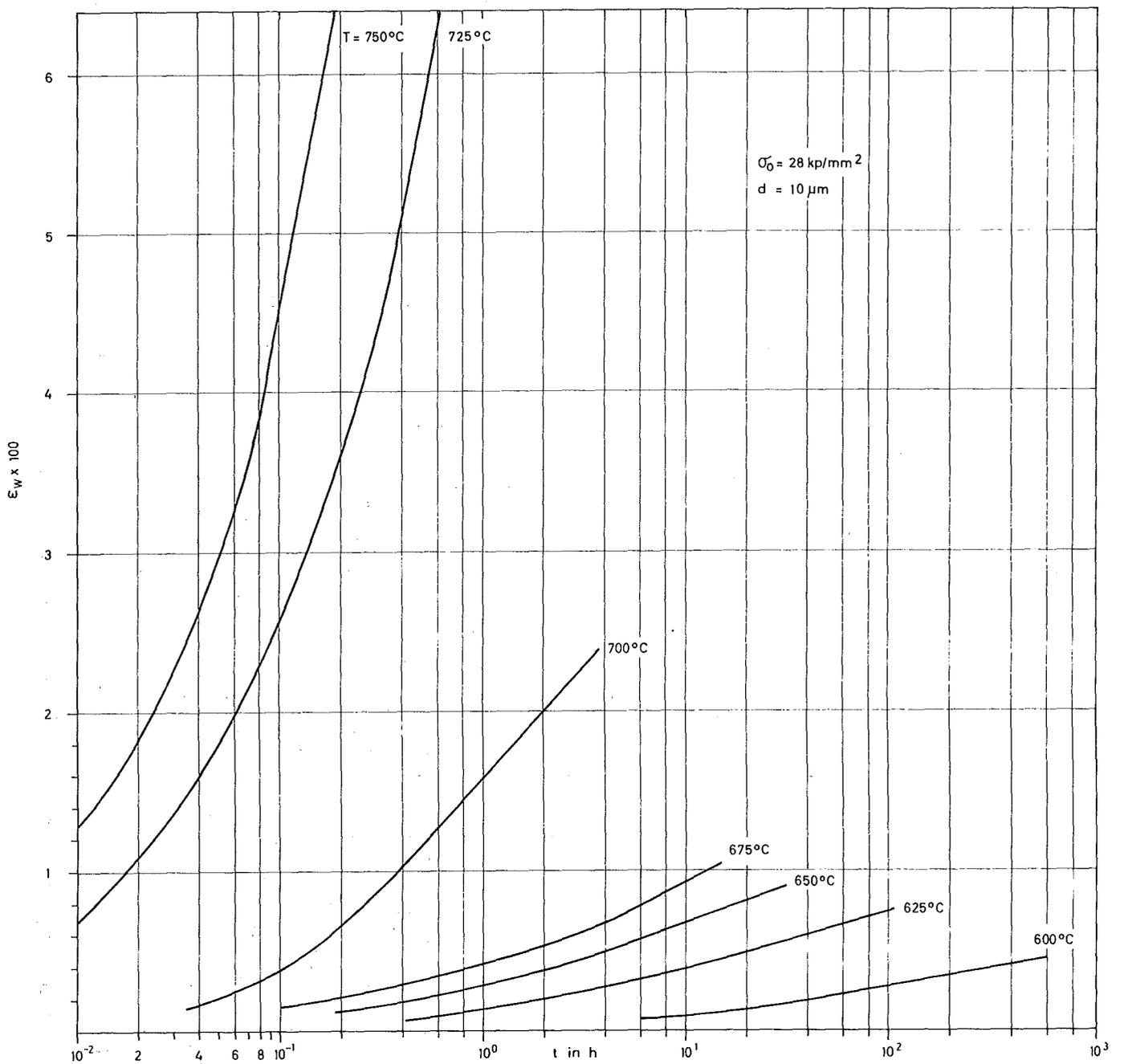


Bild 16: Wahre Dehnung ϵ_w in Abhängigkeit von der Zeit im primären Kriechbereich

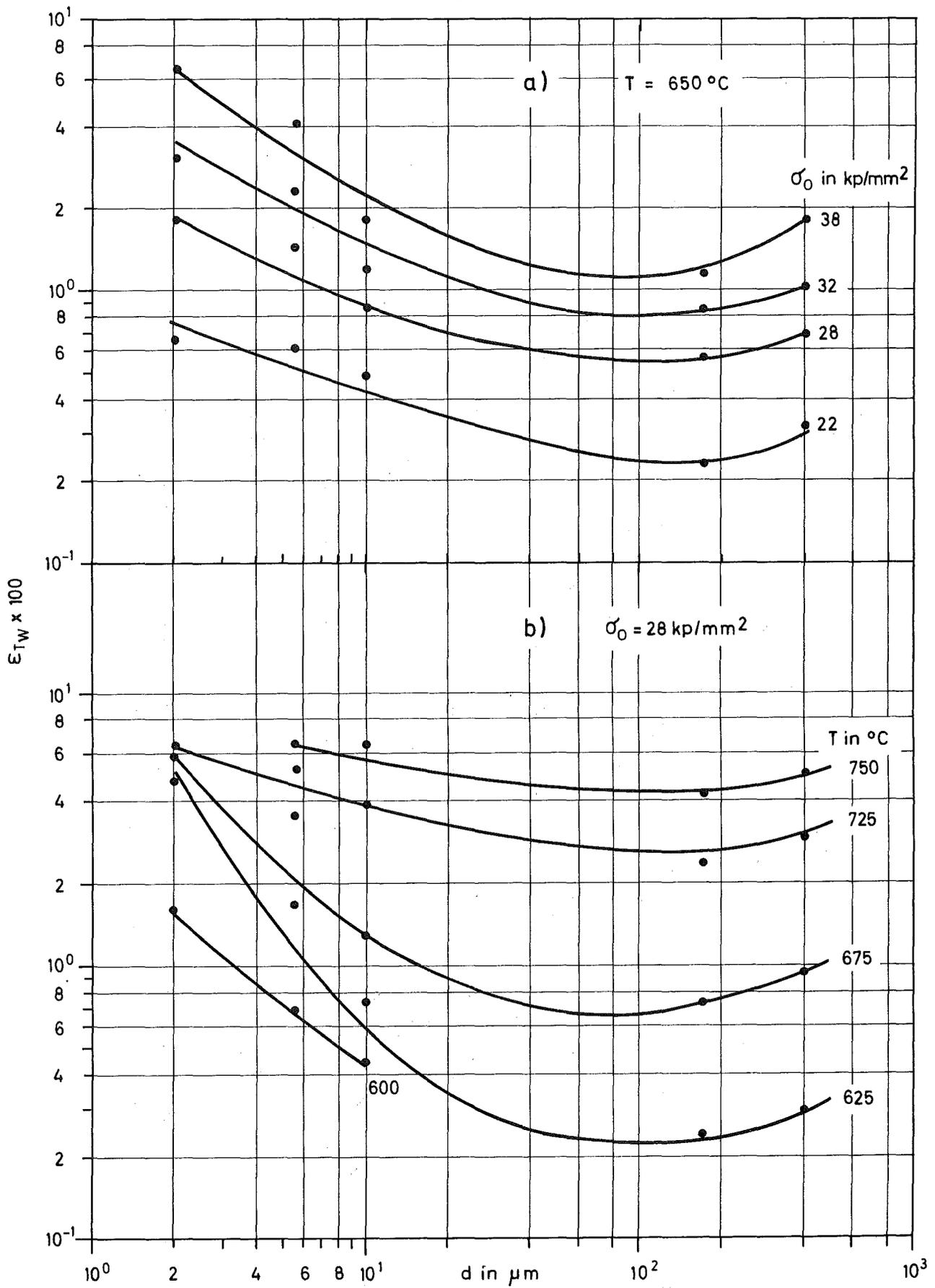


Bild 17 a u. b: Wahre Primärdehnung ϵ_{TW} in Abhängigkeit von der Korngröße d

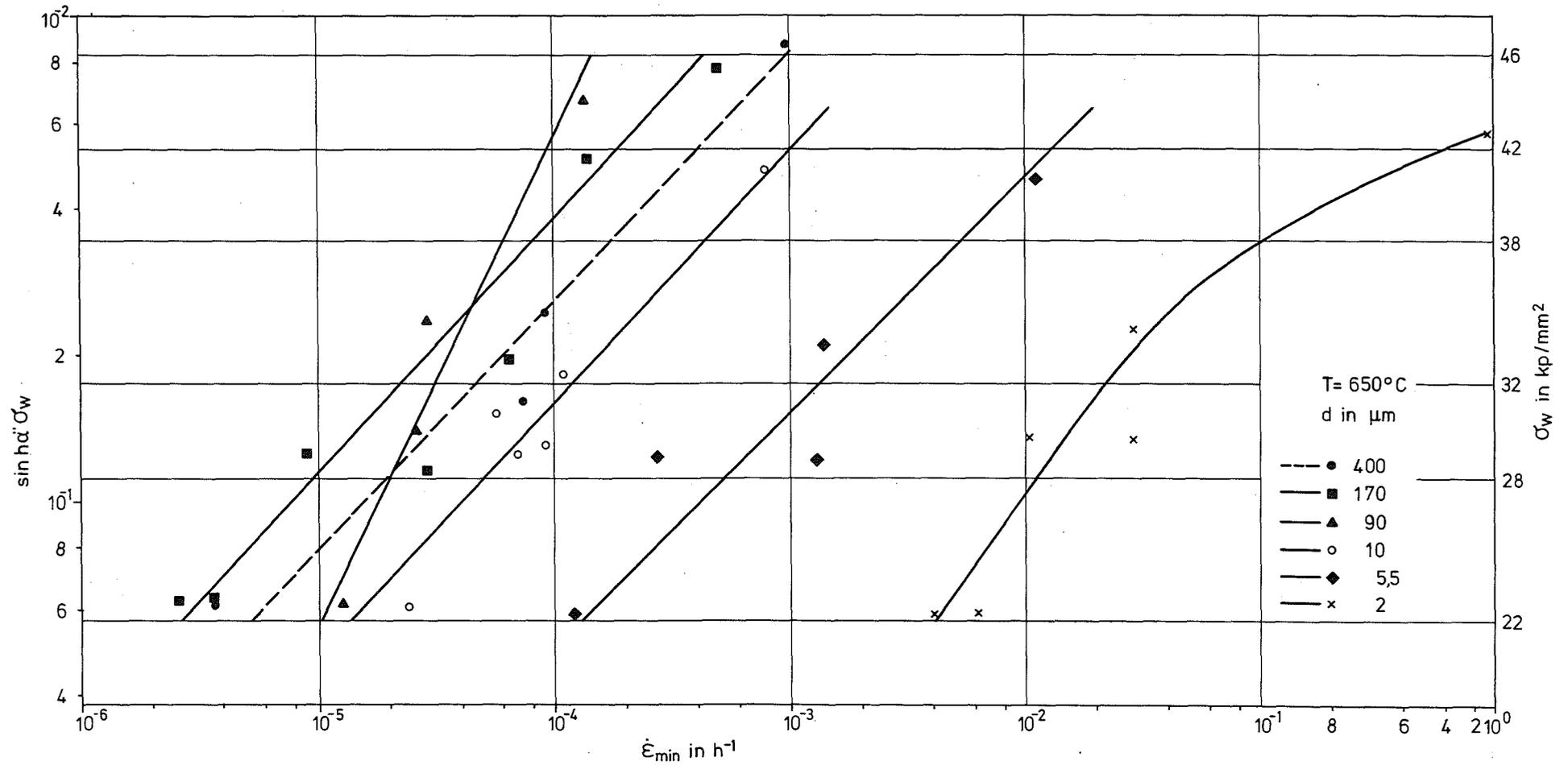


Bild 18: Minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit vom Sinus hyperbolicus
 aus dem Produkt der wahren Spannung σ_w und der Konstanten α''

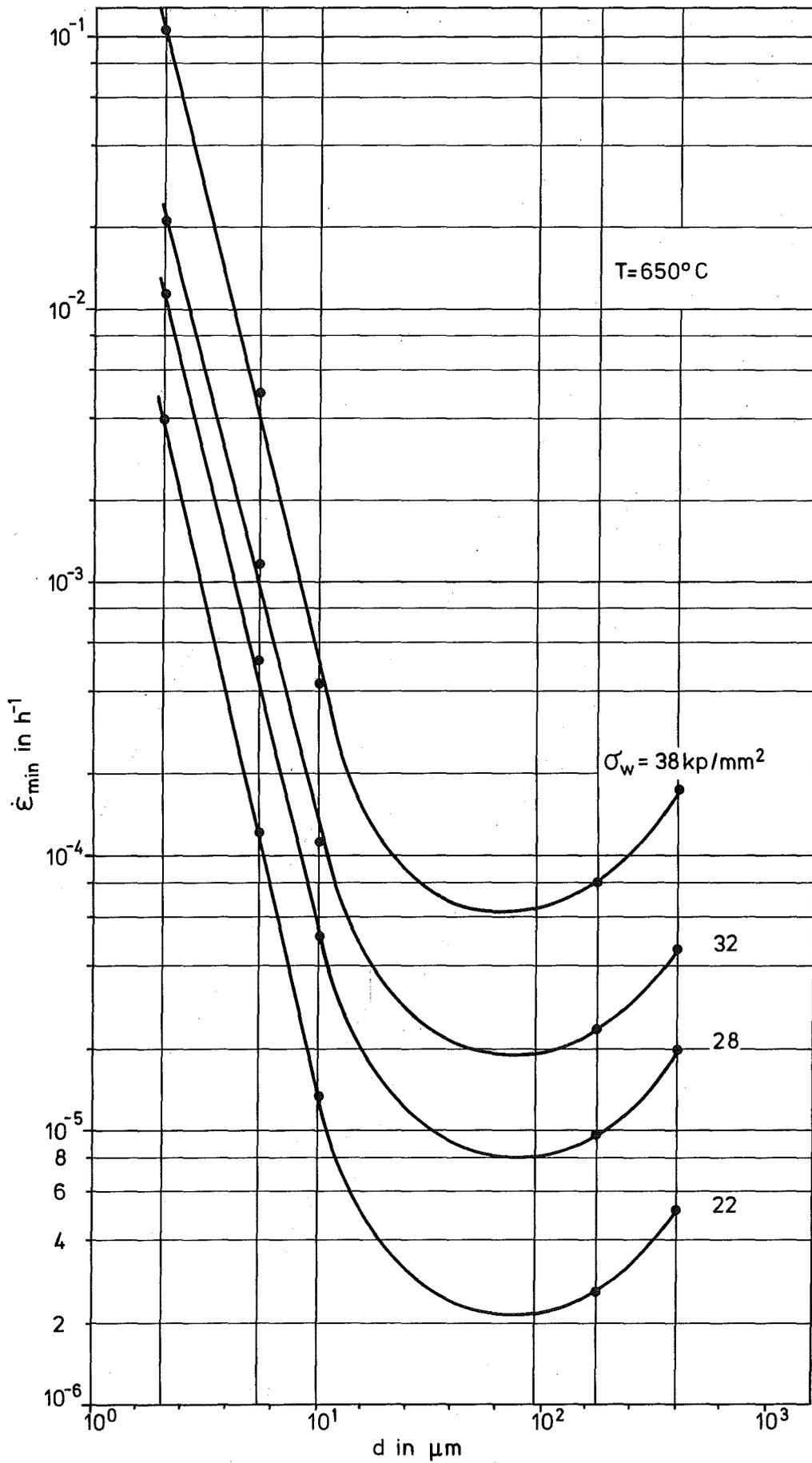


Bild 19: Minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit von der Korngröße d

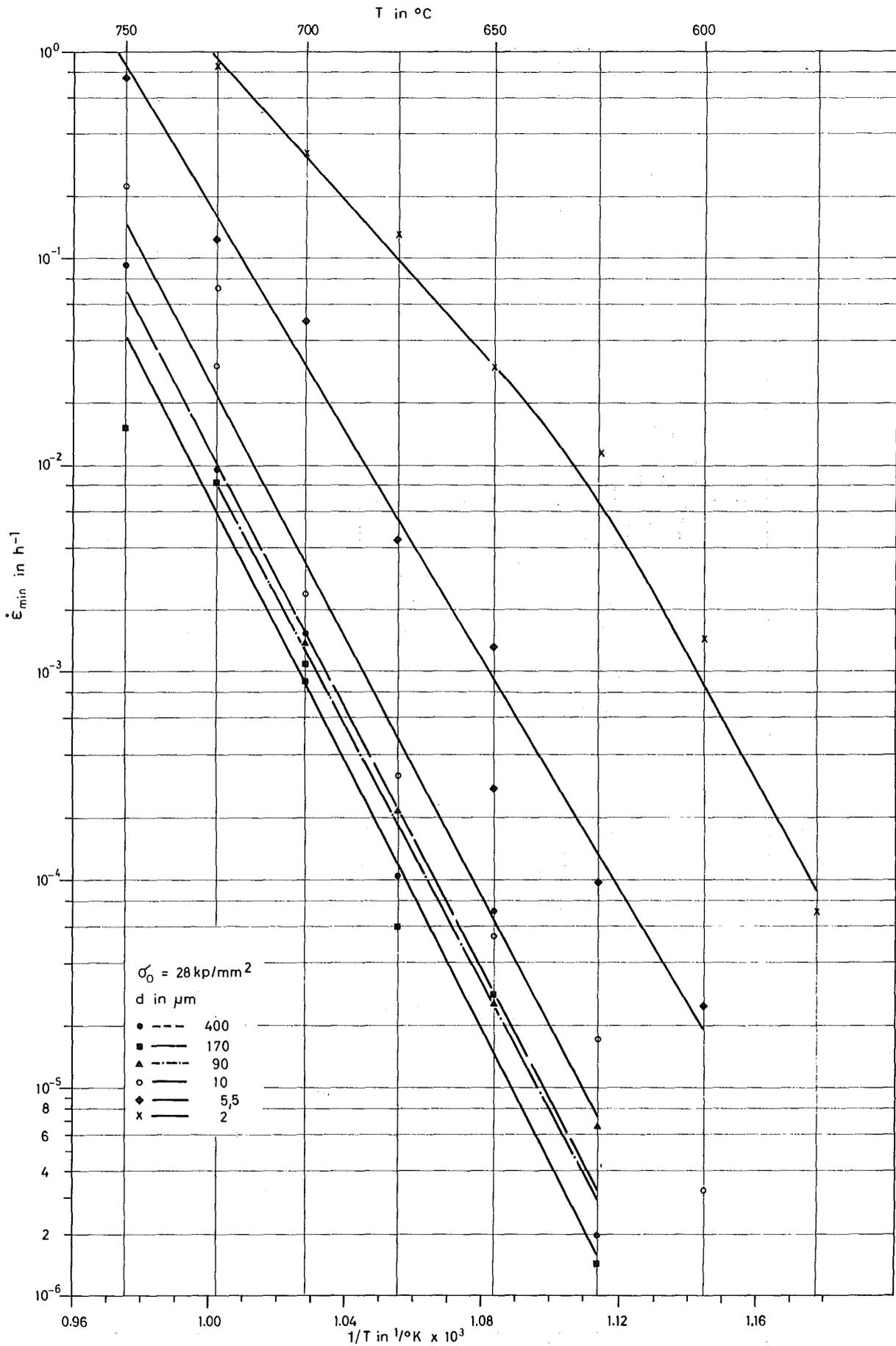


Bild 20: Minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit von der Temperatur T

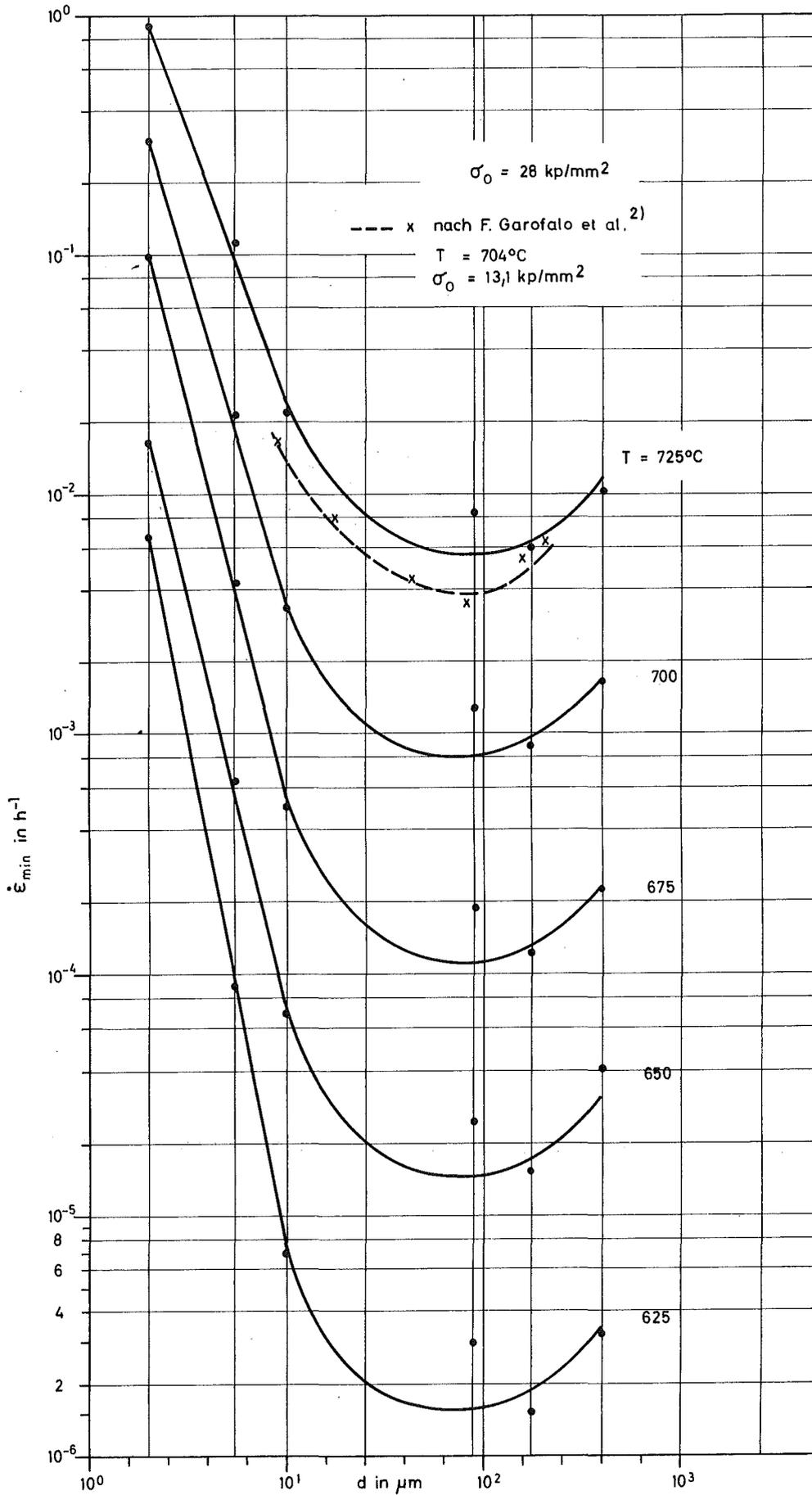


Bild 21: Minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in
 Abhängigkeit von der Korngröße d

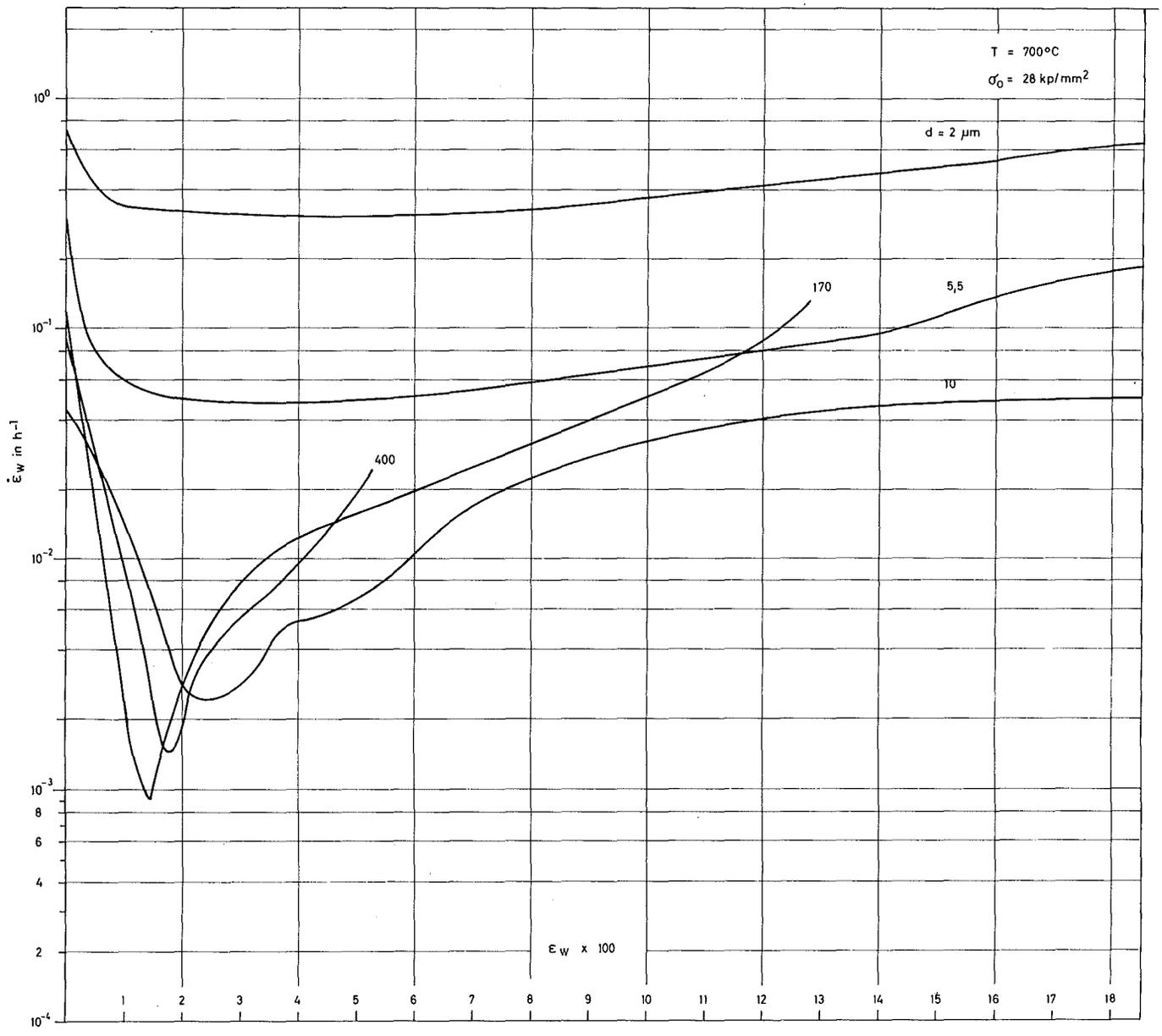


Bild 22: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren
 Dehnung ϵ_w

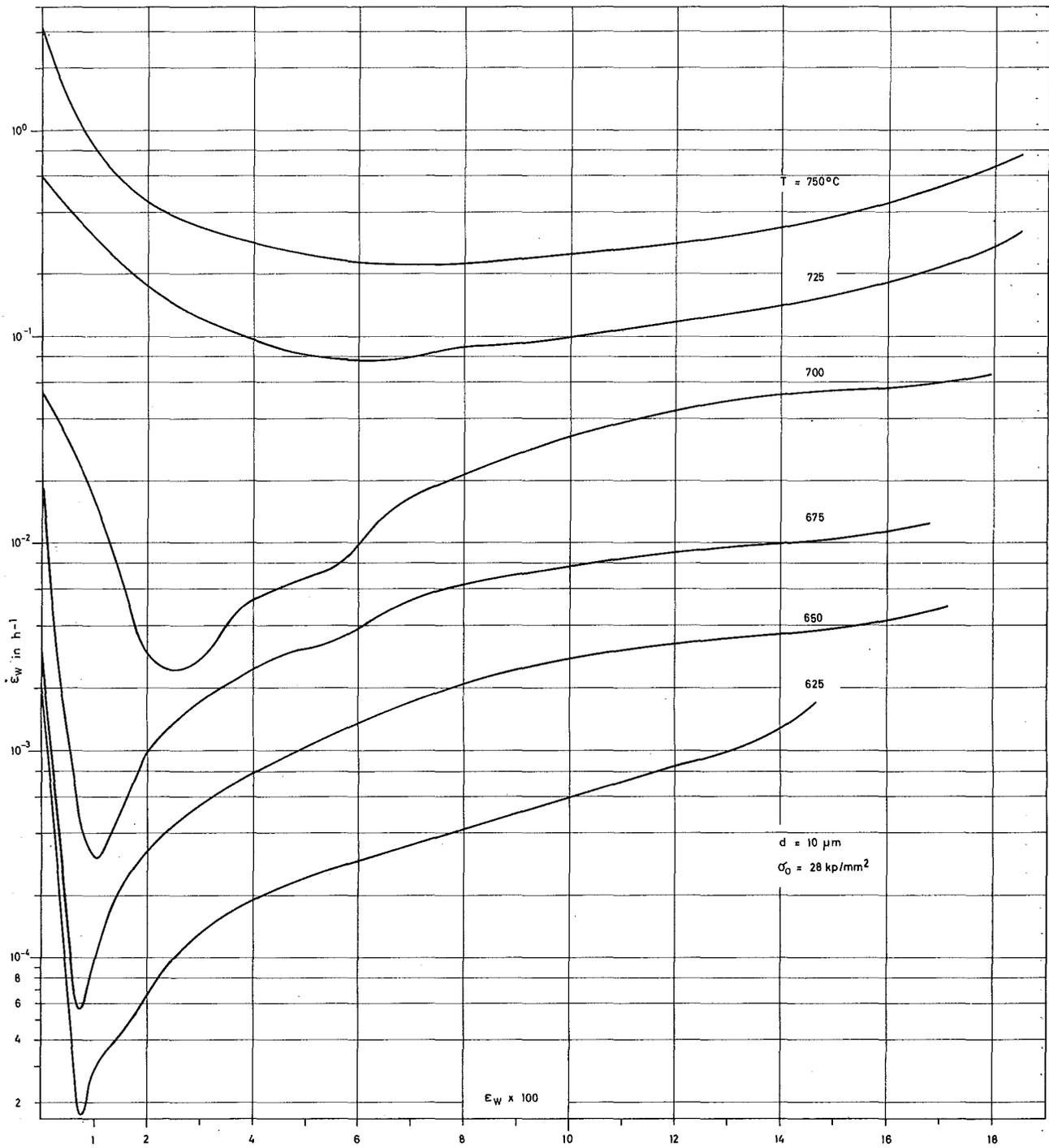


Bild 23: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w

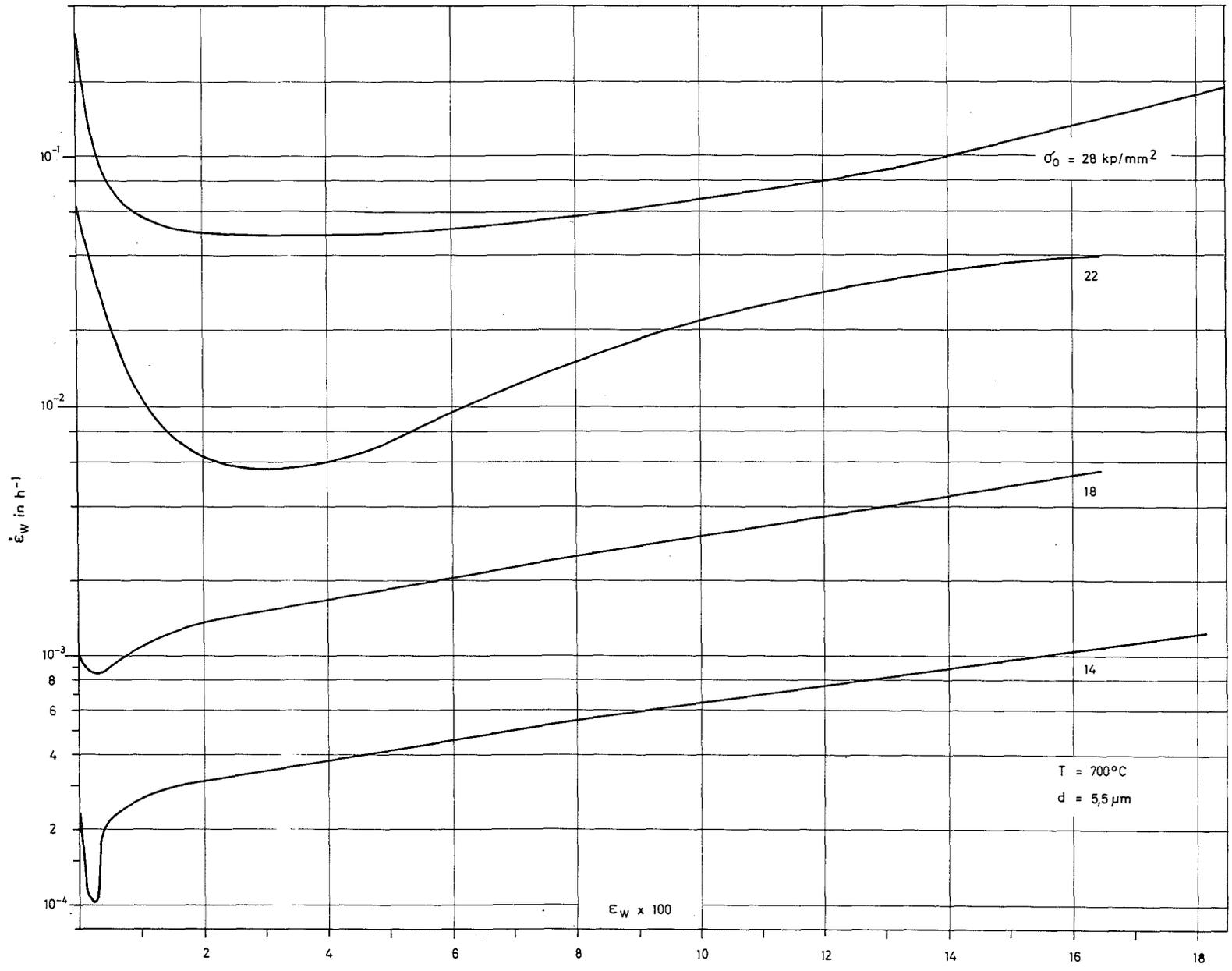


Bild 24: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w

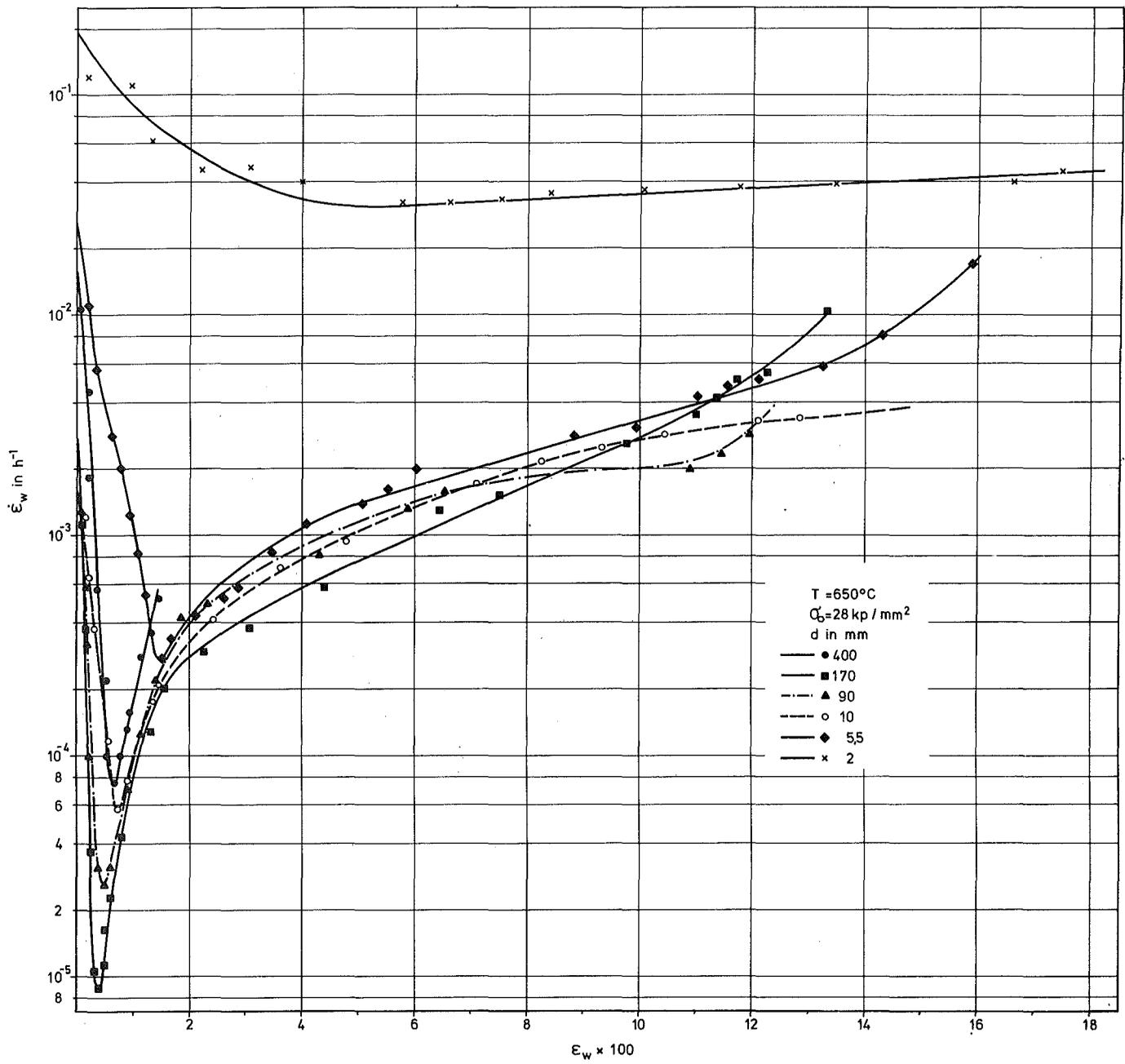


Bild 25: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w

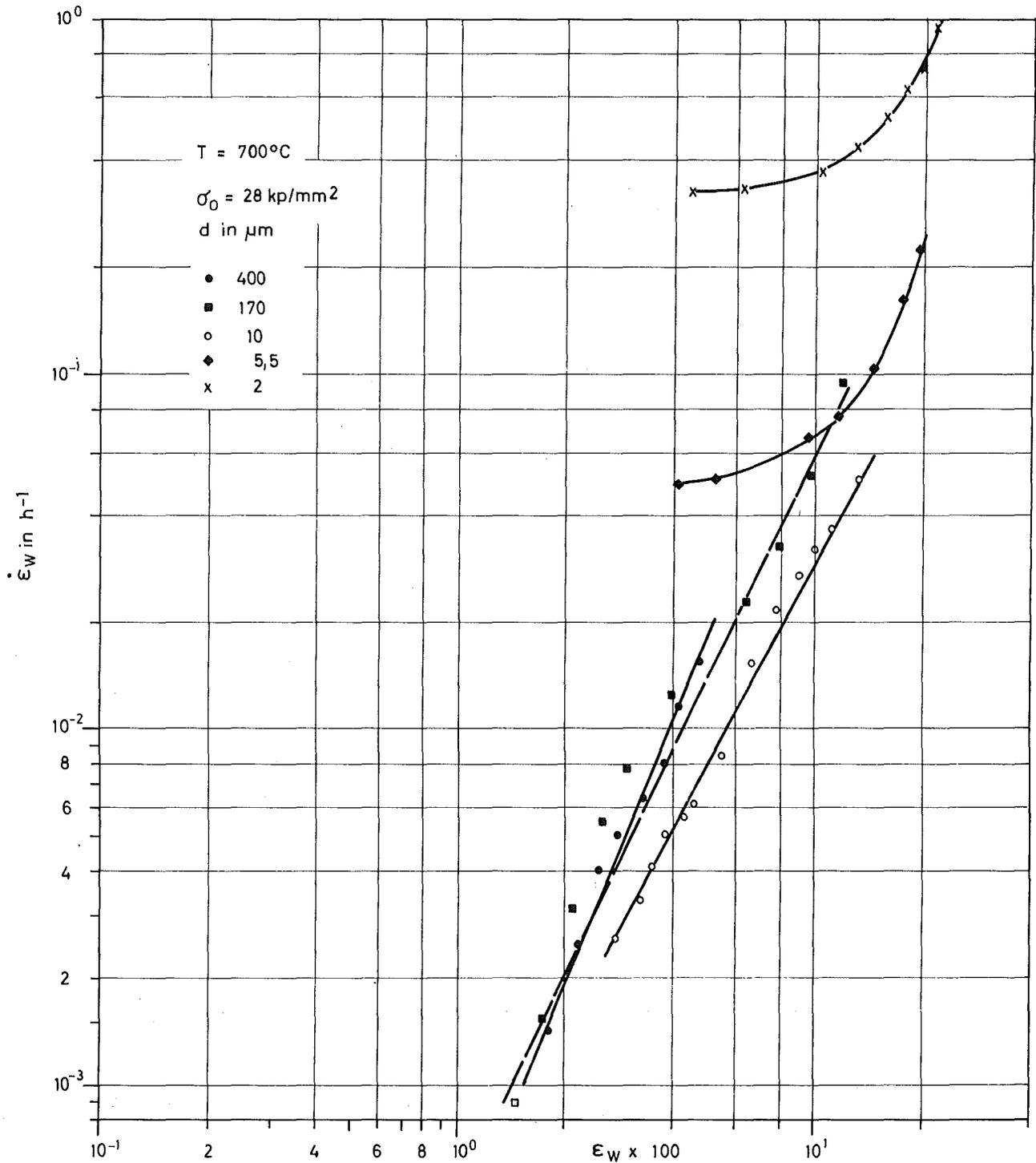


Bild 26: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w im tertiären Kriechbereich

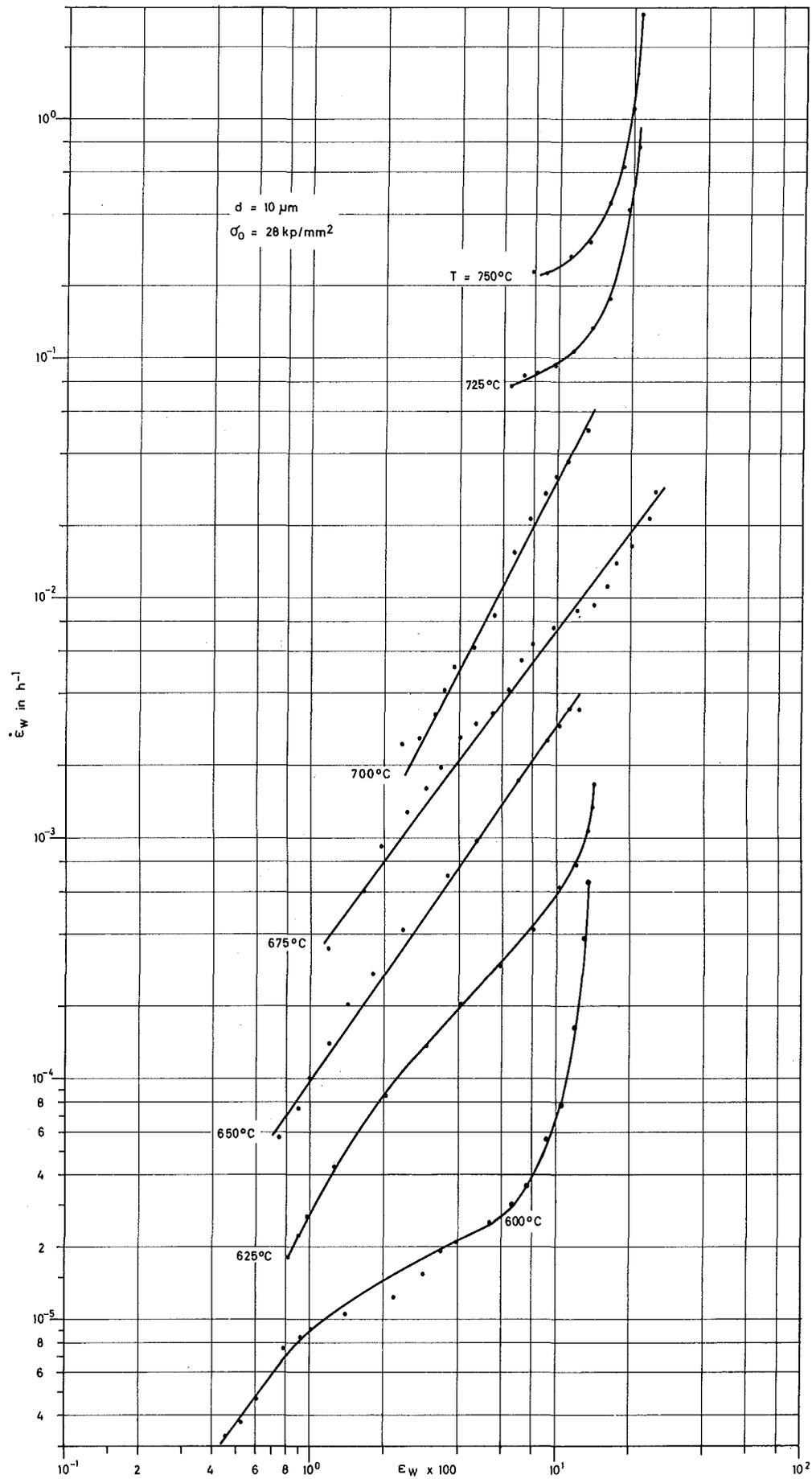


Bild 27: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w im tertiären Kriechbereich

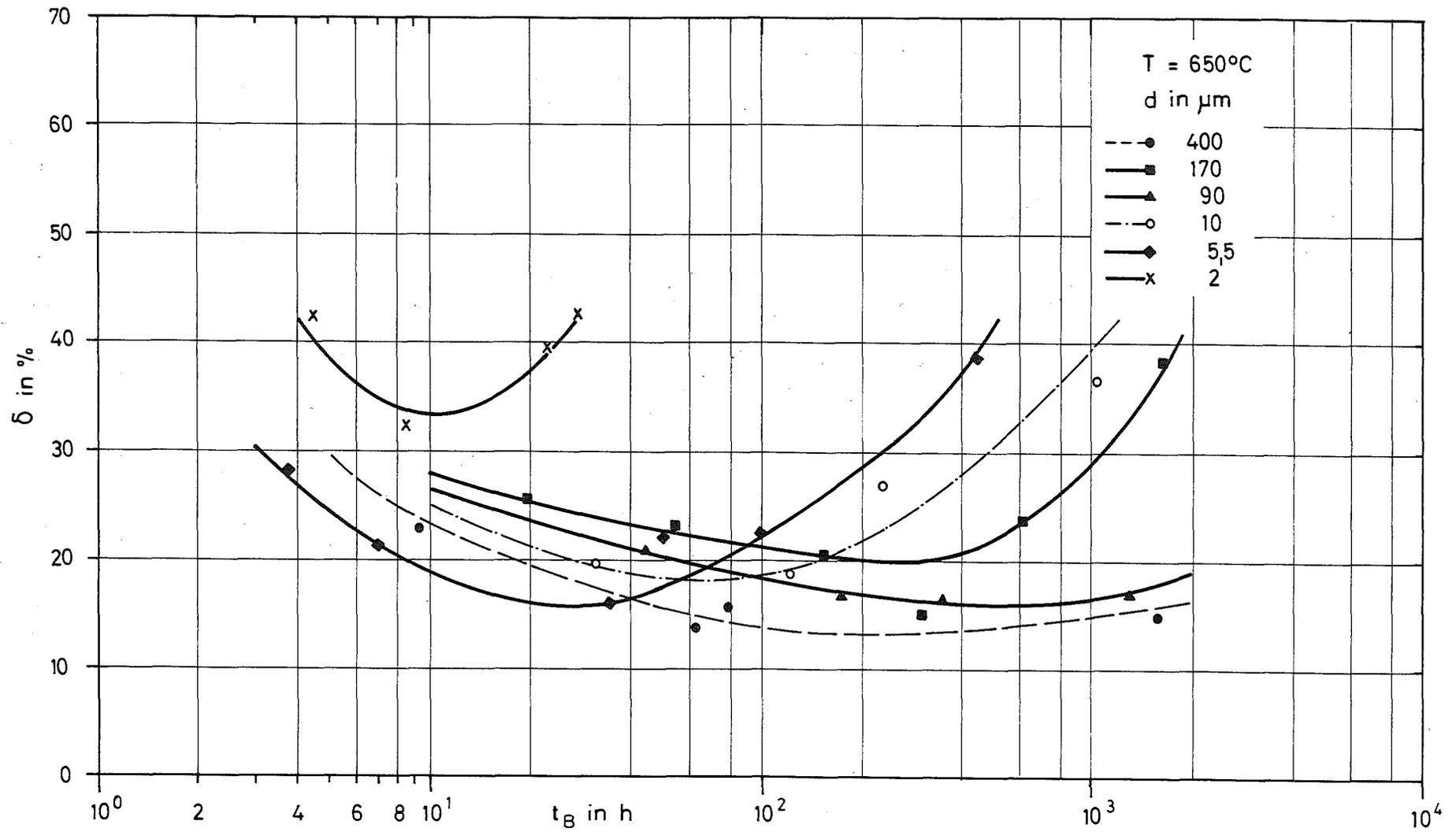


Bild 28: Bruchdehnung δ in Abhängigkeit von der Standzeit t_B

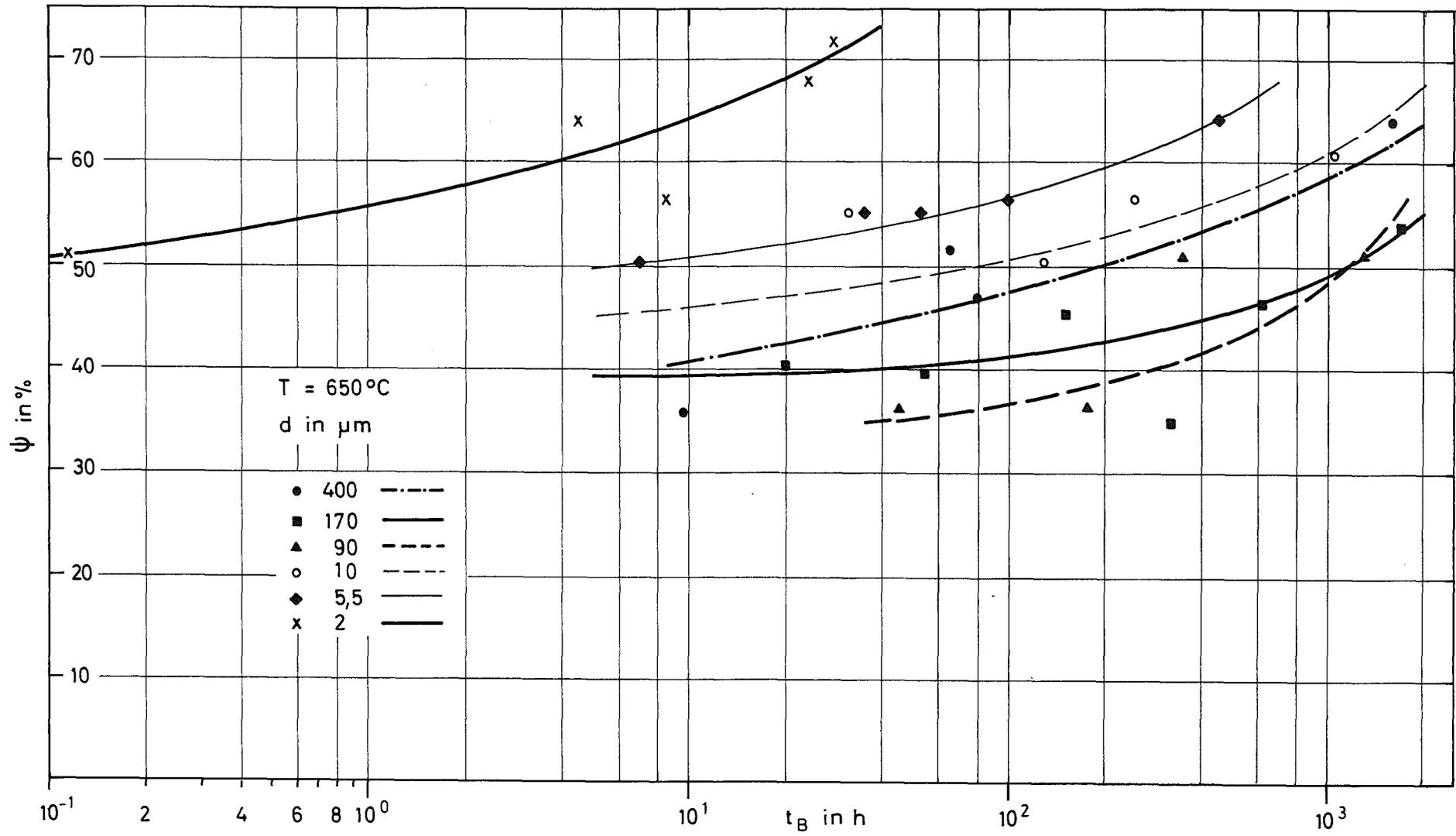


Bild 29: Brucheinschnürung Ψ in Abhängigkeit von der Standzeit t_B



x 1,45

Bild 30 Zeitstandprobe mit doppelter
Einschnürung. $d = 170 \mu\text{m}$,
 $T = 650^\circ\text{C}$, $\sigma_0 = 28 \text{ kp/mm}^2$, $t_B = 610\text{h}$

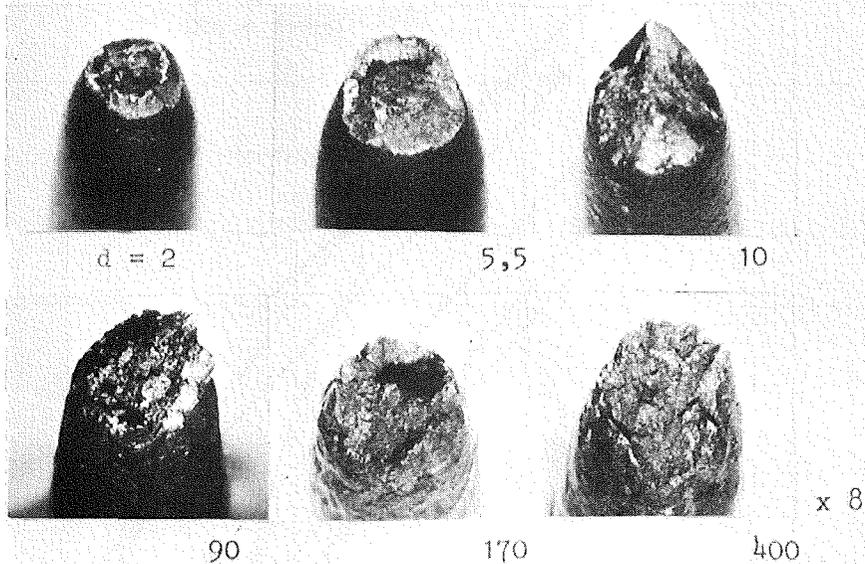


Bild 31 Bruchflächen von Zeitstandproben mit
unterschiedlichen Korngrößen.
 $\sigma_0 = 28 \text{ kp/mm}^2$, $T = 675^\circ\text{C}$

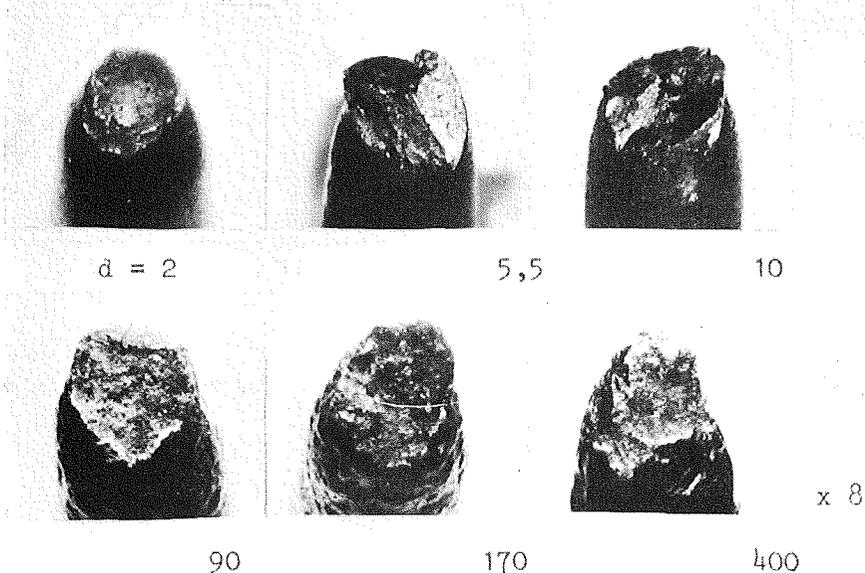


Bild 32 Bruchflächen von Zeitstandproben mit
unterschiedlichen Korngrößen.
 $\sigma_0 = 28 \text{ kp/mm}^2$, $T = 725^\circ\text{C}$

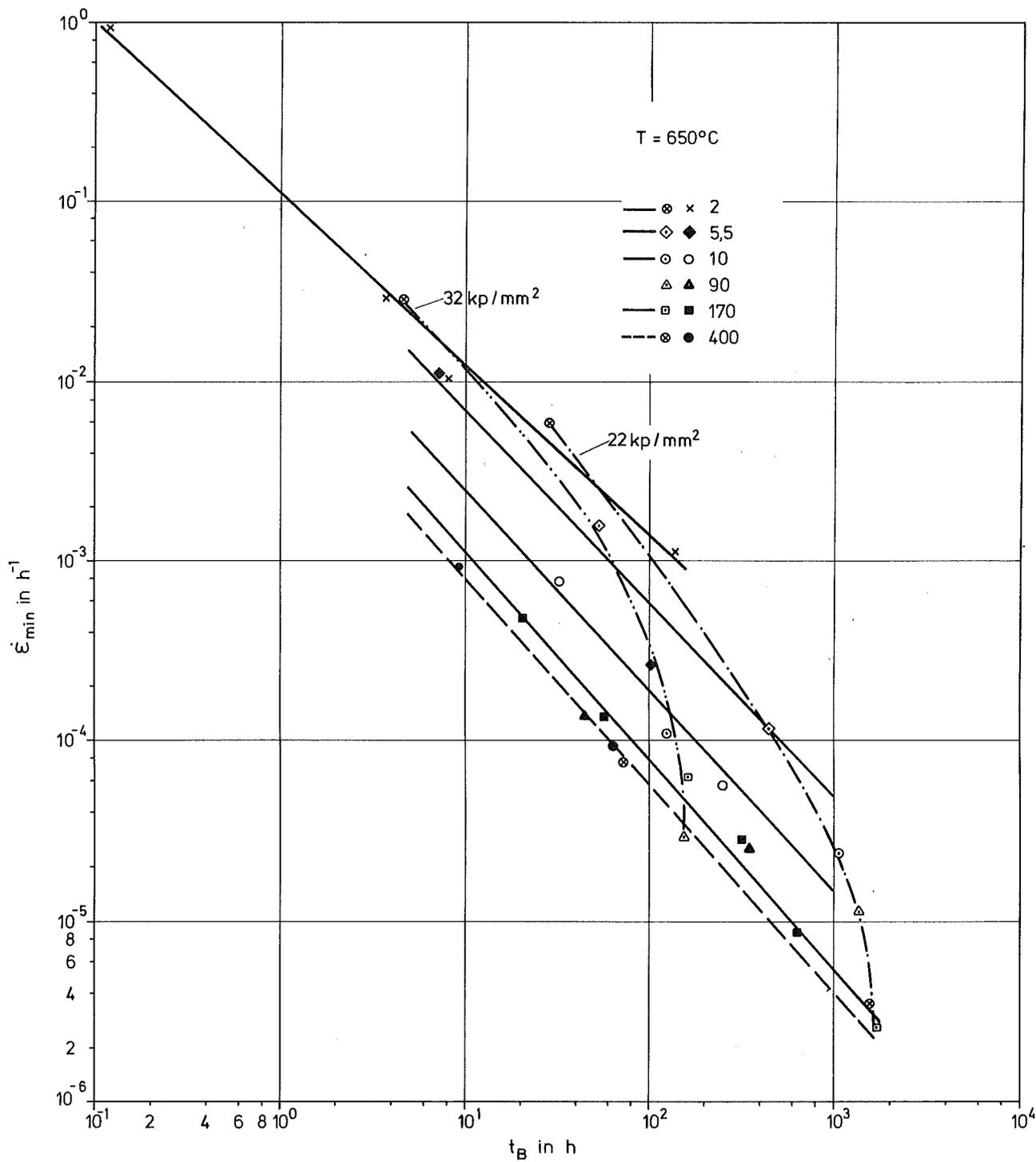


Bild 33: Minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit von der Standzeit t_B

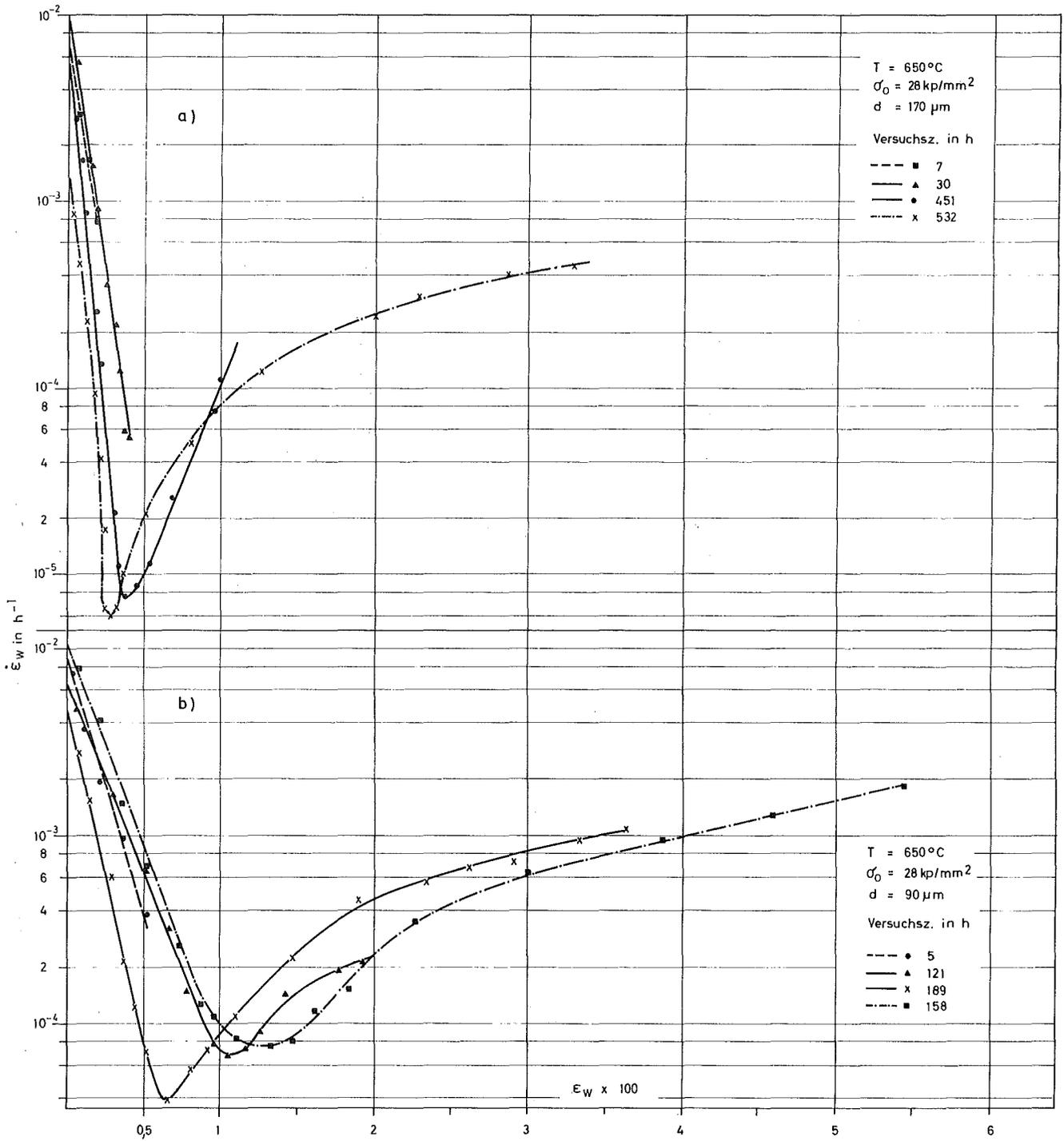


Bild 35 a u. b: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w

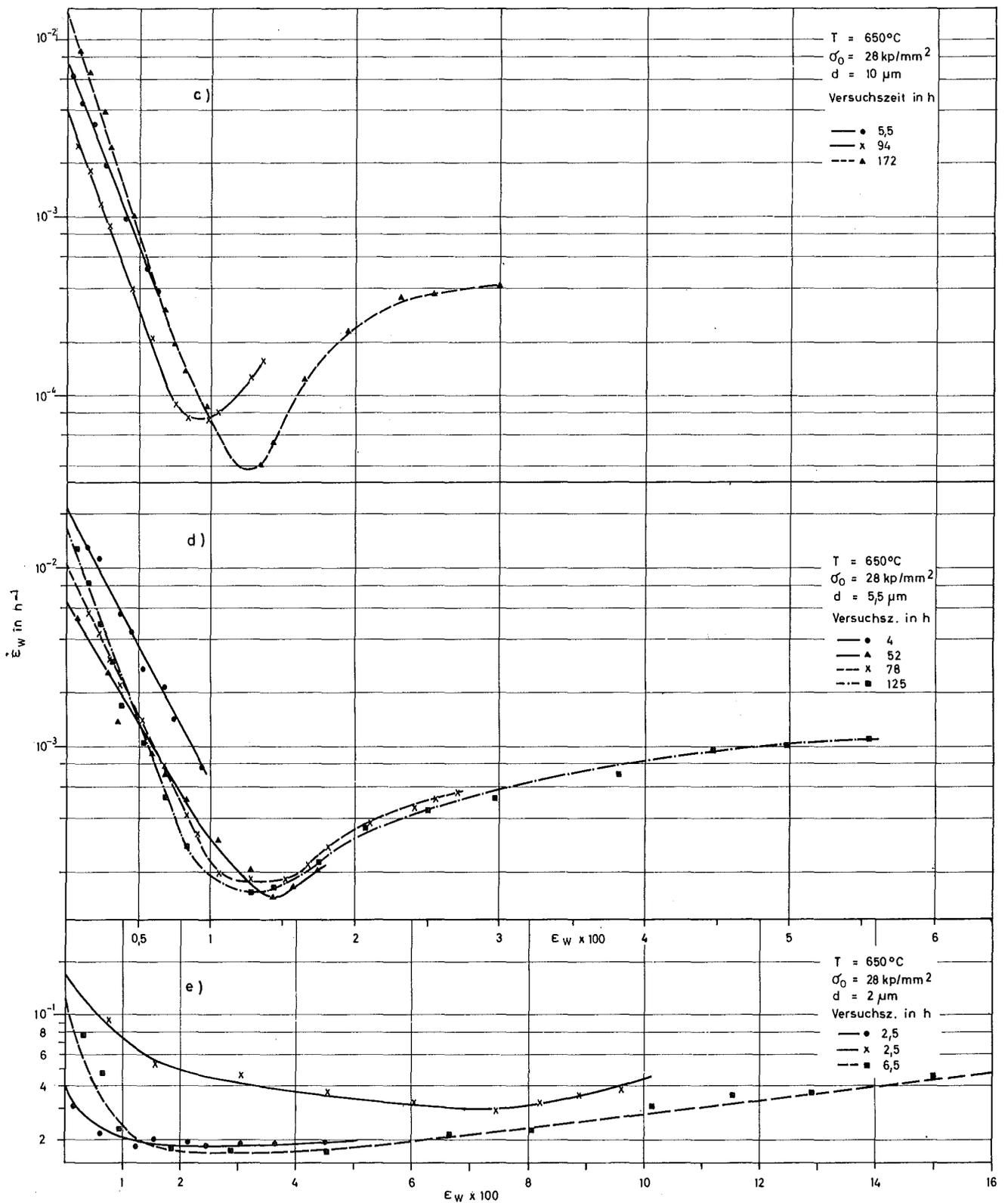


Bild 35 c-e: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w

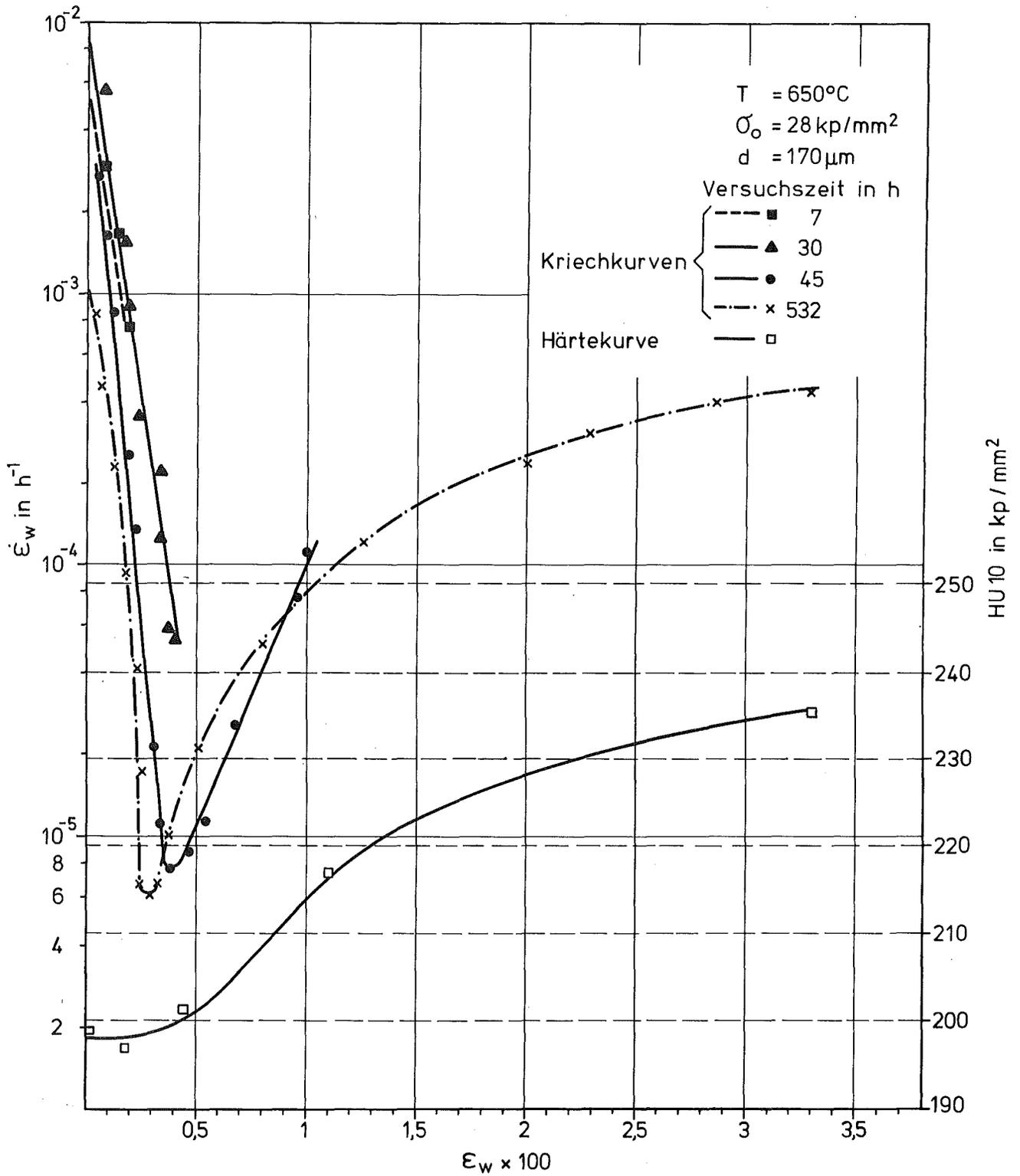


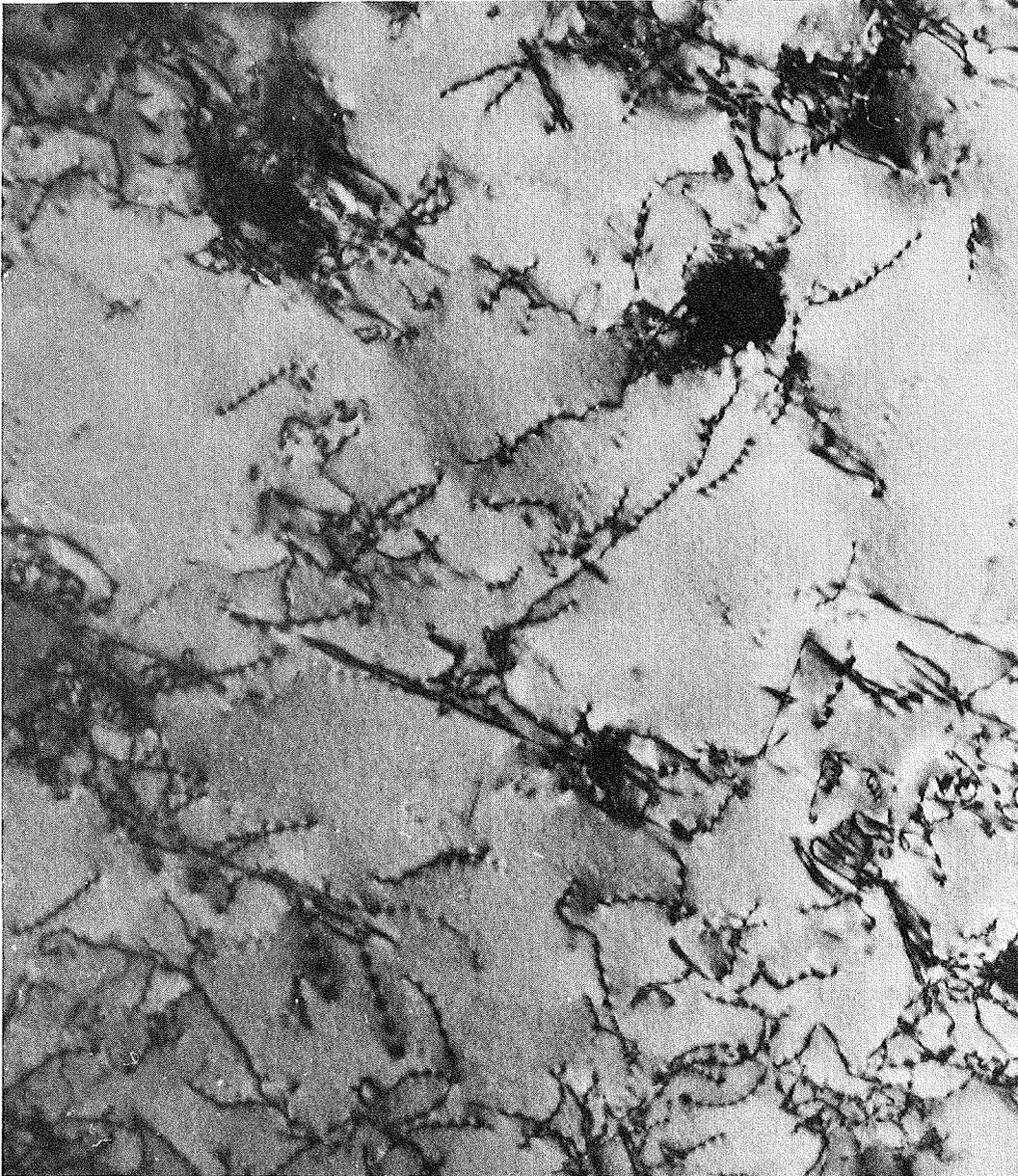
Bild 36: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der wahren Dehnung ϵ_w und der Härte HV10



x 31500

Bild 37

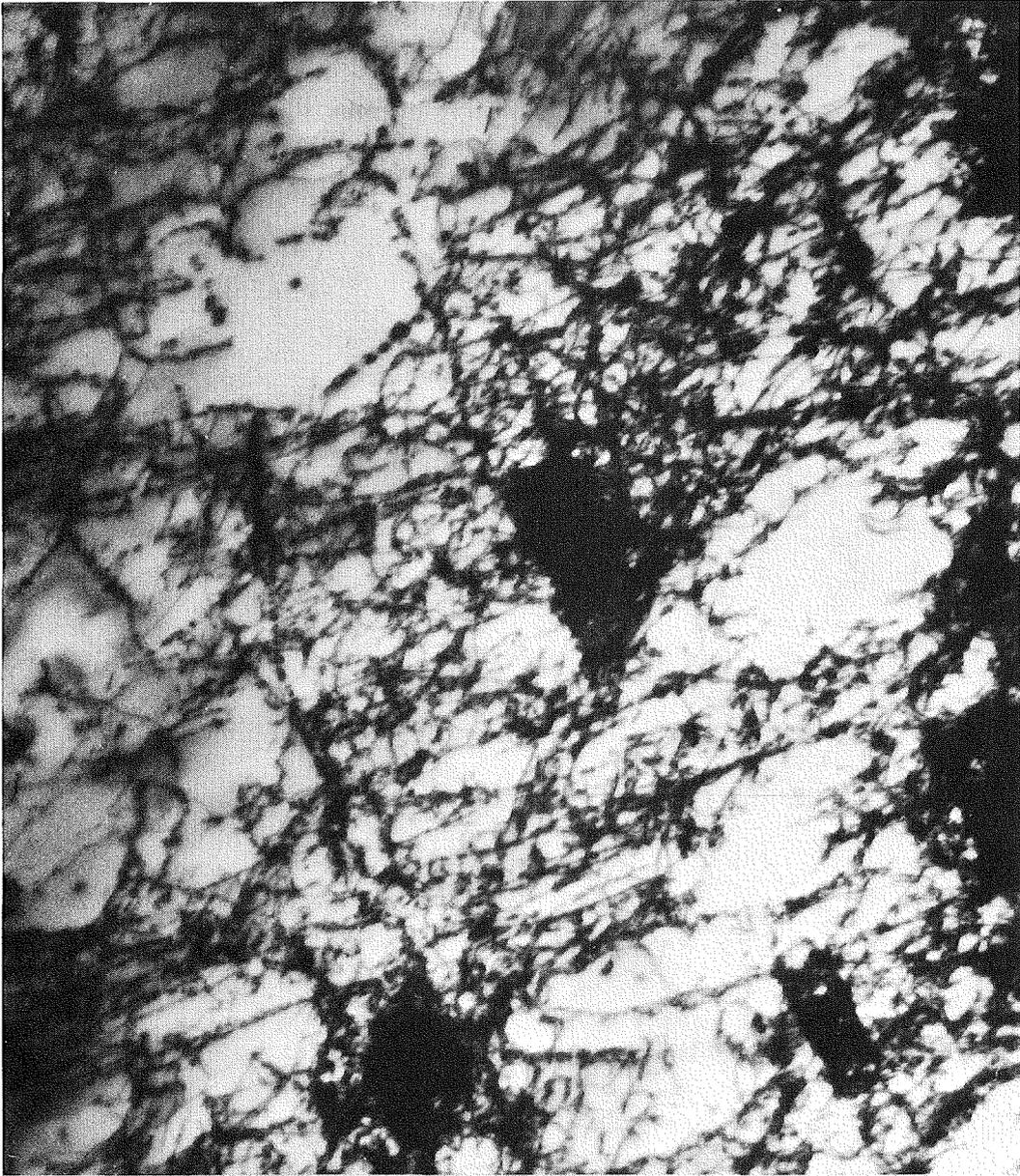
d = 10 μm , unbelastet



x 120 000

Bild 38

$d = 10 \mu\text{m}$, belastet bei 650°C , $\sigma_0 = 28 \text{ kp/mm}^2$, $\epsilon_0 = 2,6\%$

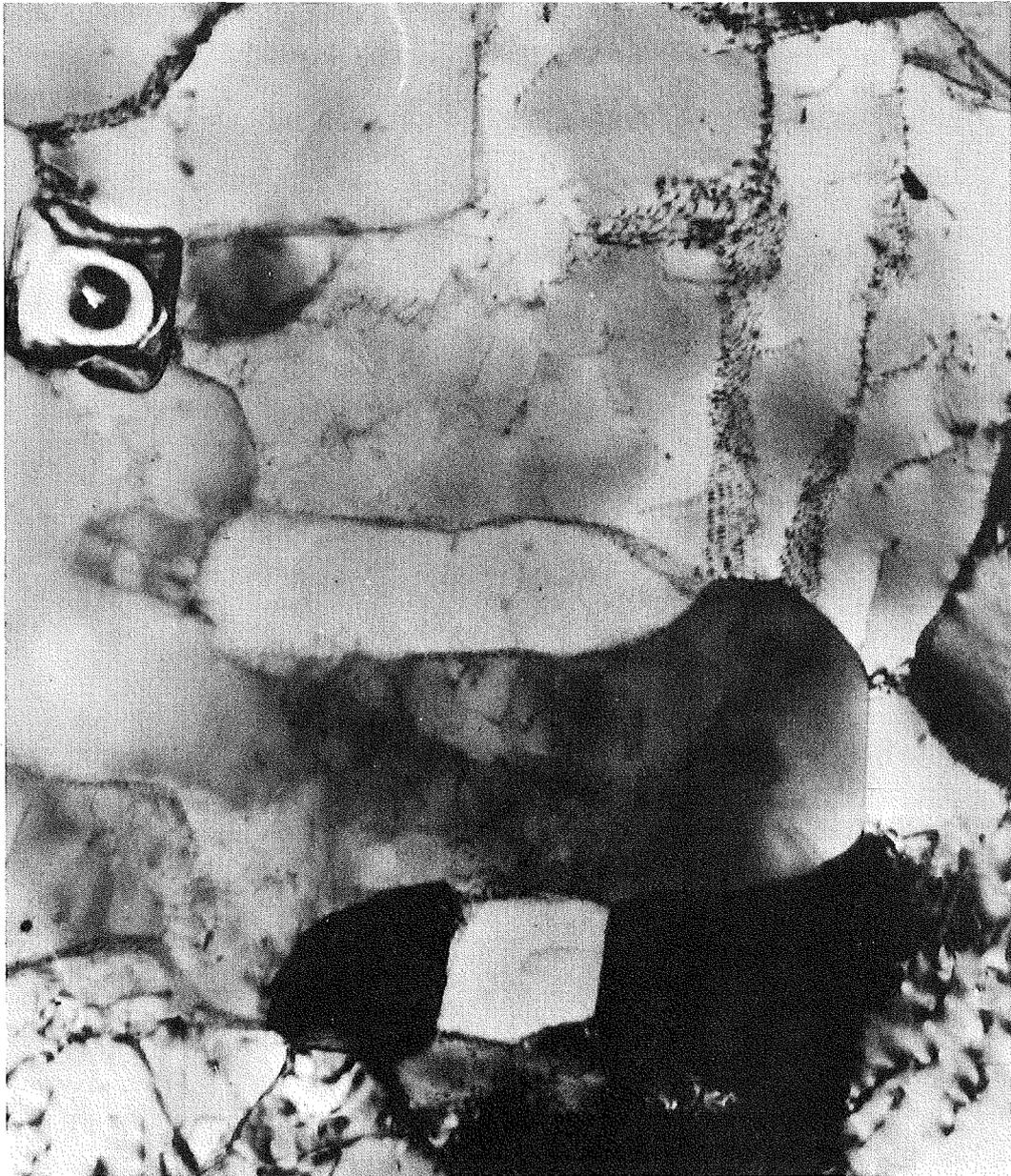


x 43 500

Bild 39

$d = 170 \mu\text{m}$, belastet bei 650°C , $\sigma_0 = 28 \text{ kp/mm}^2$

$\epsilon_0 = 4,8\%$, $\epsilon_w \times 100 = 3,3$, $t = 532 \text{ h}$



x 120 000

Bild 40

$d = 2 \mu\text{m}$, belastet bei 650°C , $\sigma_0 = 28 \text{ kp/mm}^2$

$\epsilon_0 = 0,6\%$, $\epsilon_w \times 100 = 16,5$, $t = 8,5 \text{ h}$

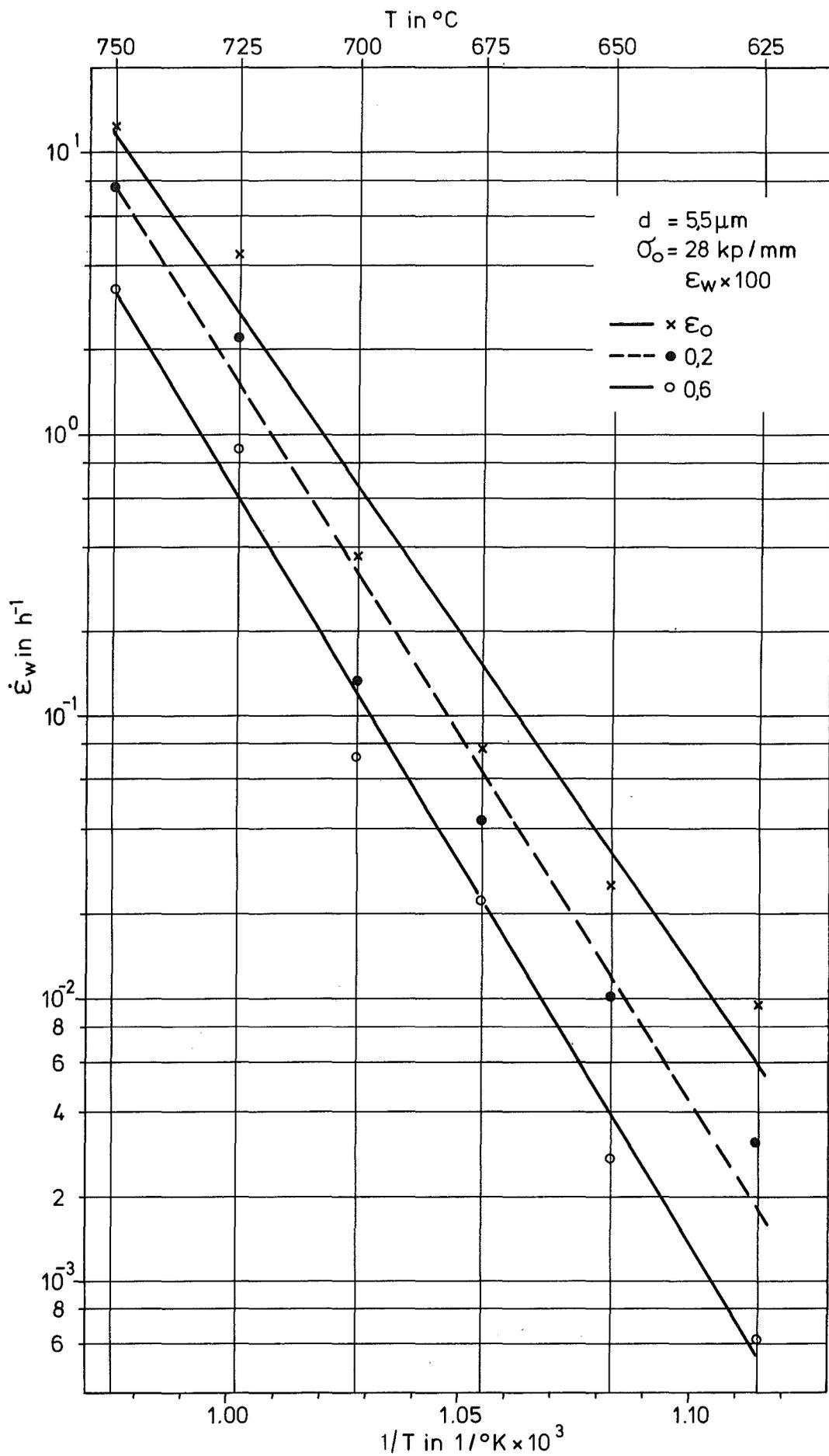


Bild 41 a: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in Abhängigkeit von der Temperatur T

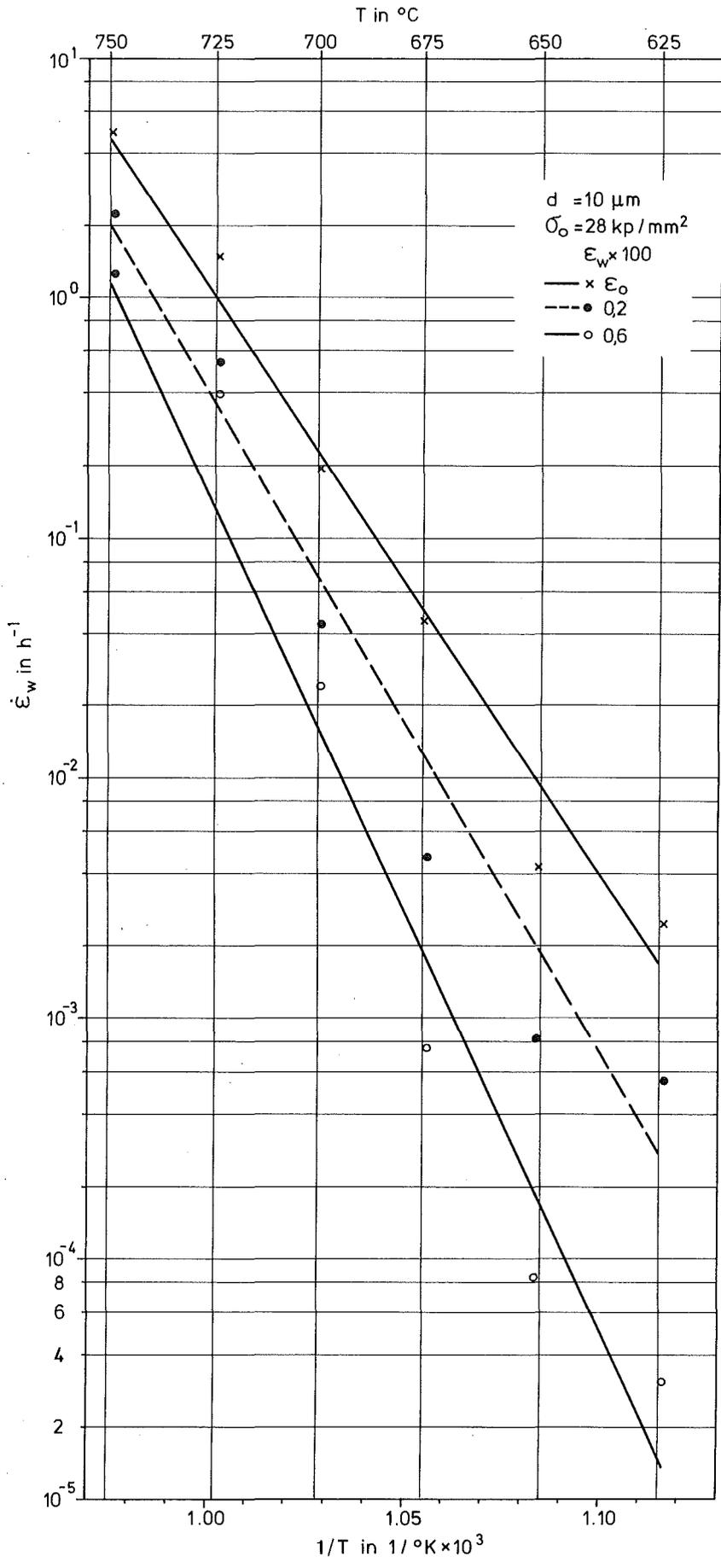


Bild 41 b: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in
 Abhängigkeit von der Temperatur T

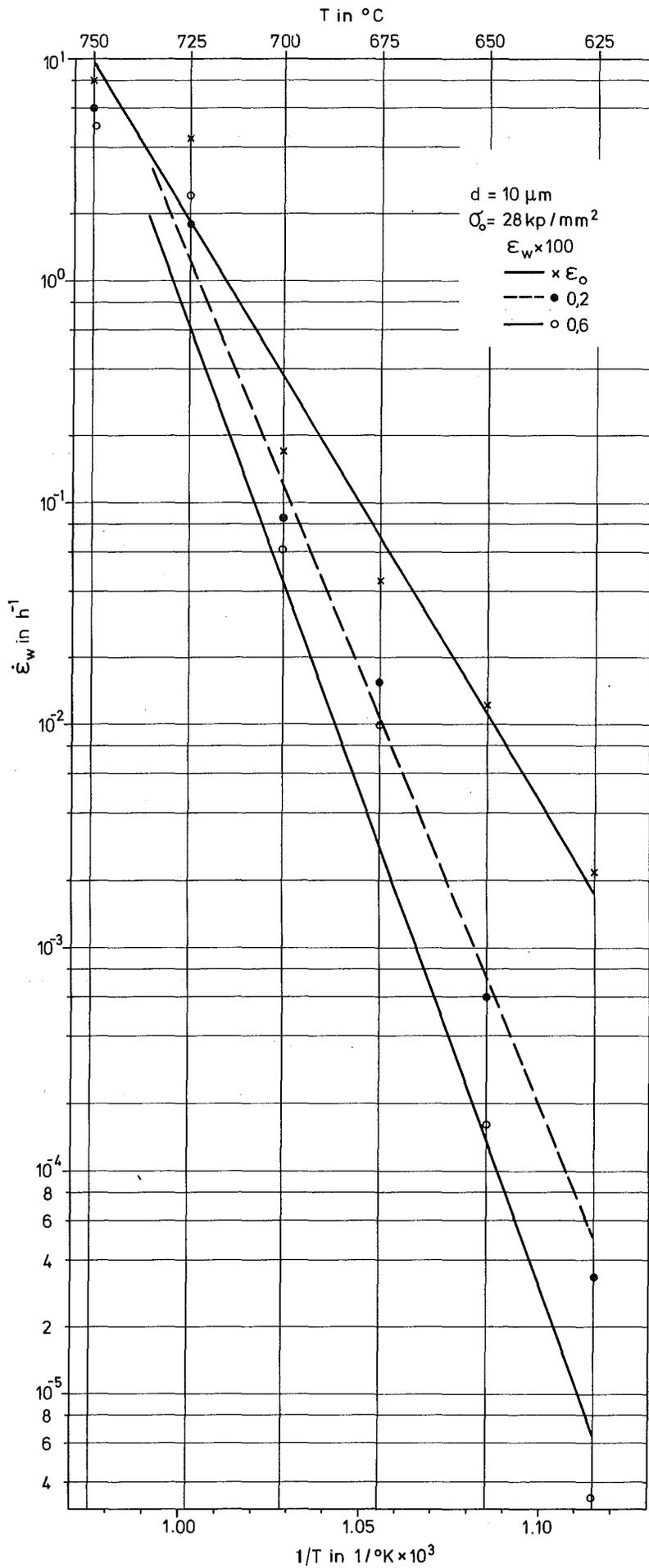


Bild 41 c: Wahre Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_w$ in
 Abhängigkeit von der Temperatur T

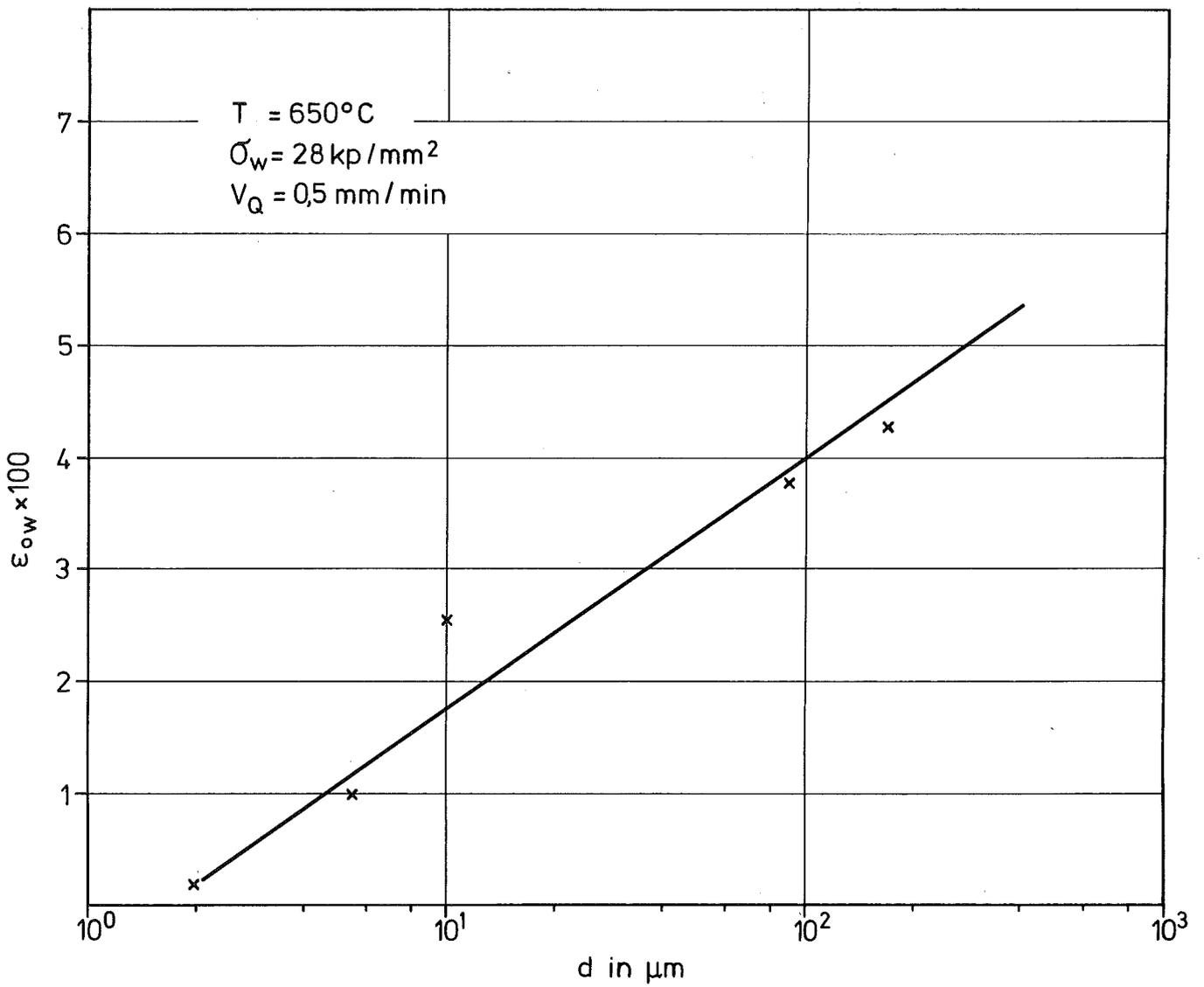


Bild 42: Wahre Belastungsdehnung ϵ_{ow} in Abhängigkeit von der
 Korngröße d

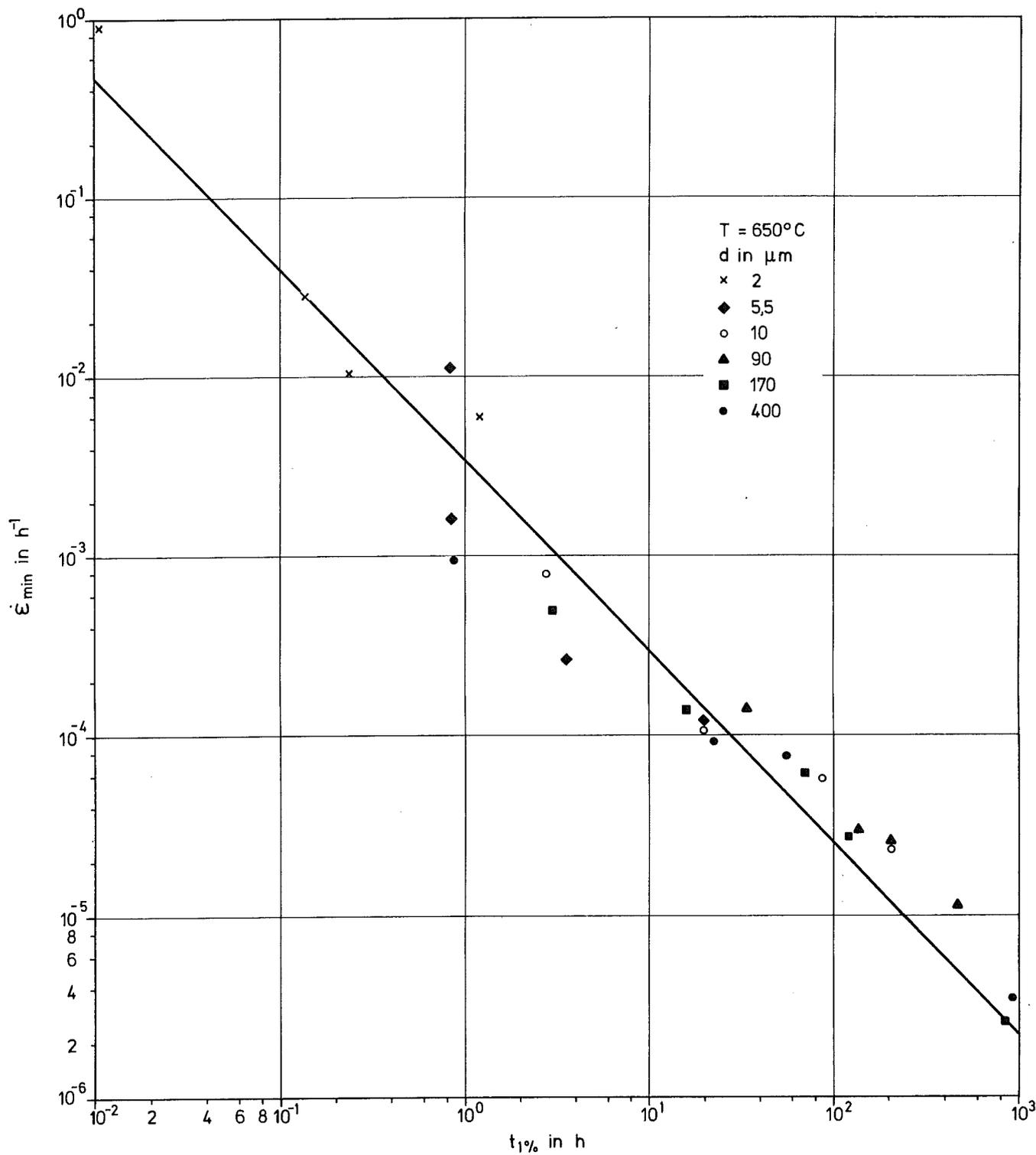


Bild 43: Minimale Kriechgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}_{\min}$ in Abhängigkeit von der
 1%-Dehnzeit $t_{1\%}$