

KERNFORSCHUNGSZENTRUM

KARLSRUHE

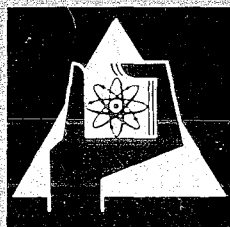
Juli 1969

KFK 1054

Institut für Material- und Festkörperforschung

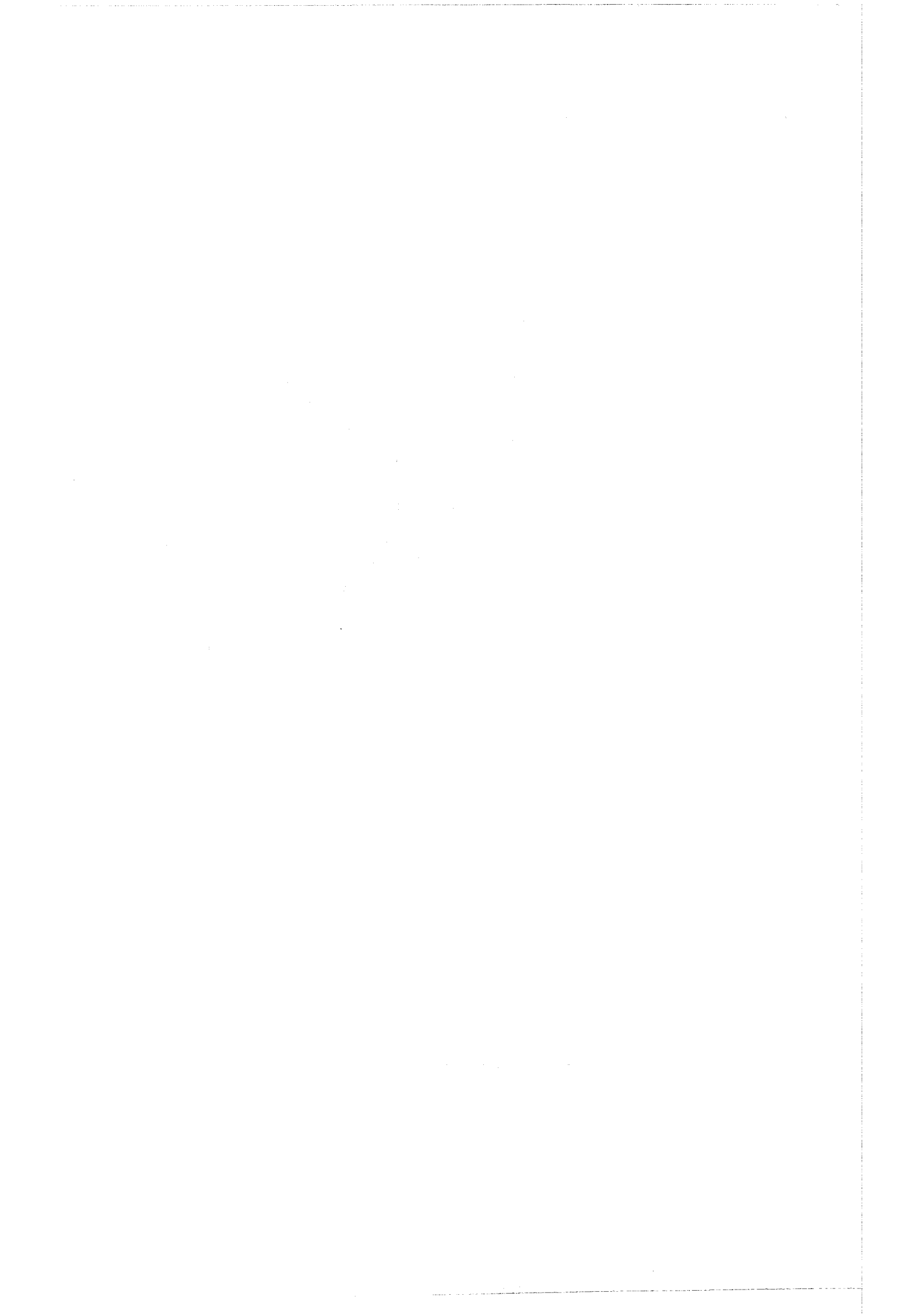
Beitrag zum Problem der isothermen Heißdampfkorrosion der
Legierung Incoloy 800 in Abhängigkeit von der Oberflächenvorbehandlung

S. Leistikow, E. Pott, H. v. Berg



GESELLSCHAFT FÜR KERNFORSCHUNG M. B. H.

KARLSRUHE



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Juli 1969

KFK 1054

Institut für Material- und Festkörperforschung

Beitrag zum Problem der isothermen Heißdampfkorrosion
der Legierung Incoloy 800 in Abhängigkeit von der Oberflächenvorbehandlung

von

S. Leistikow, E. Pott, H. v. Berg

Gesellschaft für Kernforschung mbH, Karlsruhe

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

1950

1950

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

1950

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

THE UNIVERSITY OF CHICAGO

Kurzfassung

Durch semidynamische Kreislauf-Experimente wurde der Einfluß verschiedener technischer und wissenschaftlicher Oberflächenvorbehandlungen auf die isotherme Heißdampf-Korrosion von Blechproben der Legierung Incoloy 800 während 5000 - 10000 Stunden bei 620°C und 1 atm untersucht. Die Versuche wurden durch diskontinuierliche gravimetrische Messungen, durch Analysen von Dampfcondensat, Oxid- und Diffusionsrandschichten sowie durch elektronenoptische und metallographische Verfahren ausgewertet. Der vorliegende Bericht faßt die Versuchsergebnisse zusammen.

Auf gebeizten und elektropolierten Metalloberflächen kommt es innerhalb der ersten 1000 Versuchsstunden zum Aufbau dicker, haftfester und nicht dampflöslicher Oxidschichten, deren Wachstum im folgenden Versuchszeitraum einem linearen Zeitgesetz geringer Reaktionsgeschwindigkeit unterliegt. Die mehrphasige Oxid-Struktur und -Zusammensetzung wurde analysiert. Die guten mechanischen und chemischen Eigenschaften dieser Oxidbedeckung sind der Grund für die hohe Zunderbeständigkeit des Werkstoffes. Diese läßt sich durch kaltverformende Behandlung der Metalloberfläche noch steigern. Im Vergleich zu den gebeizten und elektropolierten Oberflächen wurde auf geschmigelten Proben ein auf den neunten Teil herabgesetzter Metallverlust gemessen. Es kommt bei Heißdampfkorrosion innerhalb der ersten 1000 Versuchsstunden zum Aufbau dünner chrom- und manganreicher Oxidschichten, die im sauerstoffhaltigen Dampf einen ständigen Verlust flüchtigen Chrom(VI)-Oxides erleiden, dennoch aber über den weiteren Versuchszeitraum - in dem sich der Reaktionsablauf durch ein lineares Zeitgesetz sehr verinderter Reaktionsgeschwindigkeit annähern läßt - bei konstanter Dicke das Metall schützende Eigenschaften beibehalten.

Abstract

The influence of different surface treatments upon the isothermal steam corrosion of Incoloy Alloy 800 sheet specimens was tested by semidynamic loop experiments at 620°C and 1 atm during 5000 - 10000 hours. The experiments were evaluated by gravimetric measurements, electronmicroscopic and metallographic methods, chemical analysis of steam condensate, oxide scale, and diffusion zone composition.

The good corrosion resistance of Incoloy Alloy 800 is based upon the protective character and mechanical stability of the oxide scale which is formed on pickled (as received) and electropolished specimens during the first 1000 hours of exposure as a thick, adherent, and non-steam soluble layer. During longer exposure the oxide growth rate slows down and can be approximated by a linear rate law. The multiphase oxide structure and composition was analyzed.

The good corrosion resistance can even be improved by cold working of the metallic surface. Compared to long time exposure of the pickled and electropolished condition ground specimens exhibit only a metal loss after descaling of about 10%. During the first 1000 hours thin oxide scales, rich in chromium, manganese, and other relative un-noble elements are formed. They are losing above all chromium(III)-oxide, oxidized to chromium(VI)-oxide, to the steam system. For longer exposures the extent of metal corrosion, reduced by cold working, can be approximated by a linear function of lower rate. While the linear rate constants of metal oxidation and metal loss-to-system are nearly equal the small oxide scale thickness remains constant and maintains its protective character.

1. Einleitung

Dem austenitischen Cr-Ni-Stahl Incoloy Alloy 800⁺), der im folgenden kurz Incoloy 800 genannt werden soll, kommt als Brennelement-Hüllmaterial für Heißdampf-Reaktoren aufgrund seiner Zusammensetzung und der daraus resultierenden guten mechanischen und chemischen Eigenschaften eine besondere Bedeutung zu. Mit einem Gehalt von etwa 32% Nickel und 20% Chrom liegt diese Legierung zwischen den gleichermaßen in der Heißdampf-Technologie verwendeten niedriger legierten Chrom-Nickel-Stählen vom Typ 18/8-10 resp. 16/13-16 einerseits und den Nickel-Eisen-Chrom-Legierungen vom Typ der Inconels und Hastelloys andererseits. Incoloy 800 besitzt im Vergleich zu den niedriger legierten Stählen verbesserte Festigkeitseigenschaften und erhöhte Beständigkeit gegen den allgemeinen und lokalen Korrosionsangriff oxydierter Medien. Gegenüber den Nickelbasislegierungen sind vor allem die bessere Verarbeitbarkeit zu dünnwandigen Brennelement-Hüllrohren, eine höhere Duktilität nach Bestrahlung mit thermischen und schnellen Neutronen, niedrigere Neutronenabsorption und geringere Kosten von Ausgangsmaterial und Fertigung von Vorteil. Die mechanischen und chemischen Eigenschaften des Incoloy 800 können durch spezielle Zusätze an Aluminium, Titan und Kohlenstoff sowie durch mechanisch-thermische Behandlung über ein weites Spektrum variiert werden.

Der vorliegende Bericht beschäftigt sich mit der allgemeinen Heißdampf-Korrosion des Incoloy 800. Zuerst wird der Einfluß der Parameter Temperatur, Druck und Strömungsgeschwindigkeit des Dampfes sowie Legierungszusammensetzung, Kondition und Oberflächenvorbehandlung des Materials, wie er sich qualitativ als einflußreich aus dem Studium der Literatur bereits andeutet, analysiert.

+) Huntington-Legierung mit der nominellen Zusammensetzung:

46% Fe, 32% Ni, 20,5% Cr, 0,75% Mn, 0,35% Si, 0,3% Cu, 0,3% Al,
0,3% Ti, 0,07% S und 0,04% C.

Im folgenden werden die Ergebnisse eigener quantitativer Untersuchungen, vor allem über den Einfluß der Oberflächenvorbereitung auf die Heißdampf-Korrosion, dargelegt.

2. Literaturübersicht

Eberle und Anderson (1) berichten über dynamische Langzeit-Korrosionsversuche in Heißdampf von 648°C und 140 atm an Incoloy 800-Rohren. Sie bestimmten durch metallographische Methoden die Oxidschichtdicke nach 12 960 Versuchsstunden mit $17,8 \mu$ entsprechend einer korrodierten Metallmenge von etwa 650 mg/dm^2 .

Nach Pessl (2) gehört Incoloy 800 zußer Gruppe der beständigsten Legierungen, die bei Autoklavenuntersuchungen in sich ständig erneuerndem Heißdampf (1 l/h) von 550°C und 70-120 atm nach 1000 Stunden eine Gewichtszunahme von weniger als 15 mg/dm^2 zeigten. Die Legierung ist gegen eine Steigerung des Sauerstoffgehaltes im Heißdampf von weniger als 0,05 ppm auf 3-4 ppm sehr resistent und zeigt nur eine geringfügige Erhöhung der Gewichtszunahme im überprüften Zeitraum von 1000 Stunden.

Maffei (3), der mit der gleichen Anlage wie Pessl arbeitete, dehnte die Versuchszeit bei 550°C und 210 atm auf 2400 Stunden aus und studierte zudem noch die Abhängigkeit der Korrosion vom Sauerstoffgehalt des Dampfes. Unter diesen Bedingungen registrierte er bei einem Sauerstoffgehalt von weniger als 0,05 ppm Wandstärkeverluste von $0,5 \mu = 40 \text{ mg/dm}^2$, bei 3-4 ppm Sauerstoff von $1,25 \mu = 100 \text{ mg/dm}^2$.

Für die Verwendung von Incoloy 800 als Brennelement-Hüllmaterial im thermischen Überhitzerreaktor EVESR führte die General Electric zahlreiche langzeitige Heißdampf-Korrosionsuntersuchungen an Blech- und Rohrproben in Abhängigkeit von Zusammensetzung und Kondition der Legierung sowie vom Oberflächenzustand in speziellen Versuchskreisläufen durch. Von den verschiedenartigen Untersuchungen seien hier nur die wesentlichsten Ergebnisse der isothermen Heißdampf-Korrosion des Blechmaterials erwähnt und in Tab. 1 dargestellt.

Tab. 1 Isotherme Heißdampf-Korrosionsversuche der General Electric an Incoloy 800-Blechproben bei 70 atm, 6,1 m/sec, 20 ppm Sauerstoff und 2,5 ppm Wasserstoff

Zeit	Temperat. (°C)	Zustand/Zusammensetzung	Metallverlust nach Entzundern (mg/dm ²)	(μ)
1. Abhängigkeit von Temperatur und Wärmebehandlung				
10 143	566	Anlieferung	144	1,57
9 898	621	"	458	5,82
4 100	566	lösungsgeglüht	291	3,70
4 100	621	"	309	3,93
4 100	566	walzgeglüht	229	2,90
4 100	621	"	248	3,16
2. Abhängigkeit von Zusammensetzung, Temperatur u. Wärmebehandlung				
5 900	566	Anlieferung/ niedrig in Al,Ti	174	2,21
5 900	621	"	264	3,35
5 100	566	wärmebehandelt/ niedrig in Al,Ti	225	2,85
5 100	621	"	239	3,04
3. Abhängigkeit von der Oberflächenvorbehandlung				
1 000	621	Anlieferung/ elektropoliert	636	8,07
1 000	621	Anlieferung/ mit 180 Papier geschmirgelt	154	1,96

Darüberhinaus wurden die Langzeit-Korrosionsgeschwindigkeiten berechnet, physikalisch-chemische Analysen der Schichtzusammensetzung und Struktur sowie planimetrische Teilschicht-Bestimmungen durchgeführt (4).

Ruther und Greenberg (5) führten kurzzeitige Korrosionsversuche an Incoloy 800 in statischem, langsam sich erneuerndem Heißdampf von 650°C, 42 atm und verschiedenen Sauerstoffgehalten durch. Ihre Resultate lassen nach 168 Stunden eine deutliche Abhängigkeit vom Sauerstoffgehalt erkennen: bei einer Steigerung von 0,03 ppm auf 30 ppm verdoppelte sich die

Menge korrodierten Metalles. Auch die Oberflächenvorbehandlung durch Elektropolitur der Proben hatte einen die Korrosion stark erhöhenden Effekt, während durch nasses Schmirgeln der Oberfläche des Materials die Korrosion stark erniedrigt wurde.

Ruther, Schlueter, Lee und Hart (6) zeigten in Kurzzeitversuchen unter den obengenannten Versuchsbedingungen eine Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit des Incoloy 800 durch Aluminium-Zusätze bis max. 3,9%. Im dynamischen Korrosionstest bei 650°C, 61 m/sec, 42 atm, 30 ppm Sauerstoff und 3,8 ppm Wasserstoff ließ sich diese starke Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit nicht im vollen Umfang reproduzieren. Bei einer Erhöhung der Reaktionstemperatur auf 750°C wurde nach 1200 Stunden ein Metallverlust von 890 mg/dm² an elektropolierten Incoloy 800-Proben gemessen.

Auch nach Östberg u.a. (7) zählen Incoloy 800 und die verwandte Legierung mit 20% Cr und 35% Ni - neben den Inconels - zu den bis 800°C beständigsten Heißdampf-Legierungen. Die Gewichtsänderungen gebeizter 20Cr-35Ni-Proben lagen nach Heißdampf-Korrosion in Autoklaven bei 500-700°C und weniger als 0,1 ppm Sauerstoff bei 50 bis 120 mg/dm², mit 20 ppm Sauerstoff bei 30-75 mg/dm². Ein Metallverlust von 3-30 mg/dm² wurde für geschmirgelte Proben gemessen. Ein Zusatz von 0,6% Aluminium begünstigt die Korrosionsbeständigkeit in stärkerem Maße als ein solcher von 2,8%.

Warzee u.a. (8) fanden an mechanisch überdrehten, stark kaltverformten Incoloy 800-Oberflächen nach 1000 Versuchsstunden unter statischen Autklavenbedingungen bei 600°C und 70 atm einen Metallverlust von 24,8 mg/dm², an elektropolierten Proben unter den gleichen Bedingungen 215 mg/dm².

Zusammenfassend kann aus der vorliegenden Literatur gefolgert werden:

a) Einfluß der Reaktionstemperatur

Nach Heißdampf-Korrosion von Incoloy 800-Blechmaterial in einem spannungsfrei geglühtem, durch leichtes Beizen gereinigten Anlieferungszustand wurden die in Tab. 2 aufgeführten ungefähren Metallverluste bestimmt:

Tab. 2 Die Heißdampf-Korrosion von Incoloy 800 in Abhängigkeit von der Reaktionstemperatur

Versuchszeit (Std.)	Temperatur (°C)	korrod. Metallmenge (mg/dm ² (µ))	
10 000	550-600	300	3,8
13 000	600-650	650	8,2
2 500	650-750	900	11,4

Jedoch erlauben die unterschiedlichen Arbeitsbedingungen der publizierten Experimente nicht, die starken Streuungen unterworfenen Resultate exakter zu vergleichen und nach Arrhenius die Temperaturabhängigkeit der Geschwindigkeitskonstanten zu berechnen.

b) Einfluß der Oberflächenvorbehandlung

Durch Heißdampf-Korrosion von elektropolierten, spannungsfreien Proben können die oben angeführten Metallverluste noch überschritten, durch mechanische Kaltverformung der metallischen Oberfläche (Überdrehen, Fräsen oder Schmirgeln) jedoch um den dritten bis neunten Teil vermindert werden. Der durch Schmirgeln erzielte günstigste Effekt soll durch Heißdampf höheren Sauerstoffgehaltes vermindert werden. Die verschiedenen Oberflächenvorbehandlungen bewirken die Bildung von Oxidschichten verschiedener Dicke und Erscheinungsform.

c) Einfluß des Sauerstoffgehaltes

Beim Angriff von Heißdampf mit einem von 0,03 ppm auf maximal 30 ppm gesteigerten Sauerstoffgehalt wurde eine geringfügige Steigerung

maximal jedoch eine Erhöhung des Metallverlustes auf das doppelte bis dreifache gemessen.

d) Einfluß des Druckes

Der Einfluß des Druckes auf die Heißdampf-Korrosion des Incoloy 800 ist noch nicht systematisch untersucht worden. Es wird jedoch angenommen, daß die weitaus stärkeren, noch nicht quantitativ erfaßten Einflüsse des physikalisch^{en} und chemischen Oberflächenzustandes sowie der Dampf-Zusammensetzung und -Strömung den Einfluß des Druckes bislang verdecken konnten.

In Ermangelung einer großen technischen Einrichtung, die die Materialbeanspruchung im reaktortechnischen Maßstab simuliert, wurden isotherme Heißdampf-Korrosionsversuche, auf der erwähnten Literatur aufbauend, mit der Zielsetzung einer schrittweisen Näherung an die komplexen Reaktionsbedingungen des Brennelement-Hüllmaterials durchgeführt. Der erste Teilschritt sieht die Einwirkung des drucklosen Heißdampfes auf Proben maßstäblicher Oberflächentemperatur zum Studium der Langzeit-Korrosionsgeschwindigkeiten unter definierten Oberflächenzuständen sowie zur mikroanalytischen und mikroskopischen Analyse der Korrosionsprodukte und der Diffusionsrandschichten des korrodierten Materials vor.

3. Experimenteller Teil

3.1. Versuchsmaterial

Das Incoloy 800-Versuchsmaterial wurde von der Henry Wiggin Comp., Hereford (England) in Form von 1 m² großen und 1 mm starken Blechtafeln angeliefert. Der Oberflächen- und Gefügestand wurde vom Hersteller mit kaltgewalzt, gegläht und gebeizt angegeben. Eine chemische Analyse des angelieferten Materials ergab die in Tab. 3 wiedergegebene Zusammensetzung.

Tab. 3: Die chemische Zusammensetzung des Incoloy 800-
Blechmaterials in Prozenten

<u>Fe</u>	<u>Cr</u>	<u>Ni</u>	<u>Mn</u>	<u>Si</u>	<u>Ti</u>	<u>Al</u>	<u>Cu</u>
46,3	20,5	31,0	0,66	0,5	0,48	0,44	0,045

Aus den 1 mm starken Blechtafeln wurden mit einem Gesenk Blechproben der Abmessung 50 x 20 mm ausgestanzt und durch Bohren zur Aufhängung mit einem Loch versehen.

3.1.2. Oberflächen-Vorbehandlung

3.1.2.1. Anlieferungszustand (A)

Da jede spezielle Oberflächenbehandlung sehr aufwendig ist, besteht in der industriellen Anwendung die Tendenz, das Material im wärmebehandelten, gebeizten Anlieferungszustand zu verwenden. Diese Überlegung veranlaßte z.B. die General Electric, die Mehrzahl der Incoloy 800-Blechproben zu Versuchszwecken im Anlieferungszustand der Heißdampf-Korrosion zu unterwerfen. Aus Referenzgründen wurden deshalb auch in die Experimente, über die an dieser Stelle berichtet wird, ein Teil der Proben im Anlieferungszustand (kurz A-Qualität) eingesetzt.

Ihre Versuchsvorbereitung beschränkte sich auf eine kräftige naßmechanische Reinigung und eine chemische Entfettung im Ultraschall-Bad.

3.1.2.2. Gebeizter Oberflächenzustand (G)

Um den Einfluß einer definierten Beizung auf die Korrosionsbeständigkeit der Probenoberfläche festzustellen, wurde das angelieferte Blechmaterial einem 30minütigen Angriff einer Stahlbeize der Zusammensetzung 15% HNO₃, 10% HF und 80% H₂O bei 65-70°C ausgesetzt. Dabei wurde oberflächlich eine Schichtdicke von etwa 1 µ abgetragen.

3.1.2.3. Technische Qualität (T)

Da an Brennelement-Hüllrohren gelegentlich ein letzter reinigender und den Außendurchmesser einstellender Fertigungsschritt durch Schleifen mit Schmirgelbändern vorgenommen wird, ist es von technischem Interesse, diesen Zustand oberflächlicher Kaltverformung am Versuchsmaterial zum Zweck der Korrosionsuntersuchung zu simulieren. Dieser Oberflächenzustand wird als von technischer Qualität (kurz T-Qualität) bezeichnet und durch nasses Schmirgeln mit 400er Papier unter gleichmäßigem Abtrag der äußeren, matten Oberflächenschicht eingestellt. Ihm schließt sich die oben beschriebene mechanisch-chemische Reinigung der Proben an.

3.1.2.4. Wissenschaftliche Qualität (W)

Zum Zweck der wissenschaftlichen Untersuchung von Einzelproben wurde ein aufwendiges Vorbereitungsverfahren angewendet. Dieses begann mit einer Elektropolitur der Materialoberfläche, es folgte eine Lösungsglühung zur Herstellung eines spannungs- und ausscheidungsarmen Gefüges, sowie eine erneute Elektropolitur der Probenoberfläche, um die bei der Wärmebehandlung entstandene Zone oberflächlicher Zusammensetzungsveränderungen und oxidativer Wechselwirkungen zu entfernen. Dieser Oberflächen- und Gefügezustand (kurz W-Qualität), wird als ein ausreichend definierter, zu wissenschaftlichen Korrosionsversuchen geeigneter angesehen. Er wurde durch Elektropolitur in einem Elektrolyten aus 45% H_3PO_4 , 30% H_2SO_4 und 25% H_2O bei 8 V und 10 A unter Abtrag einer Schichtdicke von etwa 15 μ , eine einstündige Wärmebehandlung bei 1050°C und eine erneute Elektropolitur unter Abtrag weiterer 15 μ eingestellt. Zum Abschluß wurde eine gründliche Spülung der Probe mit destilliertem Wasser vorgenommen.

3.1.3. Chemische Zusammensetzung der Oberflächen

Die Oberflächenzusammensetzung der Blechproben, die nach den oben beschriebenen Methoden (A, G, T, W) vorbehandelt worden waren, wurde durch Röntgenfluoreszenz- und Mikrosonden-Analyse bestimmt. Die Tab. 4 gibt die durch Röntgenfluoreszenz-Analyse im angeregten

Randschichtvolumen von etwa 3 cm² Obeffläche gemessenen mittleren Konzentrationen wieder.

Tab. 4 Röntgenfluoreszenz-Analyse bei 50 kV und 20 mA der oberen (o) und unteren (u) Seite von Incoloy 800-Blechproben im gesäuberten Anlieferungszustand (A), mit elektropoliertem (W) und durch Schmirgeln kaltverformter (T) Oberfläche

	A		W		T		
	o	u	o	u	o	u	
Fe	46,4	46,3	45,6	45,65	45,6	45,9	%
Ni	31,1	30,9	30,35	30,7	32,1	32,0	%
Cr	20,6	20,4	21,0	21,7	21,1	21,1	%
Mn	0,68	0,64	0,82	0,82	0,78	0,77	%
Si	00,54	0,46	0,54	0,56	0,65	0,84	%
Al	0,45	0,43	0,43	0,43	0,39	0,46	%
Ti	0,47	0,50	0,59	0,58	0,55	0,49	%

Die Ergebnisse der Röntgenfluoreszenz-Untersuchungen zeigen, daß - im Vergleich zu einer elektropolierten Oberfläche, die die unveränderte Zusammensetzung der Legierungsoberfläche repräsentiert - im Anlieferungszustand eine Oberflächenverarmung an Chrom, Mangan, Silizium und Titan, eine Anreicherung an Eisen und Nickel vorliegt. Diese oberflächlichen Zusammensetzungsveränderungen sind auf die vorangehenden Glüh- und Beizprozesse bei der Fertigung des Blechmaterials zurückzuführen.

Mikrosondenuntersuchungen des gebeizten und angelieferten Zustandes im metallographischen Querschliff ergaben sehr ähnliche Ergebnisse und bestätigten die Resultate der Röntgenfluoreszenz-Analyse hinsichtlich der mittleren Zusammensetzung (Tab. 5). Darüberhinaus wurde die lokale Oberflächenzusammensetzung (Tab. 6) und Zusammensetzungsveränderungen (Konzentrationsgradienten) der Legierungskomponenten über etwa 9 resp. 11 µ gemessen. Die Zusammensetzungen dieser beiden Oberflächen kann danach also als identisch angesehen werden.

Tab. 5: Mittlere Zusammensetzung der Randschichten im elektro-
polierten, gebeizten und angelieferten Oberflächenzustand gemäß
der Röntgenfluoreszenz- (RFA) und Mikrosonden-Analyse (MSA)

	Elektropol.Zustand		Gebeizter Zustand		Anlieferungszustand			
	RFA		Mikrosonde		RFA		MSA	
	(%)		(%)	(Δ%)	(%)	(Δ%)	(%)	(Δ%)
Fe	45,62		46,13	+0,51	46,35	+0,75	46,48	+0,86
Ni	30,52		31,08	+0,56	31,0	+0,48	30,94	+0,42
Cr	21,35		20,52	-0,83	20,5	-0,85	20,35	-1,00
Mn	0,82		0,67	-0,15	0,66	0,16	0,69	-0,13
Si	0,55		n.a.	n.a.	0,50	-0,05	n.a.	n.a.
Al	0,43		n.a.	n.a.	0,44	+0,01	n.a.	n.a.
Ti	0,58		n.a.	n.a.	0,48	-0,10	n.a.	n.a.

Tab. 6: Oberflächenzusammensetzung der Randschichten im angelieferten
und gebeizten Zustand. Vergleichende Darstellung zum elektro-
polierten Zustand mit gleichmäßiger Oberflächenzusammensetzung

	Elektropol. Zustand		Anlieferungszustand		Gebeizter Zustand	
	%		%	Δ%	%	Δ%
Fe	45,62		46,55	+0,93	46,38	+0,76
Ni	30,52		31,77	+1,25	32,32	+1,8
Cr	21,35		19,55	-1,80	18,99	-2,36
Mn	0,82		0,44	-0,38	0,53	-0,29

Bei Untersuchung der geschmirgelten (T) Proben weist die Röntgen-
fluoreszenz-Analyse einen erhöhten Nickel- und Siliziumgehalt nach.
Letzterer ist auf das Schmirgelverfahren und die Spuren von Sili-
ziumcarbid-Rückständen in der Metalloberfläche zurückzuführen und
kann auf das Korrosionsverhalten von Einfluß sein. Die lokale Ver-
teilung des Siliziums in der Oberfläche wurde durch die Mikrosonde
noch nicht gesondert überprüft.

Diese Ergebnisse deuten bereits den möglichen Einfluß der chemischen Oberflächenzusammensetzung auf die Korrosionsbeständigkeit der metallischen Randschicht an.

3.1.4. Rauhigkeit der Oberfläche

Die Messung der Rauhtiefe R_t wurde mit einem Bezugsebenentastsystem (FTK 4), dem Perthometer und dem Perthograph an Blechproben im Anlieferungszustand, der gebeizten, geschmirgelten und elektropolierten Oberflächenqualität ausgeführt. Alle Diagramme (Abb. 1+2) liefen sich mit der gleichen Einstellung des Meßgerätes wiedergegeben:

Horizontalvergrößerung: 10 mm Diagramm = 62,5 μ resp. 100 μ
Vertikalvergrößerung: 10 mm Diagramm = 2,5 μ

Die größte Rauhigkeit weisen die Proben im angelieferten und im gebeizten Oberflächenzustand mit einer richtungsabhängigen, gleichmäßigen Rauhtiefe von 2,5 - 3 μ auf. Die geschmirgelten Proben weisen eine richtungsabhängige Rauhigkeit auf. Sie sind in der Schleifrichtung sehr geglättet und zeigen nur noch lokale Rauhtiefen von 0,5 μ . Quer zur Schleifrichtung jedoch wird auf einer sehr fein strukturierten Oberfläche eine in ihrer Dichte verstärkte Rauhigkeit von maximal 0,6-0,8 μ registriert. Die elektropolierten Oberflächen sind ohne erkennbare Feinstruktur, doch zeigen sie eine "Mikrowelligkeit" von etwa 1,25 μ Rauhtiefe.

Es kann daraus gefolgert werden, daß schon aufgrund der sehr groben, fein und tief strukturierten Oberfläche der Proben im angelieferten und gebeizten Zustand eine anfänglich schnelle Sauerstoffaufnahme bis zur Ausbildung einer gleichmäßigen Oxidbedeckung eintreten kann. Das gilt im begrenzten Ausmaß, und unter dem besonderen Aspekt der Kaltverformung, auch für die mechanisch geschmirgelten Proben.

3.2. Versuchsdurchführung

Zur Durchführung von semidynamischen, isothermen Korrosionsversuchen in Heißdampf wurden Laborkreisläufe benützt, die sich - wie schon mehrfach beschrieben (9) - aus den Anlageteilen: Verdampfer, Ofen, Überhitzerspirale, Rezipient und Kühler zusammensetzen, und deren Funktion hier nochmals kurz erläutert werden soll.

Die zu untersuchenden Proben wurden in der temperaturkonstanten Zone des Rezipienten an Drahtgestellen aufgehängt und nach Spülung des Systems mit Argon dem vorerhitzten, langsam zirkulierenden Dampfstrom von 620°C , 1 atm und 2-4 cm/sec exponiert. So wurde durch ständige Verdampfung und Kondensation des bidestillierten Wassers (Leitfähigkeit $< 1 \mu\text{s}$) für eine langsame, kontinuierliche Zufuhr des reinen Oxydationsmittels gesorgt. Nach Abschaltung der Dampferzeugung wurde der Rezipient erneut mit Argon durchspült, um die Abkühlung der Proben unter einer inerten Atmosphäre zu gewährleisten und jede Reaktionsbeeinflussung durch den Sauerstoff der Luft auszuschließen. Die Öffnung des Kreislaufsystems im Bereich des zurückfließenden Kondensates über das Druckausgleichsrohr zur Luft führte zu einem Sauerstoffgehalt des Dampfes von etwa 6 ± 2 ppm. Diese Konzentration liegt etwas niedriger als die Sättigungskonzentration des Wassers bei Raumtemperatur und entspricht etwa der in einem Heißdampf-Reaktor durch Radiolyse zu erwartenden Konzentration.

Auf diese Weise wurden die für das Ausmaß der Heißdampf-Korrosion bedeutungsvollen Parameter: Temperatur, Dampfqualität und das im Überschuß angebotene Oxydationsmittel maßstabgerecht eingestellt. Die gewählte Versuchsanordnung ließ jedoch keine Einstellung reaktorteknischer Dampfdrücke und Strömungsgeschwindigkeiten zu.

3.3. Versuchsauswertung

Die Tab. 7 stellt in einer Übersicht die wesentlichen Meßgrößen, Meßmethoden und damit zusammenhängende Korrosionsprobleme dar, wie sie durch eine umfassende Versuchsauswertung nach Heißdampf-Korrosion in Bezug auf die Materialeigenschaften der Legierung im Ausgangszustand bestimmt werden sollten. Die Praxis technischer Untersuchungen kann üblicherweise nur eine Näherung an das aufgezeigte Ziel erbringen.

Auswertung von Heissdampf-Korrosionsversuchen

Messgröße	Messmethoden	Korrosionsproblem
1. Korrodierte Metallmenge resp. Wandstärke	Gravimetr. Bestimmung der Gewichtsabnahme nach chem. Entzunderung	Bestimmung der Korrosionsgeschw., Extrapolationen, Auslegungsrechnungen
2. Menge des haftesten Oxides	Gravimetrische u. rechnerische Bestimmung auf der Basis stöch. Oxid-Zusammensetzung	Wärmeübergang, Korr. Mechanismus
3. Schichtdicke des haftesten Oxides	Berechnung aus (?) oder mittels Metallographie	Wärmeübergang, korr. Mechanismus
4. Menge des nicht haftesten Oxides	Auf der Basis stöchiomet. Oxid-Zusammensetzung nach $(A) = (A) - (Fe)$ als Metallmenge berechnet	Ablagerungen in Kreislauf und Turbinen, Kontamination
5. Zusammensetzung des haftesten Oxides	Chemische Analyse des abgelösten Oxides	Korrosionsmechanismus
6. Tiefe u. chem. Zusammensetzung der Diff.-Randschicht	Röntgen-Fluoreszenz- oder Mikrosondenanalyse	Korrosionsmechanismus, Extrapolationen, Festigkeitsrechnungen
7. Zusammensetzung des nicht haftesten Oxides	Berechnung mittels $(A), (B), (S), (U), (6)$, im Fall nicht-met. Versuchsanlage aus Kondensatanalyse	Ablagerungen in Kreislauf und Turbinen, Kontamination
8. Änderung der Oberfl.rauigkeit	Oberflächenrauhigkeitsmessung	Wärmeübergang



3.2.1 Gravimetrische Untersuchungen

Gemäß Tab. 7 ist die gravimetrische Untersuchung der Korrosionsproben vor, während und nach der Reaktion die grundlegende Methode zur Bestimmung der

- korrodierten Metallmenge resp. Wandstärke
- Menge haftfesten Oxides
- Menge des nicht-haftfesten Oxides
- und anderer daraus abzuleitender Größen, wie Schichtdicken etc..

Die erforderlichen Wägungen wurden mit der hochempfindlichen Mikrowaage M 5 der Firma Mettler ausgeführt.

3.2.2 Entzunderungsverfahren

Die gravimetrische Bestimmung der korrodierten Metallmenge setzt die erfolgreiche Anwendung von Entzunderungsverfahren voraus, die der Legierungs- resp. Oxidzusammensetzung und den Bedingungen der Oxidbildung Rechnung tragen. Aus der Fülle der hinsichtlich ihrer Anwendbarkeit umstrittenen Verfahren seien diejenigen wiedergegeben, die - aus der Literatur (10,11) entnommen - zur Entzunderung der Incoloy 800-Proben letztlich mit Erfolg benutzt wurden.

1) Für den Fall des in sauerstoffhaltigem Dampf gebildeten Oxides mit dampfseitiger $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -Schicht und mittlerer Haftfestigkeit:

1. Teilschritt

Kathodische Reduktion der eisenhaltigen Oxid-Teilschicht bei $0,15 \text{ A/cm}^2$ in einer Lösung von 15 ml Chinolin in 54,3 ml konzentrierter Schwefelsäure, die mit Wasser auf einen Liter aufgefüllt wird, während 10-15 Minuten bei Raumtemperatur.

2. Teilschritt

Ein- bis zweistündiges Kochen in einer wässrigen Lösung von 3% Kaliumpermanganat und 20% Natriumhydroxid.

2) Für den Fall von in sauerstoffarmem Dampf gebildeten Oxidschichten mit dampfseitiger Fe_3O_4 -Bedeckung von hoher Haftfestigkeit:

1. Teilschritt

Kathodische Reduktion der eisenhaltigen äußeren Oxidschicht bei $0,3 \text{ A/cm}^2$ in einer wässrigen Lösung von 1% Diammoniumhydrogencitrat während etwa 15 Minuten bei 85°C und einer Abschaltung von 5 Sekunden alle 30 Sekunden.

2. Teilschritt

Ein- bis zweistündiges Kochen in einer wässrigen Lösung von 3% Kaliumpermanganat und 20% Natriumhydroxid.

3. Teilschritt

Zweistündiges Kochen in einer wässrigen Lösung von 20% Diammoniumhydrogencitrat.

In allen Fällen ist zwischen den Teilschritten der chemischen Entzunderung eine Reinigung der Metalloberfläche mit einer Nylonbürste und sehr feinem Scheuerpulver zur Oxidentfernung erforderlich gewesen.

3.3.3 Metallographische und physikalisch-chemische Auswertungsmethoden

Zur routinemäßigen Kontrolle von Ausgangszustand, korrodierter Wandstärke, Oxidschicht und Diffusionsrandschicht wurden polierte Probenquerschliffe hergestellt und im geätzten und ungeätzten Zustand untersucht. Unter Benutzung dieser Probenquerschliffe wurden metallographische Einzel- und Reihenphotographien der Probenrandschicht in 1000-facher Vergrößerung aufgenommen. Sie bildeten die Grundlage der Dokumentation und planimetrischen Vermessung der verschiedenen oxidischen Teilschichten. Auch wurden unter Verwendung von leitend eingebetteten Probenquerschliffen die Konzentrationsgradienten der verschiedenen Legierungspartner mit der Cameca-Elektronenstrahl-Mikrosonde senkrecht zur Oberfläche ausgemessen.

Zur Durchführung der chemischen Analyse wurde das haftfesteste Metalloxid mechanisch und elektrochemisch von der Probenoberfläche abgelöst. Dazu wurde die Probenoberfläche mit einer spitzen Metallnadel in viele kleine Quadrate so tiefgehend unterteilt bis metallisch-

blanke Rillen zwischen den quadratischen Bereichen des haftfesten Oxides sichtbar wurden. Unter den Bedingungen der Elektropolitur metallischer Oberflächen wurde sodann eine Auflösung der Metallrillen vorgenommen, so daß die Oxidschicht, von allen Seiten langsam ihrer metallischen Unterlage beraubt, mechanisch entfernt, abfiltriert, gewaschen und isoliert werden konnte.

Die chemische Analyse des haftfesten Oxidanteils (nach der oben beschriebenen Ablösung) und des dampflöslichen Oxidanteils (nach Eindampfen des Dampf kondensates) wurde nach physikalisch-chemischen Methoden durchgeführt, über die an anderer Stelle ausführlich berichtet wird (12).

3.4. Versuchsergebnisse

3.4.1 Geätzte und elektropolierte Blechproben

3.4.1.1 Ergebnisse der gravimetrischen Untersuchungen

Zur diskontinuierlichen Messung der Gewichtsänderung wurden gravimetrische Untersuchungen an sämtlichen Blechproben vor dem Versuchseinsatz, alle 500 Stunden anlässlich der Versuchsunterbrechung und nach der Entnahme aus dem Versuchskreislauf durchgeführt. Parallel dazu wurden jeweils einige Proben zur Bestimmung des Metallverlustes vollständig entzundert und ausgewogen. Die Ergebnisse sind in den Abb. 3 u. 4 dargestellt.

Da die aufwachsende Oxidschicht auf den Blechproben vollständig haftfest war, repräsentierte die diskontinuierlich registrierte Gewichtszunahme den zeitlichen Verlauf des Metallverlustes, der sich nach Pearl und Mitautoren (4) über längere Versuchszeiten durch eine lineare Funktion annähern läßt.

$$\Delta W = W_0 + k_1 t$$

$$\Delta W = \text{korrodierte Metallmenge} \\ \text{in mg/dm}^2$$

$$W_0 = \text{durch Schnitt der linearen Funktion mit der} \\ \text{Ordinate extrapolierte Konstante, in mg/dm}^2$$

$$k_1 = \text{Korrosionsgeschwindigkeitskonstante,} \\ \text{in mg/dm}^2 \text{ Monat}$$

$$t = \text{Reaktionszeit, in Monaten}$$

Die auf der Basis von 5000 Stunden-Experimenten gemessenen Konstanten W_0 und Korrosionsgeschwindigkeiten k_1 sind in Tab. 8 in Abhängigkeit vom Oberflächenzustand der Proben und im Vergleich zu den Resultaten der General Electric (4) aufgetragen.

Tab. 8 Isotherme Heißdampf-Korrosion von angeliefertem, gebeizten und elektropolierten Incoloy 800-Blechproben bei 620°C, 1 atm, 2-4 cm/sec und 6 ± 2 ppm O_2 .

Korrosionsgeschwindigkeiten und durch Schnitt der linearen Funktion mit der Ordinate extrapolierte Konstanten in Abhängigkeit von verschiedenen Oberflächenzuständen.

Oberflächenzustand	k_1 $\left[\frac{\text{mg}}{\text{dm}^2 \text{ Monat}} \right]$	W_0 $\left[\frac{\text{mg}}{\text{dm}^2} \right]$
Anlieferungszustand (A)	$2,8 \pm 0,3$	288 ± 38
Anlieferungszustand (gebeizt) (G)	$2,6 \pm 0,3$	314 ± 38
Anlieferungszustand elektropoliert (e)	$3,4 \pm 0,3$	372 ± 53
Anlieferungszustand elektropoliert, lösungsgeglüht, elektropoliert (W)	$3,6^{+)}$	$^{+)}$
Vergleichswert der General Electric: Anlieferungszustand, 620°C, 70 atm, 6 m/sec, 20 ppm O_2 und 2,5 ppm H_2	$5,9 \pm 7,7$	385 ± 56

Echte Unterschiede des Langzeit-Korrosionsverhaltens sind weder zwischen den angelieferten und den geätzten Proben noch zwischen den im Anlieferungszustand elektropolierten und den im lösungsgeglühten Zustand elektropolierten Proben erkennbar. Jedoch zeigt der Vergleich zwischen den beiden Gruppen eine geringere Oxydationsbeständigkeit der elektropolierten Oberflächen.

+) Elektropolierte Proben zeigten des öfteren bei Reaktion im sauerstoffhaltigen Dampf von Atmosphärendruck eine zum Teil sehr lang anhaltende Reaktionshemmung. Nur zögernd erfolgte, von den Rändern oder einzelnen Punkten der Oberfläche ausgehend, die Bildung der äußeren, eisenreichen Oxidschicht. Diese Erscheinung soll Gegenstand von ergänzenden Korrosionsversuchen werden.

Trat durch Glühung der Proben an der Luft mit nachfolgender Beizung oder durch Glühung im Vakuum unter Verdampfen von Cr_2O_3 eine stärkere Chromverarmung der Probenoberfläche ein, so stieg - ähnlich wie bei den Korrosionsversuchen mit entzünderten Proben (13) - die Gewichtszunahme durch Heißdampf-Korrosion bei 620°C während 1000 Stunden auf $195\text{--}210 \text{ mg/dm}^2$ ohne Anzeichen einer erhöhten Langzeit-Korrosionsgeschwindigkeit (erhöhter W_o -, gleicher k_1 -Wert).

3.4.1.2 Ergebnisse der metallographischen und mikroanalytischen Versuchsauswertung

Die metallographische Untersuchung der Probenquerschliffe zeigte im Falle der geätzten und elektropolierten Oberflächen die Bildung von haftfesten, vierphasigen Oxidschichten sowie von Diffusionsrand-schichten mit unterschiedlicher Chromverarmung im Korn und ausscheidungs-freien Korngrenzen. Neben Einzelphotos ^(Abb. 5+6) wurden zur planimetri-schen Auswertung Reihenphotographien in 1000-facher Vergrößerung hergestellt. Elektronenstrahl-Mikrosonden-Untersuchungen von metal-lographischen Probenquerschliffen eines 5000 Stunden-Versuches er-gaben den in Abb. 7 wiedergegebenen verschiedenphasigen Aufbau der Oxidschicht. Dabei wurden erneut die durch Eindiffusion von Sauer-stoff entstandene innere Cr- und Mn-reiche Teilschicht und die durch Herausdiffusion gebildeten Ni- und Fe-reichen Teilschichten mit der im Ausgangszustand elektropolierten Metalloberfläche als Teilschicht-begrenzung (14) nahhgewiesen.

Elektronenmikroskopische Untersuchungen von Oberflächenabdrucken zeigten auf nach Elektropolitur korrodierten Oberflächen dünne Oxid-schichten im Bereich der Korngrenzen, dickere auf den Körnern. Mit Lackabdrucken gelang es, größere Oxidpartikel von der oberstenOxid-schicht abzuheben und auswertbare Beugungsbilder herzustellen. Sie wurden gemäß ihrer Gitterkonstanten einkristallinen $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ - und $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ -Partikeln zugeordnet.

Röntgenbeugungs-Untersuchungen des nach einem 865 Stunden-Versuches elektrochemisch und mechanisch abgelösten Oxides ergaben die in Tab.9 wiedergegebenen chemischen Verbindungen

Tab. 9 Ergebnis der Röntgenbeugungsanalyse von Oxid einer in Heißdampf korrodierten Incoloy 800-Blechprobe

Hauptanteile: $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3O_4 , NiO, Cr_2O_3

Kleiner Anteil: Ni Fe_2O_4

Möglicher Anteil: TiO

Ihre Zuordnung zu den metallographisch aufgezeigten Teilschichten ist von Douglass und Leistikow (15) beschrieben worden.

Die chemischen Analysen der Oxide, die mechanisch und elektrochemisch von der Metalloberfläche abgelöst worden waren, ergaben die in Tab. 10 aufgezeigten Prozentgehalte.

Tab. 10 Chemische Zusammensetzung von Oxiden der Legierung Incoloy 800 nach Heißdampf-Korrosion 620°C

Reaktionszeit (Stunden)	(% Gehalt)							
	Fe_2O_3	Cr_2O_3	NiO	TiO ₂	Mn_3O_4	SiO ₂	Al ₂ O ₃	$\Sigma\%$
865	38	24,4	24,4	2,4	2,1	4,1	3,1	98,5
5 058	48,0	20,2	27,6	1,0	2,0	n.a.	n.a.	98,8
10 094	48,6	22,6	22,6	1,8	1,2	4,0	n.a.	100,8

n.a. = nicht analysiert

Der prozentuale Anteil der Oxide an Elementen mit hoher Bildungsenthalpie wie Cr, Ti, Si und Al liegt zu Beginn der Korrosionsreaktion höher als in der Legierung. Erst nach Ablauf längerer Reaktionszeiten sinkt er langsam zugunsten eines steigenden Eisengehaltes des Oxides. Das Auftreten von $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ als dampfseitige Oxidphase beweist die Gegenwart von Sauerstoff in Dampf. Letztlich wird die Zusammensetzung des Oxides der der Legierung immer ähnlicher, so daß nur zu Beginn der Reaktion von selektiver Oxydation einiger Legierungspartner gesprochen werden kann. Dieser integralen

Feststellung widerspricht nicht das lokale Auftreten chromverarmter Korngrenzen im Bereich der metallischen Diffusionsrandschicht.

Zur Überprüfung der gravimetrischen Messungen der Gewichtsänderung, der Metallverlust nach Entzunderung und der chemischen Analyse der Oxidzusammensetzung wurden Reihenphotographien von Probenquerschliffen planimetrisch ausgewertet. Dabei wurden die in Tab. 11 aufgeführten Teil- und Gesamtschichtdicken des Oxides gemessen.

Tab. 11 Oxidische Teil- und Gesamtschichtdicken gemäß metallographisch-planimetrischer Auswertung von in Heißdampf korrodierten Incoloy 800-Blechproben

Reaktionszeit	Zahl der Einzelphotos	mittl. Teilschichtdicken (μ)				mittl. Gesamtschichtdicken (μ)
		O	M ₁	M ₂	U	
5 058	7	2,3	3,4	0,9	7,2	13,5
10 094	7	2,2	4,3	0,9	7,0	14,4

- O = obere Teilschicht (α -Fe₂O₃)
M₁ = 1. mittlere Teilschicht (Fe₃O₄)
M₂ = 2. mittlere (NiO)
U = untere Teilschicht (Cr- u. Mn-Oxide)

Die planimetrischen Untersuchungen bestätigen das aus der chemischen Oxidanalyse gewonnene Bild eines über längere Reaktionszeiten langsamen Wachstums der eisenreichen äußeren Randschichten bei etwa gleichbleibender Dicke der inneren Teilschicht. Dabei liegt im gemessenen mikroskopischen Bereich von etwa 675 μ die mittlere Gesamtschichtdicke etwa 10% über den aus den Gewichtsänderungen berechenbaren resp. nach Entzunderung bestimmten Metallverlusten und ihre relative Zunahme übersteigt ^{den} mittels der linearen Funktion mit $k_1 = 3,4 \text{ mg/dm}^2\text{-Monat}$ berechneten Wert um etwa 0,6 μ .

Führt man mit den Resultaten der chemischen und planimetrischen Analyse eine vergleichende Betrachtung durch, dann stellt man fest, daß

man, gemessen an den Teilschichtdicken, chemisch ein Zuviel an Eisen und vor allem an Nickel, ein Zuwenig an Chrom, Mangan etc. findet. Das zeigt die Tab. 12.

Tab. 12 Vergleichende Betrachtung der Resultate der chemischen und planimetrischen Oxidschicht-Analysen nach 5058 und 10 094 Stunden Heißdampf-Korrosion bei 620°C, 1 atm.

Teilschicht	Metallgehalt (chem. Analyse) (%)	Metallgehalt (mg/dm ²)	Oxidische Teilschicht- ten (μ)	Metallgehalt (planimetr. Analyse)(mg/dm ²)	Bilanz (mg/dm ²)
α-Fe ₂ O ₃	48,0	252	2,0	200	-52
			2,2		
Fe ₃ O ₄	48,6	270	3,4	230	-40
			4,3		
NiO	27,6	146	0,9	48	-98
	22,6	120	0,9	72	-48
Cr ₂ O ₃ , Mn ₂ O ₃ etc.	23,2	122	7,2	272	+150
	29,6	165	7,0	253	+ 88

Ohne diesem Vergleich eine unangemessene Bedeutung geben zu wollen, lassen sich die im Verhältnis zur Teilschichtdicke etwas zu niedrigen Chrom-, Mangan- etc. Werte durch das Auftreten von Nickel in der inneren oxidischen Teilschicht, wie es bei Oxidschichten auf Incoloy 800 von mittlerer Dicke durch die Mikrosonde nachgewiesen wurde, verstehen.

3.4.2 Geschmirgelte Blechproben

3.4.2.1 Ergebnisse der gravimetrischen Untersuchungen

Auch im Fall der geschmirgelten Blechproben wurden sehr zahlreiche gravimetrische Untersuchungen an Blechproben vor dem Versuchsein-satz, alle 500 Stunden und nach Entnahme durchgeführt. Parallel dazu wurden viele Proben zur Bestimmung des Metallverlustes entzun-

dert und ausgewogen.

Der zeitliche Verlauf der Gewichtsänderung der Proben hat, wie die Abb. 8 zeigt, bei kaum verändertem Ausgangsgewicht eine leichte Tendenz zur Gewichtsabnahme. Nach Aufbau einer Oxidschicht entsprechen sich unter Langzeitbedingungen in etwa Gewichtszunahme durch Sauerstoffaufnahme und Gewichtsabnahme durch Abgabe dampflöslicher Metalloxide, deren Mechanismus und deren Zusammensetzung im folgenden eingehender diskutiert werden sollen.

Der zeitliche Verlauf des Metallverlustes nach Entzunderung läßt sich durch eine lineare Funktion annähern. Die auf der Basis von 5000 Stunden Experimenten gemessene Konstante W_0 und Korrosionsgeschwindigkeit k_1 sind in Tab. 13 wiedergegeben.

Tab. 13 Isotherme Heißdampf-Korrosion von geschmirlelten Incoloy 800-Blechproben bei 620°C, 1 atm und 2-4 cm/sec.

Oberflächenzustand	k_1 (mg/dm ² Monat)	W_0 (mg/dm ²)
Im Anlieferungszustand allseitig geschmirlgelt (T)	$2,4 \pm 0,2$	41 ± 5
Vergleichswert: Anlieferungszustand elektrolysiert (e)	$3,4 \pm 0,3$	372 ± 53

Die Geschwindigkeit des Metallverlustes an das Heißdampf-System ist weitgehend identisch mit der des allgemeinen Metallverlustes durch Heißdampf-Korrosion. Diese Aussage beinhaltet, daß - unter Einhaltung einer Oxidschicht etwa konstanter Dicke - der Oxidabtrag etwa dem Metallverbrauch durch Heißdampf-Korrosion entspricht.

Macht man den Versuch, die durch das Schmirlgeln aufgebrachte oberflächliche Kaltverformung durch Spannungsfreiglühen während 1 Std. bei 850°C im Hochvakuum abzubauen, so stellt man fest, daß sich das oben beschriebene Korrosionsverhalten der Oberfläche nicht ändert. Erst ein Lösungsglühen von 1 Stunde bei 1050°C baut die Kaltverformung soweit ab, daß sich ein stärkerer Oxydationsvorgang un-

ter Gewichtszunahme vollzieht, der dem der gebeizten Proben ähnelt.

3.4.2.2 Ergebnisse der metallographischen und mikroanalytischen Versuchsauswertung

Haftfeste und dampflösliche Oxide

Die metallographische Untersuchung der Probenquerschliffe ergab in allen Fällen die Bildung sehr dünner Oxidschichten von etwa 1 μ Dicke, die sich, wie Abb. 9 zeigt, nur mit Mühe präparieren und photographisch abbilden lassen.

Nach mechanisch-elektrochemischer Ablösung wurden die Oxidschichten chemisch analysiert. Jedoch stieß die Gewinnung, Sammlung und Reinigung der hauchdünnen Oxidschichten ebenso wie ihre Analyse auf verschiedene Schwierigkeiten, die letztlich als noch nicht überwunden angesehen werden müssen. Die Tab. 14 zeigt die Resultate.

Tab. 14 Ergebnisse der chemischen Analyse von Oxiden, die unter Verlusten an das Heißdampfsystem auf geschmirgelten Incoloy 800-Blechproben bei 620°C, 1 atm gebildet wurden.

Versuchsdauer (Std)	Prozentgehalt					
	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	NiO	TiO ₂	Mn ₃ O ₄	SiO ₂
500	20,2	46,3	10,2	5,8	n.a.	7,8
500	6,6	38,5	4,3	7,9	9,8	33,0
1000	16,0	40,6	3,4	7,8	12,6	9,5
1000	23,9	49,0	3,9	10,2	7,0	6,0
1000	9,5	41,8	6,2	30,0	4,6	7,9
1000	-	45,5	13,0	14,0	9,6	18,3
2000	4,3	45,5	3,2	9,5	10,0	27,4

Durch die Herstellung von Triafol-Kohle-Doppelabdrucken und ihre elektronenmikroskopische Untersuchung wurden feine Schleifspuren und auch tiefe Schleifriefen - also eine grobe Oberflächenstruktur - festgestellt. Im oxydierten Zustand sind keine Korngrenzen zu erkennen. γ -Fe₂O₃-Teilchen in ausgedehnter Schicht konnten durch Lackabdrucke gewonnen und nachgewiesen werden.

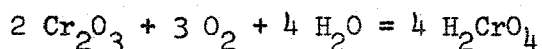
Die Oxidanalysen zeigen im Gegensatz zu denen der elektrolytisierten Proben einen gegenüber der Legierungszusammensetzung stark erhöhten Chrom-, Titan-, Mangan- und Siliziumgehalt, einen sehr niedrigen Eisen- und Nickelgehalt. Ihre Reproduzierbarkeit wird durch Verunreinigungen der Präparation, hygroskopische Eigenschaften der isolierten Oxide und sehr geringe Substanzmengen beeinträchtigt.

Während der Oxidation der geschmirgelten Blechproben kommt es im Kondensat zu einem durch Gelbfärbung erkennbaren Austrag von dampf- und kondensatlöslichen Oxiden. Die chemische Analyse der löslichen Verbindungen im Dampfcondensat der 500-1000 Stunden Versuche ergab die in Tab. 15 wiedergegebenen Anteile der verschiedenen Legierungselemente.

Tab. 15 Ergebnisse der chemischen Analyse von Dampfcondensat nach Korrosionsversuchen mit geschmirgelten Incoloy 800-Blechproben bei 620°C, 1 atm.

Einsatzzeitraum (Std)	Probenzahl (Stck)	Gehalt (mg)				
		Fe	Cr	Ni	Mn	ΣC
0 - 500	16	0,11	15,2	0,08	0,05	15,4
0 - 500	16	0,09	11,0	0,01	n.a.	11,8
500 - 1000	12	0,09	3,1	0,22	n.a.	3,4

Nach der Reaktionsgleichung



ist also bei Gegenwart von Sauerstoff im Dampf vor allem Chrom (III)-Oxid unter Oxydation zum Chrom (VI)-Oxid flüchtig und dem Austrag in die Kondensatphase unterworfen (16,17). Dort wurde Chrom als CrO_4^{--} -Ion quantitativ bestimmt. Die Beobachtung, daß in Wasserkreisläufen die Gegenwart von Sauerstoff einen steigenden Einfluß auf die Oxidverluste an das System - vor allem von Chrom unter Chromatbildung - und auf die Abscheidungscharakteristik der Korrosionsprodukte ausübt, wird durch diese Untersuchungen für die Dampfphase bestätigt.

Diffusionsrandschicht

Besonderes Interesse wurde der Diffusionsrandschicht, die sich durch die oben beschriebenen selektiven Korrosionsprozesse bildete, gewidmet.

Nach elektrolytischer Ätzung des metallographischen Querschliffes in 10% Oxalsäure erscheint die Diffusionsrandschicht (Abb. 9) im Korn als eine scharf begrenzte, weiße, homogene und ausscheidungsfreie Zone; in die Korngrenzen ist sie oft zipfelartig vertieft und ist in der Tiefe der Korngrenzen durch Auflösung der Ausscheidungen in einem sonst ausscheidungsreichen Gefüge gekennzeichnet.

Die Randschichten der elektrolytisch geätzten Blechproben des Versuchszeitraumes 5000 Stunden wurden in 500facher Vergrößerung photographiert und planimetrisch ausgemessen.

Es wurden darüberhinaus zahlreiche Elektronenstrahlmikrosonden -Untersuchungen der Diffusionsrandschicht im metallographischen Querschliff und einige Röntgenfluoreszenz-Analysen der entzundert metallischen Oberfläche nach schrittweisem elektrolytischen Abtrag durchgeführt. Dabei wurden im wesentlichen die Konzentrationsgradienten der Legierungselemente Chrom, Mangan, Eisen und Nickel ausgemessen. Die Abb. 10 zeigte qualitativ Ausmaß und Tiefe von Randschicht-Konzentrationsveränderungen.

Die Ergebnisse der durch Anwendung der drei oben genannten Verfahren gemessenen Randschichttiefen faßt die Tab. 16 zusammen.

Tab. 16: Vergleich der nach drei Verfahren gemessenen Diffusionsrand-schicht-Tiefen auf geschmigelten Incoloy 800-Blechproben nach Heißdampf-Korrosion bei 620°C, 1 atm und 6-8 ppm O₂

Probe Nr.	Versuchszeit (Std.)	Metallogr. Mittelwert auf 400µ Oberfläche (µ)	Mikrosonde lokaler Wert (µ)	RFA Flächenwert auf 3 cm ² (µ)
152	500	3 - 4	--	--
145	500	4	--	7,5
157	500	4	--	--
58	500	--	--	7,5
57	500	5	--	10
2	1000	--	--	9-11,5
164	1000	3	--	--
160	1000	3 - 4	--	--
158	1000	4,3	--	--
156	1000	5,1	--	--
74	1000	6,8	4 - 6	10
200	1500	3,3	--	--
75	1500	8	8,2-10,4	10,5
94	1500	8 - 10	--	--
144	2000	4,5	--	--
76	2500	5,0	--	--
1	2500	6,9	5-10	--
234	3000	4-4,4	10-14	--
97	3500	3,1	--	--
236	3500	5,4	5,2-5,4	--
203	4500	5,4-5,6	9,7-10,4	--
206	5000	6,3	5,9-6,1	--

Die Differenzen in den gemessenen Werten werden im wesentlichen durch die unterschiedliche Erfassung der Vertiefung der Diffusionsrandschicht in die Korngrenzen hinein verursacht.

Während bei der metallographisch-planimetrischen Methode nur eine mittlere Diffusionsrandschicht-Tiefe gemessen wird, sind die beiden anderen Methoden in der Lage, auch lokal vertieften Konzentrationsänderungen Rechnung zu tragen. Während bei schrittweisem Abtrag die über eine Fläche von 3 cm^2 mittelnde Röntgenfluoreszenzanalyse mit Sicherheit noch Konzentrationsänderungen bis in die Tiefe der Korngrenzen erfaßt, registriert die Mikrosonde bei scharf gebündelter Strahlführung über den metallographischen Querschnitt diese nur, wenn die Messung auf der ungeätzten Probe zufällig auf Korngrenzen in das Innere des Materials vorgenommen wird. Es wird dadurch verständlich, weshalb die Röntgenfluoreszenz-Analyse stets die höchsten Werte, die Planimetrie die kleinsten Werte liefert und sich die Mikrosonden-Werte mal mehr denen der Metallographie, mal mehr denen der Röntgenfluoreszenzanalyse annähern.

Es kann also festgestellt werden, daß die mittlere Diffusionsrandschicht-Dicke etwa $8-10 \mu$, die maximale Dicke etwa $10-14 \mu$ im Versuchszeitraum nicht überschritt.

Die Diffusions-Randschicht entsteht anfänglich rasch durch überwiegend selektive Oxydation des Chroms und Mangans in der Metalloberfläche und die chromreichen Oxidverluste an das Heißdampf-System. Die Vertiefung der Randschicht verlangsamt sich durch wachsende Diffusionswege und -barrieren und nähert sich in einem Gleichgewichtszustand zwischen Zudiffusion von Chrom und Mangan aus der Matrix, Rückdiffusion von Eisen und Nickel, Oxidschicht-Aufbau durch partiell selektive Oxydation und Oxidschicht-Abbau durch Dampf Löslichkeit einem konstanten Wert. Die Tabelle 16 zeigte, daß bereits nach 500 Stunden nur noch mit kleinen Veränderungen der Randschichttiefe, gemäß Tabelle 17 nur noch mit geringen Konzentrationsveränderungen in der entzünderten Oberfläche gerechnet werden muß.

Tabelle 17: Die Abweichungen der Oberflächenzusammensetzung der Diffusionsrandschicht von der des Ausgangsmaterials Incoloy 800.

Probe Nr.	Versuchs- zeit	Methode	Fe (+)	Ni (+)	Cr (-)	Mn (-)
57	500	RFA	3,7	0,7	-4,1	-0,3
58	500	RFA	3,6	0,6	-4,1	-0,25
145	500	RFA	2,9	0,6	-3,2	-0,32
2	1000	RFA	3,5	0,38	-3,2	-0,28
74	1000	RFA	4,5	0,76	-3,75	-0,32
74	1000	MSA	1,64	0,44	-2,0	-0,08
75	1500	RFA	4,4	1,2	-5,4	-0,37
75	1500	MSA	2,75	3,0	-5,4	-0,36
1	2500	MSA	4,75	1,86	-5,4	-0,7
234	3000	MSA	2,4	3,2	-5,1	-0,66
236	3500	MSA	2,16	2,16	-3,8	-0,44
203	4500	MSA	3,08	2,88	-5,35	-0,66
206	5000	MSA	3,2	3,14	-6,1	-0,52

Die über die Diffusionsrandschicht-Tiefe gemessenen Veränderungen der mittleren Zusammensetzung bestätigen das Bild nur geringer Konzentrationsveränderungen als Folge langzeitiger Heißdampf-Korrosion. Die Tabelle 18 faßt die planimetrischen Resultate von Röntgenfluoreszenz- und Mikrosonden-Analysen zusammen.

Tabelle 18: Die Abweichungen der mittleren Zusammensetzung der Diffusionsrandschicht von der Zusammensetzung des Ausgangsmaterials Incoloy 800

Probe Nr.	Versuchszeit (Std.)	Methode	Fe	Ni	Cr	Mn
57	500	RFA	+1,4	+0,3	-2,7	-0,2
58	500	RFA	+1,5	+0,2	-2,4	-0,2
2	1000	RFA	+1,2	+0,1	-1,0	-0,1
74	1000	RFA	+1,5	+0,3	-1,1	-0,1
75	1500	RFA	+1,1	+0,3	-1,7	-0,1
75	1500	MSA	+1,9	+1,2	-2,3	-0,2
1	2500	MSA	+2,2	+1,2	-2,2	-0,3
234	3000	MSA	+1,9	+1,2	-2,4	-0,3
236	3500	MSA	+0,7	+1,0	-2,4	-0,3
203	4500	MSA	+2,4	+1,9	-3,6	-0,4
206	5000	MSA	+0,7	+1,5	-2,8	-0,3

Die Verwendung der Gesamtheit der erarbeiteten Information zur Aufstellung einer Bilanz über den gesamten Korrosionsvorgang in der metallischen Oberfläche und Diffusionsrandschicht, in der Oxidschicht und im Dampf-kondensat ist zur Zeit mangels reproduzierbarer Analysen der Oxidschicht-Zusammensetzung noch nicht möglich. Es bleibt das Ziel weiterer Untersuchungen, diese sehr dünnen Oxidschichten abzulösen, vom Elektrolyten zu reinigen und zu homogener Verteilung einer mikroanalytischen Untersuchung zuzuführen, wie sie für dickere Schichten (siehe oben) bereits erfolgreich durchgeführt worden ist (12).

4. Zusammenfassung

In drei verschiedenen Oberflächenzuständen wurden Incoloy 800 Blechproben in semidynamischen Kreislaufversuchen bei 620°C und 1 atm während 5000-10000 Stunden der Heißdampf-Korrosion unterworfen. Das Korrosionsverhalten wurde durch gravimetrische Methoden der diskontinuierlichen Bestimmung der Gewichtsänderung, des Metallverlustes nach dem Entzundern und des

Oxidverlustes an das Heißdampf-System sowie durch ergänzende mikroanalytische, elektronenmikroskopische und metallographische Untersuchungen quantitativ bestimmt.

a) Dabei zeigten die gebeizten und elektropolierten Blechproben ein weitgehend identisches Verhalten: Eine während der ersten 1000 Stunden schnelle, sich sodann stark verlangsamende Oxidschichtbildung unter Gewichtszunahme, die für längere Reaktionszeiten durch ein lineares Zeitgesetz angenähert werden kann. Die durchweg haftfesten Oxidschichten erreichten dabei Dicken von im Mittel $10 - 15\mu$.

Gegenüber den gebeizten Proben trat bei der Oxydationsreaktion auf elektropolierten Blechen eine etwas schnellere erste Oxidbedeckung (W_0) und eine etwas höhere Langzeit-Korrosionsgeschwindigkeit (k_1) ein. Eine im ersten Zeitabschnitt noch höhere Metallmenge (W_0) trat bei Heißdampf-Korrosion stark chromverarmter Probenoberflächen in Reaktion.

Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchungen weisen ein grundsätzlich gleichartiges Erscheinungsbild der auf den verschiedenen Oberflächen gebildeten Oxidschichten aus. Röntgenfluoreszenz-Untersuchungen bestimmten die Zusammensetzung dieser Schichten als $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$, Fe_3O_4 , NiO , Mn-Cr-Spinell . Mikrosondenanalysen bestätigten die saubere Trennung von vier verschiedenen oxidischen Teilschichten, deren Dicken aus metallographischen Reihenphotos planimetrisch ausgemessen wurden. Die chemische Zusammensetzung der Oxide nach 5000 und 10000 Stunden Einsatz wurde als vom Grundmaterial wenig unterschiedlich befunden.

Als Mechanismus der Oxidschichtbildung wird ein gleichzeitiger innerer und äußerer Oxydationsprozeß, d.h. eine Eindiffusion von Sauerstoff-Ionen zum Aufbau der inneren Cr- und Mn-reichen Teilschicht unterhalb der Ausgangs-Metalloberfläche, eine Herausdiffusion von Eisen- und Nickel-Ionen zum Aufbau der äußeren Fe- und Ni-reichen Teilschichten angenommen.

b) Durch Schmirgeln oberflächlich kaltverformte Blechproben zeigten dagegen ein sehr unterschiedliches Korrosionsverhalten. Der Verlauf der Reaktion war gekennzeichnet durch einen ständigen Gewichtsverlust der

Proben, die Bildung einer dünnen, chrom- und manganreichen Oxidbedeckung und - trotz besagter Oxidverluste - eine stark verminderte Langzeit-Korrosionsgeschwindigkeit.

Durch eine einstündige Wärmebehandlung bei 1050°C wurde die oberflächliche Kaltverformung soweit abgebaut, daß ein den elektropolierten Proben ähnliches Korrosionsverhalten unter Gewichtszunahme beobachtet werden konnte.

Die metallographischen Untersuchungen der kaltverformten, korrodierten Oberflächen zeigten Oxidschichten einer im Reaktionsverlauf etwa konstanten Dicke von $1 - 1,3\mu$. Daneben traten in der Metalloberfläche metallographisch und mikroanalytisch meßbare Diffusionsrandschichten von etwa $10 - 14\mu$ mit positiven und negativen Konzentrationsgradienten aller Legierungskomponenten auf. Ihre quantitative Untersuchung ergab im Zeitraum von 1000 Versuchsstunden geringfügige Veränderungen der Dicke, Oberflächen- und mittleren Zusammensetzung, so daß die Annäherung an einen Gleichgewichtszustand erwartet werden kann.

Die Kaltverformung der Metalloberfläche führte also zu einer partiell selektiven Oxydation der relativ unedlen Legierungskomponenten Cr, Mn, Ti und Si, zur Bildung dünner Oxidschichten geringer Fehlordnung und an den unedlen Metallen verarmten Diffusionsrandschichten. Währenddessen wurde Cr_2O_3 unter Oxydation durch den sauerstoffhaltigen Dampf dampflöslich in die Kondensatphase des Kreislaufsystems ausgetragen.

c) Die Versuchsergebnisse sind hinsichtlich des Metallverlustes durch Heißdampf-Korrosion im Versuchszeitraum in guter Übereinstimmung mit den aus der Literatur bekannten Werten. Ihre Bedeutung liegt im wesentlichen in der Messung der Langzeit-Korrosionsgeschwindigkeit und der umfangreichen analytischen Auswertung der Korrosionsprodukte als Beitrag zur Aufklärung des Korrosionsmechanismus.

Anmerkung

Für die Hilfe bei der Auswertung dieser Untersuchungen sei im besonderen vielmals gedankt:

Frau Dr. H. Schneider (Analytische Chemie)

Fräulein R. Groß (Elektronenmikroskopie)

Herrn A. Hünlich (Metallographie)

Herrn Dr. B. Kegel (Elektronenmikrosonde)

5. Literatur

- 1) Eberle, F. und Anderson, C.H.
Journ. Eng.Pow. 84, 223-257 (1962)
- 2) Pessl, H.
Proc. Nucl. Superh. Meeting Nr. 7 TID-7658 (1962)
Proc. Nucl. Superh. Meeting Nr. 8 TID-7674 (1963)
- 3) Maffei, H.P.
US-UK Libby-Cockroft Technical Exchange
Metals and Ceramics Newsletter No. 1 (1963)
- 4) Pearl, W.L.; Brush, E.G.; Gaul, G.G. und Wozadlo, G.P.
GEAP-4760 (1965)
- 5) Ruther, W.E. und Greenberg, S.
Journ. Electrochem. Soc. 111, 1116-1121 (1964)
- 6) Ruther, W.E.; Schlueter, R.R.; Lee, R.H. und Hart, R.K.
Corrosion (NACE) 22, 147-155 (1966)
- 7) Östberg, G. et al.
S-332 (1965) u. S-355 (1966)
- 8) Warzée, M.; Sonnen, C.; Cremer, J. und Berge, Ph.
EUR 3387 f, 49-50 (1967)
- 9) Leistikow, S.
PSB-Bericht Nr. 127 (65)
- 10) Warzée, M.; Maurice, M.; Sonnen, C; Waty, J. und Berge, Ph.
Mem. Sc. Rev. Met. 61 593-601 (1964)
- 11) Warzée, M.; Sonnen, C.; Cremer, H. und Berge, Ph.
EUR 3387 f, 11-12 (1967)

- 12) Schneider, H.
Z. Analyt. Chem., im Druck
- 13) Leistikow, S.
GEAP-5175, 16/8-16/12 (1966)
- 14) Leistikow, S.
Werkst. u. Korr. 19, 938-943 (1968)
- 15) Douglass, D.L. und Leistikow, S.
GEAP-5175, 16/8 (1966)
- 16) Caplan, D. und Cohen, M.
Journ. Electrochem. Soc. 108, 438-442 (1961)
- 17) Glemser, O. und Müller, A.
Naturw. 49, 279 (1962)

The first part of the document discusses the importance of maintaining accurate records of all transactions. This includes not only sales and purchases but also the flow of cash and the collection of receivables. It is essential to ensure that all entries are supported by proper documentation, such as invoices and receipts, to avoid any discrepancies or errors.

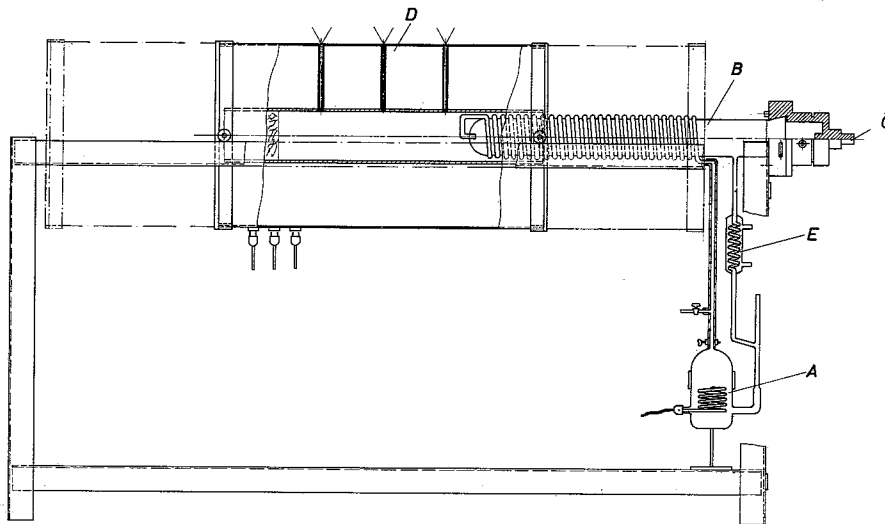
In addition, the document emphasizes the need for regular reconciliation of the accounts. This process involves comparing the internal records with the bank statements and other external sources to identify any differences. By doing so, the company can detect and correct any mistakes or fraud as early as possible, thereby ensuring the integrity of its financial data.

Furthermore, the document highlights the significance of maintaining a clear and concise ledger. This involves organizing the financial information in a systematic and logical manner, making it easy to access and understand. A well-maintained ledger is not only a valuable tool for internal management but also a key component for external reporting and auditing.

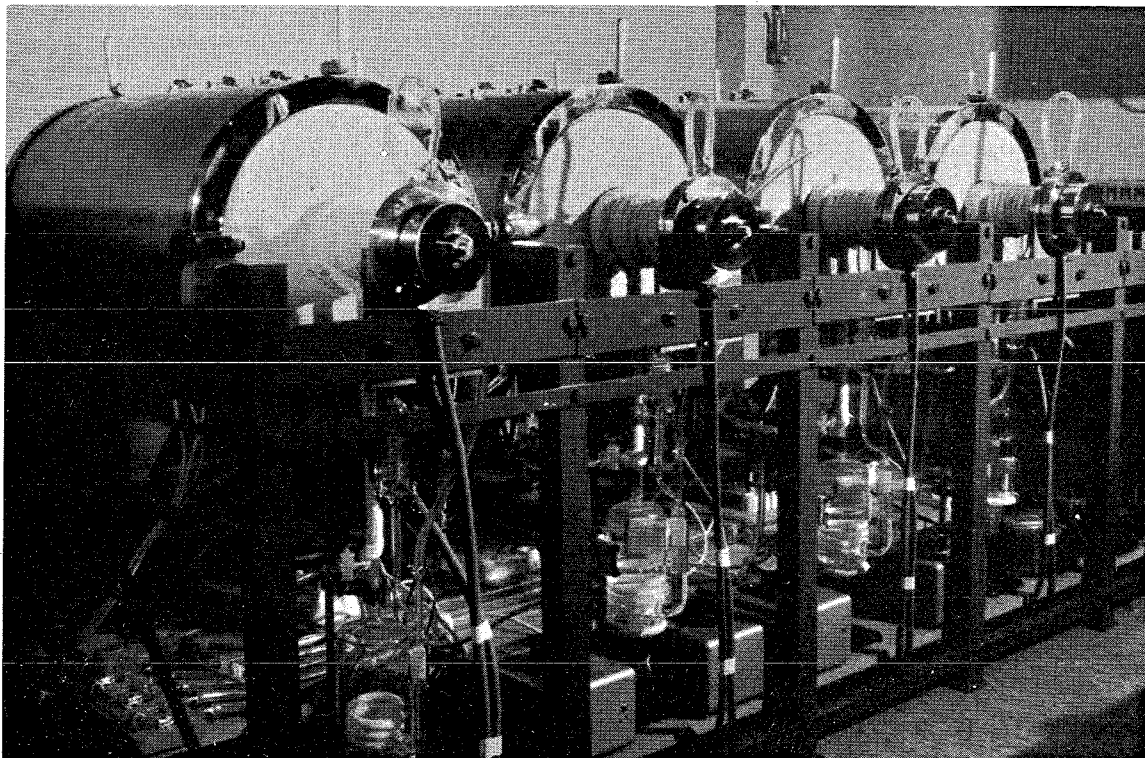
Finally, the document stresses the importance of staying up-to-date with the latest accounting standards and regulations. The financial reporting environment is constantly evolving, and it is crucial for the company to adapt to these changes to ensure compliance and the reliability of its financial statements.

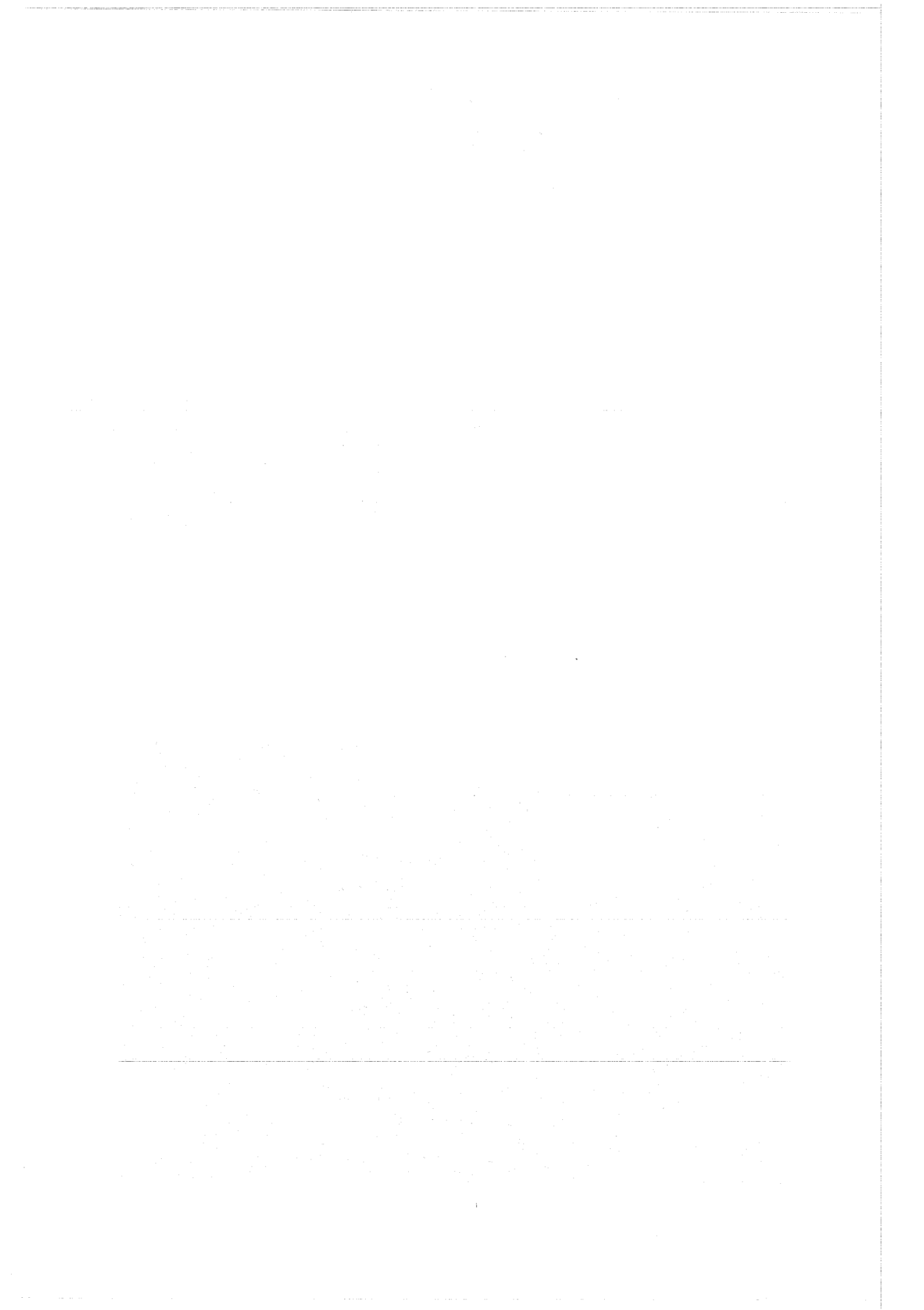
KREISLÄUFE FÜR ISOTHERME, SEMIDYNAMISCHE HEISSDAMPF-KORROSIONSVERSUCHE

VERSUCHSBEDINGUNGEN: 1 atm, 0.2 kg/Std $\hat{=}$ 4 cm/sec, 620° C



A = DAMPFERZEUGER
B = TESTSTRECKE
C = VERSCHLUSS
D = OFEN
E = KONDENSATOR

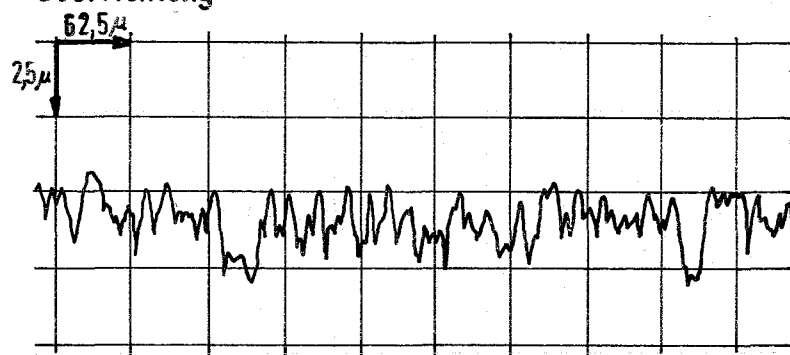




Aufzeichnung der Rauhtiefe (R_t) von Incoloy 800 Blechmaterial

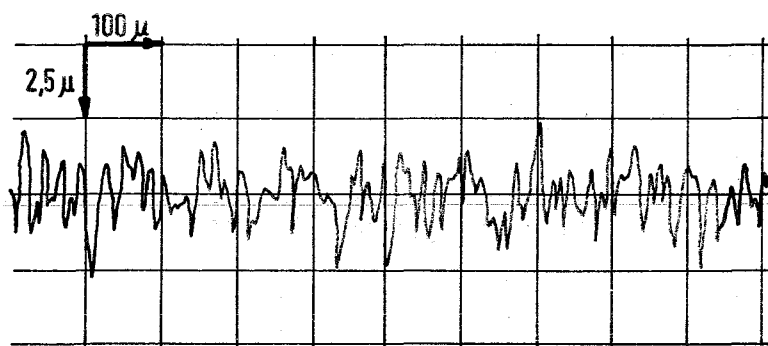
Anlieferungszustand (A)

Querrichtung



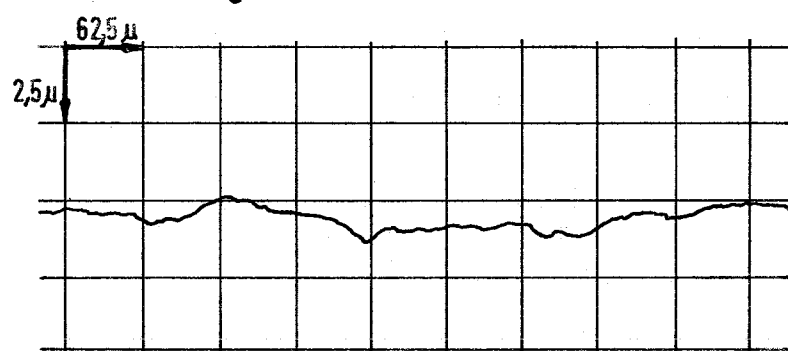
chemisch gebeizt (G)

Querrichtung

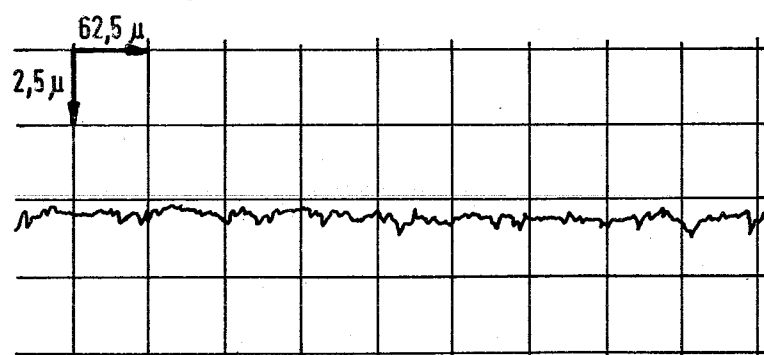


Aufzeichnung der Rauhtiefe (R_t)
von Incoloy 800 Blechmaterial

wärmebehandelt und elektroliert (W)
Querrichtung



mit 400 Papier geschmirgelt (T)
Querrichtung



ISOTHERME HEISSDAMPF - KORROSION VON INCOLOY 800

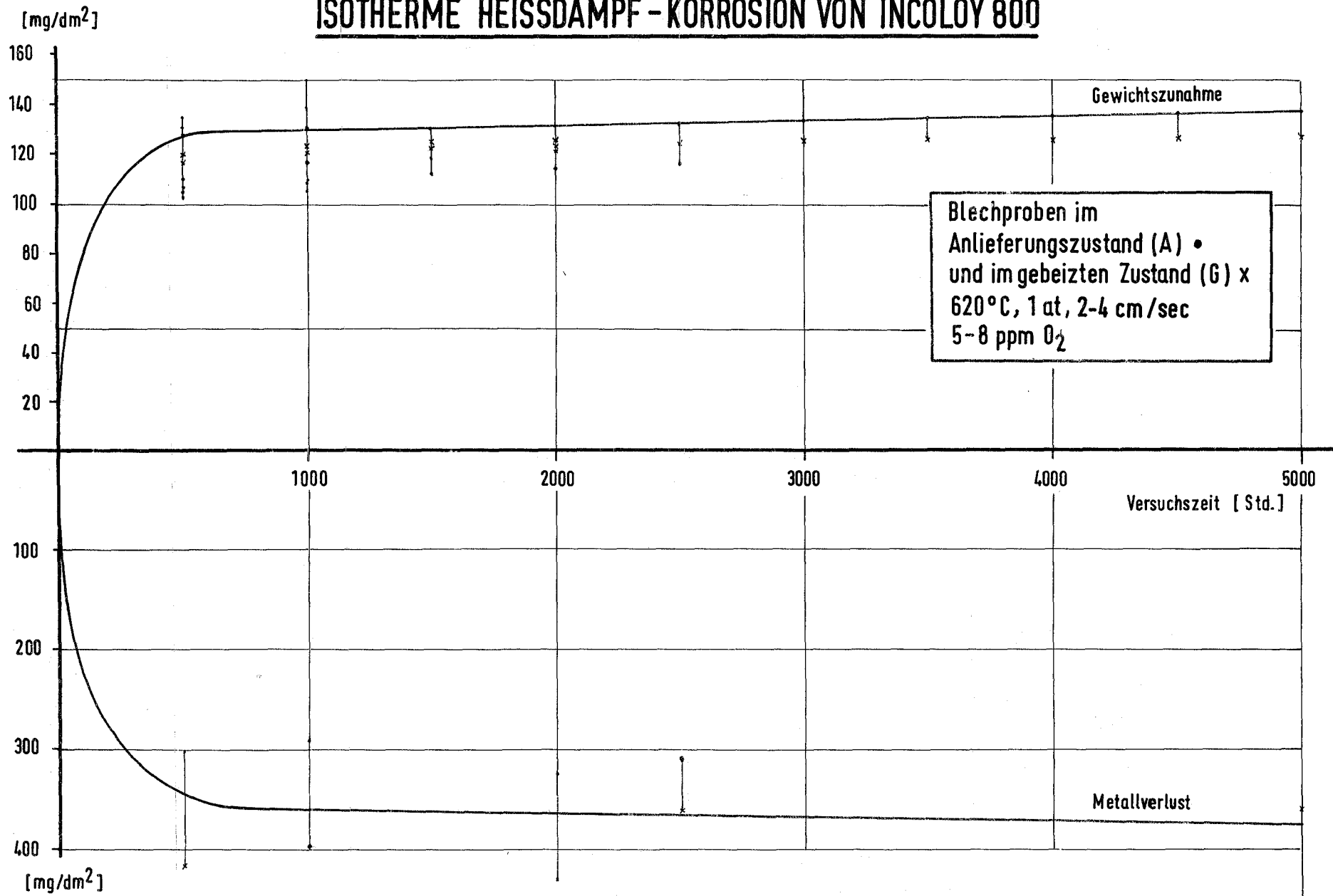


Abb. 3

ISOTHERME HEISSDAMPF-KORROSION VON INCOLOY 800

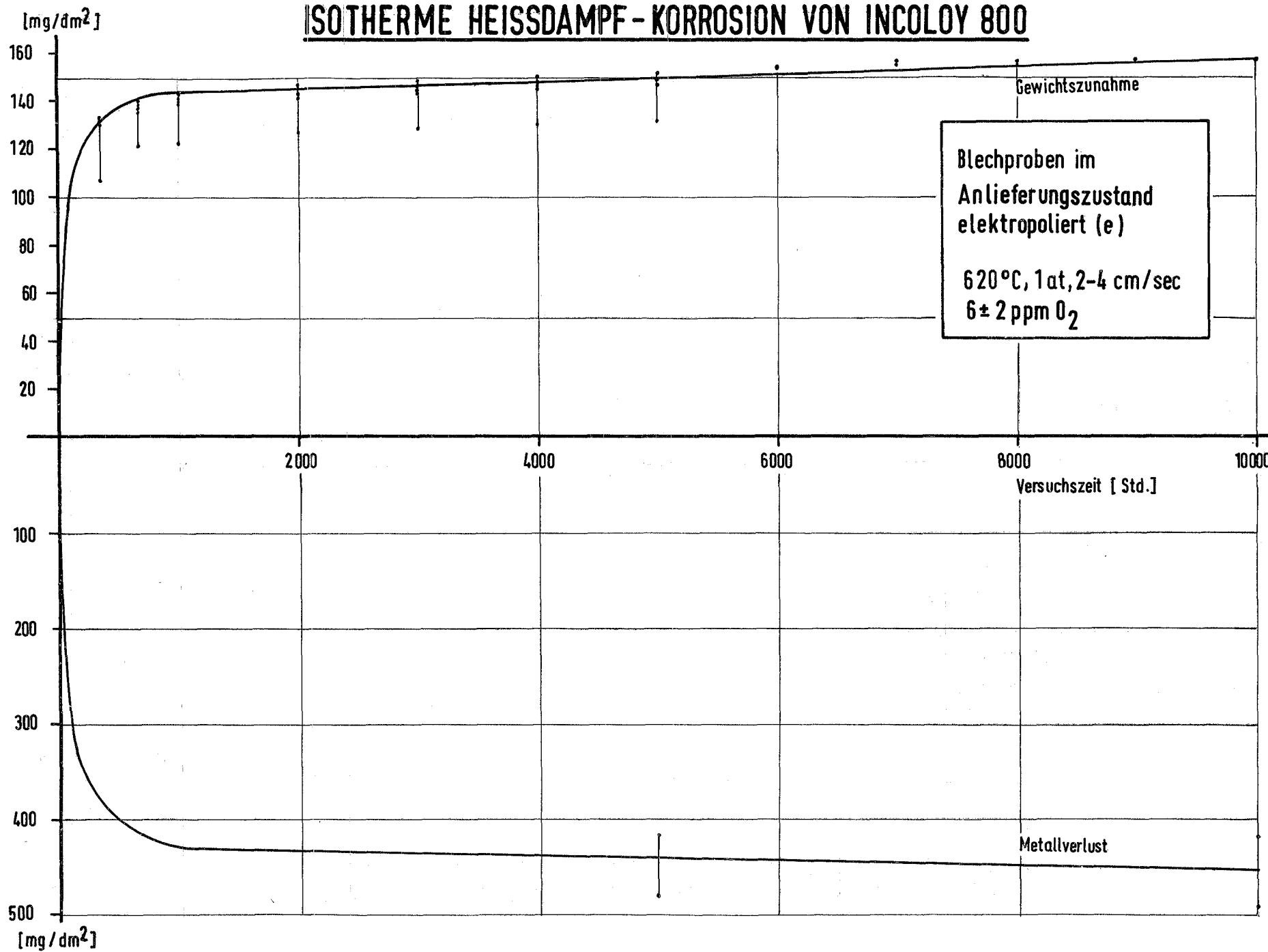
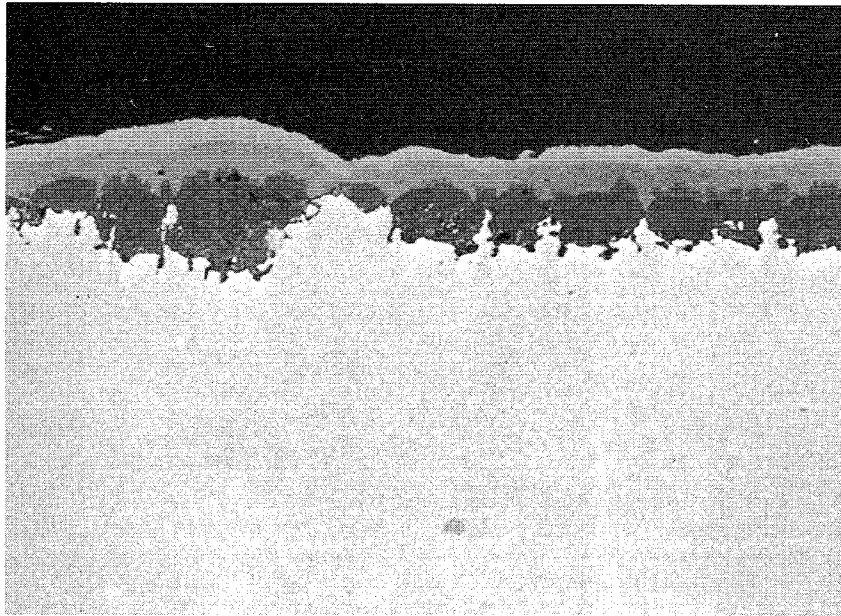


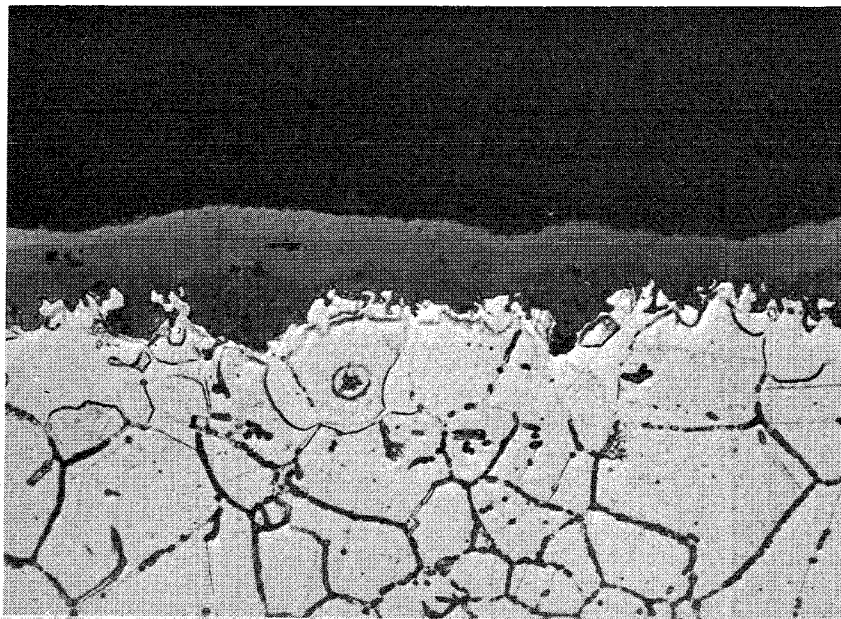
Abb. 4



A 140

5061 Std

1000 X



A 140

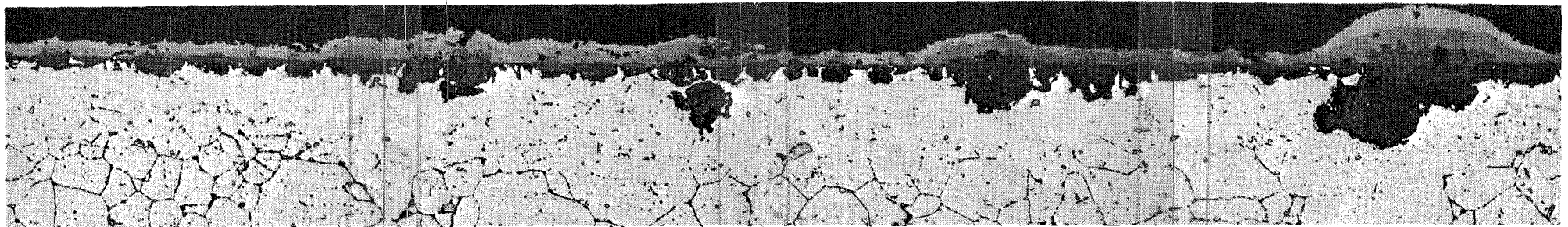
5061 Std

1000 X

Abb. 5 Incoloy 800 (A) Blechprobe
im gereinigten Anlieferungszustand
Korrosion in Heißdampf 620°C, 1 atm,
ungeätzt und geätzt Querschleiff

**Abb.6 ISOTHERME HEISSDAMPF-KORROSION
VON INCOLOY 800 BLECHPROBEN**

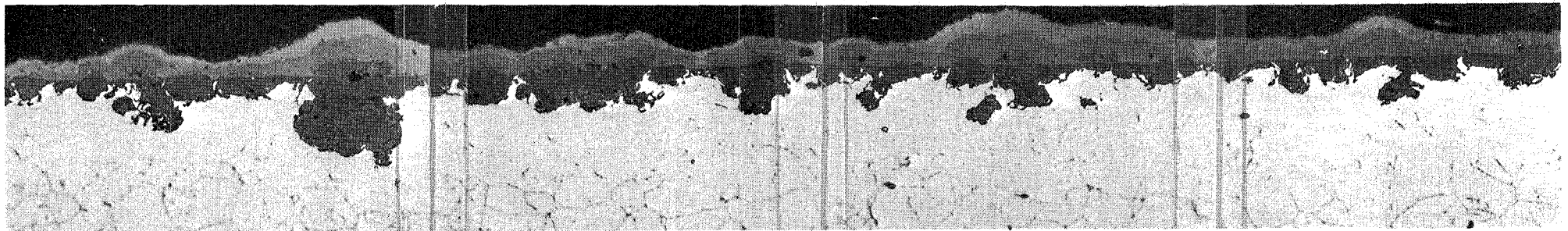
**620°C, 1 atm, 6 ± 2 ppm O_2 , 2-4 cm/sec
AUSGANGSOBERFLÄCHE: gegläht, electropoliert**



C 132

5058 Std

1000 X



C 137

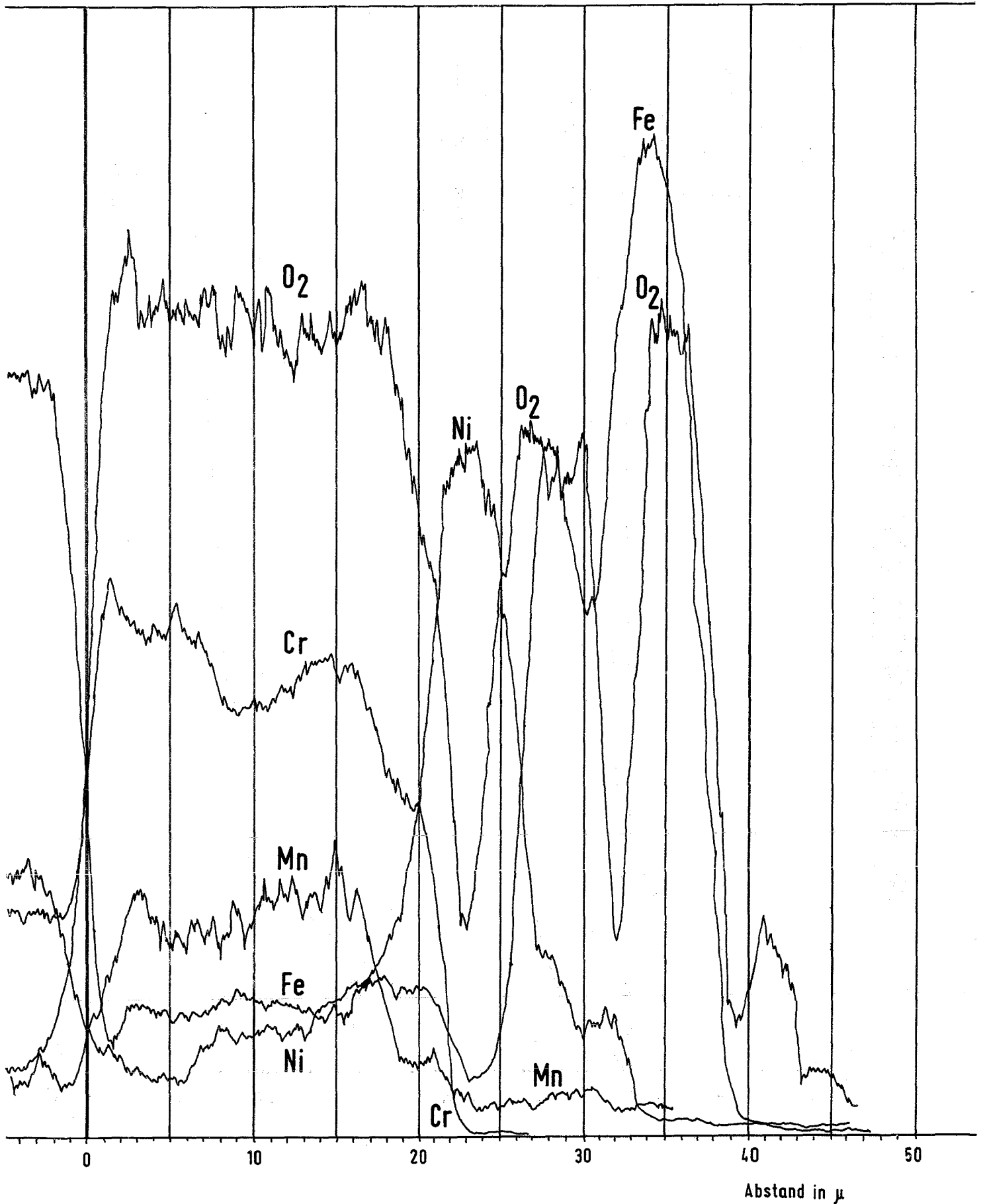
10095 Std

1000 X

INCOLOY 800 (e) BLECHPROBE

Abb.7

5058 Std, HEISSDAMPF 1atm, 620°C



ISOTHERME HEISSDAMPF KORROSION VON INCOLOY 800

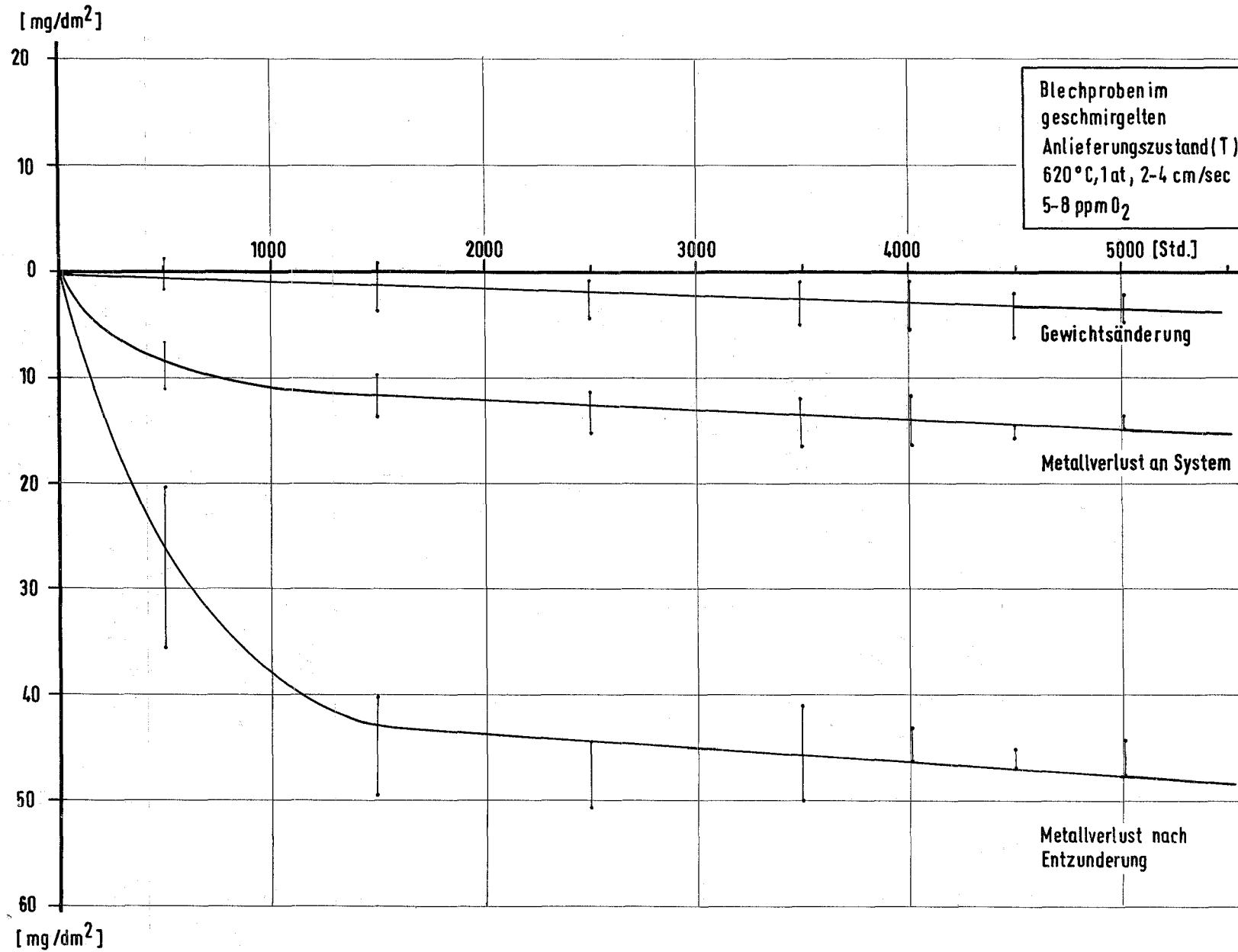
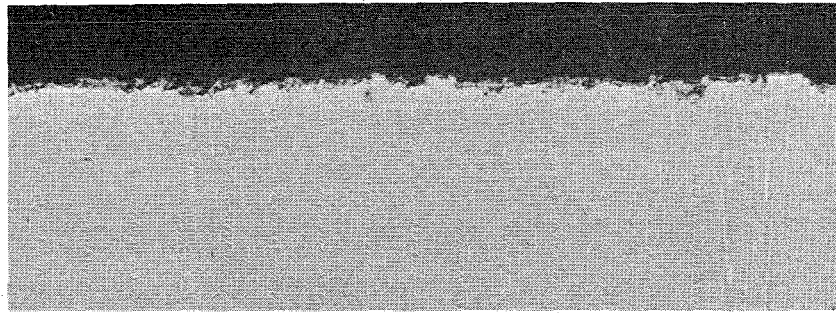
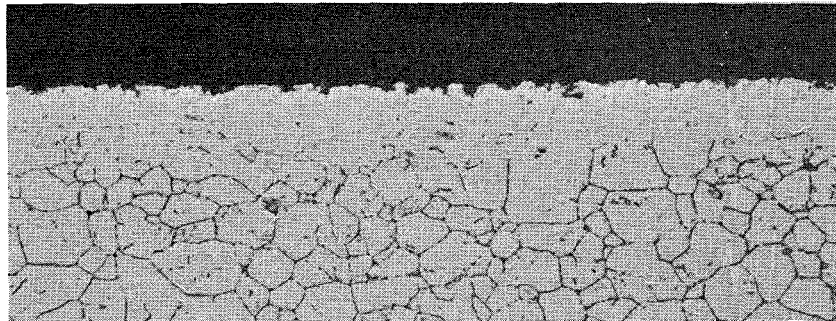


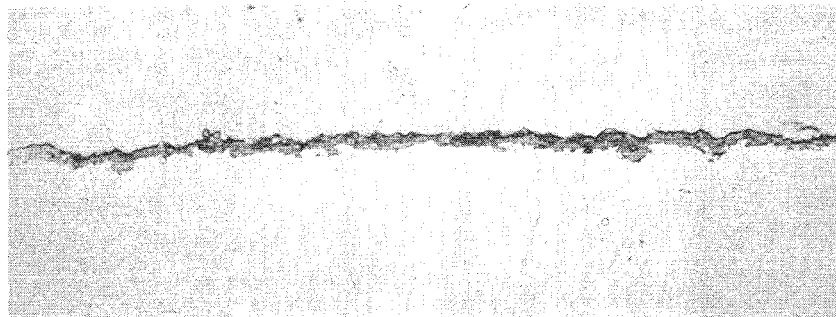
Abb. 8



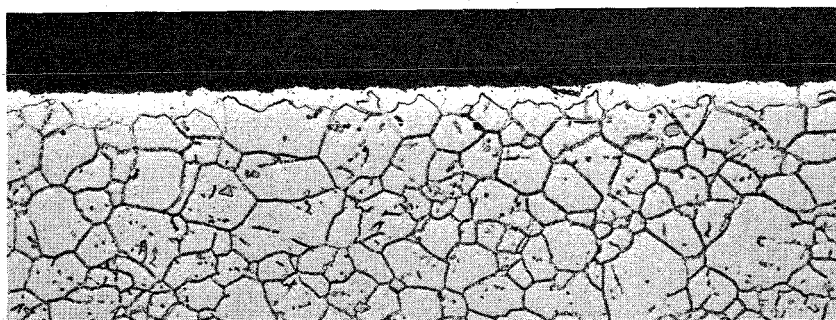
A 1 2531 Std 500 X



A 1 2531 Std 500 X



A 203 4568 Std 1000 X



A 206 5071 Std 500 X

Abb. 9 Incoloy 800 (T) Blechproben
im Anlieferungszustand geschmiegelt
Korrosion in Heißdampf 620°C, 1atm,
ungeätzte und geätzte Querschliffe

INCOLOY 800 (T) BLECHPROBE

Abb.10

2531 Std, HEISSDAMPF 1atm, 620°C

