

# Einfluß der Kaltverformung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten einiger warmfester austenitischer Stähle

Mitteilung aus dem Institut für Material- und Festkörperforschung des Kernforschungszentrums Karlsruhe

Zeitstandversuche an den Stählen X 10 NiCrAlTi 32 20, X 8 CrNiMoNb 16 16 und X 10 NiCrMoTiB 15 15 bei 650 °C bis zu 6 000 h nach dem Lösungsglühen und anschließender Kaltverformung zwischen 0 und 60%. Einfluß der Kaltverformung auf die Zeitstandfestigkeit und die niedrigste Kriechgeschwindigkeit. Zeitbruchdehnung und -einschnürung in Abhängigkeit von der Kaltverformung. Licht- und elektronenmikroskopische Untersuchung der Ausscheidungs Vorgänge und der Änderungen des Versetzungsnetzwerks. Zusammenhang zwischen der Erniedrigung der Kriechgeschwindigkeit und dem Kohlenstoffgehalt.

## Effect of coldforming on the creep rupture- and creep behaviour of some high-temperature austenitic steels

Creep rupture tests on the steels X 10 NiCrAlTi 32 20, X 8 CrNiMoNb 16 16, and X 10 NiCrMoTiB 15 15 at 650 °C up to 6 000 hours after the solution heat-treatment and subsequent coldforming between 0 and 60%. Effect of coldforming on the creep rupture strength and the lowest creep rate. Rupture ductility and necking-down at rupture as a function of coldforming. Light-optical and electron-microscopic examination of the precipitation processes and the variations of the dislocation network. Relationship between the decrease of the creep rate and the carbon content.

## Influence d'une déformation à froid sur le comportement au fluage de quelques aciers austénitiques résistants à chaud

Essais de fluage sur les aciers X 10 NiCrAlTi 32 20, X 8 CrNiMoNb 16 16 et X NiCrMoTiB 15 15 à 650 °C durant jusqu'à 6 000 h après un recuit de mise en solution suivi d'une déformation à froid comprise entre 0 et 60%. Influence de la déformation à froid sur la résistance au fluage et sur la vitesse minimale de fluage. Allongement et striction lors de la rupture de fluage en fonction de la déformation à froid. Etude aux microscopes optique et électronique des phénomènes de séparation et des modifications du réseau de dislocations. Relation entre la diminution de la vitesse de fluage et la teneur en carbone.

Eine der vielen Möglichkeiten, die Zeitstand- und Kriechfestigkeit austenitischer Stähle zu verbessern, stellt die Vorverformung dar. Obwohl seit langer Zeit bekannt ist, daß eine Kaltverformung das Zeitstand- und Kriechverhalten metallischer Werkstoffe in erheblichem Umfang beeinflusst<sup>1) bis 10)</sup> und im Falle austenitischer Stähle zu einer deutlichen Verbesserung des Langzeitverhaltens bis zu Temperaturen von rd. 700 °C führen kann<sup>11) bis 14)</sup>, ist die Zahl der Arbeiten, in denen der Einfluß der Vorverformung mehr oder weniger systematisch untersucht wurde, gering. Unsicherheiten bestehen insbesondere in der Wahl des günstigsten Vorverformungsgrades sowie auch in der Frage, bis zu welcher Temperatur und Beanspruchungsdauer eine der Zeitstandsbeanspruchung vorangehende Verfestigung des Werkstoffes mit Nutzen angewendet werden kann<sup>13) bis 19)</sup>. Eine eindeutige und quantitative Erklärung des Einflusses einer Kaltverformung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten austenitischer Stähle stößt auf Schwierigkeiten, solange der Kriechmechanismus der untersuchten Stähle nicht eindeutig klar ist.

Die vorliegende Arbeit soll durch eine systematische Untersuchung des Kaltverformungseinflusses auf das Zeitstand-

und Kriechverhalten einiger austenitischer Stähle über einen breiten Verformungsbereich einen Beitrag zur Klärung der Zusammenhänge zwischen Kaltverformung und Kriechverhalten liefern. Es sei an dieser Stelle darauf hingewiesen, daß die Frage nach dem Einfluß einer Kaltverformung zur Zeit im Hinblick auf die Verwendung austenitischer Stähle in schnellen Brutreaktoren eine große Rolle spielt, nachdem sich gezeigt hat, daß das bestrahlungsinduzierte Schwellen austenitischer Stähle durch eine vorhergehende Kaltverformung erheblich verringert werden kann<sup>20)</sup>.

### Versuchsdurchführung

Die Versuche wurden an den warmfesten austenitischen Stählen X 8 CrNiMoNb 16 16 (Werkstoff-Nr. 1.4981), X 10 NiCrMoTiB 15 15 (Werkstoff-Nr. 1.4970) und X 10 NiCrAlTi 32 20 (Werkstoff-Nr. 1.4876) durchgeführt. Die chemische Zusammensetzung der Werkstoffe, die Lösungsglühbehandlung vor dem Vorverformen und die Ausgangskorngröße sind in *Tafel 1* wiedergegeben.

Bei Rundproben der Stähle X 8 CrNiMoNb 16 16 und X 10 NiCrMoTiB 15 15 wurde die Vorverformung bei

Tafel 1. Chemische Zusammensetzung, Lösungsglühbehandlung und Korngröße im Lieferzustand der Versuchswerkstoffe  
Table 1. Chemical composition, solution heat-treatment, and grain size in the as supplied condition of the test materials

Werkstoff	Werkstoff-Nr.	Chemische Zusammensetzung											Lösungsglühbehandlung	Mittlerer Korndurchmesser µm
		% C	% Si	% Mn	% Cr	% Ni	% Mo	% Ti	% Nb	% Al	% B	% N <sub>a</sub>		
X 10 NiCrAlTi 3220	1.4876	0,048	0,52	0,66	20,8	30,8	—	0,43	—	0,50	0,0004	—	900 °C 1 h/Luft	20 bis 50
X 8 CrNiMoNb 1616	1.4981	0,077	0,47	1,16	16,55	16,80	1,50	0,05	0,70	0,06	0,0001	0,02	1050 °C 1 h/Luft	20 bis 50
X 10 NiCrMoTiB 15 15	1.4970	0,10	0,39	2,0	14,8	15,4	1,20	0,43	—	0,13	0,01	< 0,01	1150 °C 1 h/Luft	rd. 100

Raumtemperatur durch Rundhämmern und bei den Flachproben der Legierung X 10 NiCrAlTi 32 20 durch Walzen aufgebracht.

Die Zeitstand- und Kriechuntersuchungen wurden in Einprobenprüfständen bei 650 °C durchgeführt. Die Meßlänge betrug bei Rundproben 50 oder 25 mm bei einem Durchmesser von 8 oder 5 mm; die Blechproben hatten eine Meßlänge von 25 mm bei einer Blechdicke von 0,5 mm und einer Breite von 4 mm. Die Hauptbeanspruchungsrichtung lag in der Walzrichtung. Die Dehnung wurde während des Versuchs fortlaufend mit induktiven Wegaufnehmern gemessen.

Eine Reihe von Proben wurde nach dem Zeitstandversuch licht- und elektronenmikroskopisch untersucht.

### Versuchsergebnisse

Bei den Stählen X 10 NiCrAlTi 32 20 und X 8 CrNiMoNb 16 16 wurde der Einfluß einer Vorverformung bis 50 bzw. 60% auf das Zeitstand- und Kriechverhalten bei 650 °C über einen weiten Spannungsbereich ermittelt.

Im Bild 1 ist für den Werkstoff X 10 NiCrAlTi 32 20 die Standzeit bei 650 °C als Parameter wiedergegeben. Man erkennt, daß die Standzeit in Abhängigkeit vom Verformungsgrad einen Höchstwert durchläuft, dessen Höhe, bezogen auf den unverformten Zustand, mit abnehmender

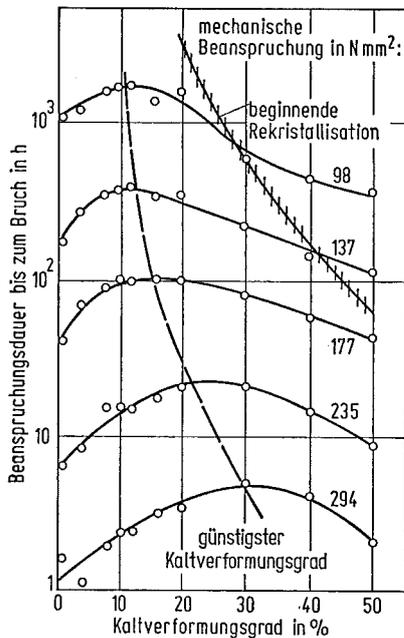


Bild 1. Zusammenhang zwischen der in Zeitstandversuchen bei 650 °C ermittelten Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und dem Grad der vorangegangenen Kaltverformung bei dem Stahl X 10 NiCrAlTi 32 20

Figure 1. Relationship between the load time to rupture determined in creep rupture tests at 650 °C and the amount of the preceding coldforming in the steel X 10 NiCrAlTi 32 20

Spannung, das heißt mit zunehmender Beanspruchungsdauer bis zum Bruch, geringer wird und dessen Lage sich mit fallender Spannung zu niedrigeren Verformungsgraden verschiebt, wobei sie sich dem Wert von rd. 10% für eine lange Beanspruchungsdauer zu nähern scheint. In das Bild mit eingetragen ist eine Kurve, die den Beginn der Rekristallisation im stark verformten Bruchbereich der Probe anzeigt. Danach führt die Rekristallisation — wahrscheinlich wegen der sich dabei einstellenden sehr kleinen Korngröße — zu einer Beanspruchungsdauer bis zum Bruch, die unterhalb der für den lösungsgeglühten Ausgangszustand liegt.

Den Einfluß der Kaltverformung auf die niedrigste Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  des gleichen Werkstoffes bei 650 °C gibt Bild 2 wieder. Auffallend ist, daß die Kriechgeschwindigkeit bei niedrigen Spannungen neben dem ausgeprägten Tiefstwert einen weniger deutlich erkennbaren Höchstwert bei einem Kaltverformungsgrad von rd. 40% durchläuft, das heißt in einem Bereich, in dem bereits die Rekristallisation einsetzt. Ein Vergleich der Bilder 1 und 2 zeigt, daß die hinsichtlich der Kriechgeschwindigkeitserniedrigung günstigsten Kaltverformungsgrade innerhalb der Streuungen mit denen übereinstimmen, bei denen man die größte Verlängerung der Standzeit bis zum Bruch beobachtet.

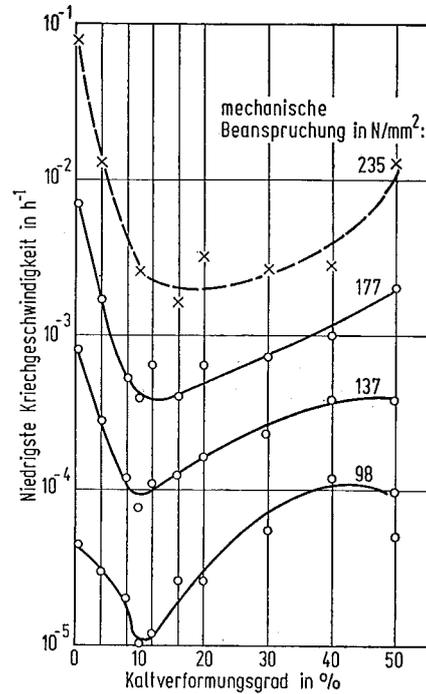


Bild 2. Zusammenhang zwischen der in Zeitstandversuchen bei 650 °C ermittelten niedrigsten Kriechgeschwindigkeit und dem Grad der vorangegangenen Kaltverformung bei dem Stahl X 10 NiCrAlTi 32 20

Figure 2. Relationship between the lowest creep rate determined in creep rupture tests at 650 °C and the amount of the preceding coldforming in the steel X 10 NiCrAlTi 32 20

Der Einfluß der Kaltverformung auf die Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und die niedrigste Kriechgeschwindigkeit des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 bei 650 °C ist in den Bildern 3 und 4 wiedergegeben.

Die Abhängigkeit beider Größen vom Grad der Kaltverformung ist grundsätzlich die gleiche wie im Falle des Werkstoffes X 10 NiCrAlTi 32 20, doch sind die größten erreichbaren Änderungen der Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und der Kriechgeschwindigkeit insbesondere für lange Zeiten größer als bei dem Werkstoff X 10 NiCrAlTi 32 20. Die Bilder 3 und 4 zeigen, daß der günstigste Kaltverformungsgrad bei Langzeitbeanspruchung nur geringfügig höher liegt als für den Werkstoff X 10 NiCrAlTi 32 20. Neben der Beeinflussung der niedrigsten Kriechgeschwindigkeit bewirkt die Vorverformung auch eine deutliche Abnahme der Dehnung im primären Kriechbereich. Während im lösungsgeglühten Zustand die niedrigste Kriechgeschwindigkeit bei einer Spannung von 177 N/mm² erst bei einer Dehnung von rd. 3% erreicht wird, ist dies bei vorverformten Proben bereits bei einer Dehnung unter 1% der Fall, ohne daß jedoch eine Abhängigkeit vom Grad der Verformung erkennbar ist.

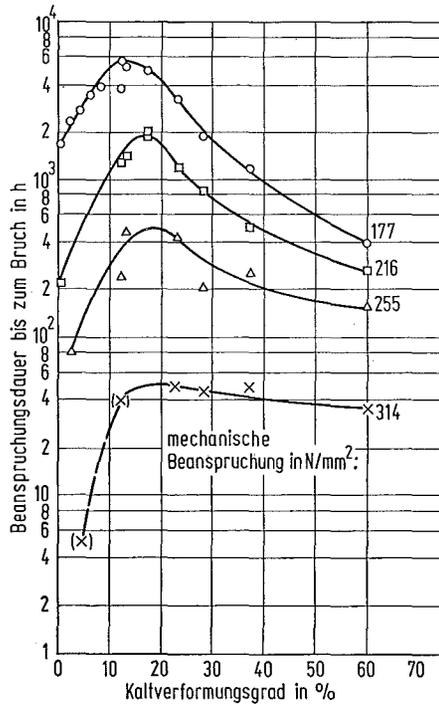


Bild 3. Einfluß des Grades der vorangegangenen Kaltverformung auf die in Zeitstandversuchen bei 650 °C ermittelte Beanspruchungsdauer bis zum Bruch bei dem Stahl X 8 CrNiMoNb 16 16  
 Figure 3. Effect of the amount of the preceding coldforming on the load time to rupture determined in creep rupture tests at 650 °C in the steel X 8 CrNiMoNb 16 16

Am Stahl X 10 NiCrMoTiB 15 15 wurden nur wenige Versuche über den Einfluß der Kaltverformung durchgeführt, deren Ergebnisse im Bild 5 dargestellt sind. Wegen der im Vergleich zur Zeitstandfestigkeit niedrigen 0,2%-Dehngrenze dieses Stahles im lösungsgeglühten Zustand und der damit verbundenen hohen Anfangsdehnung läßt sich

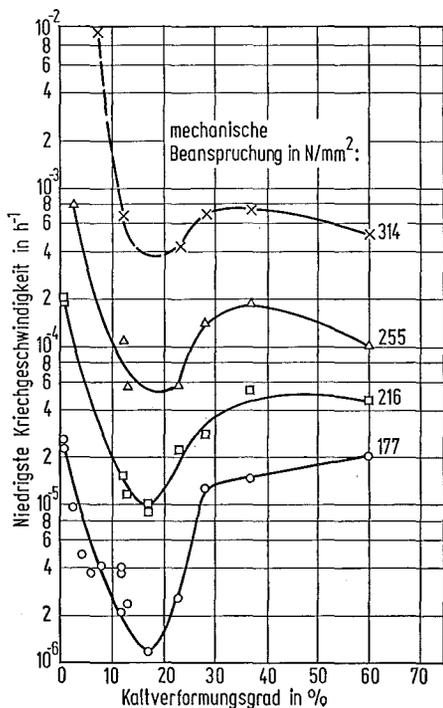


Bild 4. Einfluß des Grades der vorangegangenen Kaltverformung auf die in Zeitstandversuchen bei 650 °C ermittelte niedrigste Kriechgeschwindigkeit bei dem Stahl X 8 CrNiMoNb 16 16  
 Figure 4. Effect of the amount of the preceding coldforming on the lowest creep rate determined in creep rupture tests at 650 °C in the steel X 8 CrNiMoNb 16 16

keine tatsächliche Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und Kriechgeschwindigkeit für den lösungsgeglühten Zustand bei der gewählten Spannung angeben. Die an lösungsgeglühten Proben gemessenen Werte sind einem Verformungsgrad zugeordnet, der der Anfangsdehnung entspricht. Bild 5 zeigt, daß der Einfluß einer Kaltverformung auf die Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und die niedrigste Kriechgeschwindigkeit beim Stahl X 10 NiCrMoTiB 15 15 noch stärker ist als bei den beiden erstgenannten Werkstoffen. So ist eine Erniedrigung der Kriechgeschwindigkeit um fast zwei Zehnerpotenzen durch eine Vorverformung möglich. Wenn auch die wenigen Werte keine genaue Angabe hinsichtlich des günstigsten Kaltver-

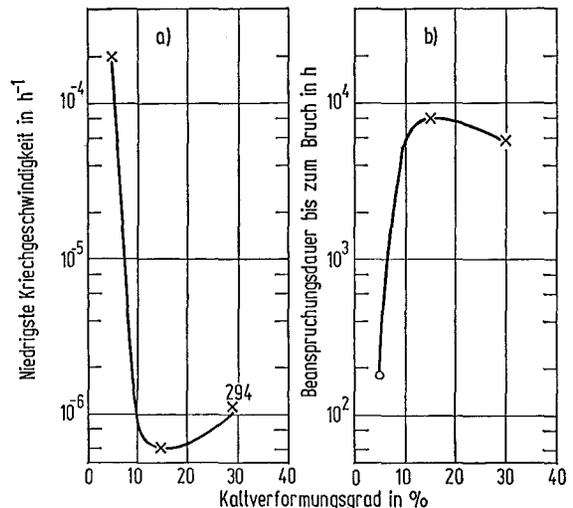


Bild 5. Einfluß des Grades der vorangegangenen Kaltverformung auf die in Zeitstandversuchen bei 650 °C unter der Beanspruchung 294 N/mm² ermittelte a) niedrigste Kriechgeschwindigkeit und b) die Beanspruchungsdauer bis zum Bruch bei dem Stahl X 10 NiCrMoTiB 15 15

Figure 5. Effect of the amount of the preceding coldforming on a) lowest creep rate determined in creep rupture tests at 650 °C under the load 294 N/mm² and b) the load time to rupture in the steel X 10 NiCrMoTiB 15 15

formungsgrades für Langzeitbeanspruchung bei 650 °C ermöglichen, so deuten sie doch darauf hin, daß er bei rd. 15% liegen wird. Für Beanspruchungstemperaturen von 600 °C scheint der günstigste Kaltverformungsgrad nach Schriftumsangaben<sup>16)</sup> bei rd. 20% zu liegen.

Beanspruchungsdauer bis zum Bruch  $t_B$  und Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}$  sind nun keineswegs voneinander unabhängige Größen, vielmehr besteht in erster Näherung die Beziehung

$$\lg t_B + m \cdot \lg \dot{\epsilon} = k,$$

wobei  $m$  und  $k$  werkstoffabhängige Größen sind. Die Größe

$$m = \frac{\Delta \lg t_B}{\Delta \lg \dot{\epsilon}}$$

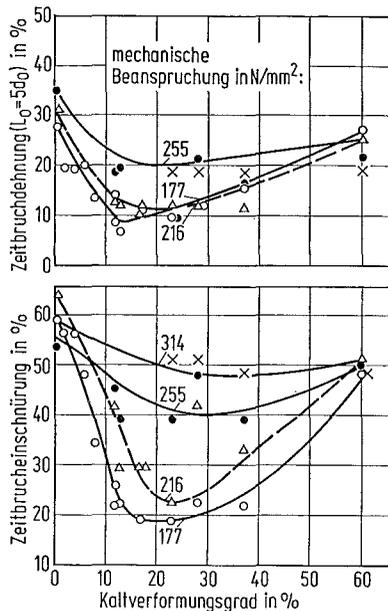
liegt für die Stähle X 10 NiCrAlTi 32 20 und X 8 CrNiMoNb 16 16 im lösungsgeglühten Zustand bei 0,8. Aus einem Vergleich dieser Werte mit den Werten

$$m^+ = \frac{\lg t_{B1} - \lg t_{B0}}{\lg \dot{\epsilon}_0 - \lg \dot{\epsilon}_1},$$

wobei  $\dot{\epsilon}_0$  und  $t_{B0}$  die Kriechgeschwindigkeit und Beanspruchungsdauer bis zum Bruch im lösungsgeglühten Zustand bei einer Spannung  $\sigma$  sind und  $\dot{\epsilon}_1$  und  $t_{B1}$  die entsprechenden Größen nach einer Kaltverformung, kann man Hinweise erhalten, wie unterschiedlich eine Kaltverformung die Standzeit und Kriechgeschwindigkeit beein-

flußt. Für den Stahl X 10 NiCrAlTi 32 20 ergeben sich aufgrund der in den *Bildern 1 und 2* wiedergegebenen Ergebnisse Werte für  $m^+$  zu 0,25 bis 0,33 und für X 8 CrNiMoNb 16 16 solche von 0,5 bis 0,66. Damit liegen sie deutlich unter den genannten  $m$ -Werten des lösungsgeglühten Zustandes der Werkstoffe, was bedeutet, daß die Kaltverformung die Kriechgeschwindigkeit stärker erniedrigt als sie die Beanspruchungsdauer bis zum Bruch erhöht. Die daraus abzuleitende Verstärkung der Bruchneigung durch eine Vorverformung zeigt sich auch bei metallographischen Untersuchungen anhand des verstärkten Auftretens interkristalliner Anrisse bei Proben mit „günstigstem“ Verformungsgrad.

Ein solches Verhalten sollte sich in der Abhängigkeit der Zeitbruchdehnung und Zeitbrucheinschnürung vom Verformungsgrad bemerkbar machen. Im *Bild 6* sind die Werte der Bruchdehnung und Einschnürung des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 bei 650 °C in Abhängigkeit vom Kaltverformungsgrad für verschiedene Spannungen wiedergegeben. Hierbei zeigt sich zunächst die erwartete, durch einen



**Bild 6.** Einfluß des Grades der vorangegangenen Kaltverformung auf die Zeitbruchdehnung und -einschnürung bei 650 °C für verschiedene mechanische Beanspruchungen bei dem Stahl X 8 CrNiMoNb 16 16

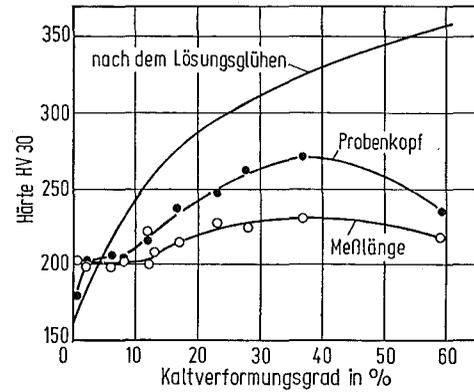
Figure 6. Effect of the amount of the preceding coldforming on the creep rupture elongation and creep rupture necking-down at 650 °C for different mechanical loads in the steel X 8 CrNiMoNb 16 16

Tiefstwert gekennzeichnete Abhängigkeit. Man erkennt jedoch darüber hinaus, daß der Tiefstwert in der Bruchdehnung und insbesondere in der Brucheinschnürung mit fallender Spannung, das heißt mit zunehmender Beanspruchungsdauer bis zum Bruch immer stärker ausgebildet wird, obwohl die Entfestigung des kaltverformten Gefüges mit der Zeit zunimmt. Dieses Ergebnis weist deutlich darauf hin, daß die starke Abnahme der Bruchdehnung und Brucheinschnürung nicht eine unmittelbare Folge der Kaltverformung ist, sondern auf das sich als Folge der langzeitigen Wechselwirkung zwischen den durch Verformung eingebrachten Gitterfehlern und den Carbidausscheidungen bildende Gefüge zurückzuführen ist.

In Übereinstimmung mit diesen Vorstellungen zeigt sich bei dem Werkstoff X 10 NiCrAlTi 32 20, der nur in sehr geringem Umfang eine Carbidausscheidung zeigt, keine derartige Abhängigkeit der Höhe des Bruchdehnungs- und

Brucheinschnürungstiefstwertes von der angelegten Spannung.

Hinweise auf die während des Zeitstandversuchs ablaufenden Ver- und Entfestigungsvorgänge liefern auch die Härte- werte der Proben im Probenkopf und in der Meßlänge sowie ein Vergleich dieser Werte mit der Ausgangshärte. Im *Bild 7* sind neben der Verfestigungskurve des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 die Härte- werte im Probenkopf und in der Meßlänge von gerissenen Zeitstandproben in Abhängigkeit vom Verformungsgrad wiedergegeben. Die Zeit- standbeanspruchung betrug bei allen Proben 177 N/mm<sup>2</sup>.



**Bild 7.** Zusammenhang zwischen Härte und Kaltverformungsgrad bei dem Stahl X 8 CrNiMoNb 16 16 sowie die Härte im Probenkopf und in der Meßlänge gebrochener Zeitstandproben nach dem Zeitstandversuch bei 650 °C in Abhängigkeit vom Grad der vorangegangenen Kaltverformung; mechanische Beanspruchung im Zeit- standversuch, bezogen auf den Ausgangsquerschnitt, 177 N/mm<sup>2</sup>

Figure 7. Relationship between hardness and amount of coldforming in the steel X 8 CrNiMoNb 16 16 as well as the hardness in the specimen head and in the gauge length of broken creep rupture test specimens after the creep rupture test at 650 °C as a function of the amount of the preceding coldforming; mechanical load in the creep rupture test, related to the initial cross section, 177 N/mm<sup>2</sup>

Die verhältnismäßig niedrigen Härte- werte im Bereich der Meßlänge der Proben zeigen zunächst, daß der Kriechvorgang die Entfestigung zumindest bei Vorverformungsgraden über 10% beschleunigt. Die starke Härteabnahme bei der um 60% vorverformten Probe ist, wie die metallographische Untersuchung zeigt, auf eine Rekristallisation zurückzuführen.

Wie ein Vergleich der *Bilder 3, 4 und 7* zeigt, ist kein Zusammenhang zwischen den Zeitstand- und Kriech- eigenschaften und der Härte vor oder nach dem Zeitstand- versuch erkennbar. Obwohl sich zum Beispiel die Kriech- geschwindigkeiten im Bereich der Vorverformung von 0 bis 12% um mehr als eine Zehnerpotenz unterscheiden, ist die Endhärte der Proben vom Verformungs- zustand nahezu unabhängig.

Die lichtmikroskopische Untersuchung der Proben der Stähle X 8 CrNiMoNb 16 16 und X 10 NiCrAlTi 32 20 ergab neben dem Nachweis des verstärkten Auftretens interkristalliner Risse und des Einsetzens einer Rekristallisation bei hohen Verformungsgraden nur im Falle des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 den Hinweis, daß die starke Ausscheidung von Carbiden an Korngrenzen bei lösungs- geglühten Proben während des Zeitstandversuches durch die Vorverformung verringert wird.

Dieser Hinweis konnte durch elektronenmikroskopische Durchstrahlungsaufnahmen zeitstandbeanspruchter Proben des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 bestätigt werden. Die in den folgenden Bildern wiedergegebenen Gefügeauf- nahmen sind alle in einem Abstand von rd. 5 bis 10 mm von der Bruchstelle der Probe aufgenommen worden.

Die Bilder 8a bis c zeigen das Gefüge von Proben im lösungsgeglühten, im 13% kaltverformten und im 60% kaltverformten Zustand nach dem Zeitstandversuch bei 650 °C unter einer Spannung von 177 N/mm<sup>2</sup>. Die lösungsgeglühte Probe zeigt ein Versetzungshaufwerk mit einer Reihe von Ausscheidungen, die einen Durchmesser von rd. 200 bis 400 Å haben. Die Korngrenzen sind stark mit zum Teil groben Ausscheidungen, bei denen es sich wahrscheinlich um M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> handelt, belegt. Auffallend ist der versetzungsarme Saum im Bereich der Korngrenzen, der vermutlich darauf zurückzuführen ist, daß die starken Korngrenzenausscheidungen eine frühzeitige Kohlenstoffverarmung des Mischkristalls im Korngrenzenbereich bewirken, so daß hier die Versetzungen nicht durch Carbidausscheidungen verankert werden.

dete Substruktur zurückzuführen. Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen wie auch die Messungen der Bruchdehnung und Härte an zeitstandbeanspruchten Proben lassen dies deutlich erkennen.

Die durch die Verformung eingebrachten Versetzungen bewirken eine beschleunigte Keimbildung und damit eine Erhöhung des Verteilungsgrades der Carbidausscheidungen, die ihrerseits durch ein Verankern der Versetzungen zu einer verhältnismäßig beständigen Substruktur führen. Die beobachteten Änderungen der Kriechgeschwindigkeit sind damit vermutlich sowohl auf die infolge der Erhöhung des Verteilungsgrades der Carbide wirksame Teilchenhärtung als auch auf die sich ausbildende Substruktur zurückzuführen. Diese qualitative Beschreibung der Ursachen der Kriechgeschwindigkeitsänderungen

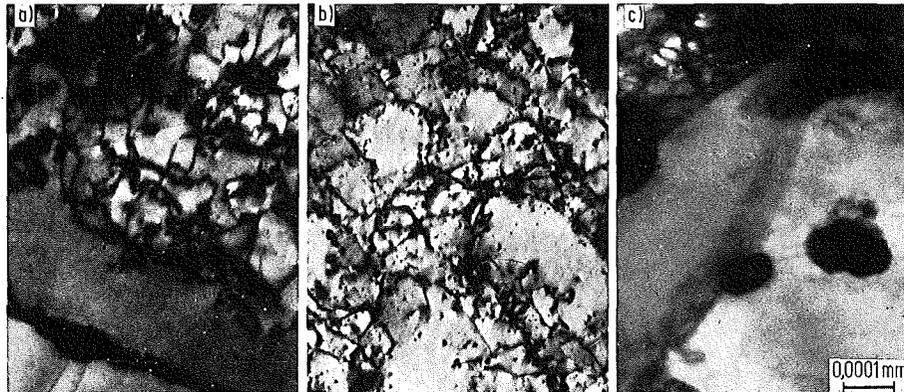


Bild 8. Elektronenmikroskopische Durchstrahlungsaufnahmen von gebrochenen Proben des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 nach Zeitstandversuchen bei 650 °C unter der mechanischen Beanspruchung 177 N/mm<sup>2</sup>; Ausgangszustand: a) lösungsgeglüht (Orig. 40 000 : 1); b) 13% kaltverformt (Orig. 78 000 : 1); c) 60% kaltverformt (Orig. 34 000 : 1)

Figur 8. Electron-microscopic radiographs of broken specimens of the steel X 8 CrNiMoNb 16 16 after creep rupture tests at 650 °C under the mechanical load 177 N/mm<sup>2</sup>; initial condition: a) solution heat-treated; b) 13% coldformed; c) 60% coldformed

Wie Bild 8b zeigt, bewirkt eine 13%ige Vorverformung eine stärker zellförmige Ausbildung der Versetzungsanordnung sowie eine feindisperse Ausscheidung sehr kleiner NbC-Teilchen, nämlich 10<sup>15</sup> bis 10<sup>16</sup> Teilchen je cm<sup>3</sup> mit einem Durchmesser von 50 bis 100 Å, die das Versetzungsnetzwerk in sich festigen. Im Gegensatz zum lösungsgeglühten Ausgangszustand beobachtet man in den um 13% verformten Proben keine versetzungsarmen Säume und in wesentlich geringerem Maße Korngrenzenausscheidungen.

Bemerkenswert ist, daß die sehr feinen NbC-Ausscheidungen auch nach mehreren 1000 h Auslagerung bei 650 °C keine meßbare Zunahme der Teilchengröße erkennen lassen.

Bei hohen Verformungsgraden (Bild 8c) beobachtet man neben Bereichen mit starkem Versetzungshaufwerk bereits rekristallisierte Körner mit niedriger Versetzungsdichte. Während feine Carbidausscheidungen nur in sehr geringem Umfang auftreten, findet man in stärkerem Maße sehr grobe Teilchen mit Durchmessern von rd. 1000 Å.

#### Erörterung der Versuchsergebnisse

Die Ergebnisse der vorliegenden Untersuchung haben zahlenmäßig bestätigt, daß die Zeitstand- und Kriech-eigenschaften warmfester austenitischer Stähle auch bei Langzeitbeanspruchung in starkem Maße durch eine vorhergehende Kaltverformung beeinflusst werden. Wie auch bereits von anderen Verfassern ausgeführt wurde, ist der Einfluß der Vorverformung eindeutig auf eine durch Wechselwirkung von Versetzungen und Ausscheidungen gebil-

durch eine Kaltverformung sagt jedoch nichts aus über die beobachtete Abhängigkeit der Kriech-eigenschaften vom Kaltverformungsgrad. Geht man davon aus, daß stark kaltverformte Proben während der Zeitstandbeanspruchung bei 650 °C rekristallisieren, so ist der durch einen Tiefstwert gehende Verlauf der Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Kaltverformungsgrad zunächst einmal qualitativ verständlich, doch erklären derartige Überlegungen nicht die Lage des Tiefstwertes. Es zeigt sich nämlich, daß Proben mit Verformungsgraden oberhalb des günstigsten Wertes nach der Zeitstandbeanspruchung eine noch höhere Verfestigung aufweisen als solche mit günstigstem Verformungsgrad (soweit man die Härte als Maß für die Verfestigung nehmen kann). Damit trifft eine mögliche Annahme vermutlich nicht zu, daß nämlich der günstigste Verformungsgrad demjenigen entspricht, der nach der Erholung bei Kriechverformung noch die höchste Härte aufweist. Abgesehen davon, daß die Härte nicht unbedingt als Maß für die Verfestigung herangezogen werden kann<sup>21</sup>), muß eine Substruktur, die eine niedrige Kriechgeschwindigkeit bei höherer Temperatur bewirkt, keineswegs auch eine hohe Festigkeit bei Raumtemperatur zur Folge haben.

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen an Proben des Stahls X 8 CrNiMoNb 16 16 haben gezeigt, daß durch die Kaltverformung sowohl die Versetzungsstruktur als auch der Ausscheidungszustand deutlich geändert werden. Die im Bereich des günstigsten Verformungsgrades beobachtete, durch Carbidausscheidung in sich gefestigte Versetzungsstruktur mit kleiner Maschenweite vermag wohl im Einklang mit bestehenden Vorstellungen über den Einfluß der Subkorngröße oder der Maschenweite des Ver-

setzungsnetzwerkes<sup>22) bis 24)</sup> die Erniedrigung der Kriechgeschwindigkeit qualitativ zu erklären, eine zahlenmäßige Beschreibung des Einflusses der Kaltverformung über die Änderung der Versetzungsstruktur ist jedoch noch nicht möglich.

Die nächste Frage ist, inwieweit die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit infolge Kaltverformung durch die Änderung des Ausscheidungsverhaltens erklärt werden kann. Aufgrund von Kriechuntersuchungen an ausgelagerten niobstabilisierten austenitischen Stählen mit unterschiedlicher Stapelfehlerenergie wurde an anderer Stelle vermerkt<sup>25)</sup>, daß das Kriechverhalten in diesen Stählen bei niedrigen Kriechgeschwindigkeiten unter rd.  $10^{-4}$ /h durch Entmischung von Niob und Kohlenstoff an den Versetzungen bestimmt wird und daß die Überwindung der ausgeschiedenen Carbideilchen durch Klettern der Versetzungen nicht der geschwindigkeitsbestimmende Vorgang ist. Das würde bedeuten, daß die Menge und der Verteilungsgrad der Carbideilchen keinen unmittelbaren Einfluß auf das Kriechverhalten haben.

Zu der gleichen Aussage in bezug auf das Kriechverhalten führten Zeitstandversuche an verschiedenen Chrom-Nickel-Stählen mit rd. 17% Cr und 11% Ni im lösungsgeglühten Zustand<sup>19)</sup>, bei denen sich kein systematischer Zusammenhang zwischen der TiC-Übersättigung und der Kriechgeschwindigkeit feststellen ließ. Das Kriechverhalten der genannten Stähle im kaltverformten Zustand schien demgegenüber durch den Gehalt an Carbideilchen bestimmt. Trifft dies zu, so sollte zumindest innerhalb eines bestimmten Verformungsbereiches die Abnahme der Kriechgeschwindigkeit auf eine Änderung des Verteilungsgrades der Carbidausscheidungen zurückzuführen sein. Nun haben die elektronenmikroskopischen Untersuchungen zwar eine Verringerung des Teilchenabstandes und der Teilchengröße durch die Kaltverformung gezeigt, doch sollten Änderungen im Teilchenabstand um den Faktor 2 bis 4, wie sie als Folge der Kaltverformung beobachtet wurden, nach keinem der bestehenden Ansätze<sup>25) 26)</sup> Änderungen der Kriechgeschwindigkeit um zwei Zehnerpotenzen bewirken. Selbst wenn man berücksichtigt, daß zusätzlich der Volumenanteil  $f$  der im Korninnern ausgeschiedenen Carbideilchen durch die Kaltverformung heraufgesetzt wird, während die Menge der Carbidausscheidungen an den Korngrenzen zurückgeht, lassen sich die beobachteten Kriechgeschwindigkeitsänderungen nicht unmittelbar auf die Erhöhung des Verteilungsgrades der Carbidausscheidungen zurückführen.

Der Einfluß der Carbidausscheidungen beruht demnach weniger auf einer Erhöhung der Zahl der Hindernisse beim Verformungsvorgang als vielmehr auf einer Festigung des durch die Verformung erzeugten Versetzungsnetzwerkes und damit einer Verzögerung der Erholungsvorgänge, worauf bereits von anderer Seite<sup>23) 24)</sup> bei der Erklärung des Kriechverhaltens von Legierungen mit Ausscheidungen hingewiesen wurde. Geht man davon aus, daß die Beständigkeit des Versetzungsnetzwerkes von der Menge der Carbidausscheidungen maßgeblich mitbestimmt wird und bei zunehmender Zahl von Carbideilchen zugleich die Maschenweite eines noch beständigen Versetzungsnetzwerkes abnehmen kann, so sollte die durch eine Kaltverformung erreichbare größte Erniedrigung der Kriechgeschwindigkeit bei Kohlenstoffgehalten unterhalb der Löslichkeit bei der Beanspruchungstemperatur null oder doch sehr klein sein und mit der Menge an ausscheidbaren Carbiden zunehmen.

In Bild 9<sup>27)</sup> ist das Verhältnis  $\dot{\epsilon}_{1sg}/\dot{\epsilon}_{kv}$  der Kriechgeschwindigkeit im lösungsgeglühten Zustand zu der niedrigsten,

durch Kaltverformung erreichbaren Kriechgeschwindigkeit für eine Reihe austenitischer Stähle in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt des Stahles aufgetragen.

Obwohl in dieser Auftragung eine Reihe von Parametern, wie Lösungsglüh-temperatur, Stabilisierungsverhältnis, mechanische Beanspruchung, das heißt Dauer des Zeitstand-

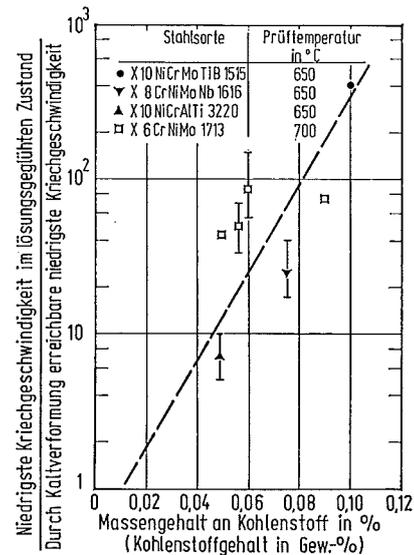


Bild 9. Einfluß des Kohlenstoffgehaltes auf die durch Kaltverformung erreichbare größte Erniedrigung der Kriechgeschwindigkeit im Zeitstandversuch bei 650 °C und 700 °C für verschiedene austenitische Stähle; Angaben für den Stahl X 6 CrNiMo 17 13 nach dem Schrifttum<sup>12) 19) 27)</sup>

Figure 9. Effect of the carbon content on the maximum decrease of the creep rate attainable by coldforming in the creep rupture test at 650 °C and 700 °C for different austenitic steels; data for the steel X 6 CrNiMo 17 13 as per literature<sup>12) 19) 27)</sup>

versuches bis zum Bruch, Einfluß sonstiger Legierungselemente, unberücksichtigt geblieben ist, läßt das Bild doch deutlich den Einfluß der Carbidgehalt in der bereits geschilderten Richtung erkennen. Man kann annehmen, daß ein Stahl, bei dem eine Carbidausscheidung teilweise schon vor der Verformung eingetreten ist, eine geringere Kriechgeschwindigkeiterniedrigung durch Kaltverformung aufweist, als wenn er im lösungsgeglühten Zustand kaltverformt wird, da nach den geschilderten Vorstellungen nur die Carbidausscheidung nach der Verformung die starken Änderungen bewirkt.

In der Erörterung des Einflusses der Vorverformung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten wurden bisher nicht berücksichtigt die Art der Verformung, die Verformungstemperatur sowie möglicherweise auftretende Verformungstexturen.

Die Ergebnisse einiger weniger vergleichender Versuche lassen keinen merklichen Unterschied zwischen dem Einfluß einer Verformung durch Walzen oder durch Rundhämmern erkennen, doch bedarf es noch eingehender Untersuchungen, um genaue Aussagen machen zu können.

Die zur stärksten Kriechgeschwindigkeiterniedrigung führenden Verformungsgrade liegen mit 10 bis 20% zu niedrig, um zu ausgeprägten Texturen zu führen, so daß eine Abhängigkeit der Kriechgeschwindigkeit von der Verformungsrichtung über eine Textur kaum zu erwarten ist.

Erste Ergebnisse einer derzeit laufenden Forschungsarbeit, in der der Einfluß der Verformungstemperatur untersucht wird, deuten darauf hin, daß Verformungen bei 650 °C nahezu die gleiche Wirkung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten des Stahles X 8 CrNiMoNb 16 16 haben wie Verformungen bei Raumtemperatur.

## Zusammenfassung

An den drei Werkstoffen X 8 CrNiMoNb 16 16, X 10 NiCrMoTiB 15 15 und X 10 NiCrAlTi 32 20 wurde der Einfluß der Kaltverformung auf das Zeitstand- und Kriechverhalten bei 650 °C untersucht. Dabei zeigte sich, daß mit der Spannung als Parameter die Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und die niedrigste Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Verformungsgrad einen Höchstwert bzw. einen Tiefstwert durchlaufen. Der zur längsten Beanspruchungsdauer bis zum Bruch und zur geringsten Kriechgeschwindigkeit führende Verformungsgrad nahm mit fallender Spannung ab und näherte sich für eine lange Beanspruchungsdauer bis zum Bruch Werten zwischen 10 und 15 %, je nach Werkstoff. Die durch die Vorverformung erreichbare größte Kriechgeschwindigkeiterniedrigung, verglichen mit dem Wert für den lösungsgeglühten Zustand, war von der Menge der nach der Verformung ausgeschiedenen Carbide abhängig und erreichte im Falle des Werkstoffs X 10 NiCrMoTiB 15 15 ungefähr den Faktor 400. Die Kriechgeschwindigkeit wurde in stärkerem Maße durch die Verformung beeinflusst als die Beanspruchungsdauer bis zum Bruch.

In der Erörterung der Versuchsergebnisse wurde gezeigt, daß die Änderungen des Zeitstand- und Kriechverhaltens durch die Kaltverformung im wesentlichen auf die Ausbildung einer durch sehr feine Carbidausscheidung gefestigten Substruktur zurückzuführen sind.

## Summary

The effect of coldforming on the creep rupture- and creep behaviour at 650 °C was examined on the three materials X 8 CrNiMoNb 16 16, X 10 NiCrMoTiB 15 15, and X 10 NiCrAlTi 32 20. It revealed that, with the stress as parameter, the load time to rupture and the lowest creep rate as a function of the amount of deformation pass a maximum resp. minimum value. The amount of deformation leading to the longest load time to rupture and to the lowest creep rate decreased with diminishing stress and approached for a long load time to rupture values between 10 and 15 % differing according to the material. The maximum creep rate decrease attainable by preforming, as compared with the value for the solution heat-treated condition, was dependent on the amount of the carbides precipitated after the deformation and reached in the case of the material X 10 NiCrMoTiB 15 15 approximately the factor 400. The creep rate was to a greater extent influenced by the deformation than the load time to rupture.

The discussion of the test results disclosed that the variations of the creep rupture- and creep behaviour by coldforming are essentially due to the formation of a substructure consolidated by a very fine precipitation of carbides.

## Schrifttum

- 1) Zschokke, H.: Brown-Boveri-Mitt., 33 (1946) S. 227/35.
- 2) Jenkins, W. D., u. T. G. Digges: Trans. Amer. Soc. Metals 42 (1950) S. 1128/30.
- 3) Sherby, O. D., u. J. E. Dorn: Trans. Amer. Soc. Metals 43 (1951) S. 611/34.
- 4) Sherby, O. D., A. Goldberg u. J. E. Dorn: Trans. Amer. Soc. Metals 46 (1954) S. 681/700.
- 5) Shahinian, P.: Trans. Amer. Soc. Metals 48 (1956) S. 952/70.
- 6) Lula, R. A., A. J. Lena u. H. M. Johnson: Trans. Amer. Soc. mech. Eng. 79 (1957) S. 921/26.
- 7) Grant, N. J., u. A. G. Bucklin: Trans. Amer. Soc. Metals 45 (1953) S. 151/76.
- 8) Grant, N. J., A. R. Chaudhuri, I. R. Silver u. D. C. Ganow: Trans. metallurg. Soc. AIME 215 (1959) S. 540/44.
- 9) Goldberg, A.: J. Iron Steel Inst. 204 (1966) S. 268/77.
- 10) Böhm, H., u. M. Schirra: Z. Metallkde. 60 (1969) S. 879/85.
- 11) Vgl. Arch. Eisenhüttenwes. 28 (1957) S. 245/323 u. 673/730; 33 (1962) S. 27/60.
- 12) Garofalo, F., F. von Gemmingen u. W. F. Domis: Trans. Amer. Soc. Metals 54 (1961) S. 430/44.
- 13) Bungardt, K., u. G. Lennartz: Arch. Eisenhüttenwes. 34 (1963) S. 531/46.
- 14) Henry, G., u. J. Philibert: Mém. sci. Rev. Métallurg. 67 (1970) S. 233/51.
- 15) Lauritzen, T.: GEAP-13897, AEC Research and Development Report, January 1972. San José, Calif.
- 16) Egnell, L., R. Kiessling u. N. G. Persson: Sandvik 12R72. Evaluation of its properties as canning material. In: Fast Reactors. Conf.-Bericht Dez. 1971. Sandviken, Sweden.
- 17) Steinen, A. von den: Hochwarmfeste austenitische Stähle: Konventionelle Eigenschaften. In: Hüllwerkstoffe für schnelle Brutreaktoren. [Hrsg.:] Gesellschaft für Kernforschung mbH. Karlsruhe 1969. S. 207/21.
- 18) Branch, G. D., A. Wickens u. D. W. C. Baker: Arch. Eisenhüttenwes. 43 (1972) S. 833/37.
- 19) Williams, T. M., u. D. R. Harries: AERE-Report Nr. 7173, Harwell 1972.
- 20) Straalsund, J. J., H. R. Brager u. J. J. Holmes: Effect of cold-work on void formation in austenitic stainless steel. In: Proceedings of the 1971 International Conference on radiation induced voids in metals. Albany, N. Y., USAEC-Sympos. Ser. 26.)
- 21) Böhm, H.: Z. Metallkde. 54 (1963) S. 224/28.
- 22) Mukherjee, A. K., J. E. Bird u. J. E. Dorn: Trans. Amer. Soc. Metals 62 (1969) S. 155/79.
- 23) Lagneborg, R.: J. Mater. Sci. 3 (1968) S. 596/602.
- 24) Ilschner, B.: In: Eigenschaften warmfester Stähle. Internationale Tagung, Düsseldorf, 3.—5. Mai 1972. Bd. 2. [Hrsg.:] Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle, Verein Deutscher Eisenhüttenleute. Düsseldorf 1972. S. 1/8.
- 25) Russell, B., R. K. Ham, J. M. Silcock u. G. Willoughby: Metal Sci. J. 2 (1968) S. 201/09.
- 26) Ansell, G. S.: Mechanical properties in two-phase alloys. In: Physical metallurgy. Hrsg. R. W. Cahn. Amsterdam 1965. S. 887/924.
- 27) Pearlman, H.: Private Mitt.