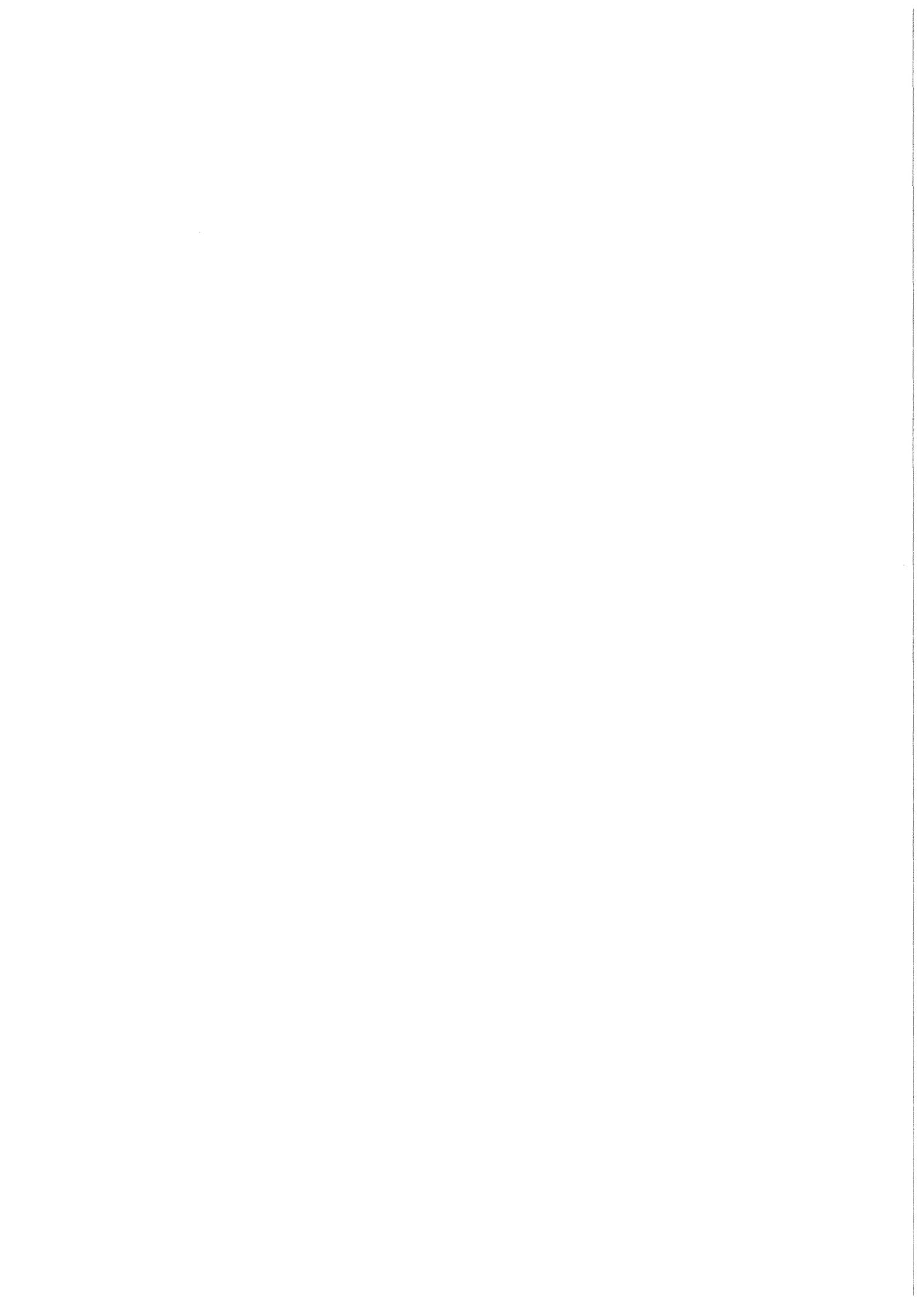


KfK 4086  
Januar 1987

**Bestimmung der  
Kriechmechanismen am  
SNR-Strukturwerkstoff  
X6 Cr Ni 1811 (DIN 1.4948) aus  
den Strukturuntersuchungen**

R. Groß, B. Bennek-Kammerichs  
Institut für Material- und Festkörperforschung  
Projekt Schneller Brüter

**Kernforschungszentrum Karlsruhe**



KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material- und Festkörperforschung  
Projekt Schneller Brüter

KfK 4086

Bestimmung der Kriechmechanismen am SNR-Strukturwerkstoff  
X6 CrNi 1811 (DIN 1.4948) aus den Strukturuntersuchungen

R. Groß, B. Bennek-Kammerichs

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH., Karlsruhe

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

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH  
Postfach 3640, 7500 Karlsruhe 1

ISSN 0303-4003

## Kurzfassung

An gebrochenen Zeitstandproben des Stahls X6 CrNi 18 11 (DIN 1.4948) wurden - ergänzend zum KfK-Bericht 3397 - metallographische Untersuchungen durchgeführt, die sich vorwiegend mit den Gefügeänderungen an den Korngrenzen während des Kriechprozesses befassten. Die Ergebnisse wurden in Relation zu den mechanischen Kriechdaten gesetzt und daraus auf die verschiedenen, temperatur- und spannungsabhängigen Kriechmechanismen geschlossen. Interessante Beobachtungen über die Umwandlung von Korngrenzenkarbiden in  $\sigma$ -Phase im Zusammenhang mit Korngrenzengleitvorgängen konnten gemacht werden. Aufgrund der spannungs- und temperaturabhängigen Gefügeänderungen ist die Extrapolation von Kriecheigenschaften zu Spannungen und Temperaturen, die unterhalb der in dieser Untersuchung verwendeten liegen, sehr problematisch.

## Abstract

Determination of the Creep Mechanisms of the SNR Structural Material X6CrNi 1811 (DIN 1.4948) derived from Microstructural Investigations.

As a supplement for KfK-report 3397 we have studied the structure variations at the grain boundaries in broken creep specimens of stainless steel X6 CrNi 18 11 (DIN 1.4948). The results of this study we have put in relation to the dates of the mechanical creep tests. From this we concluded on the different creep mechanism which are dependent from the test temperature and the test stress. In correlation with the grain boundary gliding we have made interesting observations of the transformation of grain boundary carbides to particles of  $\sigma$ -phase. Because the material structure changes with stresses and temperatures it is very problematic the creep properties to extrapolate to smaller stresses and temperatures as used in the tests.

GLIEDERUNG

1.	Einleitung	10
2.	Kriechcharakteristik und Mikrostruktur	10
2.1	Der ermittelte Spannungsexponent des Kriechens	10
2.2	Einfluss der Matrixausscheidungen	11
2.3	Einfluss anderer Kriechmechanismen	13
2.3.1	bei Prüftemperatur 750° C	13
2.3.2	bei Prüftemperatur 700° C	17
2.3.3	bei Prüftemperatur 650° C	21
2.3.4	bei Prüftemperatur 600° C	24
2.3.5	bei Prüftemperatur 550° C	24
2.3.6	Vereinfachende Zusammenfassung des Einflusses der Kriechmechanismen	27
3.	Aktivierungsenergie und Kriechmechanismen	29
3.1	$\dot{\epsilon}_{pmin}$ proportional $\sigma_o^n / E \exp(-Q_C / RT)$	29
3.2	$\dot{\epsilon}_{min}$ proportional $([\sigma_o - \sigma_F] / E)^q \exp(-Q_C' / RT)$	31
4.	Anrisstyp und Bruchflächenstruktur	32
5.	Zusammenfassung	35
	Literaturverzeichnis	39

Verzeichnis der Tabellen

- Tabelle 1 Die geschätzten Werte der Friktionsspannung  $\sigma_F$
- Tabelle 2 Die verwendeten metallographischen Ätzverfahren zur Gefügeentwicklung
- Tabelle 3 Werte zur Ermittlung der Aktivierungsenergie des Kriechens bei konstantem Faktor  $(\sigma_0 - \sigma_F)/E$  im Bereich mittlerer Prüfspannungen

Verzeichnis der Abbildungen

- Abb. 1 Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung
- Abb. 2 Abweichung der Kriechcharakteristik  $\dot{\epsilon}_{\text{pmin}}$  vs.  $\sigma_0/E$  von einer Geraden  $\log \dot{\epsilon}_{\text{pmin}} = n \log \sigma_0 + A$ ; Einfluss des Korn-grenzengleitens und der Matrixkarbide
- Abb. 3 Kriechcharakteristik nach Evans und Knowles
- Abb. 4 Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 120 MPa, 4.6 h, dynamische Rekristalli-sation
- Abb. 5 Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 110 MPa, 7.3 h, Verformungsmartensit
- Abb. 6 Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 80 MPa, 41 h
- Abb. 7a Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 70 MPa, 83 h
- Abb. 7b Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 70 MPa, 83 h
- Abb. 8 Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 60 MPa, 201 h, starke Mikroseeigerung
- Abb. 9 Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 40 MPa, 1226 h, schwache Mikroseeigerung
- Abb. 10 Schliffbild: 750<sup>o</sup> C, 30 MPa, 5268 h, Spannungsrisskorrosion
- Abb. 11 Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 130 MPa, 24 h

Abb. 12 Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 100 MPa, kontinuierliche, ferritisierte Zone

Abb. 13 Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 90 MPa, 176 h, Tripelpunktanrisse

Abb. 14 Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 80 MPa, 407 h, Mikroseeigerungen

Abb. 15a+b Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 70 MPa, 866 h, Mikroanrisse

Abb. 16 Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 60 MPa, 2023 h, Tripelpunktanrisse

Abb. 17 Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 50 MPa, 6035 h,  $\sigma$ -Phase

Abb. 18a+b Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 50 MPa, 6035 h, Mikrorisse

Abb. 19a+b Schliffbild: 700<sup>o</sup> C, 50 MPa, 6035 h, Mikrorisse

Abb. 20 Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 190 MPa, 16 h, Korngrenzenmartensit

Abb. 21 Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 180 MPa, 29 h, "Stengelkarbide"

Abb. 22 Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 160 MPa, 73 h, Tripelpunktanrisse

Abb. 23 Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 140 MPa, 144 h

Abb. 24a Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 130 MPa, 468 h, Korngrenzenmartensit

Abb. 24b Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 130 MPa, 468 h, "Stengelkarbide"

Abb. 25a+b Schliffbild: 650<sup>o</sup> C, 120 MPa, 527 h

- Abb. 26 Schliffbild: 650° C, 120 MPa, 527 h
- Abb. 27 Schliffbild: 650° C, 120 MPa, 527 h, "Stengelkarbide"
- Abb. 28 Schliffbild: 650° C, 120 MPa, 527 h, Ferrit mit  $\sigma$ -Phase
- Abb. 29 Schliffbild: 650° C, 120 MPa, 527 h, Einspannkopf
- Abb. 30 Schliffbild: 650° C, 100 MPa, 1923 h, Mikroverzerrungen und  
Mikroanrisse
- Abb. 31 Schliffbild: 650° C, 100 MPa, 1923 h
- Abb. 32 Schliffbild: 650° C, 100 MPa, 1923 h
- Abb. 33 Schliffbild: 650° C, 100 MPa, 1923 h
- Abb. 34 Schliffbild: 650° C, 90 MPa, 2942 h
- Abb. 35a+b Schliffbild: 650° C, 90 MPa, 2942 h
- Abb. 36a,b+c Schliffbild: 650° C, 80 MPa, 6021 h
- Abb. 37a+b Schliffbild: 650° C, 80 MPa, 6021 h, Mikroanrisse
- Abb. 38a,b,c,d Schliffbild: 650° C, 80 MPa, 6021 h, verschiedene  
Nachweisätzungen
- Abb. 40 Schliffbild: 650° C, 60 MPa, 32045 h, Mikrorisse
- Abb. 41 Schliffbild: 650° C, 60 MPa, 32045 h, Einspannkopf

Abb. 42 Schliffbild: 550° C, 230 MPa, 1080 h

Abb. 43 Schliffbild: 550° C, 230 MPa, 1080 h

Abb. 44 Schliffbild: 550° C, 230 MPa, 1080 h, "Stengelkarbide" an  
Zwillingsgrenzen

Abb. 45 Schliffbild: 550° C, 230 MPa, 1080 h, "Stengelkarbide"

Abb. 46a+b Schliffbild: 550° C, 210 MPa, 2770 h

Abb. 47 Schliffbild: 550° C, 190 MPa, 7410 h

Abb. 48 Dehnung  $\epsilon_{\dot{\epsilon}_{gg}}$  bei der geringsten gemessenen Dehngeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{gg}$  als Hilfsgrösse zur Bestimmung des dominierenden Kriechmechanismus im primären Kriechabschnitt

Abb. 49 Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens bei  $\sigma_0 = \text{konstant}$

Abb. 50 Spannungsabhängigkeit der ermittelten Aktivierungsenergie

Abb. 51 Vorherrschender Anrisstyp und Bruchdehnung

Abb. 52 Vorherrschender Bruchtyp und Brucheinschnürung

Abb. 53 Bruchbild: 600° C, 220 MPa, 66 h, duktiler, transkristalliner  
Bruch mit geringen Sprödbbruchanteilen

Abb. 54 Bruchbild: 600° C, 200 MPa, 187 h, duktiler, transkristalliner

Bruch mit geringen Sprödbbruchanteilen

- Abb. 55 Bruchbild: 600<sup>o</sup> C, 135 MPa, 5360 h, Mischbruch
- Abb. 56a+b Bruchbild: 600<sup>o</sup> C, 105 MPa, 16325 h, interkristalliner Bruch  
mit "Poren" um Korngrenzenausscheidungen
- Abb. 57 Bruchbild: 700<sup>o</sup> C, 140 MPa, 14.5 h, duktiler, transkristalliner  
Bruch
- Abb. 58a Bruchbild: 700<sup>o</sup> C, 70 MPa, 866 h, transkristalliner Anteil
- Abb. 58b Bruchbild: 700<sup>o</sup> C, 70 MPa, 866 h, interkristalliner Anteil
- Abb. 59a Bruchbild: 700<sup>o</sup> C, 50 MPa, 6035 h
- Abb. 59b Bruchbild: 700<sup>o</sup> C, 50 MPa, 6035 h, oberflächige Rekristalli-  
sation
- Abb. 60a+b Bruchbild: 700<sup>o</sup> C, 30 MPa, 4260 h
- Abb 61 Schliffbild: Bruchzone, 700<sup>o</sup> C, 50 MPa, 6035 h, oberflächige  
Rekristallisation
- Abb. 62 Schliffbild: Bruchzone, 750<sup>o</sup> C, 30 MPa, 5286 h, oberflächige  
Rekristallisation
- Abb. 63 Ergebnisse der quantitativen elektronenmikroskopischen (TEM)  
Ausscheidungserfassung

## 1. Einleitung

Das umfangreiche Probenmaterial der Charge GW 206 vom Stahl 1.4948 aus Zeitstandversuchen, welche für die Auslegung des SNR-300 erforderlich waren, gab Anlass zu eingehenderen metallographischen Untersuchungen mit dem Ziel ungewöhnliches Kriechverhalten aus den Gefügeänderungen zu erklären. Die Strukturuntersuchungen, über die im KfK Bericht 3397 /1/ berichtet wurde, basieren im wesentlichen auf quantitativen Untersuchungen des Ausscheidungsverhaltens, wie es sich in den gebrochenen Proben nach beendetem Zeitstandversuch darstellte. Hierbei wurde den transmissions-elektronenmikroskopischen (TEM) Beobachtungen die grösste Aufmerksamkeit geschenkt. Die lichtmikroskopischen Untersuchungen der metallographischen Schlitze wurde nur routinemässig durchgeführt. Dadurch wurden zwangsläufig Veränderungen des Mikrogefüges an den Korngrenzen vernachlässigt. In dieser ergänzenden Arbeit sollen die Vorgänge an den Korngrenzen bevorzugt betrachtet werden. Während der Arbeit wurde klar, dass einige Berichtigungen bezüglich der Art der Korngrenzenausscheidungen gegenüber dem KfK-Bericht 3397 notwendig sind.

## 2. Kriechcharakteristik und Mikrostruktur

### 2.1 Der ermittelte Spannungsexponent des Kriechens

Für die technische Auslegung eines Werkstücks, bzw. ganzer technischer Anlagen, geht man davon aus, dass die minimale Kriechgeschwindigkeit,  $\dot{\epsilon}_{pmin}$ , gemäss der Norton'schen Kriechbeziehung nach einer Potenzgleichung von der Prüfspannung abhängt ( $\dot{\epsilon}_{pmin} = k \sigma_o^n$ ) /1/. Aus einer graphischen Darstellung  $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$  vs.  $\log \sigma_o$  (Abb. 1) ermittelt man den Spannungsexponenten n, indem man eine Ausgleichsgerade durch die Messpunkte legt und hat somit einen wichtigen technischen Wert erhalten. Die Norton'sche Beziehung berücksichtigt aber nicht

die Einflüsse der Versuchsführung auf den Werkstoff, z.B. die plastische Verformung bei Prüfspannungen oberhalb der Streckgrenze und das, besonders bei dem hier untersuchten Stahl, dadurch beeinflusste Ausscheidungsverhalten. Darum ergeben sich Abweichungen von der postulierten Geraden. Bei der Charge GW 206 des Stahls X6 CrNi 18 11 (1.4948) erhält nach dieser Methode die Gerade einen Knick mit zwei  $n$ -Werten je Temperatur, der suggeriert, dass der Stahl bei niedrigen Prüfspannungen ein günstigeres Kriechverhalten hat als bei höheren /1/.

## 2.2 Einfluss der Matrixausscheidungen

Gesteht man den scheinbaren Wertestreungen eine Aussagefähigkeit über Änderungen im Mikrogefüge des Stahls zu, dann wird eine Differenzierung der Kriechbeziehung notwendig und aus den vorangegangenen Strukturuntersuchungen /1/ wissen wir, dass die Versetzungsstruktur in Verbindung mit Ausscheidungen entsprechende Gefügeänderungen bewirken kann.

In Abb. 2 ist nun die technisch ermittelte minimale Kriechgeschwindigkeit /1/ gegen die Prüfspannung aufgetragen und einer linearen Abhängigkeit der Form  $\log \dot{\epsilon}_{\text{pmin}} \propto n \log \sigma_0$  gegenübergestellt. Oberhalb einer bestimmten Prüfspannung  $\sigma_0 = \sigma_z$  /1/ weichen die gemessenen Werte systematisch von der angenommenen Geraden ab. Nimmt man Streuungen in Kauf dann kann man eine etwa parallele Gerade, verschoben zu geringeren minimalen Kriechgeschwindigkeiten, hindurchlegen. Das bedeutet, dass hier die Kriechcharakteristik annähernd einer Potenzbeziehung gehorcht und der Kriechprozess im wesentlichen von gleicher Art ist. In /1/ gingen wir davon aus, dass es sich um Versetzungskriechen handelt.

Unterhalb der Prüfspannung  $\sigma_0 = \sigma_z$  ändert sich die Kriechcharakteristik. Der teilweise unstete Verlauf lässt mehrere Einflüsse auf das Kriechgeschehen vermuten. In /1/ wurde aufgrund der TEM-Untersuchungen den Matrixausscheidungen vom Typ  $M_{23}C_6$ , die sich nach sorgfältiger Lösungsglühung des Materials vor der

Zeitstandprüfung bereits vor dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit gebildet haben, der grösste Einfluss zugeschrieben. Es ist also eine zweite fein verteilte Phase, die nicht nur mit der Temperatur sondern auch mit der Prüfspannung und der Zeit ihre Konzentration, Menge und Partikelgrösse ändert, in ihrer Wirkung auf den Kriechprozess zu berücksichtigen. Das haben Tavassoli /2/ sowie Evans und Knowles /3/ mit der Abänderung der Beziehung der minimalen Kriechgeschwindigkeit zur Prüfspannung getan, indem sie eine Schwellen- und Friktionsspannung  $\sigma_F^x$  einführten, oberhalb der während des Kriechens Versetzungen erzeugt werden können und grössere Verformungen beobachtet werden, bzw. unterhalb der Erholung durch Klettern der Versetzungen nicht stattfinden kann. Die Kriechbeziehung erhält dann die Form  $\dot{\epsilon}_{pmin} \propto \left(\frac{\sigma_o - \sigma_F}{E}\right)^q$  oder in Norton-Arrhenius-Schreibweise  $\dot{\epsilon}_{pmin} \propto \left(\frac{\sigma_o - \sigma_F}{E}\right)^q \cdot \exp\left(\frac{Q_c}{RT}\right)$ , wo  $Q_c$  die beobachtete Aktivierungsenergie des Kriechens ist. Trifft diese Form der Kriechbeziehung bei Überwiegendem Versetzungskriechen für den untersuchten Stahl zu, so muss ein Messwertdiagramm  $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$  vs.  $\log \frac{\sigma_o - \sigma_F}{E}$  Geraden mit der Steigung  $q$  ergeben. Die Schwierigkeit liegt aber in der Bestimmung von  $\sigma_F$  unter Ausschaltung des Einflusses möglicher weiterer Kriechmechanismen, da Messwerte in der Nähe von  $\sigma_o = \sigma_F$  aus naheliegenden Gründen nicht vorhanden sind. Mit Hilfe der Abb. 2 wurde rein visuell eine grobe Abschätzung der Werte von  $\sigma_F$  vorgenommen und Abb. 3 (Tabelle 1) erstellt. Unterhalb  $\sigma_o = \sigma_z$  gruppieren sich dann die Messwerte jeweils um eine Gerade, ausgenommen die Werte bei den zwei bis drei niedrigsten Prüfspannungen. Sie streuen stärker. Die Steigungen  $q$  der Geraden liegen für die Prüftemperaturen 750 und 700° C bei 5.6 und für 650 und 600° C bei 6.2. Der Bereich hoher Prüfspannungen,  $\sigma_o > \sigma_z$ , ist deutlich dagegen abgesetzt. Demnach kann man annehmen, dass in einem mittleren Prüfspannungsbereich

x In /2/ wird für die Schwellenspannung die Bezeichnung  $\sigma_o$  benutzt. Weil in dieser Arbeit gemäss DIN 50118 mit  $\sigma_o$  die Prüfspannung bezeichnet wird, haben wir für die Schwellenspannung  $\sigma_F$  verwendet.

die Kriechcharakteristik im wesentlichen vom Versetzungskriechen mit Behinderung durch die feinverteilten Matrixausscheidungen vom Typ  $M_{23}C_6$  bestimmt wird. Andere Kriechmechanismen scheinen dem überlagert zu sein und mit abnehmender Prüfspannung an Bedeutung zu gewinnen.

### 2.3 Einfluss anderer Kriechmechanismen

Die lichtmikroskopischen Untersuchungen der metallographischen Längsschliffe bei höheren Vergrößerungen gab, nach Anwendung spezieller Ätzverfahren (Tabelle 2), Aufschluss über weitere bis zum Bruch abgelaufene Kriechmechanismen. So wurden in fast allen Proben Hinweise auf stattgefundenes Korngrenzgleiten beobachtet, das sich aber, je nach Wechselwirkung mit den Korngrenzenausscheidungen und den korngrenzennahen Matrixkarbiden, in unterschiedlicher Weise darstellt. Es ist im Einzelfall zu prüfen, in welchem Kriechabschnitt das Korngrenzgleiten stattfand und ob es einen Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit und damit auf die Kriechcharakteristik hatte. Da die Ausscheidungsbildung im ursprünglich lösungsgeglühten Material über Versetzungsdichte, -anordnung, -laufgeschwindigkeit und Versuchsdauer von der Prüfspannung beeinflusst wird, sind die durch verschiedene Kriechmechanismen verursachten Gefügeänderungen bestimmten Prüfspannungsbereichen zuzuordnen.

#### 2.3.1 $T = 750^{\circ}C$

Beginnend bei der höchsten Prüftemperatur dieser Untersuchung finden wir bei 120 MPa Prüfspannung nach dem Bruch ein stark verformtes Korn mit ausgedehnten, feinkörnigen und austenitisch rekristallisierten Bezirken (Abb. 4), auf deren neuen Korngrenzen kaum und im Korninnern nur wenige Karbide sichtbar sind. D.h., die erkennbare dynamische Rekristallisation hat erst nach der Bildung dieser Ausscheidungen stattgefunden. Ein zweites Indiz dafür sind die noch erkennbaren alten Korngrenzenkarbide, die mitten durch die rekristallisierten Bezirke gehen und bei der kurzen Standzeit (4.6 h) nicht genügend Zeit hatten

sich aufzulösen. Auf die Umstände unter denen sich Karbide des Typs  $M_{23}C_6$  auflösen wird später eingegangen. Wir folgern daraus, dass die dynamische Rekristallisation die technisch ermittelte minimale Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  (Abb. 1) nicht beeinflusst hat. Weiter deutet die Anordnung eines grossen Teiles der Matrixkarbide in den grossen Körnern auf Subkorngrenzen oder mindestens Versetzungszellwände hin, die als Erholungsgefüge erst im stationären (sekundären) Kriechabschnitt - also nach dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit - auftreten. Ein anderer Teil der Matrixkarbide ist in den Gleitebenen angeordnet und sicher erst im tertiären Kriechabschnitt entstanden.

Ausser den beschriebenen Details sind an einigen Korngrenzen Korngrenzenwanderungserscheinungen in Form kleiner Ausbuchtungen der Korngrenzen zwischen Korngrenzenausscheidungen zu beobachten. Nach /4/ ist diese Korngrenzenwanderung eine notwendige Folge des Korngrenzengleitens an solchen Korngrenzen die nicht von einer partikelfreien Zone begleitet sind. D.h. in diesem Falle, dass das Korngrenzengleiten erst nach dem Auftreten erster Matrixkarbide in Korngrenzennähe stattgefunden hat. Unter Berücksichtigung der Anordnung der sichtbaren Matrixkarbide - wie schon beschrieben - kann das Korngrenzengleiten die minimale Kriechgeschwindigkeit nicht mehr beeinflussen haben. Bei der hohen Prüfspannung findet bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit offenbar nur Versetzungskriechen statt.

Bei 110 MPa Prüfspannung ist nach dem Bruch das Korn weniger verformt. Die Anordnung der lichtmikroskopisch sichtbaren Matrixkarbide deutet auch hier auf Subkorngrenzen oder Versetzungszellwände und Gleitebenen als Nukleationsorte hin (Abb. 5). Sie können also - wie bei 120 MPa Prüfspannung - noch keinen Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit gehabt haben. Dynamische Rekristallisation und Korngrenzenwanderung ist nur in unmittelbarer Bruchnähe beobachtet worden, wie bei allen Proben die bei ausreichend hoher Temperatur geprüft wurden, und hat auf die minimale Kriechgeschwindigkeit keinen Einfluss.

Aber ein anderes Korngrenzenphänomen deutet auf Korngrenzengleitvorgänge hin, die die minimale Kriechgeschwindigkeit beeinflussen haben können. Es sind winzige Kristallite von Verformungsmartensit an den Korngrenzen, wie sich bei spezielleren Untersuchungen an anderen Proben herausstellte. Sie entstehen beim Korngrenzengleiten durch die Spannungsspitzen an den harten Korngrenzenkarbiden, wenn um die Korngrenze eine partikelfreie Zone besteht /4/, /5/ und /6/. Das Schliffbild zeigt aber bis dicht an die Korngrenze reichende Matrixkarbide, deren Konzentration nur von Seigerungszone zu Seigerungszone schwankt. Danach müssen die den Martensit verursachenden Verformungen vor dem Auftreten der Matrixkarbide stattgefunden haben. Das Korngrenzengleiten kann sich daher bereits kriechfördernd auf die minimale Kriechgeschwindigkeit ausgewirkt haben, muss aber nicht.

Der bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit bestimmende Kriechvorgang ist auch bei 110 MPa Prüfspannung das Versetzungskriechen. Das gleiche gilt für die mit 100 und 90 MPa geprüften Proben.

Mit abnehmender Prüfspannung kommen beim Versetzungskriechen die Matrixkarbide als kriechbehindernder Gefügebestandteil ins Spiel. Ihre Wirkung wird, abhängig von der Prüfspannung, weniger oder mehr kompensiert durch das Korngrenzengleiten. Diese Vorgänge zeigen sich im Schliffbild der gebrochenen Proben darin, dass die kleinen Martensitinseln verschwunden sind und etwas grossflächigeren Spuren der Korngrenzenwanderung Platz gemacht haben. In dem von der gewanderten Korngrenze durchlaufenen Kornbereich sind keine Matrixkarbide mehr sichtbar (Abb. 6). Sie haben sich aufgelöst weil die sie umgebende Matrix eine andere kristalline Orientierung erhalten hat. Denn die Karbide des Typs  $M_{23}C_6$  sind fast ohne Fehlanpassung der austenitischen Matrix eingefügt. Eine Anpassung an die neue kristalline Orientierung ist nur über Auflösung und Neuausscheidung möglich. Für letzteres sind aber neue Nukleationskeime in Form von Gitterfehlern nötig. Da das spezifische Volumen der Karbide  $M_{23}C_6$  grösser ist als das des Austenits /1/ werden Leerstellen frei,

die der Vergrößerung der noch ausscheidungsfreien neuen Korngrenzfläche dienen. Genauso wie die Matrixkarbide verhalten sich die Korngrenzenkarbide des gleichen Typs und der gleichen Orientierung.

Die Auflösung der chromreichen Karbide ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) hat Folgen für die örtliche Legierungszusammensetzung. Geht die Auflösung der Karbide schneller vor sich als die Diffusion einen Ausgleich bewirken kann, dann verändert sich örtlich das Chrom-Nickeläquivalent so stark, dass aus dem kubisch - flächenzentrierten austenitischen ein kubisch - raumzentrierter ferritischer Matrixkristall wird. Es entstehen kleine Ferritkörner an den Grenzen der grossen Austenitkörner. An den Gitterfehlern, besonders den Korngrenzen der kleinen Ferritkörner bilden sich im weiteren Verlauf der Kriechprüfung Ausscheidungen der  $\sigma$ -Phase (Abb. 6 und 7), die den interkristallinen spröden Bruch fördern. Entsprechendes wurde von Biss und Sikka /7/ am Stahl AISI 304 beobachtet.

Nimmt die Prüfspannung weiter ab, dann werden die Matrixkarbide beim Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit grösser, ihre Konzentration nimmt aber ab. Damit blossen sie mehr und mehr ihre kriechbehindernde Wirkung beim Versetzungskriechen ein. Gleichzeitig nimmt aber auch die Gesamtversetzungsdichte und damit die Dichte der beweglichen Versetzungen ab. Das Korngrenzgleiten dominiert, scheint aber - unabhängig von theoretischen Überlegungen /6/, die dem Korngrenzgleiten auch eine Diffusionskomponente zuordnen - bei niedrigen Prüfspannungen bereits vom Diffusionskriechen überlagert zu werden. Die lichtmikroskopischen Bilder der metallographischen Schlitze aus diesem Prüfspannungsbereich zeigen seltener scharf begrenzte ferritisierte Zonen, sondern ausser gewanderten Korngrenzen mehr kontinuierliche Diffusionszonen entlang der Korngrenzen, die mit abnehmender Prüfspannung breiter werden und immer weniger kontrastiert sind (Abb. 8 und 9). Die Gegenwart relativ grosser Ausscheidungen der  $\sigma$ -Phase an den Korngrenzen lässt aber vermuten, dass die Entwicklung im sekundären und tertiären Kriechabschnitt von der teilweisen Auflösung der  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  Karbide über Ferrit in Korngrenznähe

zur Bildung von  $\epsilon$ -Phase (FeCr) und noch chromreichen aber wieder austenitischen Korngrenzenumgebung führt. Diese Vermutung wird gestützt durch sichtbare Neubildung kleinerer Matrixkarbide innerhalb der Diffusionszonen.

Die Bildung von Kriechporen, bevorzugt an Korngrenzen normal zur Zugrichtung, wie sie beim Diffusionskriechen entstehen sollen, konnten nicht beobachtet werden. Wie H.E. Evans /5/ und /8/ berichtet, erschwert das Korngrenzengleiten mit seinen Folgen für das Feingefüge die Bildung solcher Poren. Auch J.E. Harris /9/ und /10/ schreibt über die Verhinderung des Diffusionskriechens durch Ausscheidungen, doch halten wir seine Modellvorstellungen auf unseren Stahl nur für bedingt anwendbar. Bei sehr kleinen Prüfspannungen ist sie aber nicht auszuschliessen. Denn im Gefüge der mit 30 MPa geprüften Probe können erste Anzeichen vermutet werden. Die vorliegende Abb. 10 zeigt die Fläche des metallographischen Schliffs nach V2A-Ätzung. Diese Behandlung hat aber den unerwünschten Nebeneffekt an Probenstellen mit inneren Spannungen Spannungsriss-Korrosion hervorzurufen und vielleicht vorhandene kleine ferritisierte Bezirke herauszulösen, die dann irrtümlich als Kriechporen gedeutet werden können. Ein eindeutiger metallographischer Nachweis ist nur am ungeätzten Schliff möglich. Mit Sicherheit sind gewanderte Korngrenzen erkennbar und eine verhältnismässig geringe Zahl grosser Korngrenzenausscheidungen ( $\epsilon$ -Phase). So unbefriedigend dieses Ergebnis ist, müssen wir doch damit vorlieb nehmen, weil die Schliffprobe für geeignetere Präparationen nicht mehr zur Verfügung steht. Wir können nur vermuten, dass bei kleinen Prüfspannungen das Korngrenzengleiten vom Diffusionskriechen überlagert wird und bei noch geringeren Spannungen ganz aufhört /4/.

### 2.3.2 $\sigma = 700^{\circ} \text{C}$

Das Gefüge der bei Spannungen  $\geq 120$  MPa geprüften Zeitstandproben weist über die ganze Messlänge ein langgestrecktes, duktiles Korn auf. Die Konzentration der lichtmikroskopisch sichtbaren Matrixkarbide ist gering. Sie nimmt mit

fallender Prüfspannung zu. Die Matrixkarbide sind in Gleitebenen angeordnet (Abb. 11) und daher sicher erst im tertiären Kriechabschnitt entstanden. Die Menge der Korngrenzenausscheidungen ist gering und bei den drei Proben (140, 130 und 120 MPa) annähernd gleich. An Korngrenzen etwa parallel und um ca.  $45^\circ$  geneigt zur Probenachse wurde, mit abnehmender Prüfspannung zunehmend, Korngrenzenwanderung beobachtet, ausserdem bei 140 und 130 MPa kleine Körnchen von Verformungsmartensit. Beides sind Folgeerscheinungen des Korngrenzengleitens. Mit der gleichen Argumentation wie in 2.3.1 können wir aber feststellen, dass daraus kein Einfluss auf die technisch ermittelte minimale Kriechgeschwindigkeit resultiert.

Die mit 110 MPa geprüfte Probe weist ebenfalls ein sehr duktileres Korn auf, dessen Gleitebenen durch Matrixkarbide dekoriert sind. Daneben gibt es vereinzelt grössere Karbide im Korn. D.h. die kleineren Matrixkarbide sind erst im tertiären Kriechabschnitt, die grösseren aber früher, jedoch nicht vor Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit, entstanden. Kleine ferritisierte Bezirke an Korngrenzen etwa parallel der Probenachse und in der Nähe von Tripelpunkten deuten auf Korngrenzengleiten hin, das abgelaufen sein muss bevor in Korngrenzennähe Matrixkarbide vorhanden waren, und es kann deshalb einen Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit gehabt haben. Andererseits wurde geringe Korngrenzenwanderung beobachtet, in deren Bereich sich die Karbide aufgelöst haben und teilweise lamellare  $\sigma$ -Phase /7/ gebildet wurde. Das zu dieser Erscheinung gehörende Korngrenzengleiten muss also nach der Bildung von korngrenzennahen Matrixausscheidungen stattgefunden haben und kann daher keinen Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit gehabt haben.

Man kann also für Prüfspannungen oberhalb 110 MPa ausschliesslich Versetzungskriechen bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit annehmen, bei 110 MPa aber Versetzungskriechen mit überlagertem Korngrenzengleiten, das sich kriechfördernd auswirkt.

In der mit 100 MPa Spannung geprüften Probe sind die Matrixkarbide im noch etwas duktilen Korn nur noch selten in den Gleitebenen angeordnet. Ihr Entstehen ist daher grösstenteils vor dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit anzunehmen /1/ und hat damit eine kriechbehinderte Wirkung. Die Gross- und Kleinwinkelkorngrenzen sind dicht mit kleinen Ausscheidungen belegt und werden von einer fast kontinuierlichen, aber unterschiedlich breiten, ferritisierten Zone /11/ begleitet (Abb. 12). Die grösseren Ausscheidungen an den Tripelpunkten werden, in Analogie zum metallographischen Nachweis an anderen Proben als  $\sigma$ -Phase gedeutet. Diese Gefügedetails zeigen ein Korngrenzengleiten an, das um den Zeitpunkt des Erreichens der minimalen Kriechgeschwindigkeit eingetreten sein muss, und deshalb kriechfördernd wirkte. In der Überlagerung von Versetzungskriechen mit Behinderung durch Matrixkarbide und Korngrenzengleiten heben sich zwei gegensätzliche Auswirkungen auf die minimale Kriechgeschwindigkeit teilweise auf.

Die Überlagerung von Versetzungskriechen und Korngrenzengleiten kennzeichnet auch die Gefügestrukturen und ihre Auswirkungen auf die minimale Kriechgeschwindigkeit der Proben die mit Spannungen von 60 bis 90 MPa geprüft wurden (Abb. 13 bis 16). Dabei nimmt mit abnehmender Prüfspannung der kriechbehindernde Einfluss der Matrixkarbide ab, weil zum Zeitpunkt des Erreichens der minimalen Kriechgeschwindigkeit die Grösse der Karbide zu und ihre Konzentration abnimmt. Es wirkt sich zunehmend der kriechfördernde Einfluss des Korngrenzengleitens aus. Die scharf begrenzten und von Matrixkarbiden freien ferritisierten Zonen an den Korngrenzen weichen immer mehr den Diffusionszonen mit unscharfem Übergang zur Matrix und den Spuren der Korngrenzenwanderung. Die Korngrenzenausscheidungen werden grösser und sind mehr und mehr diskontinuierlich verteilt. Sie wandeln sich, besonders in der Nähe von Tripelpunkten, zu  $\sigma$ -Phase um. D.h. mit abnehmender Prüfspannung, entsprechend zunehmender Standzeit, haben die als Folge des Korngrenzengleitens durch Auflösung von  $M_{23}C_6$  gebildeten ferritisierten Zonen an den Korngrenzen immer mehr Zeit zur Umwandlung, die sich einerseits in der Bildung stabiler

$\epsilon$ -Phase (FeCr) und andererseits in der Rückbildung zu chromreichem Austenit vollzieht. Die mit abnehmender Spannung breiter und kontrastschwacher werdenden Diffusionszonen zeigen an, dass sich mit zunehmender Standzeit die Chromkonzentration ausgleicht.

Das Gefüge der mit 50 MPa belasteten Probe zeigt nach dem Bruch ebenfalls breite, schwach kontrastierte, Diffusionszonen an den Korngrenzen. Die Korngrenzenausscheidungen sind noch stärker koaguliert, bzw. es haben sich noch grössere  $\epsilon$ -Phasenpartikel gebildet (Abb. 17). Im Unterschied zu den vorher beschriebenen Proben erkennt man aber eine stärkere Korngrenzenwanderung. Die von der wandernden Korngrenze durchlaufenen Gebiete sind nicht mehr immer frei von Matrixausscheidungen. Deshalb ist nicht auszuschliessen, dass sich dort neue kleinere Matrixkarbide in hoher Konzentration gebildet haben, die zwar zum grössten Teil lichtmikroskopisch nicht erkennbar sind, aber nun wieder eine kriechbehindernde Wirkung ausüben. Bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit überlagert sich also immer noch Korngrenzengleiten und Versetzungskriechen, aber möglicherweise wieder mit kriechbehinderndem Einfluss eines Teiles der Matrixausscheidungen.

Wie aus den Abb. 16 bis 19 zu entnehmen ist, scheinen bei Prüfspannungen  $\leq 60$  MPa neben "wedge cracks" auch erste "cavities" zwischen austenitischer Matrix und Ausscheidungen zu entstehen /4/, /12/ und /13/. Diese Tendenz setzt sich bei 40 und 30 MPa Prüfspannung fort unter Bildung immer grösserer  $\epsilon$ -Phasenpartikel. Diese Erscheinungen dürften sich auf die minimale Kriechgeschwindigkeit und damit auf die Kriechcharakteristik zwar kaum auswirken, verkürzen aber die Standzeit weil sie im sekundären und tertiären Kriechabschnitt die Duktilität des Materials herabsetzen.

Auch bei den niedrigsten Prüfspannungen, deren Ergebnisse uns bisher vorliegen, sind in den Proben keine sicheren Anzeichen für ein Diffusionskriechen entsprechend den Modellen von Nabarro-Herring oder Coble /14/ festzustellen.

### 2.3.3 $\vartheta = 650^{\circ} \text{C}$

In den durchweg duktil verformten Körnern der Proben, die mit einer Spannung  $> 120 \text{ MPa}$  geprüft wurden, finden wir den grössten Teil der Matrixkarbide in Gleitebenen und auf Subkorn Grenzen oder Versetzungszellwänden angeordnet. Diese Anordnung besagt, dass sich die Matrixkarbide erst nach Einsetzen der Erholungsvorgänge (Subkorn Grenzen) im sekundären und im tertiären (Gleitebenen) Kriechabschnitt gebildet haben. Gross- und Kleinwinkelkorn Grenzen sind stark mit kleinen Ausscheidungen (Karbiden) belegt (Abb. 20 bis 24). An einigen Korn Grenzen gibt es zwischen den Karbiden kleine Körnchen von Verformungsmartensit. Sie sind eine Folge des Korn Grenzgleitens wenn keine Matrixausscheidungen in Korn Grenznähe vorhanden sind /5/ und /6/. Da in diesen Proben bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit noch keine Matrixausscheidungen in nennenswertem Umfang auftreten /1/ ist keine sichere Aussage darüber möglich, ob das Korn Grenzgleiten bereits einen Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit gehabt hat. Berücksichtigt man mechanische Daten (Kap. 2.4), dann ist bei 130 und 140 MPa ein Einfluss wahrscheinlich.

Im Prüfspannungsbereich  $> 120 \text{ MPa}$  tritt häufig ein Phänomen auf, das bei den beiden bisher beschriebenen Prüftemperaturen nur vereinzelt zu finden war und deshalb noch nicht berücksichtigt wurde: es sind breite Felder an Gross- und Kleinwinkelkorn Grenzen, die offensichtlich von stengelförmigen Karbiden gebildet werden. Da viele von ihnen an den homogenen Zwillingsgrenzen sitzen, ist, unter Berücksichtigung der Wachstumseigenschaften der  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  Karbide /1/, die Annahme gerechtfertigt, dass sie von Keimen in  $\{111\}$ -Ebenen aus in jeweils eine  $\langle 110 \rangle$ -Richtung wachsen. Ihre Häufigkeit variiert mit der Prüfspannung und hat bei 120 MPa anscheinend den grössten Wert. In den metallographischen Schliffen erscheinen uns, nach entsprechender Ätzung, die Stäbchen in einer ferritischen Matrix eingebettet (Abb. 27). Kontrollätzungen lassen aber vermuten, dass

nicht alle diese Stengelkarbide von echtem Ferrit umgeben sind, sondern ein Teil der ferritisierten Zwischenräume auf die Bildung von Schleifmartensit bei der Schliffpräparation zurückzuführen sind. Die Stengelkarbide dürften gleichzeitig mit den anderen Korngrenzenkarbiden entstanden sein, ihre Wachstumsgeschwindigkeit ist aber wahrscheinlich grösser. Die Bestimmung der Elementverteilung (Fe, Cr, Ni) mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM) an gleichartigen Ausscheidungen in Proben der Prüftemperatur 550° C ergab in den Ausscheidungen eine Anreicherung von Chrom und Nickel bei Eisenverarmung. Die anderen Korngrenzenkarbide zeigen Chromanreicherung und Verarmung an Eisen und Nickel. Danach sind die Stengelkarbide Mischkarbide des Typs  $(Cr,Ni)_{23}C_6$ . Elektronenbeugungsuntersuchungen (TEM) an einer anderen Charge des gleichen Stahls mit kleineren Stengelkarbiden führten ebenfalls zu Gitterkonstanten des Mischkarbides  $(Cr,Ni)_{23}C_6$ . Dieses Mischkarbid löst sich bei Verformung des Kornes in Korngrenznähe wahrscheinlich schwerer auf und kann wegen seines Ni-Anteils nur wenig zur Ferritbildung beitragen.

Von 120 MPa Prüfspannung abwärts wirken sich die Matrixkarbide auf die minimale Kriechgeschwindigkeit aus /1/ in dem sie das Versetzungskriechen behindern. Ihre Anordnung folgt nur noch in Bruchnähe den Gleitebenen (Abb. 25), sonst ist sie, abgesehen von den Seigerungsstreifen, die sich in Walzrichtung durch das ganze Material ziehen, nahezu homogen (Abb. 26). An den Korngrenzen beobachten wir teils bizarr, teils als gleichbleibend schmales Band gestaltete ferritisierte Zonen /11/ mit Ausscheidungen - meistens Karbiden. Die  $\delta$ -Phase war auch mit Hilfe von Farbätzungen (Bleiacetat bzw. alkalische Kaliumferricyanidlösung) nicht eindeutig nachzuweisen. Korngrenzenwanderung ist selten (Abb. 26 bis 29). Dies Erscheinungsbild des Gefüges entspricht teilweise einem Korngrenzgleiten partikelfreier Körner (keine Matrixkarbide in Korngrenznähe) und teilweise dem Korngrenzgleiten nicht-partikelfreier Körner. In letzterem Fall dürften aber nur sehr kleine und noch wenige Matrixkarbide in der Nähe der Korngrenzen vorhanden gewesen sein. Es ist also anzunehmen, dass das Korngrenzgleiten etwa zur gleichen Zeit begonnen hat wie

die Bildung der Matrixkarbide und damit wenigstens teilweise einen Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit und die Kriechcharakteristik gehabt hat.

Ähnliches gilt für die mit 100 MPa Spannung geprüfte Probe. Doch ist die Konzentration der Matrixausscheidungen zum Zeitpunkt des Erreichens der minimalen Kriechgeschwindigkeit sicher grösser gewesen. Wegen der längeren Standzeit ist der Auflösungsprozess der Korngrenzenkarbide weiter fortgeschritten. Ein Teil der ferritischen Zonen hat sich unter Ausscheidung von  $\sigma$ -Phase wieder reustenitisiert mit höherer Chromkonzentration. In diesen Teilen sind auch wieder neue Matrixkarbide sichtbar (Abb. 30 bis 33).

Die das Gefüge nach dem Bruch wiedergebenden Bilder der metallographischen Schlitze von den mit 90 bis 60 MPa Spannung geprüften Proben haben grosse Ähnlichkeit miteinander (Abb. 34 bis 41). Die Matrixkarbide sind ziemlich gross, an den Korngrenzen gibt es bizarr und bandförmig aussehende ferritisierte Zonen mit Karbiden und  $\sigma$ -Phase. Mit abnehmender Prüfspannung vermindert sich die Menge der Korngrenzenkarbide zu Gunsten der  $\sigma$ -Phase. Daneben sind zum Teil beträchtliche Korngrenzenwanderungen zu beobachten und mehr oder weniger breite chromreichere Diffusionszonen. Die gewanderten Korngrenzen lassen einen ausscheidungsfreien aber chromreichen austenitischen Bereich zurück, in dem sich neue Matrixkarbide bilden können wenn, z.B. durch erneute Verformung, geeignete Gitterfehlstellen als Ausscheidungskeime verfügbar sind. Die neuen, aber bedeutend kleineren Matrixausscheidungen haben wegen ihrer grossen örtlichen Konzentration behindernde Wirkung auf das Versetzungskriechen, sind aber lichtmikroskopisch nicht immer sichtbar.

Alle diese beschriebenen Korngrenzenphänomene sind Folgen des Korngrenzengleitens. Da sie aber alle nebeneinander in einer Probe zu finden sind, ist anzunehmen, dass das Korngrenzengleiten in Schüben stattgefunden hat, die zu verschiedenen Zeiten innerhalb des gesamten Kriechprozesses abgelaufen sind. So ist auch anzunehmen, dass wenigstens ein Teil der

Korngrenzgleitvorgänge Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit gehabt hat. Daher wurden im beschriebenen Prüfspannungsintervall (60 bis 90 MPa) das Kriechgeschehen ebenfalls durch Überlagerung von Versetzungskriechen und Korngrenzgleiten bestimmt.

Die mit abnehmender Prüfspannung (zunehmender Standzeit) zunehmende Bildung grosser Korngrenzausscheidungen ( $\bar{\sigma}$ -Phase und Karbide) führt zur Anrissbildung an den Grenzflächen zwischen Matrix und Ausscheidung (Abb. 37). Daran sind auch die Mangansulfid-Primärausscheidungen beteiligt, wahrscheinlich wegen der Anlagerung grosser Karbide und/oder  $\bar{\sigma}$ -Phasenpartikel.

Eindeutige Hinweise auf Diffusionskriechen wurden bisher auch bei 650° C Prüfspannung nicht gefunden.

#### 2.3.4 $\bar{\sigma} = 600^{\circ} \text{ C}$

Von den bei 600° C geprüften Proben liegen uns nur Schliffbilder mit routinemässiger Ätzung (V2A-Ätzung) und maximaler Vergrösserung von 400:1 vor. Darin sind solche Gefügedetails wie sie bei den anderen Prüftemperaturen beschrieben und gedeutet wurden, kaum zu erkennen. Aufgrund der mechanischen Daten können nur Analogieschlüsse gezogen werden (s. Kap. 2.4).

#### 2.3.5 $\bar{\sigma} = 550^{\circ} \text{ C}$

Die in dieser Testserie niedrigste Prüftemperatur erfordert längere Standzeiten. Darum haben wir bis jetzt nur Gefügebilder von solchen Proben, die mit hohen Spannungen geprüft wurden.

Die mit 270, 250, 230, 210 und 190 MPa belasteten Proben haben nach dem Bruch alle duktil verformte Körner. Die mit 270 und 250 MPa geprüften haben gleichmässig aussehende schmale Korngrenzenkarbide mit einzelnen

Stengelkarbidfeldern. Die kohärenten und inkohärenten Zwillingsgrenzen sind - wenn überhaupt - mit weniger Karbiden belegt. Matrixkarbide sind lichtmikroskopisch nicht erkennbar und wurden auch elektronenmikroskopisch (TEM) bei 270 MPa Prüfspannung nicht gefunden. Es gibt lediglich ein Versetzungsnetzwerk mit Tendenz zur Zellbildung. Die mit 250 MPa geprüfte Probe wurde elektronenmikroskopisch nicht untersucht. Wahrscheinlich ist in beiden Proben der Kriechprozess hauptsächlich als Versetzungskriechen abgelaufen. Auf keinen Fall haben Matrixkarbide die minimale Kriechgeschwindigkeit beeinflusst.

In der Nähe des Bruches der mit 230 MPa geprüften Probe besteht eine stärkere Konzentration der Korngrenzenausscheidungen an den etwa normal zur Zugrichtung verlaufenden Korngrenzen (Abb. 42). Mit grösserem Abstand zum Bruch wird die Verteilung der Ausscheidungen an den Korngrenzen gleichmässiger. Die Karbide wechseln ab mit kleinen Körnchen ferritisierten Materials gleicher Grösse (Abb. 43). Auf den Zwillingsgrenzen ist die Belegung deutlich geringer als auf den Korngrenzen. Ausnahmen gibt es bei solchen kohärenten Zwillingsgrenzen deren Hauptkomponente etwa normal zur Zugrichtung verläuft. Dort können gehäuft Stengelkarbide auftreten (Abb. 44). Berücksichtigt man das grössere spezifische Volumen der Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$  gegenüber der austenitischen Matrix, also die leerstellenzehrende Wirkung ihres Bildungsprozesses, dann ist ein - wenn auch nur geringer - Beitrag der Leerstellendiffusion zum Kriechvorgang nicht auszuschliessen /15/.

Die Matrixkarbide dekorieren, wo sie erkennbar sind, die Gleitebenen (Abb. 45) ohne als Einzelpartikel sichtbar zu sein. Ihre Erkennbarkeit wird stark durch die Seigerungsstreifen beeinflusst (Chromseigerung). Diese Anordnung zeigt ihr Entstehen erst in der Endphase des Kriechversuchs an; sie sind daher noch ohne Einfluss auf die minimale Kriechgeschwindigkeit und die Kriechcharakteristik. Aufgrund der kleinen ferritisierten Körnchen an den Korngrenzen ist noch die Aussage möglich, dass ein begrenztes Korngrenzengleiten vor dem Auftreten von Matrixkarbiden in Korngrenzennähe stattgefunden hat. Da diese Probe ( $\sigma_0 = 230$

MPa) von den bei 550° C geprüften die grösste Brucheinschnürung bei relativ kleiner Bruchdehnung ( $Z_u / A_u^+ = 1.17$  gegenüber Werten um 1.0) aufweist hat sich die Probenverformung weitgehend in der Umgebung des Bruches abgespielt. Daher darf man annehmen, dass das Korngrenzengleiten nicht vor dem Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit stattgefunden hat und ein Einfluss auf die Kriechcharakteristik auszuschliessen ist.

Das metallographische Gefüge der mit 210 und 190 MPa Spannung geprüften Proben ist ähnlich (Abb. 46 und 47). Matrixkarbide sind sowohl auf Gleitebenen als auch homogen im Korn angeordnet. Ihre Konzentration wird aber von den Seigerungsstreifen mitbestimmt. An den Korngrenzen sind neben Karbiden kleine ferritisierte Körnchen (Verformungsmartensit) zu finden, deren Anordnung im Zusammenhang mit den Gleitlinien steht /16/ (Abb. 46a), aber auch Korngrenzenwanderung, in deren Wanderungsgebiet sich mindestens die Matrixkarbide aufgelöst haben (Abb. 46b und 47). Bei 190 MPa scheint sich bereits etwas  $\bar{\sigma}$ -Phase an den Grenzflächen des Ferrits gebildet zu haben. Vereinzelt gibt es bei dieser Prüfspannung auch geringe Spuren von Korngrenzenwanderung. Aus diesem Befund kann man folgern, dass die Matrixkarbide kurz nach (210 MPa) bzw. während (190 MPa) des Erreichens der minimalen Kriechgeschwindigkeit entstanden sind und ein geringfügiges Korngrenzengleiten etwa zum selben Zeitpunkt stattgefunden hat. Es ist also bei 190 MPa ein Einfluss der Matrixkarbide und des Korngrenzengleitens auf die minimale Kriechgeschwindigkeit wahrscheinlich. Ergebnisse von Proben mit geringerer Prüfspannung als 190 MPa liegen uns von dieser Serie wegen der langen Standzeiten noch nicht vor.

---

+  $Z_u$  = Zeitstandbrucheinschnürung

$A_u$  = Zeistandbruchdehnung

gemäss DIN 50118

### 2.3.6 Vereinfachende Zusammenfassung des Einflusses der Kriechmechanismen

Die bisher im einzelnen beschriebenen Gefügedetails und die daraus gezogenen Schlüsse auf den jeweiligen Kriechmechanismus lassen sich vereinfachend zusammenfassen:

- sehr hohe Spannungen;  
bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit reines Versetzungskriechen, nicht behindert durch Matrixkarbide, kein Korngrenzengleiten;  
im sekundären und tertiären Kriechabschnitt Erholung mit Tendenz zur Zellbildung, Verformung durch Gleitvorgänge im Korn, bei ausreichend hoher Temperatur dynamische Rekristallisation;  
Anrisse an Tripelpunkten.
  
- hohe Spannungen;  
bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit Versetzungskriechen, nicht behindert durch Matrixkarbide, Korngrenzengleiten mit Bildung von Verformungsmartensit ist möglich;  
im sekundären und tertiären Kriechabschnitt Bildung von Matrixkarbiden an Zellwänden bzw. Subkorngrenzen und in Gleitebenen, bei ausreichend hoher Temperatur dynamische Rekristallisation um Tripelpunkte herum, Verformung durch Gleitvorgänge im Korn, Korngrenzengleiten mit Wechselwirkung zum Ausscheidungsverhalten;  
Anrisse an Tripelpunkten.
  
- mittlere Spannungen;  
bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit Versetzungskriechen, behindert durch Matrixausscheidungen und überlagert vom Korngrenzengleiten;  
im sekundären und tertiären Kriechabschnitt weitere Bildung und Agglomeration von Matrixkarbiden, weiteres Korngrenzengleiten mit

Wechselwirkung zum Ausscheidungsverhalten, in der Folge Auflösung von Korngrenzenkarbiden, Bildung von Ferrit an den Korngrenzen, Korngrenzenwanderung mit Auflösung und möglicher Neubildung von Matrixkarbiden, Beginn der Bildung von  $\sigma$ -Phase an den Korngrenzen.

Anrisse an Tripelpunkten und - beginnend - an den Grenzflächen grosser Korngrenzenausscheidungen zur Matrix.

- niedrige Spannungen;

bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit Versetzungskriechen, behindert durch Matrixkarbide, aber weniger, wegen zunehmender Grösse und geringerer Konzentration der Matrixkarbide, und überlagert vom Korngrenzengleiten, das sich stärker auswirkt, Auflösung von Korngrenzenkarbiden mit Ferritbildung;

im sekundären und tertiären Kriechabschnitt Agglomeration von Matrixkarbiden, Korngrenzengleiten mit Wechselwirkung zum Ausscheidungsverhalten, Auflösung der Korngrenzenkarbide, Bildung von Ferrit und grösseren  $\sigma$ -Phasenpartikeln an den Korngrenzen, beginnende Reaustenitisierung des Korngrenzenferrits;

Anrisse an Grenzflächen zwischen grossen Korngrenzenausscheidungen und Matrix, aber auch an Tripelpunkten.

- sehr niedrige Spannungen;

bis zum Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit Versetzungskriechen, kaum noch durch Matrixkarbide behindert aber überlagert vom abnehmenden Korngrenzengleiten, Wechselwirkung des Korngrenzengleitens mit dem Ausscheidungsverhalten wie Auflösung der Korngrenzenkarbide, Ferrit- und  $\sigma$ -Phasenbildung, vielleicht schon Reaustenitisierung des Korngrenzenferrits mit Bildung neuer Matrixkarbide in den chromreichen Diffusionszonen entlang der Korngrenzen; im sekundären und tertiären Kriechabschnitt fortschreitende Folge-

erscheinungen des Korngrenzengleitens, Reaustenitisierung des Korngrenzenferrits unter Bildung von  $\sigma$ -Phase, fast alle Korngrenzenkarbide sind in  $\sigma$ -Phase umgewandelt, besonders grosse  $\sigma$ -Phasenpartikel gibt es an den Tripelpunkten, auch im Korn ist  $\sigma$ -Phase möglich;

Anrisse an Grenzflächen grosser Ausscheidungen zur Matrix führen wegen der Häufigkeit grosser  $\sigma$ -Phasenpartikel zu merklicher Reduzierung der Standzeit.

### 3. Aktivierungsenergie und Kriechmechanismen

Wie in Kap. 2 gezeigt wurde, liegen beim Erreichen der technisch relevanten minimalen Kriechgeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  unterschiedliche, von der Prüftemperatur und der Prüfspannung abhängige, Gefügestände und Kombinationen von Kriechmechanismen vor. Sie zeigen sich natürlich auch in der aus den technischen Daten ermittelten Aktivierungsenergie des Kriechens  $Q_C$ .

$$3.1 \quad \dot{\epsilon}_{pmin} \propto \sigma_0^n / E \exp(-Q_C / RT)$$

Benutzt man die Gleichung  $\dot{\epsilon}_{pmin} = k \sigma_0^n / E \exp(-Q_C / RT)$ , bzw.  $\log \dot{\epsilon}_{pmin} = C - \log E + n \log \sigma_0 - 0.4343 Q_C / RT$  zur Bestimmung von  $Q_C$ ,

E = Elastizitätsmodul (temperaturabhängig),

C, k = Konstanten (temperaturabhängig),

R = Gaskonstante,

T = Temperatur in K,

und trägt  $\log \dot{\epsilon}_{pmin}$  gegen  $1/T$  in einem Diagramm ein, und verbindet die Punkte gleicher Prüfspannung miteinander (Abb. 49), dann ist die Aktivierungsenergie des Kriechens in der jeweiligen Steigung der Kurven enthalten. Ihre Ermittlung ist möglich wenn  $\log E$  und  $n$  als konstant, d.h. als temperaturunabhängig angesehen werden können. Im hier untersuchten Stahl sind die Unterschiede des

Elastizitätsmoduls gering, so dass der Term  $\log E$  als konstant angenommen werden darf. Aber die Werte des Kriechexponenten  $n$  (Abb. 2) unterscheiden sich stark (5.5 bis 11.5); sie sind stärker temperatur- und auch spannungsabhängig und erfüllen daher die notwendige Forderung nicht. Man müsste besser  $n \cdot \log \sigma_0$  konstant halten und entsprechende Kurven zeichnen. Dafür fehlen aber die Messpunkte.

Die Steigung der Kurven konstanter Prüfspannung (Abb. 49) tendiert mit abnehmender Prüftemperatur zu negativeren Werten. Diese Tendenz bliebe auch bei konstantem Term  $n \cdot \log \sigma_0$  erhalten. Daraus kann man auf zunehmende Aktivierungsenergie mit abnehmender Prüftemperatur schliessen. Überschneidungen der Kurven konstanter Prüfspannung gibt es da, wo zwar Messpunkte von gleicher Prüfspannung aber verschiedener Kriechmechanismen miteinander verbunden wurden.

Die aus den Differenzen der Logarithmen ermittelte Aktivierungsenergie folgt wegen  $\Delta \log E \approx 0$  der Gleichung  $Q_C = 2.3026 R (\Delta n \log \sigma_0 - \Delta \log \dot{\epsilon}_{pmin}) / \Delta (1/T)$  mit dem störenden Summanden  $\Delta n \log \sigma_0$ . Er ist grösser als der wichtigere  $\Delta \log \dot{\epsilon}_{pmin}$  und zeigt in seinem Verlauf mit der Prüfspannung nur die Unstetigkeitsstellen der Kriechcharakteristik bei  $\sigma_0 = \sigma_z / 1/$  an. Vollzieht man den Übergang von  $\sigma_0 = \text{konst.}$  zu  $n \cdot \log \sigma_0 = \text{konst.}$ , dann ist die Aktivierungsenergie als  $Q_C = 2.3026 R (\Delta \log \dot{\epsilon}_{pmin}) / - \Delta (1/T)$  zu berechnen. Ihr spannungsabhängiger Verlauf (Abb. 50) ist bei erster Betrachtung verwirrend. Man findet da ein relatives Minimum wo  $Q_C$  zwischen Werten von  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  ermittelt wurde, von denen einer zu  $\sigma_0 > \sigma_z$  und einer zu  $\sigma_0 < \sigma_z$  gehört, also ungleiche Kombinationen der Kriechmechanismen vorliegen. Ein Maximum des Verlaufs befindet sich bei niedriger Prüfspannung da wo  $Q_C$  zwischen ebenfalls nicht mehr vergleichbaren Kombinationen der Kriechmechanismen ermittelt wurde. Sondert man diese Werte aus, dann ergibt sich innerhalb der von uns untersuchten Spannungsbereiche eine allgemeine Tendenz zu ansteigender Aktivierungsenergie des Kriechens mit abnehmender Prüfspannung.

Aber auch eine Auslegung gemäss den Vorhersagen von Malu und Tien /17/ ist möglich. Denn man kann bei den Prüftemperaturen 750/700 und 650/600° C (Abb. 50) für Prüfspannungen  $\sigma_o > \sigma_z$  eine konstante Aktivierungsenergie annehmen und für  $\sigma_o < \sigma_z$  wo die Matrixkarbide das Kriechen stark beeinflussen, eine spannungsabhängige. Die konstante Aktivierungsenergie (ca. 400 k Joule/Mol) müsste dann der der Selbstdiffusion von Zwischengitteratomen entsprechen. Möglicherweise erscheint sie wieder bei Prüfspannungen, wo die Matrixkarbide zu gross sind und ihre Konzentration zu gering ist um einen merklichen Einfluss auf das Kriechen zu haben (Abb. 50).

Bei dieser Deutung sollte man aber nicht vergessen, dass das Korngrenzgleiten keine Berücksichtigung findet.

$$3.2 \quad \dot{\epsilon}_{\min} \propto ([\sigma_o - \sigma_F]/E)^q \exp(-Q_C / RT)$$

Geht man zur Bestimmung der Aktivierungsenergie von der Gleichung  $\dot{\epsilon}_{\min} = k' ([\sigma_o - \sigma_F]/E)^q \exp(-Q_C'/RT)$ , /2/ und /3/, bzw.  $\log \dot{\epsilon}_{\min} = C' + q(\log[\sigma_o - \sigma_F] - \log E) - 0.4343 Q_C'/RT$  mit konstantem Quotienten  $(\sigma_o - \sigma_F)/E$  aus, dann kann man im mittleren Spannungsbereich, in dem die Matrixkarbide eine wichtige Rolle spielen, brauchbare Aktivierungsenergien ermitteln. Wie Abb. 3 zeigt gibt es dort unter- und oberhalb einer Übergangstemperatur die zwischen 650 und 700° C liegt, jeweils annähernd gleiche Kriechexponenten q, so dass sich  $Q_C' = 2.3026 R (\Delta \log \dot{\epsilon}_{\min}) / (-\Delta[1/T])$  berechnen lässt, wenn man die Werte für  $\dot{\epsilon}_{\min}$  bei konstantem Quotienten  $(\sigma_o - \sigma_F)/E$  aus dem Diagramm (Abb. 3) entnimmt. Die in Tabelle 3 aufgeführten Daten ergeben für die Prüftemperaturen 600/650° C im mittleren Spannungsbereich eine im Mittel konstante Aktivierungsenergie  $Q_C'$  von 297 kJ/Mol, die nur wenig über dem Wert für die Selbstdiffusion  $Q_{SD} = 280$  kJ/Mol ( $Q_{SD}(\gamma\text{-Fe}) = 284$  kJ/Mol;  $Q_{SD}(\text{Ni}) = 279.5$  kJ/Mol /18/) liegt.

Die für die Prüftemperaturen 700/750° C berechneten Aktivierungsenergien  $Q_C'$  sind etwas kleiner und nehmen mit abnehmendem Quotienten  $(\sigma_o - \sigma_F)/E$

( $\cong$  abnehmender Prüfspannung  $\sigma_0$ ) geringfügig aber stetig zu. Dieser Befund widerspricht den von Evans und Knowles von Reinmetallen präsentierten Ergebnissen /19/. Dort wurde oberhalb  $T/T_M = 0.6$  ( $T_M$  = Schmelztemperatur) ein grösserer Wert der Aktivierungsenergien des Kriechens gefunden als unterhalb. Es ist daher wahrscheinlich, dass das Ergebnis der vorliegenden Arbeit die Folge der Überlagerung mindestens zweier Kriechmechanismen ist, die massgeblich von Ausscheidungen beeinflusst werden und deren Verlauf mit der Prüfspannung möglicherweise gegenläufig ist<sup>x</sup>. Die komplexen Vorgänge, insbesondere im Zusammenhang mit dem Korngrenzgleiten lassen aber eine einfache Deutung nicht zu. Lediglich die grösseren Werte der Aktivierungsenergie unterhalb der Übergangstemperatur lassen auf grössere Konzentration der Ausscheidungen - was hier nur Matrixkarbide bedeuten kann - beim Erreichen der minimalen Kriechgeschwindigkeit schliessen als oberhalb der Übergangstemperatur.

Eine einheitliche Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens, die auch auf niedrige Prüfspannungen extrapolierbar ist, lässt sich wegen der verschiedenen spannungs- und temperaturabhängigen Kombinationen der Kriechmechanismen nicht durchführen.

#### 4. Anrisstyp und Bruchflächenstruktur

Wie in den lichtmikroskopischen Bildern der metallographischen Längsschliffe aus den Bruchzonen der Proben /1/ zu sehen ist, beginnen die Anrisse im Probeninnern alle, unabhängig von Prüftemperatur, Prüfspannung und Standzeit, interkristallin. Bei hohen und mittleren Prüfspannungen gehen sie überwiegend von Tripelpunkten aus, auch von solchen die unter Mitwirkung von Zwillingsgrenzen gebildet werden. Bei niedrigen Prüfspannungen sind neben Tripelpunkten auch die Grenzflächen zwischen Matrix und Ausscheidungen

---

x Malu und Tien /17/ halten ein solches Ergebnis für möglich, wenn die thermisch bedingte höhere Leerstellendichte grösser ist als die Dichte der Versetzungs-jogs.

Ausgangsstellen für Anrisse, und da besonders an Matrixkorngrenzen die annähernd senkrecht zur Zugrichtung verlaufen. Risse durch Zusammenwachsen von Poren, die aus einem Diffusionskriechvorgang nach den Modellen von Nabarro-Herring oder Coble resultieren, sind im untersuchten Spannungs-Temperaturbereich entweder durch Korngrenzenausscheidungen unterdrückt worden /20/ oder erst bei noch geringeren Prüfspannungen zu erwarten. Sie konnten jedenfalls nicht nachgewiesen werden. Ihrer Form entsprechend werden die Tripelpunktanrisse in der Fachliteratur in zwei Typen unterteilt, "round type" und "wedge type". "r-type" Anrisse entstehen durch duktile Verformung der Matrixkörner im tertiären Kriechabschnitt, "w-type" Anrisse durch nicht-duktiler Verformung des verfestigten Kornes. Oft vereinigen sich zwei benachbarte Anrisse zu einem. Die Zonen verschiedener Anrissformen im Diagramm  $t_m$  vs.  $\sigma_0/E$  zeigt die Abb. 51.

Im Fall der duktilen Verformung haben wir, aufgrund der hohen Prüfspannung (grosse Verformungsgeschwindigkeit) neben einer grossen Dichte beweglicher Versetzungen, eine ebenfalls grosse Dichte unbeweglicher Hindernisse (Versetzungen und/oder Matrixkarbide) im Korn und vorerst noch wenige kleine Korngrenzenausscheidungen. Die einzelne mobile Versetzung hat nur eine kurze mittlere freie Weglänge. Wegen der starken Verformung entstehen an den Punkten des Zusammentreffens von mehr als zwei Körnern Spannungsspitzen, die zur Materialtrennung entlang der Korngrenzen führen. Da nach deren Aufreissen in der näheren Umgebung der Tripelpunkte die Spannungen abgebaut worden sind - ihre Energie wurde zur Bildung der Anrissoberflächen verbraucht - reissen die Korngrenzen nicht weiter auf /5/ und /21/. Die Materialtrennung setzt sich durch transgranulares Abgleiten fort und bildet ein trichterförmiges Loch (dimple), bzw. dessen Gegenstück, eine Pyramide oder einen Grat. Die Bruchflächen haben dann die charakteristische Wabenstruktur. Treffen starke Verfestigung - z.B. durch die Anfangsbelastung der Probe - und hohe Verformungsgeschwindigkeit zusammen, dann kann es auch zu spontanen Materialtrennungen, zum transgranularen Sprödbbruch kommen. In den in dieser Arbeit untersuchten Proben gibt es nur örtlich begrenzte, kleine Bezirke dieser

Bruchart.

Geringere Verformungsgeschwindigkeit (niedrige Prüfspannung) bei vorhandener Materialverfestigung (Matrixkarbide) lässt die Rissausbreitung interkristallin fortschreiten. Sowohl die Dichte der beweglichen Versetzungen als auch die Dichte der unbeweglichen Hindernisse ist geringer und daher die mittlere freie Weglänge der mobilen Einzelversetzung grösser. In der Folge erreichen mehr Einzelversetzungen die Korngrenzen. Sie bringen Leerstellen mit und daher können sich, wenn mehrere Versetzungen an den nun grösseren Korngrenzenausscheidungen auflaufen, submikroskopisch feine Hohlräume bilden. Sie verbinden sich vorwiegend entlang der etwa senkrecht zur Zugrichtung verlaufenden Korngrenzen zu Anrissen. Dabei genügen geringere Spannungen zum Aufreissen der schmalen Brücken zwischen ihnen als zur Bildung eines Tripelpunktanrisses. Die Bruchflächen haben dann eine "kristalline" Grobstruktur. Die Feinstruktur auf den Kornflächen ist aber differenzierter.

Der Übergang zwischen diesen beiden Kriechbruchformen ist nicht abrupt. In einem weiten Bereich von Temperatur und Spannung treten sie gemeinsam in Form des Mischbruchs auf. Die Abb. 52 zeigt die visuell festgelegten Zonen der verschiedenen Bruchformen im Diagramm  $t_m$  vs.  $\sigma_0/E$ . Zur Illustration wurden von zwei Prüftemperaturen (600 und 700° C) einige charakteristische REM - Aufnahmen von Bruchflächen beigelegt (Abb. 53 bis 60).

An fast allen Proben, die bei Temperaturen  $\vartheta \geq 650^\circ$  C geprüft wurden - vereinzelt auch bei 600 und 550° C - konnten direkt an der Bruchfläche kleine Bezirke von dynamisch rekristallisiertem Gefüge beobachtet werden (Abb. 61), was im Probeninneren nur bei einer Probe (Abb. 4, Abschnitt 2.3.1) gefunden wurde. Dieser Effekt ist ausser von der Temperatur und der örtlichen Verformung auch von der Verweildauer der bereits gebrochenen Probe im Ofen abhängig, die mehr oder weniger zufällig ist. Der Effekt lässt sich auch in den REM-Aufnahmen der Bruchflächen nachweisen (Abb. 59b und 60b) und stellt einen der möglichen

Artefakte dar, die bei der Deutung von Bruchflächenstrukturen zu Fehlschlüssen führen können.

Vergleicht man die Abb. 51 und 52 miteinander so findet man keine Übereinstimmung der Grenzen für die verschiedenen Anrisstypen mit denen der visuellen Bruchformenzuordnung. Es lässt sich lediglich feststellen, dass die Mischbruchzone mit der der dominierenden "w-type" Anrisse zusammenfällt. Bezieht man die Bruchdehnung und -einschnürung in die Betrachtung ein, dann findet man beim Übergang von "r-type" zu "w-type" Anrissen eine verstärkte Abnahme der Bruchdehnung (Abb. 51) und für Prüftemperaturen  $< 650^{\circ} \text{C}$  auch der Brucheinschnürung (Abb. 52).

Am Übergang von "w-type" zu gemischten Anrissen, die von Tripelpunkten und Grenzflächen zwischen Ausscheidungen und Matrix ausgehen, nimmt die Bruchdehnung ebenfalls verstärkt ab (Abb. 51). Die Brucheinschnürung (Abb. 52) zeigt da keine einheitliche Tendenz. Die Übergänge zwischen den Zonen verschiedener vorherrschender Bruchtypen sind nicht so eindeutig von markanten Änderungen im Verlauf der beiden Duktilitätsgrößen begleitet. Dieser Befund zeigt, dass der visuellen Bruchzuordnung eine gewisse Willkür anhaftet, während die Beurteilung der Anrisstypen - nicht zuletzt wegen der eingehenderen metallographischen Untersuchung - den Duktilitätswerten besser entspricht.

## 5. Zusammenfassung

Bei Temperaturen von  $550$  bis  $750^{\circ} \text{C}$  ( $823 \text{ K}$  bis  $1023 \text{ K}$ ) lässt sich für den Stahl X6 CrNi 18 11 (DIN 1.4948) bei mittleren Spannungen, bei denen Matrixkarbide vom Typ  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  das Versetzungskriechen beeinflussen, eine lineare Beziehung,  $\log \dot{\epsilon}_{\min} = C' + q[\log(\sigma_0 - \sigma_F) - \log E] - 0.4343 Q_C'/RT$ , zwischen dem Logarithmus der minimalen Kriechgeschwindigkeit und dem Logarithmus, der um die Friktionsspannung  $\sigma_F$  verminderten Prüfspannung  $\sigma_0$  herstellen, wie es von

Tavassoli /2/ sowie Evans and Knowles /3/ vorgeschlagen wurde. Auf Basis der gleichen Beziehung kann eine Aktivierungsenergie des Kriechens  $Q_C'$  ermittelt werden, die unter- und oberhalb einer Übergangstemperatur,  $T = 0.6 T_M$ , jeweils quasi konstant ist. Die Werte liegen in der Nähe desjenigen der Selbstdiffusion. Sie sind aber nicht auf niedrigere Prüfspannungen zu extrapolieren, weil dort andere spannungs- und temperaturabhängige Kombinationen von Kriechmechanismen wirksam sind.

Mit diesem Befund und den daraus resultierenden Überlegungen, sowie umfangreichen metallographischen Untersuchungen war es möglich, die wesentlichen Kombinationen der Kriechmechanismen in den verschiedenen Spannungsbereichen herauszufinden und ihre Wirkung auf die mechanischen Kriechdaten zu erkennen.

- hohe Spannungen;  
Versetzungskriechen, teilweise vom Korngrenzengleiten überlagert,  
zusammen mit Korngrenzenkarbiden Bildung von Verformungsmartensit an  
den Korngrenzen.
- mittlere Spannungen;  
durch Matrixkarbide behindertes Versetzungskriechen, überlagert vom  
Korngrenzengleiten teilweise mit folgender Korngrenzenwanderung und  
Auflösung von Korngrenzen- und korngrenzennahen Matrixkarbiden;
- Niedrige Spannungen;  
Versetzungskriechen mit nur geringer Behinderung durch Matrixkarbide,  
überlagert vom Korngrenzengleiten, in dessen Folge völlige Um-  
strukturierung der Korngrenzen mit Umwandlung der Karbide in  $\epsilon$ -Phase.

Die wichtigsten Erkenntnisse, die aus den metallographischen Untersuchungen gewonnen wurden, sind die über die Umwandlungsvorgänge an den Korngrenzen während des Kriechens durch das Zusammenwirken von Korngrenzen- und

korngrenznahen Matrixkarbiden und dem Korngrenzengleiten. Beim Korngrenzengleiten entsteht in der austenitischen Matrix ein örtlicher kristalliner Unordnungszustand, der die in einem früheren Kriechstadium entstandenen semikohärenten und chromreichen Karbide des Typs  $M_{23}C_6$  veranlasst, sich aufzulösen. Die daraus resultierende örtliche Chromanreicherung der Matrix verändert das Chrom-Nickeläquivalent und kann so gross werden, dass sich der fcc Austenit in den bcc Ferrit umwandelt. Weil die kleineren Kohlenstoffatome allgemein schneller diffundieren als die Chromatome, und ihre Mobilität ausserdem im Ferrit grösser ist als im Austenit /22/, gleicht sich ihre Konzentration rascher aus. Die zurückbleibende hohe Chromkonzentration begünstigt bei geringer Kohlenstoffkonzentration die Bildung der  $\sigma$ -Phase (FeCr) vor der der Karbide /17/. Dabei ist nicht klar, ob dieser Vorgang immer über die Ferritbildung abläuft.

Wenn durch die Ausscheidung der stabilen FeCr- $\sigma$ -Phase die Chromkonzentration wieder geringer geworden ist und sich das Chrom-Nickeläquivalent wieder seinem ursprünglichen Wert genähert hat, wandelt sich der Korngrenzenferrit wieder in Austenit um. Weil die meist grossen  $\sigma$ -Phasepartikel zum Austenit inkohärent sind, begünstigen sie die Anrissbildung.

Wegen dieser Umwandlungsvorgänge sind die mechanischen Ergebnisse von Zeitstandversuchen mit hoher Prüfspannung ( $\sigma_0 > \sigma_z$ ), bei denen die minimale Kriechgeschwindigkeit erreicht wird bevor Matrixkarbide in nennenswertem Umfang entstanden sind, für die Extrapolation auf niedrige - anwendungstechnische - Spannungen ungeeignet. Denn bei hohen Spannungen wird erstens das Versetzungskriechen noch nicht durch Matrixkarbide behindert, zweitens spielt das Korngrenzengleiten noch eine geringe Rolle, und drittens ist die Menge der Korngrenzenkarbide noch zu gering um in Verbindung mit dem Korngrenzengleiten die Umstrukturierung der Korngrenzen zu initiieren.

Alle diese Vorgänge sind bei Temperaturen  $\geq 650^\circ \text{C}$  beobachtet worden. Sie

laufen wahrscheinlich auch bei  $600^{\circ}\text{C}$  in entsprechender Weise ab. Aber für  $550^{\circ}\text{C}$  können andere Vorgänge massgebend sein, die wir nicht kennen, weil uns keine entsprechenden Proben zur Untersuchung vorliegen. Damit ist die Extrapolation zu Kriecheigenschaften bei Temperaturen  $< 600^{\circ}\text{C}$  fragwürdig.

Durch die beschriebene Korngrenzenumstrukturierung scheint im Bereich sehr niedriger Prüfspannungen, bei denen man Diffusionskriechen erwarten würde, die Bildung echter Kriechporen unterdrückt zu werden. Doch liegen in dieser Arbeit nicht genügend Ergebnisse von niedrigen Prüfspannungen vor, um eine sichere Aussage machen zu können.

---

Wir danken Herrn Dr. S. Barroso-Herrero und Herrn A. del Rio, Junta de Energia Nuclear, Madrid, für die Anfertigung und Überlassung der rasterelektronenmikroskopischen (REM) Aufnahmen.

Literaturverzeichnis

- /1/ M. Schirra, B. Seith, R.R. Solano, M. de las Rivas, S. Barroso,  
K. Ehrlich, R. Gross  
KfK-Bericht 3397, Mai 1985
- /2/ A.A. Tavassoli  
Nuclear Engineering and Design 54, pp. 279-280, (1979)
- /3/ H.E. Evans, G. Knowles  
Metal Science 14, pp. 262-266, (1980)
- /4/ J.O. Nilsson, P.R. Howell  
Acta Metallurgica 27, pp. 179-186, (1979)
- /5/ H.E. Evans  
Mechanism of Creep Fracture  
Chapter 2: The Nucleation of Cavities  
Elsevier Applied Science Publishers, London, New York, (1984)
- /6/ R. Ray, M.F. Ashby  
Metallurg. Trans. 2, pp. 1113-1127, (1971)
- /7/ V.A. Biss, V.K. Sikka  
Metallurg. Trans. 12A, pp. 1360-1362, (1981)
- /8/ H.E. Evans  
Phil. Mag. 23, pp. 1101-1112, (1971)
- /9/ J.E. Harris  
Metal Science Journal 7, pp. 1-6, (1973)

/10/ J.E. Harris

AED-Conf. 1978 168-002

/11/ L.E. Murr, S.H. Wang

Res Mechanica Letters 1, pp. 85-90, (1981)

/12/ R.W. Swindeman, K. Farrell, M.H. Yoo

Res Mechanica Letters 1, pp. 67-71, (1981)

/13/ I.W. Chen, A.S. Argon

Acta Metallurgica 29, pp. 1321-1333, (1981)

/14/ R.B. Jones

CEGB-TPRD/B-0264/N83, Jun. 1983

British Nuclear Energy Society, London (1984)

/15/ S. Kihara, J.B. Newkirk, A. Ohtomo, Y. Saiga

Metallurg. Trans. 11A, pp. 1019-1031, (1980)

/16/ K.P. Staudthammer, L.E. Murr, S.S. Hecker

Acta Metallurgica 31, pp. 267-274, (1983)

/17/ M. Malu, J.K. Tien

Acta Metallurgica 22, pp. 145-151, (1974)

/18/ H. Böhm

Einführung in die Metallkunde

B.I.-Hochschultaschenbücher, Mannheim 1968

/19/ H.E. Evans, G. Knowles

Acta Metallurgica 25, pp. 963-975, (1977)

/20/ G. Knowles

Advances in the Physical Metallurgy and Applications of Steels,  
Proceed., Metals Society, London, pp. 318-324, (1982)

/21/ H.J. Frost, M. Ashby

Deformation Mechanism Maps  
Pergamon Press, Oxford etc., (1982)

/22/ J. Nutting

Journal Iron and Steel Inst. 207, pp. 872-893, (1969)

/23/ M.F. Ashby, C. Gandhi, D.M.R. Taplin

Acta Metallurgica 27, pp. 699-729, (1979)

/24/ R.J. Fields, T. Weerasooriya, M.F. Ashby

Metallurg. Trans. 11A, pp. 333-337, (1980)

/25/ K. Schneider, W. Hartnagel, P. Schepp, B. Ilchner

Nuclear Technology 66, pp. 289-295, (1984)

/26/ W. Witzel, H.P. Stüwe

Z. Metallkunde 64, pp. 33-37, (1973)

/27/ E. Weck, E. Leistner

Metallographische Anleitung zum Farbätzen nach dem  
Tauchverfahren, Teil II

Deutscher Verlag für Schweißtechnik DVS, Düsseldorf, 1983

/28/ H.E. Bühler, H.P. Hougardy

Atlas der Interferenzschichten-Metallographie

Fachausschuss Metallographie der Deutschen Gesellschaft für

Metallkunde, Oberursel, 1979

/29/ G. Petzow

Metallographisches Ätzen.

Materialkundlich-Technische Reihe Bd. 1

Gebr. Borntraeger, Berlin, Stuttgart, 1976

Tabelle 1: Die geschätzten Werte der Friktionsspannung  $\sigma_F$   
(siehe Abb. 3)

$\vartheta$ [°C]	E [MPa]	$\sigma_F$ [MPa]	q
750	$14.9 \cdot 10^4$	9	5.6
700	$15.28 \cdot 10^4$	20	5.6
650	$15.65 \cdot 10^4$	31	6.2
600	$16.0 \cdot 10^4$	42	6.2
550	$16.4 \cdot 10^4$	-	-

Bei 550°C Prüftemperatur konnte kein Wert für  $\sigma_F$  ermittelt werden weil zu wenig Proben bei Spannungen  $\sigma_0 < \sigma_Z$  geprüft wurden.

Die Werte des Elastizitätsmoduls E basieren auf Angaben der Lieferfirma.

Tabelle 2: Die verwendeten metallographischen Ätzverfahren zur Gefügeentwicklung

Bezeichnung der Ätzverfahren	bestimmbare Gefügedetails
Farbätzung nach Lichtenegger und Bloech /27/	Ferrit in kleinsten Anteilen im Austenit, $\sigma$ -Phase und Karbide wenn die Partikel nicht zu klein sind, geringste Legierungsunterschiede durch Farbänderung.
ZnSe-Bedampfung /28/	Ferrit in kleinsten Anteilen im Austenit, $\sigma$ -Phase und Karbide.
Elektrolytische Bleiacetat- ätzung /29/	Unterscheidung von $\sigma$ -Phase und Karbiden.
Ferricyankaliumätzung nach Murakami /29/	Unterscheidung von $\sigma$ -Phase und Karbiden.
V2A-Beize /29/	Kornflächenentwicklung im Austenit.

Die schwarz-weiß-Wiedergabe der lichtmikroskopischen Schliffbilder gestattet nicht immer die volle Differenzierung der Gefügebestandteile, die bei direkter Betrachtung der Schlifffläche im Mikroskop bzw. in einer photographischen Farbaufnahme möglich ist.

Verschiedene Farben erscheinen oft als gleiche oder ähnliche Graustufe.

Tabelle 3: Werte zur Ermittlung der Aktivierungsenergie des Kriechens bei konstantem Faktor  $(\sigma_0 - \sigma_F)/E$  im Bereich mittlerer Prüfspannungen.

$$Q_C' = -\Delta \log \dot{\epsilon}_{\min} \cdot 2.3026 R(\Delta 1/T)^{-1} \quad ; \quad 2.3026 R = 19.146 \text{ Joule/Mol Grad}$$

$\frac{\sigma_0 - \sigma_F}{E}$	$\Delta q = 0$						$\Delta q \neq 0$		
	$\dot{\epsilon}_{\min} [h^{-1}]$		$Q_C'$ [kJ/Mol]	$\dot{\epsilon}_{\min} [h^{-1}]$		$Q_C'$ [kJ/Mol]	$\dot{\epsilon}_{\min} [h^{-1}]$		$Q_C'$ [kJ/Mol]
	600°C $-\Delta 1/T = 6.20 \cdot 10^{-5} K^{-1}$	650°C		700°C	750°C $-\Delta 1/T = 5.02 \cdot 10^{-5} K^{-1}$		650°C $-\Delta 1/T = 5.57 \cdot 10^{-5} K^{-1}$	700°C	
$5 \cdot 10^{-4}$	$2.12 \cdot 10^{-5}$	$1.92 \cdot 10^{-4}$	295.5	$2.05 \cdot 10^{-3}$	$8.3 \cdot 10^{-3}$	231.6	$1.92 \cdot 10^{-4}$	$2.05 \cdot 10^{-3}$	353.5
$4 \cdot 10^{-4}$	$5.0 \cdot 10^{-6}$	$4.75 \cdot 10^{-5}$	301.9	$5.9 \cdot 10^{-4}$	$2.45 \cdot 10^{-3}$	235.8	$4.75 \cdot 10^{-6}$	$5.9 \cdot 10^{-4}$	376.1
$3 \cdot 10^{-4}$	$8.9 \cdot 10^{-7}$	$7.95 \cdot 10^{-6}$	293.7	$1.2 \cdot 10^{-4}$	$5.2 \cdot 10^{-4}$	242.9	$7.95 \cdot 10^{-6}$	$1.2 \cdot 10^{-4}$	405.2
$2 \cdot 10^{-4}$	$6.9 \cdot 10^{-8}$	$6.3 \cdot 10^{-7}$	296.6	$1.23 \cdot 10^{-5}$	$5.6 \cdot 10^{-5}$	251.1	$6.3 \cdot 10^{-7}$	$1.23 \cdot 10^{-5}$	443.6

Mittelwert

297 kJ/Mol

(240 kJ/Mol)

$Q_{SD}(\gamma\text{-Fe}) = 284 \text{ kJ/Mol}$

$Q_{SD}(\text{Ni}) = 279.5 \text{ kJ/Mol}$

/18/

$Q_C'$  steigt mit abnehmendem  $\frac{\sigma_0 - \sigma_F}{E}$ ,

d.h. mit abnehmendem  $\sigma_0$ , an.

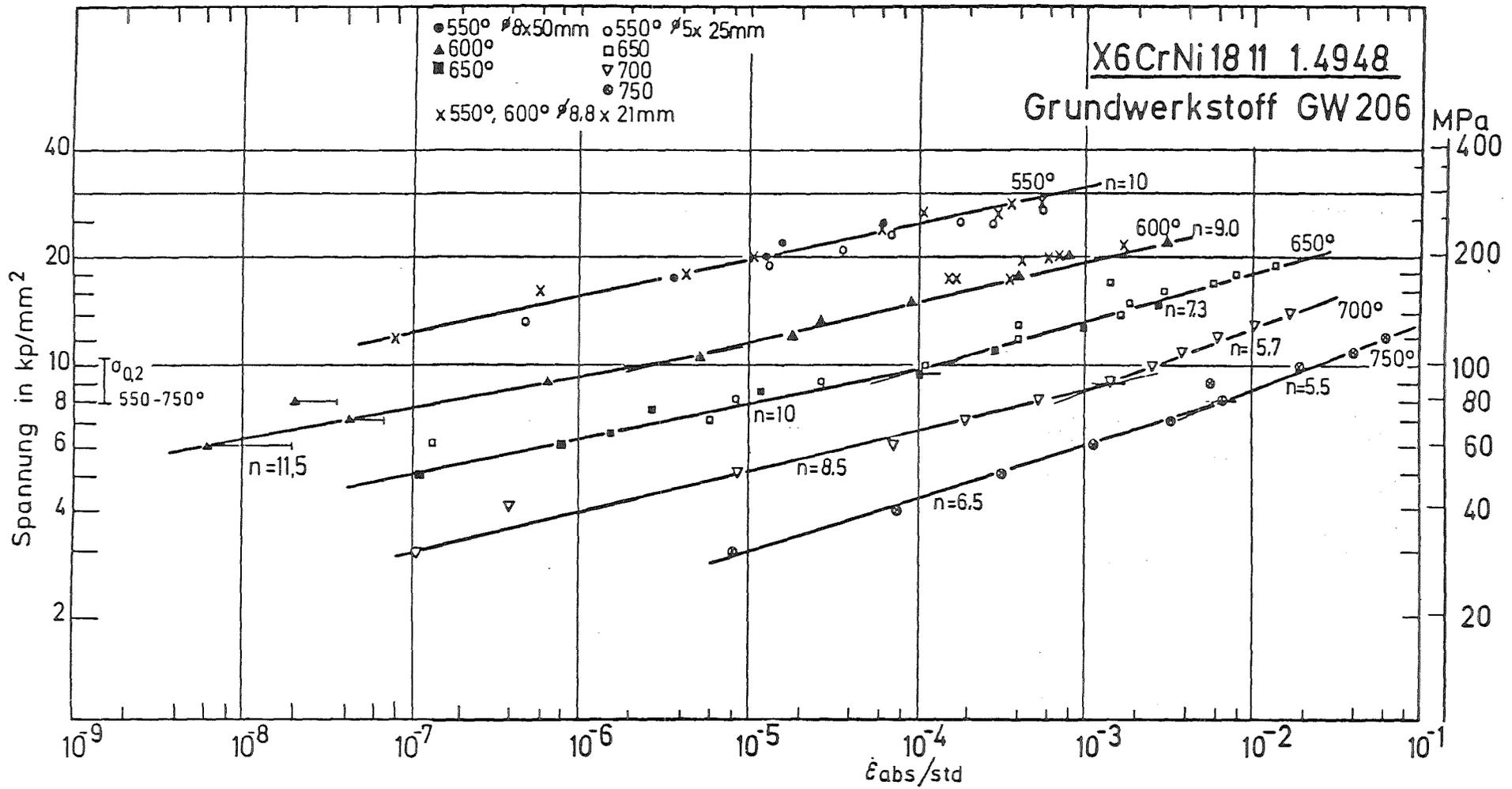


Abb 1 : Minimale Kriechgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Versuchsspannung

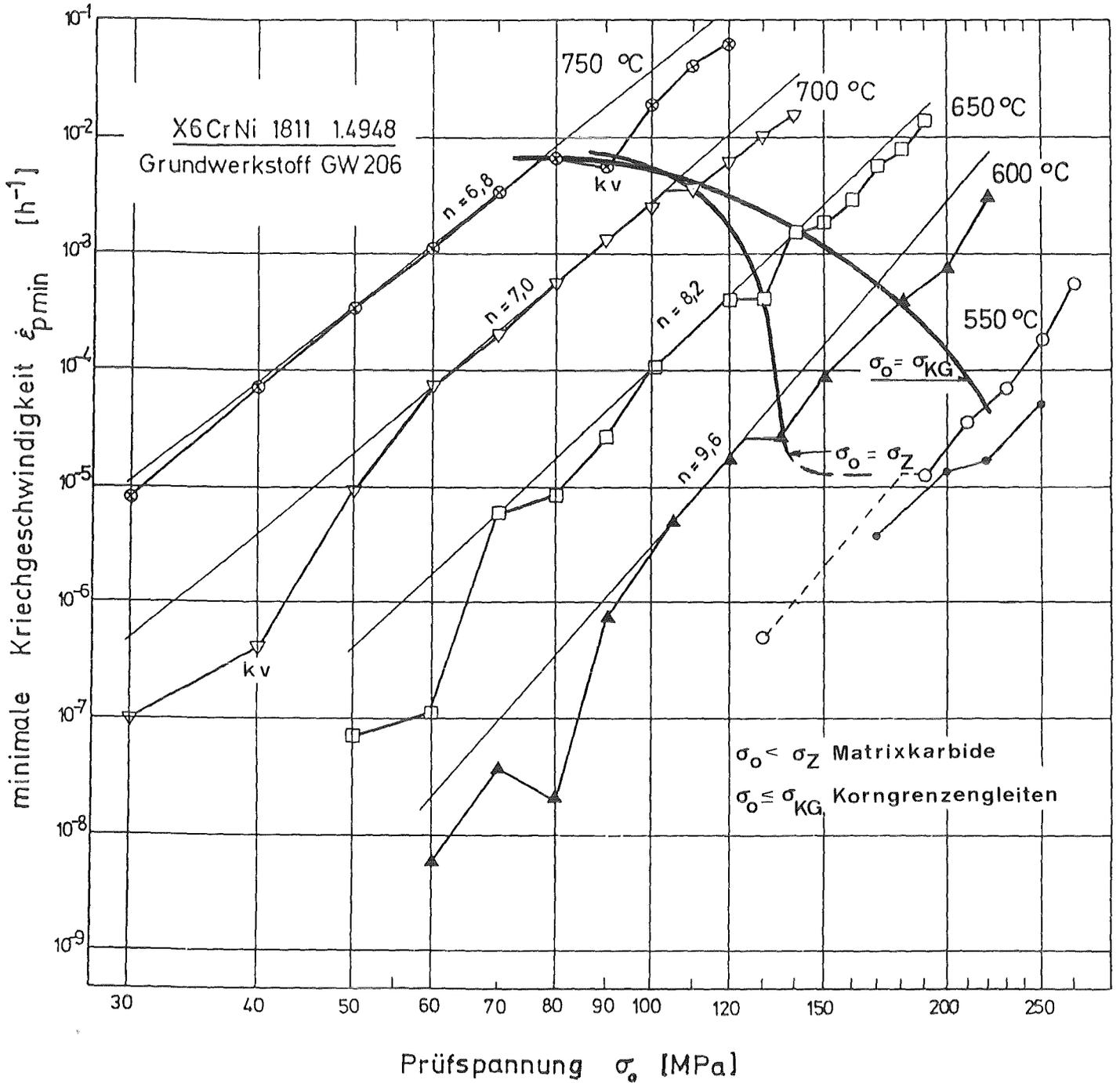


Abb. 2: Abweichung der Kriechcharakteristik  $\dot{\epsilon}_{pmin}$  vs.  $\sigma_0$  von einer Geraden  $\log \dot{\epsilon}_{pmin} = n \cdot \log \sigma_0 + A$ ; Einfluss des Korngrenzengleitens und der Matrixkarbide.

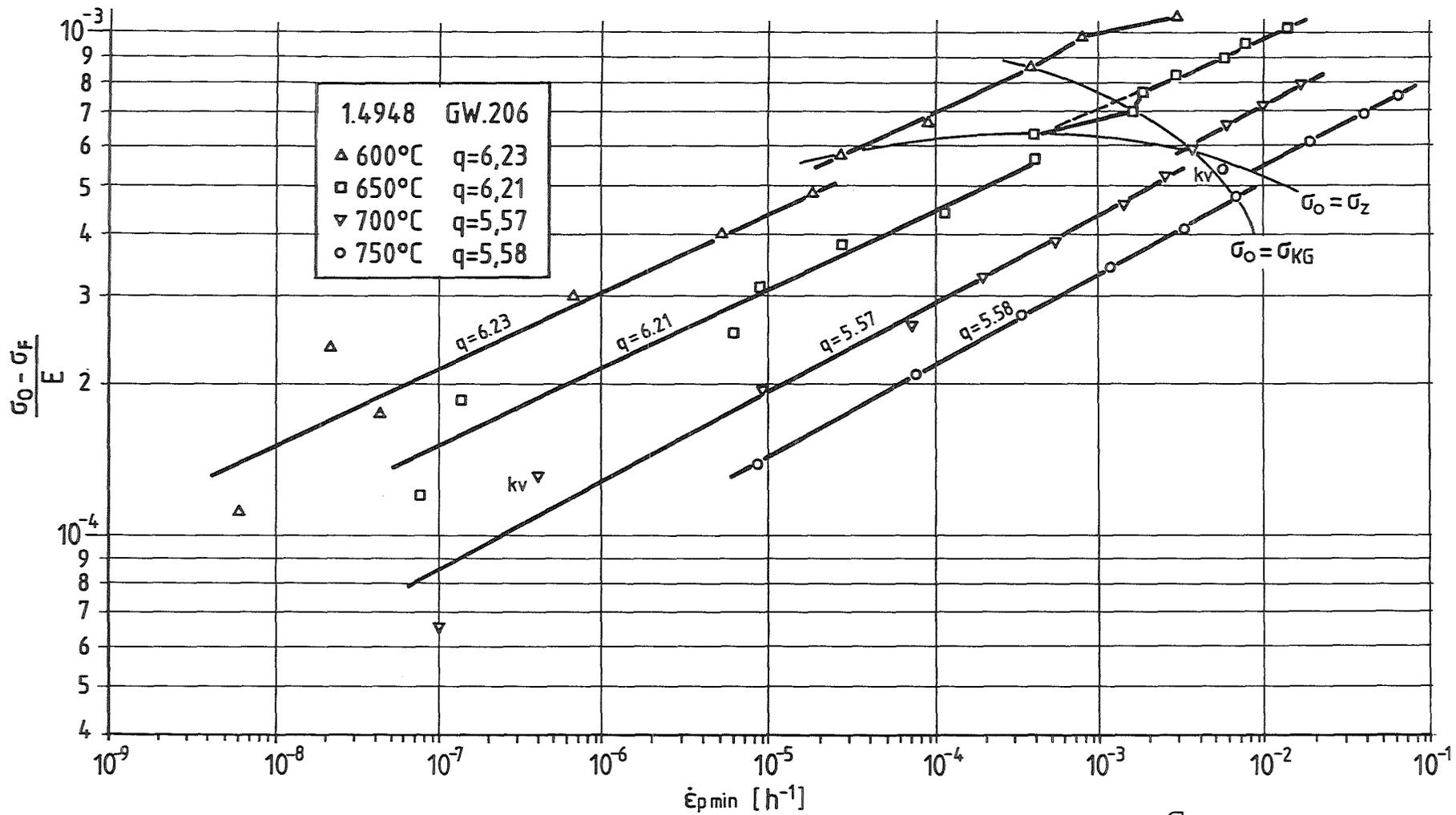
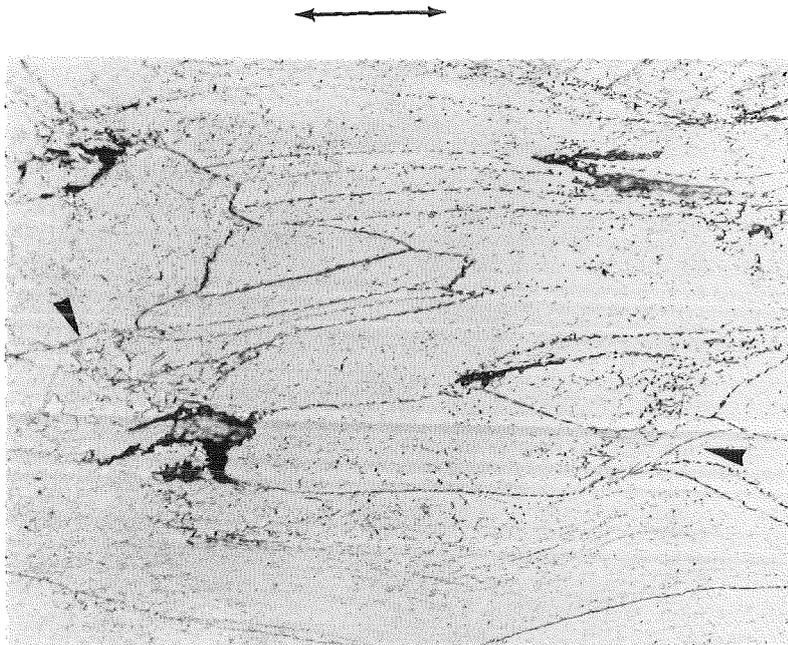
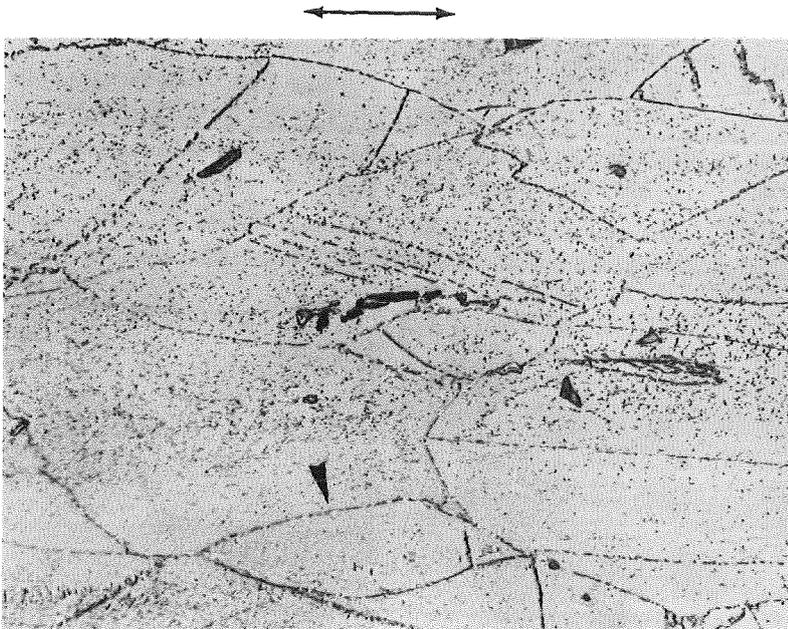


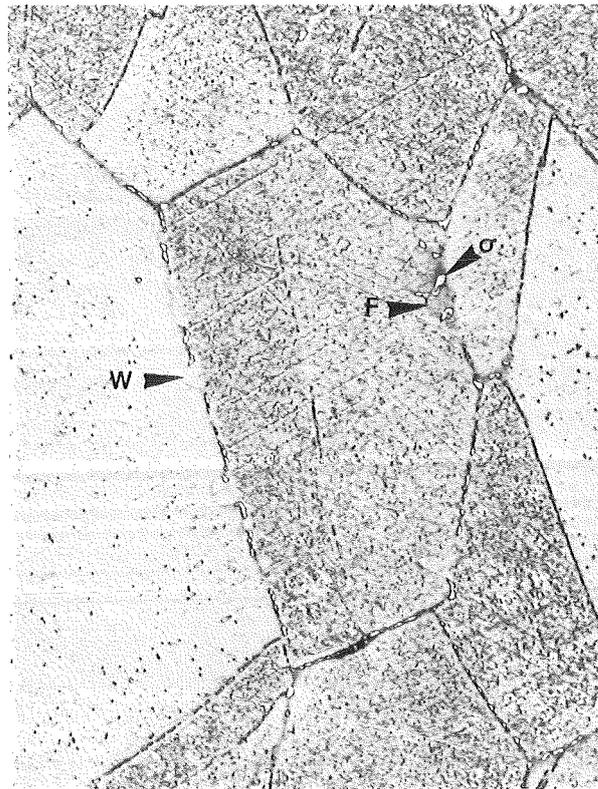
Abb. 3 : Kriechcharakteristik nach Evans and Knowles  $\log \dot{\epsilon}_{p \min}$  vs.  $\log \frac{\sigma_0 - \sigma_F}{E}$



34369 V2A-Beize 500:1  
Abb. 4: 750 °C; 120 MPa; 4,6 h; dynamische  
Rekristallisation (Pfeil) in der Meßlänge.

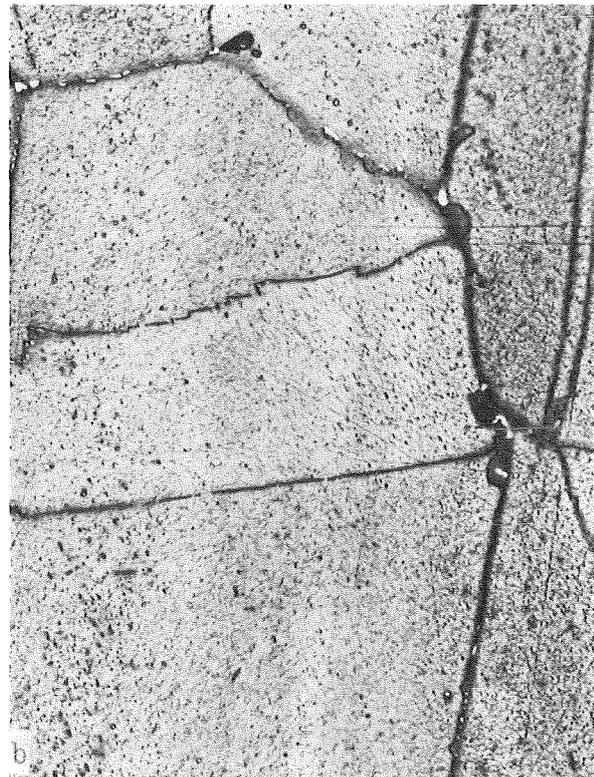
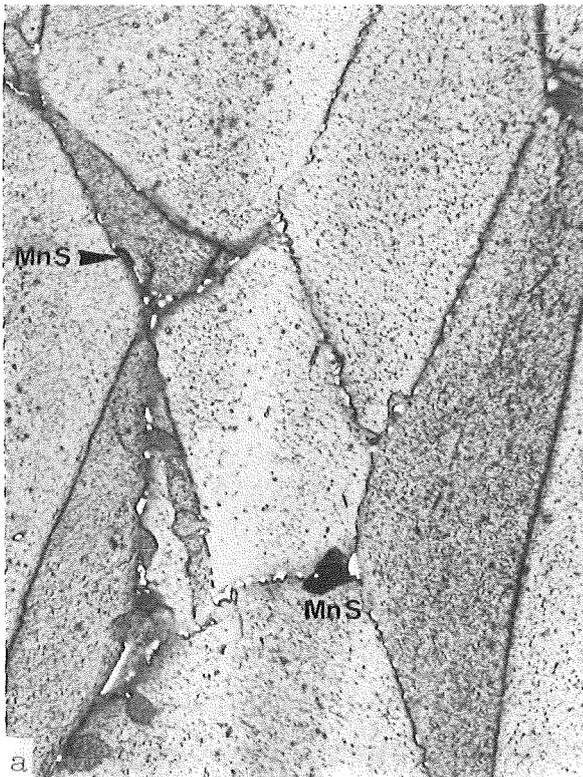


38046 V2A-Beize 500:1  
Abb. 5: 750 °C; 110 MPa; 7,3 h; Verformungs-  
martensit an den Korngrenzen (Pfeil) in  
der Meßlänge.



55878 Li.+Bl. 1000:1

Abb. 6: 750 °C; 80 MPa; 41 h; Korngrenzenwanderung (W), ferritisierte Zonen (F) mit  $\sigma$ -Phase ( $\sigma$ ).

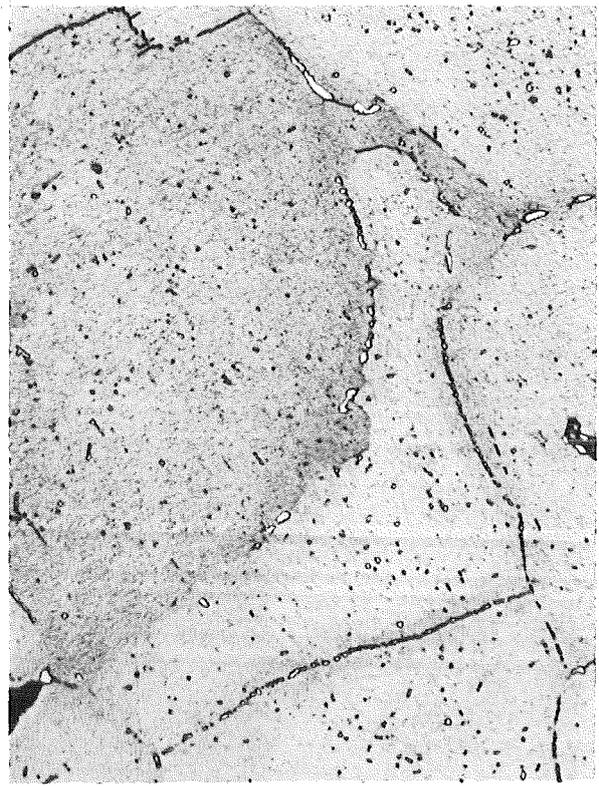


55924 Li.+Bl. 1000:1 55925 Li.+Bl. 1000:1

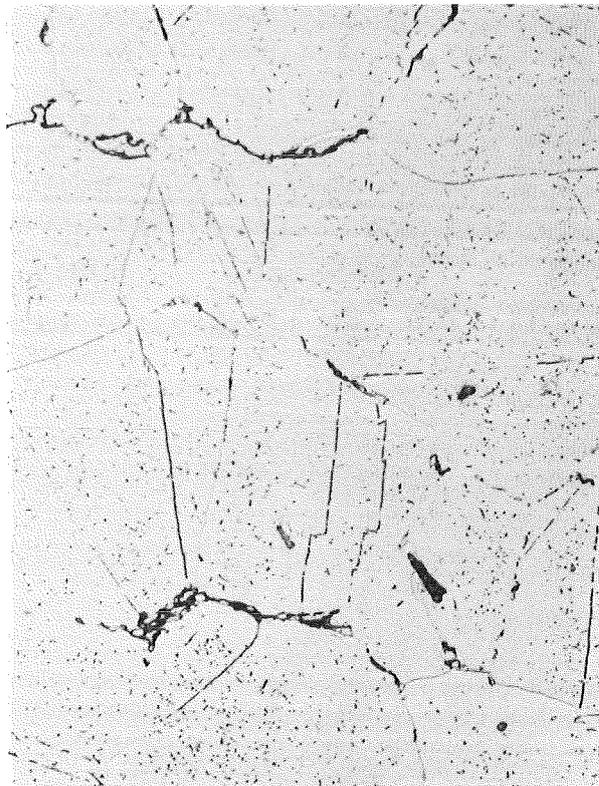
Abb. 7a u. 7b: 750 °C; 70 MPa; 83 h; Korngrenzenwanderung, ferritisierte Zonen mit  $\sigma$ -Phase.



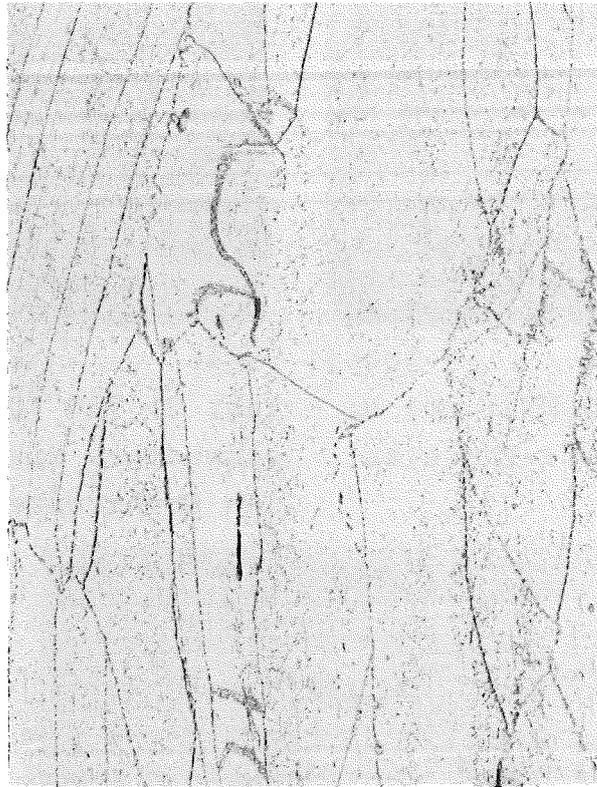
55873 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 8: 750 °C; 60 MPa; 201 h;  
Mikrosegierung mit  $\sigma$ -Phase an  
den Korngrenzen.



55916 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 9: 750 °C; 40 MPa; 1226 h;  
schwächere Mikrosegierung an  
den Korngrenzen.



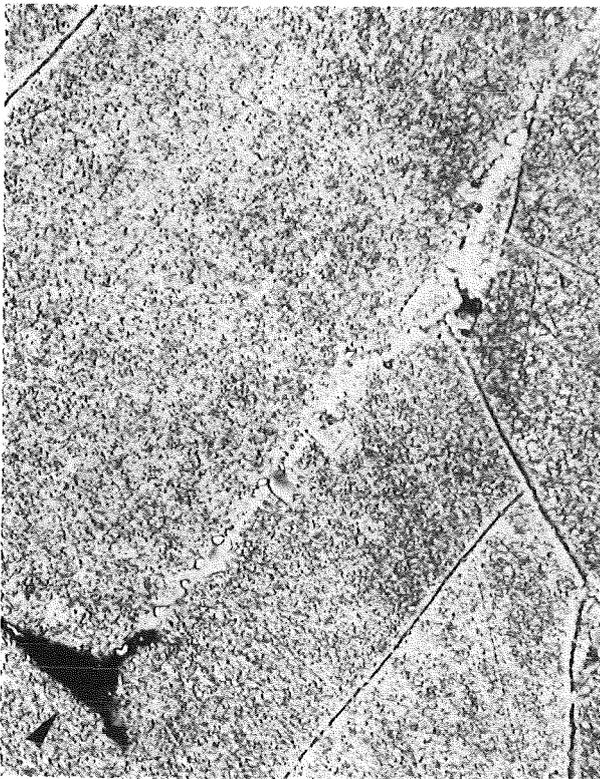
38987 V2A-Beize 500:1  
Abb. 10: 750 °C; 30 MPa; 5268 h;  
Spannungsrißkorrosion durch Ätz-  
mittel.



38034 V2A-Beize 500:1  
Abb. 11: 700 °C; 130 MPa; 24 h.



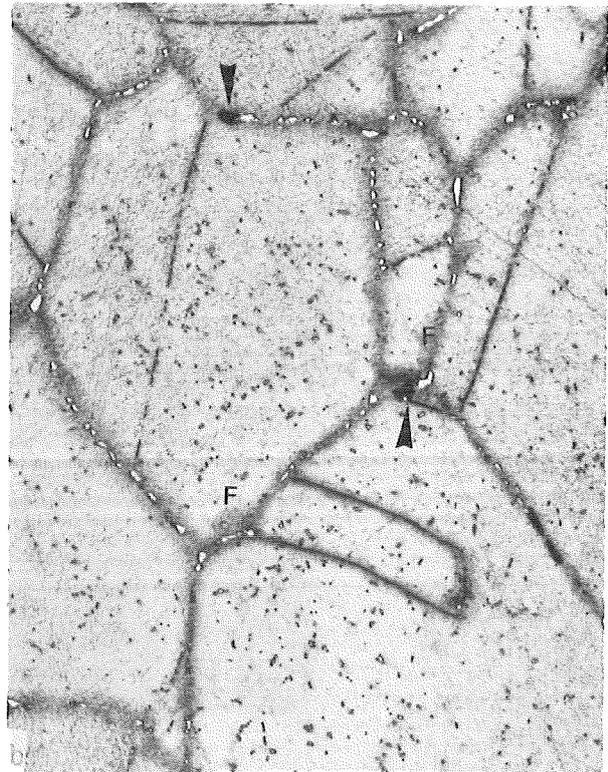
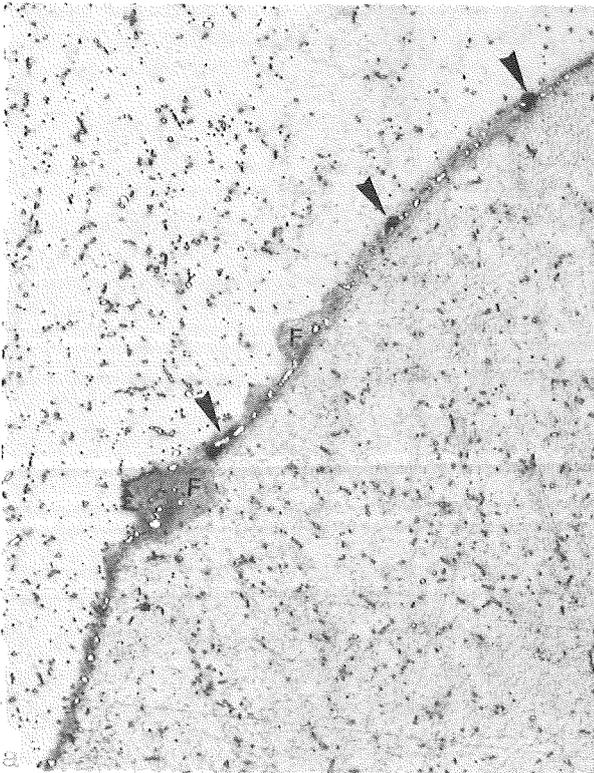
55651 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 12: 700 °C; 100 MPa; 92,5 h;  
kontinuierliche ferritisierte  
Zonen an den Korngrenzen.



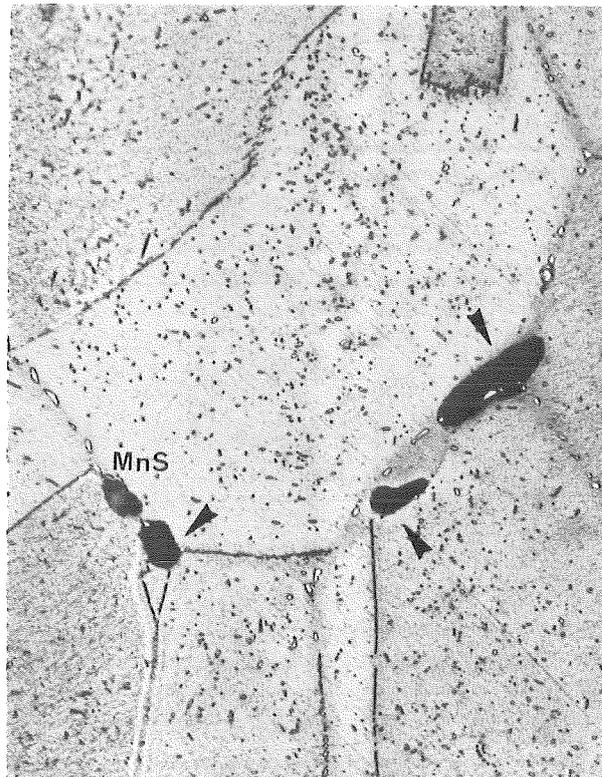
55910 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 13: 700 °C; 90 MPa; 176 h;  
Tripelpunktanriß, ferritisierte  
Zonen an einer Korngrenze.



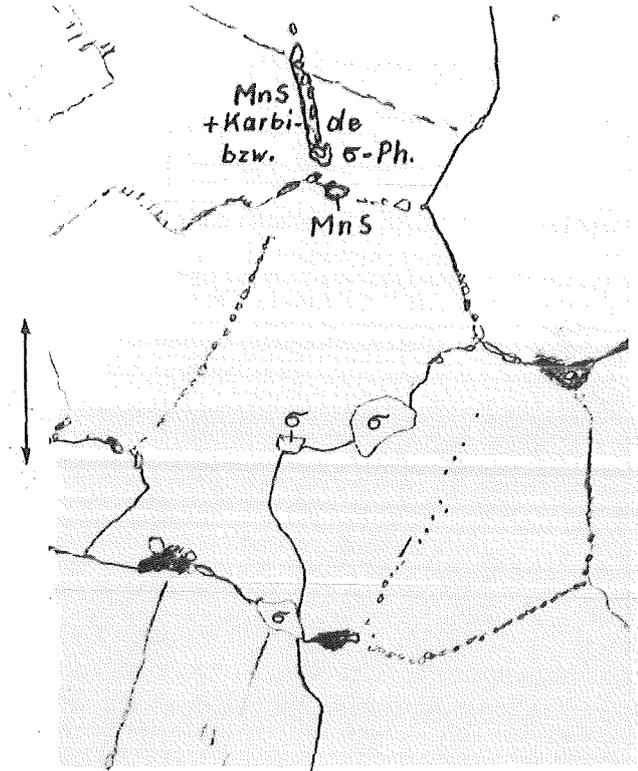
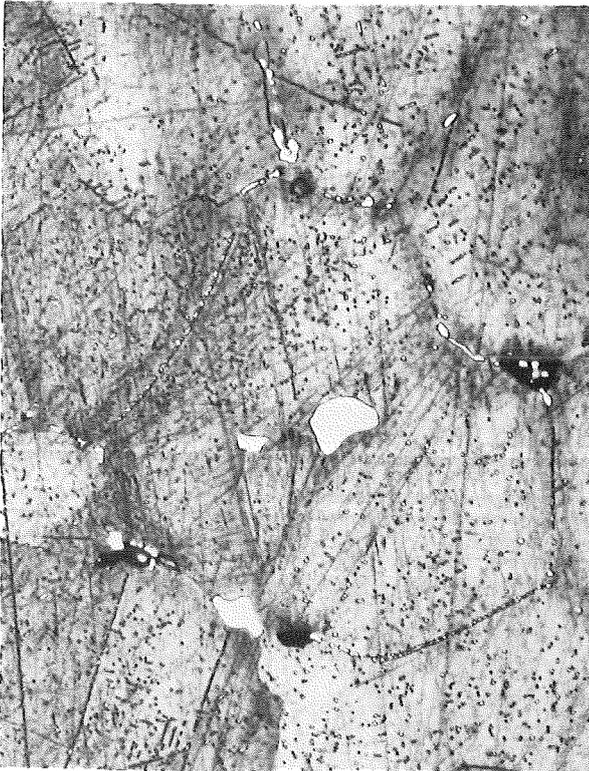
55905 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 14: 700 °C; 80 MPa; 407 h;  
ferritisierte Zonen und Mikro-  
seigerung an den Korngrenzen.



55870 Li.+Bl. 1000:1 55871 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 15a u. 15b: 700 °C; 70 MPa; 866 h; kleine Anrisse an Korn-  
grenzenausscheidungen (Pfeil), ferrit. Zonen (F) u. Mikroseg.

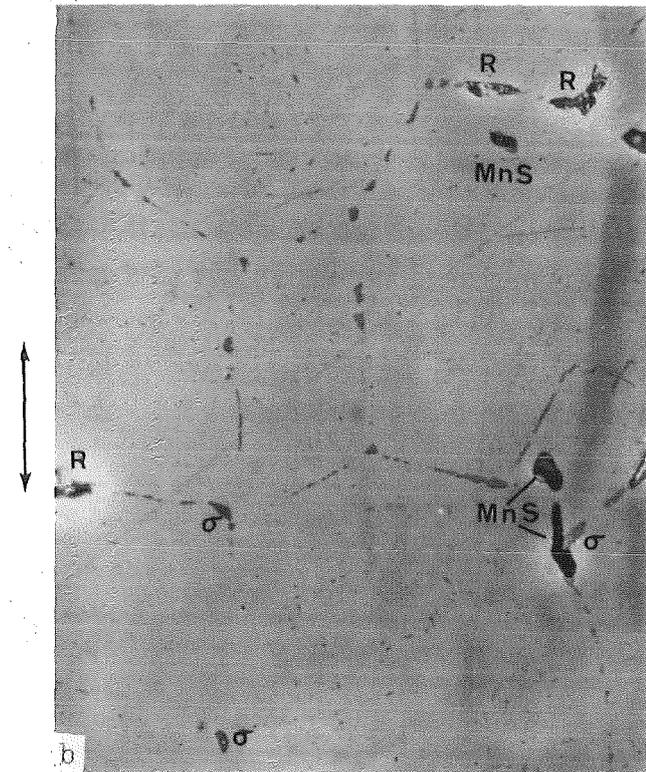
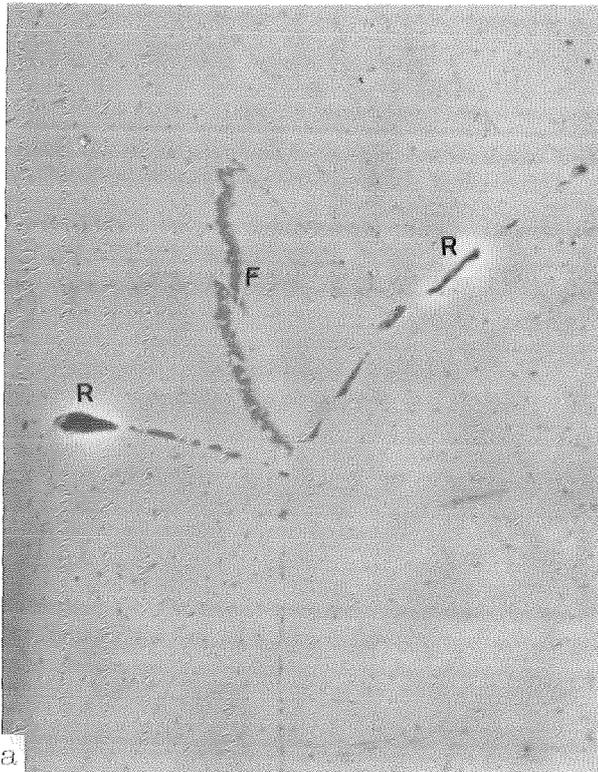


55913 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 16: 700 °C; 60 MPa; 2023 h;  
Tripelpunktanrisse.

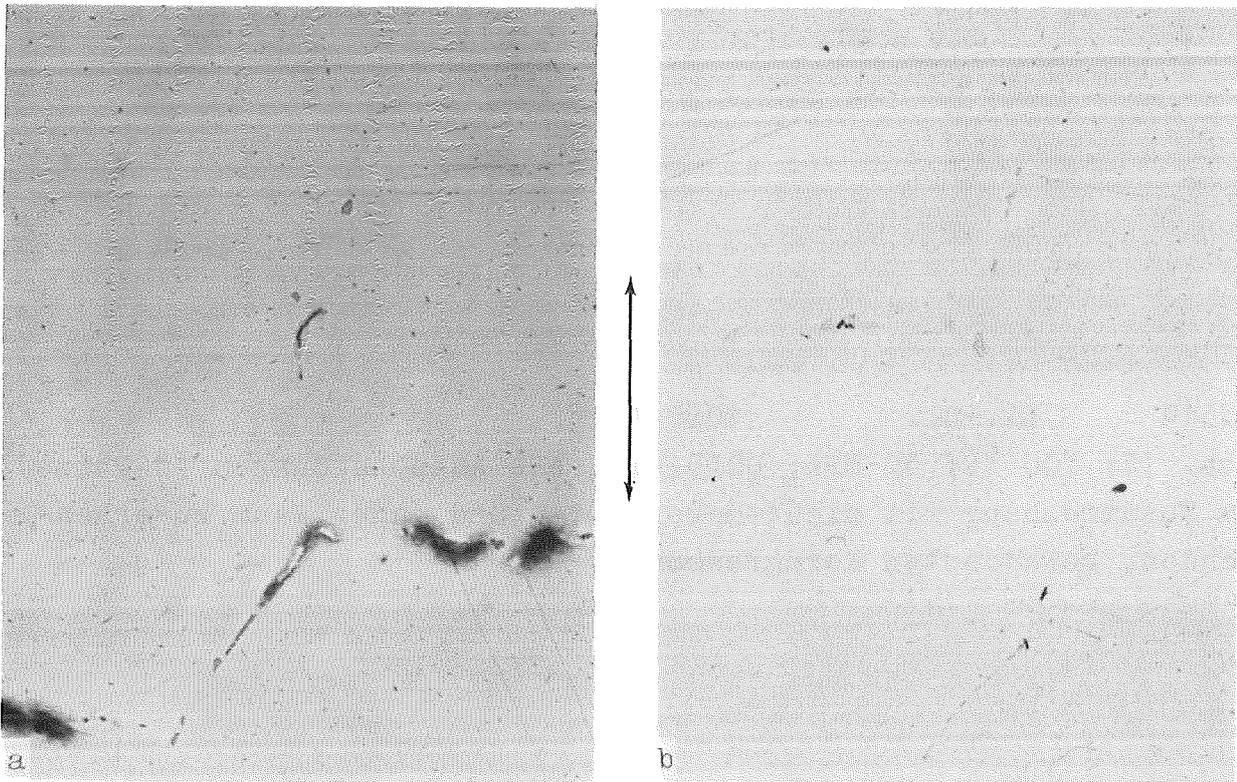


55519 Li.+Bl. 1000:1

Abb. 17: 700 °C; 50 MPa; 6035 h; große Ausscheidungen (σ-Phase) im Zusammenhang mit nicht dekorierten und daher kaum zu erkennenden, gewanderten Korngrenzen.



55514 ZnSe-Bed. 1000:1 55515 ZnSe-Bed. 1000:1  
Abb. 18a u. 18b: 700 °C; 50 MPa; 6035 h; Anrisse an Korngrenzen-  
ausscheidungen. σ-Phase, Karbide und Ferrit (Martensit) dunkel.

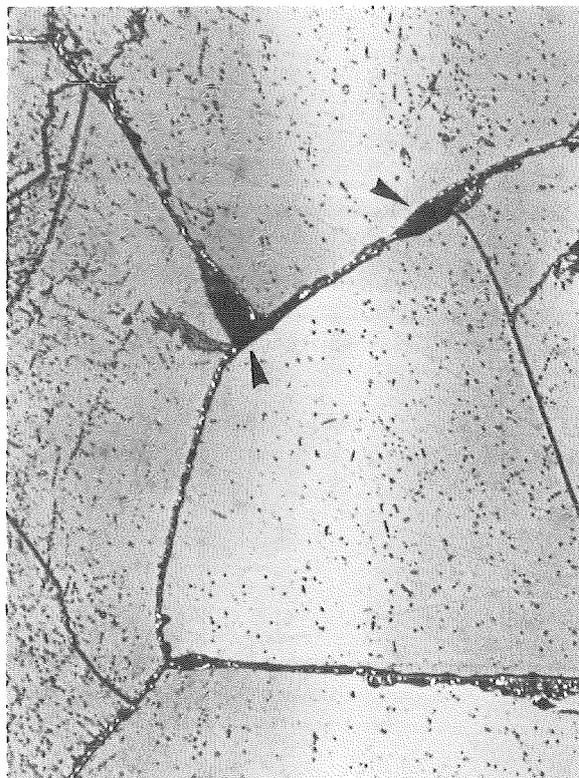


55511 nicht geätzt 1000:1 55512 nicht geätzt 1000:1  
Abb. 19a u. 19b: 700 °C; 50 MPa; 6035 h; Anrisse (schwarz).



56582 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 20: 650 °C; 190 MPa; 16 h;  
Korngrenzenmartensit (Pfeil).

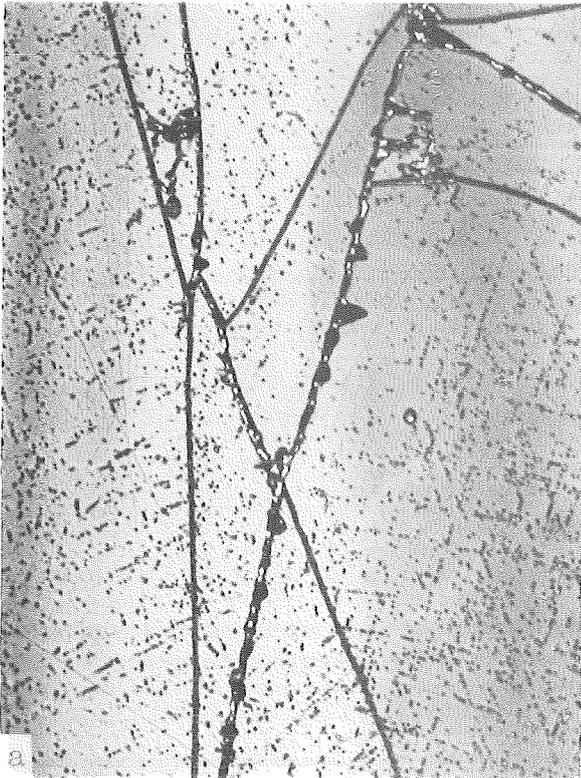
56574 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 21: 650 °C; 180 MPa; 29 h;  
"Stengelkarbide" (Pfeil).



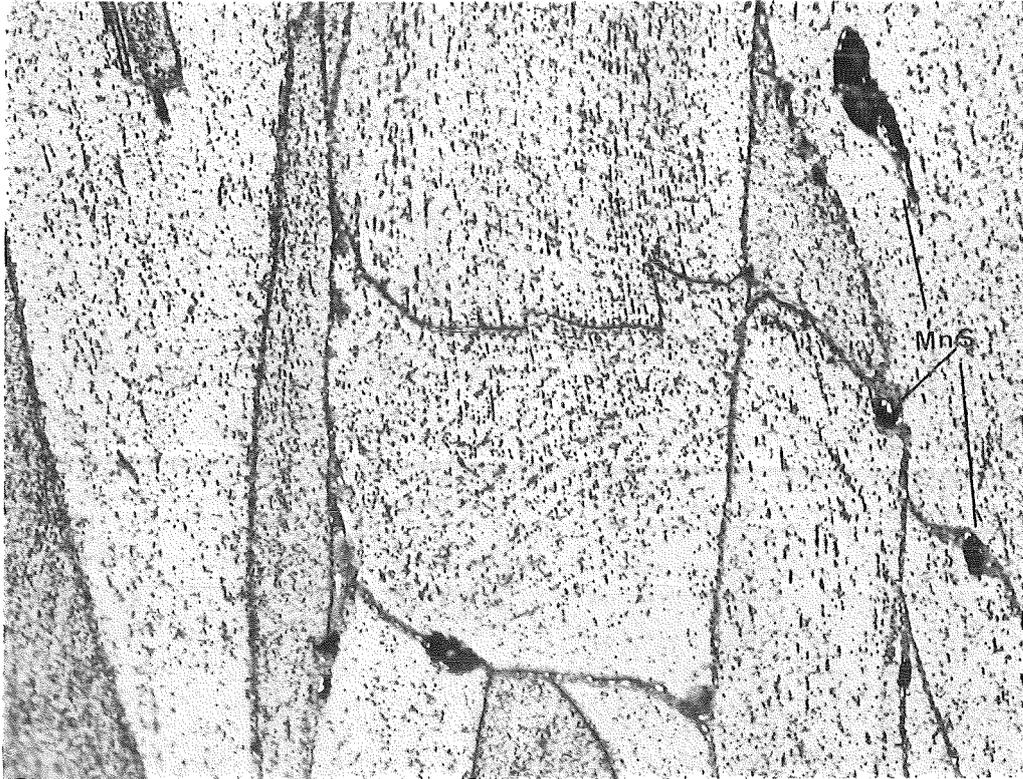
56558 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 22: 650 °C; 160 MPa; 73 h;  
Korngrenzenkarbide (weiß), Tripelpunktarisse (Pfeil),  
keine Korngrenzenwanderung.



55899 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 23: 650 °C; 140 MPa; 144 h.



56568 Li.+Bl. 1000:1 56569 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 24a u. 24b: 650 °C; 130 MPa; 468 h; Matrixkarbide in  
Gleitebenen angeordnet.

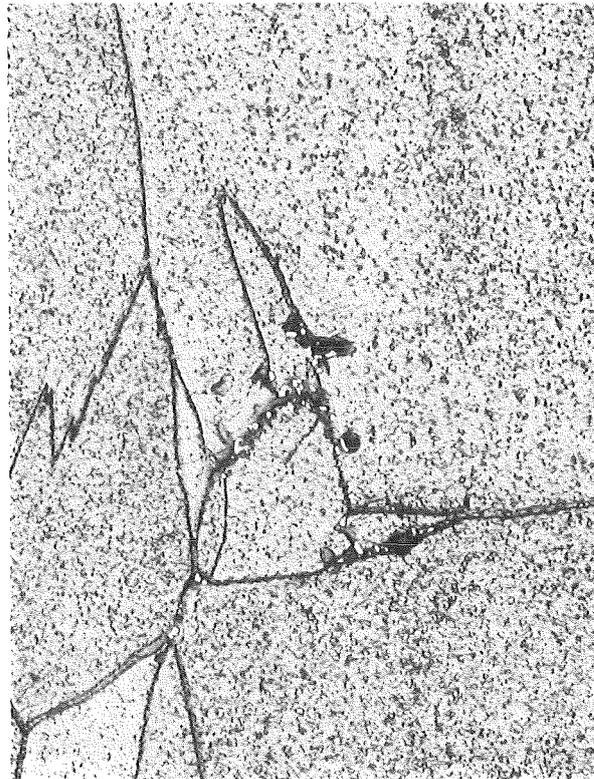


55892 u. 55893

Li.+B1.

1000:1

Abb. 25: 650 °C; 120 MPa; 527 h.

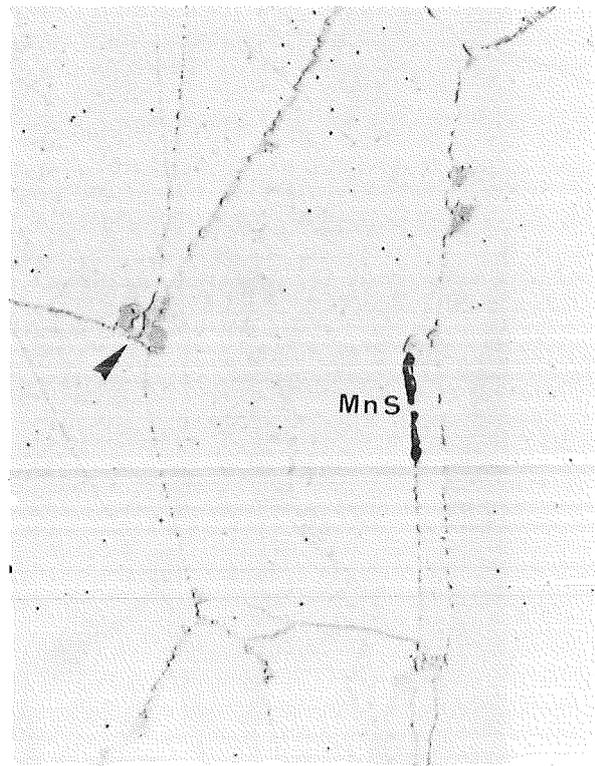


55896

Li.+B1.

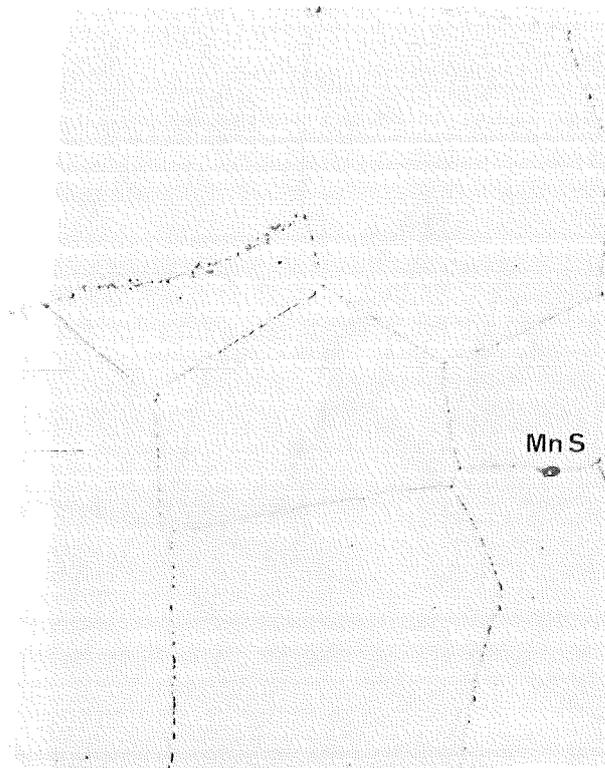
1000:1

Abb. 26: 650 °C; 120 MPa; 527 h.

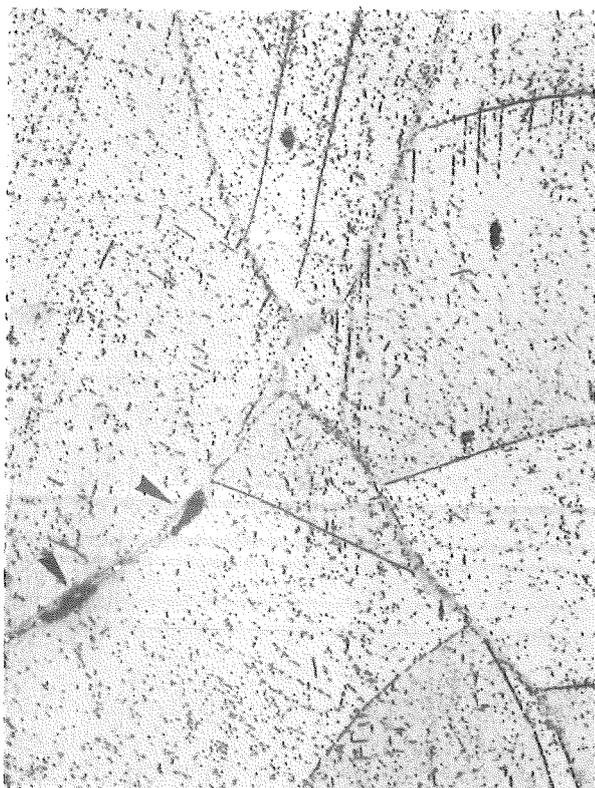


55962 ZnSe-Bed. 1000:1  
Abb. 27: 650 °C; 120 MPa; 527 h;  
"Stengelkarbide" (Pfeil).

55965 ZnSe-Bed. 1000:1  
Abb. 28: 650 °C; 120 MPa; 527 h;  
Ferrit mit  $\sigma$ -Phase; (Pfeil).



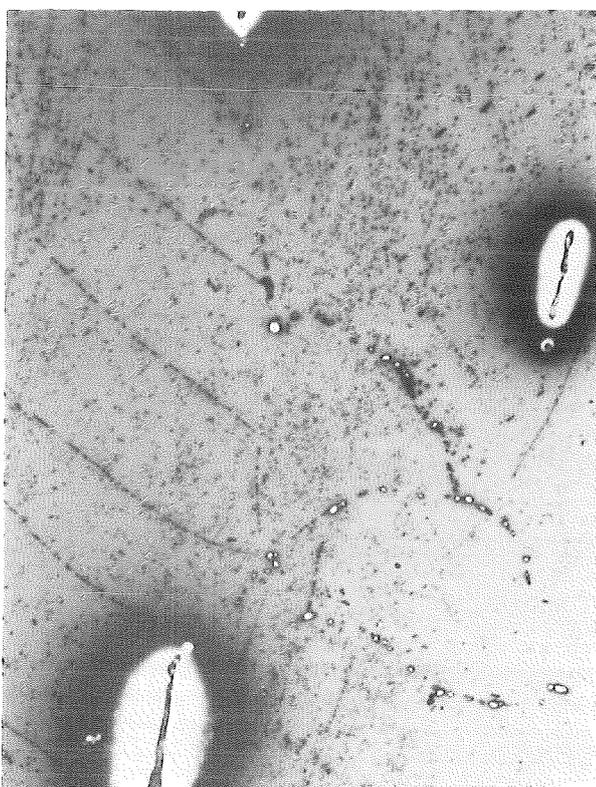
55967 ZnSe-Bed. 1000:1  
Abb. 29: 650 °C; 120 MPa; 527 h;  
Einspannkopf (Mitte), nur kleine Korngrenzenkarbide.



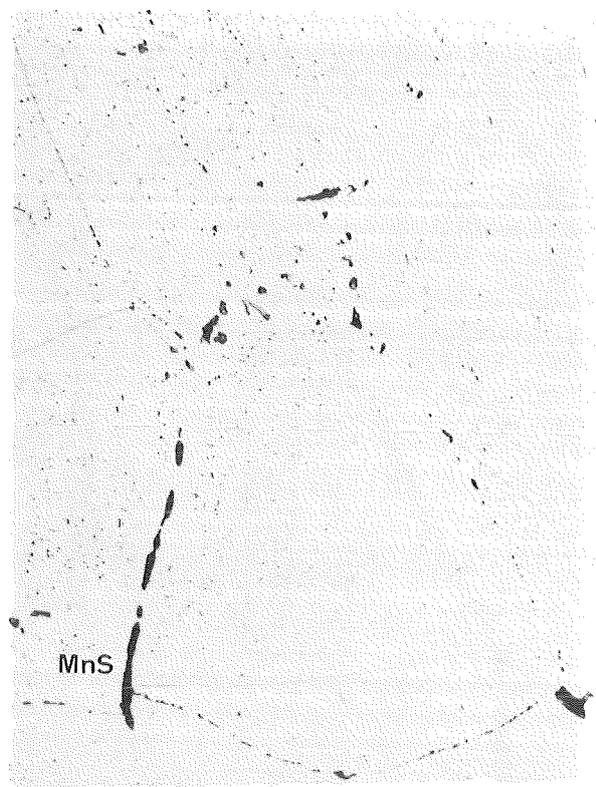
55891 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 30: 650 °C; 100 MPa; 1923 h;  
Mikroseigerung und Anrisse an  
den Korngrenzen.



55969 ZnSe-Bed. 1000:1  
Abb. 31: 650 °C; 100 MPa; 1923 h;  
 $\sigma$ -Phase grau, große Karbide  
schwarz, kleine grau.



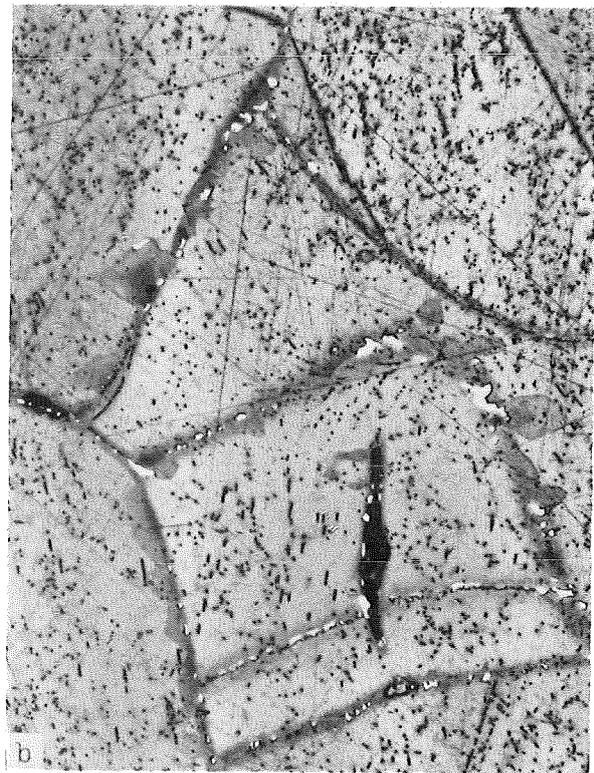
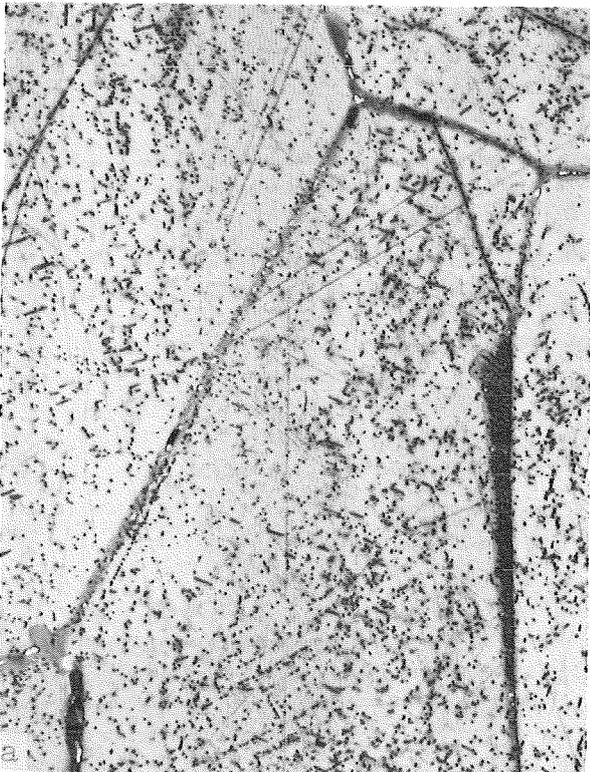
56132 Bleiacetat 1000:1  
Abb. 32: 650 °C; 100 MPa; 1923h;  
große Höfe um MnS; große Karbide  
weiß, kleine u.  $\sigma$ -Ph. schwarz.



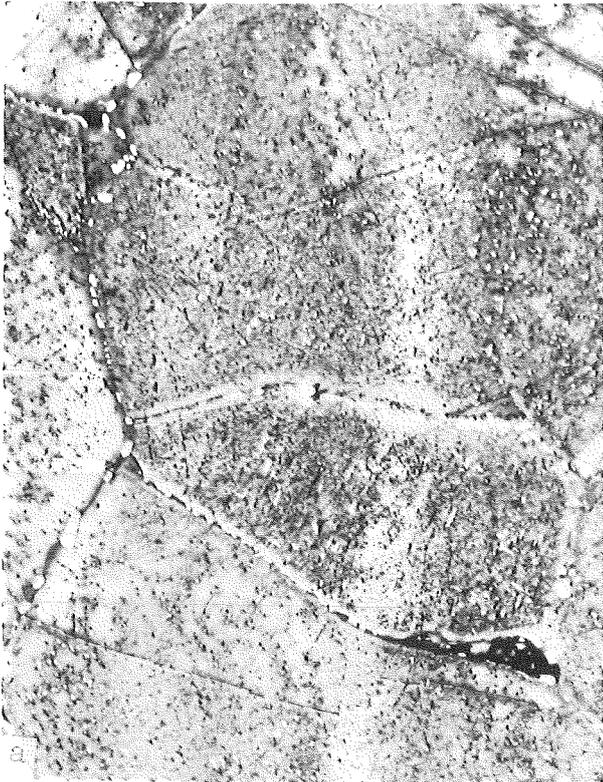
56136 Murakami 1000:1  
Abb. 33: 650 °C; 100 MPa; 1923 h;  
Karbide schwarz,  $\sigma$ -Phase grau.



56585 Li.+Bl. 500:1  
Abb. 34: 650 °C; 90 MPa; 2942 h.



56587 Li.+Bl. 1000:1 56589 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 35a und 35b: 650 °C; 90 MPa; 2942 h.



55503

Li.+Bl.

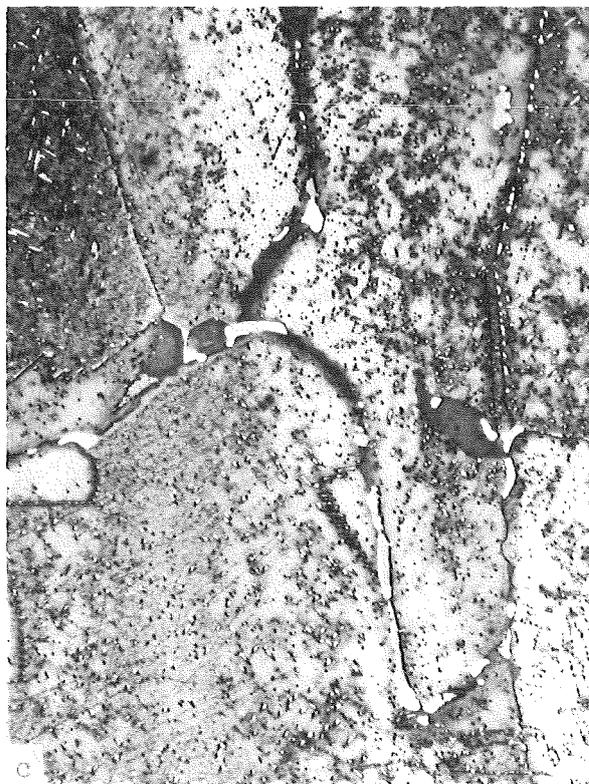
1000:1



55502

Li.+Bl.

1000:1

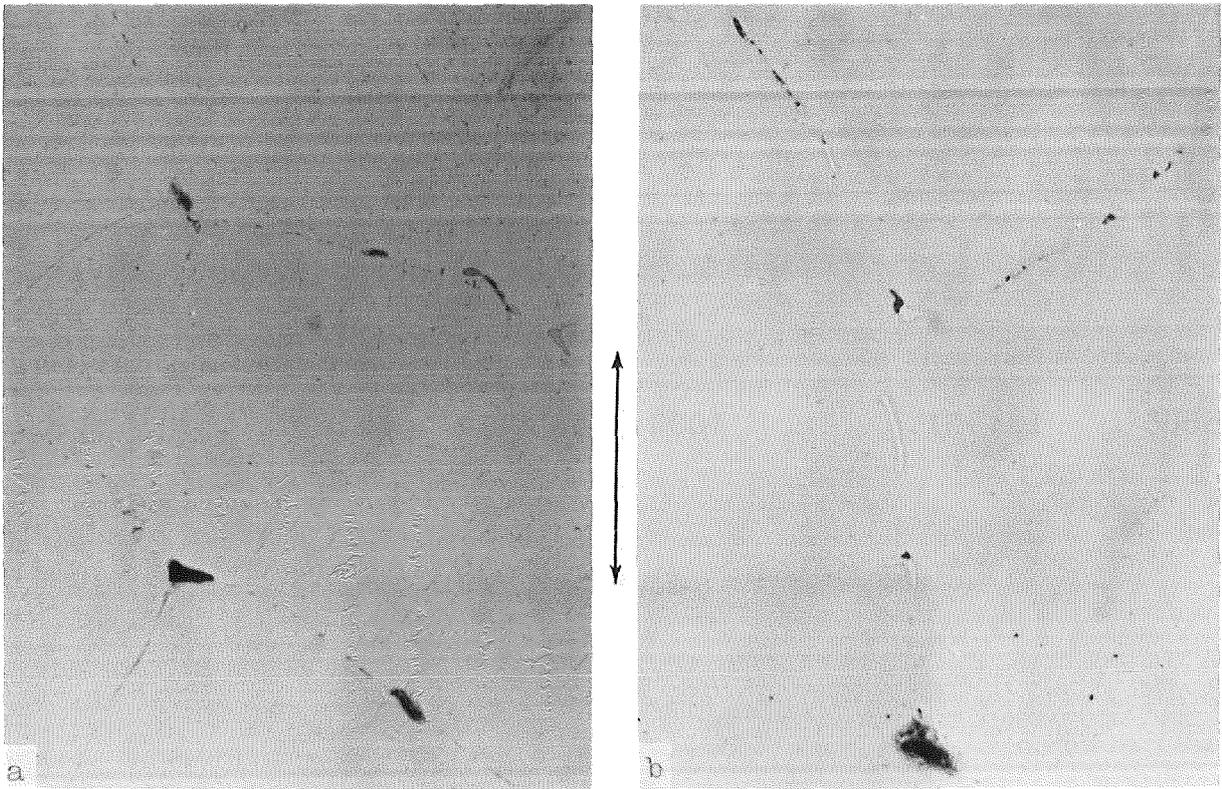


55504

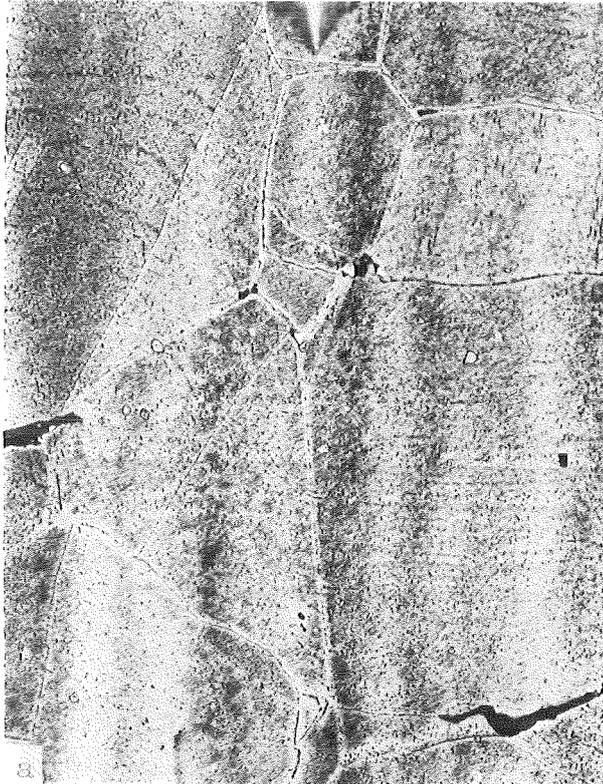
Li.+Bl.

1000:1

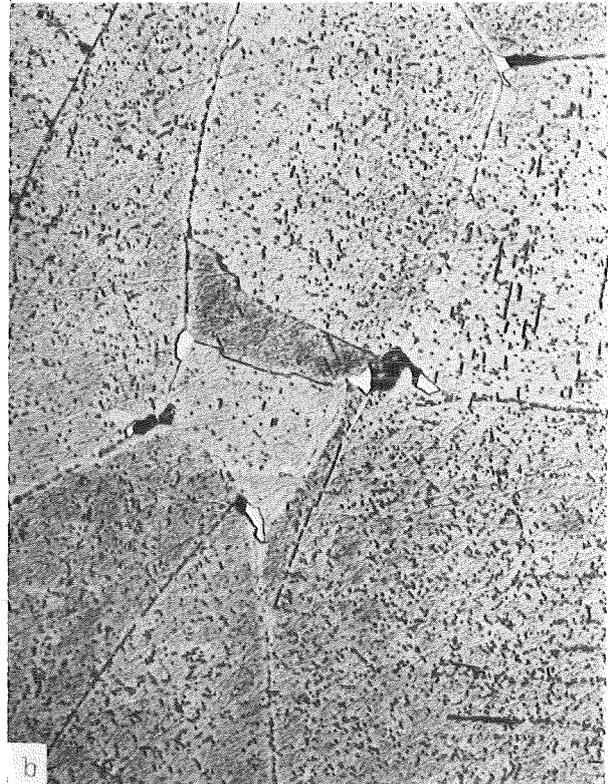
Abb. 36a, 36b und 36c: 650 °C; 80 MPa; 6021 h; Karbide und  $\sigma$ -Phase weiß, MnS hellgrau, Ferrit (Martensit) und chromreiche Diffusionszonen (Mikroseigerungen) an den Korngrenzen dunkelgrau.



55493 nicht geätzt 1000:1 55494 nicht geätzt 1000:1  
Abb. 37a und 37b: 650 °C; 80 MPa; 6021 h; Mikrorisse an Korn-  
grenzenausscheidungen und Tripelpunkten.



56112 Li.+Bl. 500:1



56113 Li.+Bl. 1000:1

$\sigma$ -Phase und große Karbide weiß, kleine dunkel:



56117 Bleiacetat 1000:1

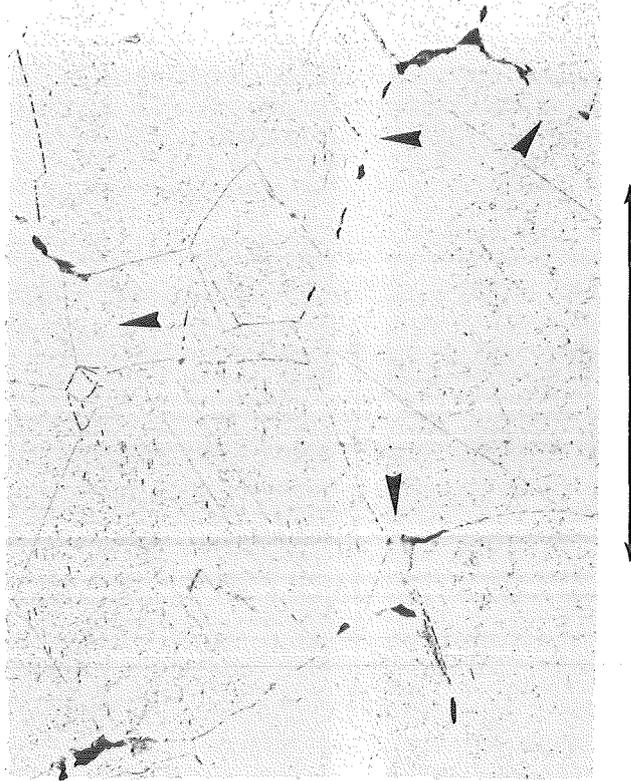
Karbide weiß mit dunklem Rand,  
 $\sigma$ -Phase dunkel;



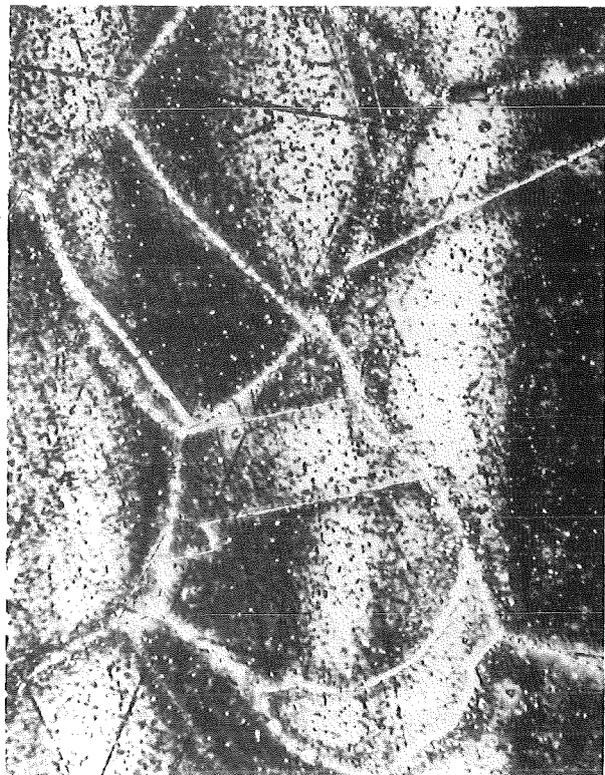
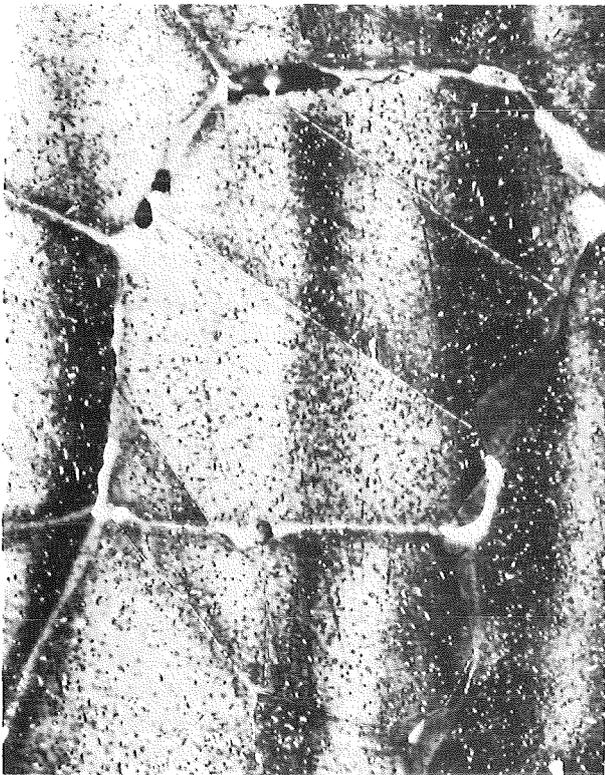
56123 Murakami 1000:1

$\sigma$ -Phase grau, Karbide dunkel;

Abb. 38a, 38b, 38c und 38d: 650 °C; 80 MPa; 6021 h; verschiedene Nachweisätzungen.



38991 V2A-Beize 500:1  
Abb. 39: 650 °C; 70 MPa; 10338 h;  
starke Korngrenzenwanderung (Pfeil),  
Mikrorisse.

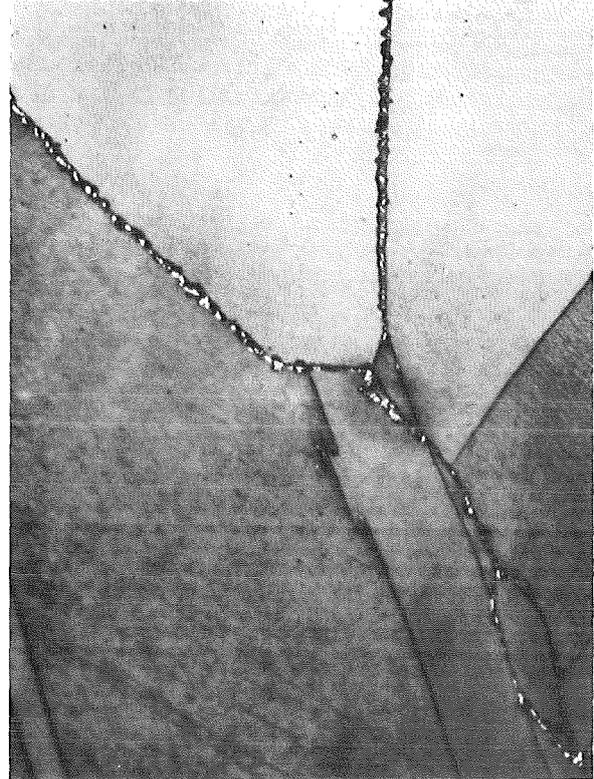


55647 Li.+Bl. 1000:1 55650 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 40: 650 °C; 60 MPa; 32045 h; Abb. 41: 650 °C; 60 MPa; 32045 h;  
 $\sigma$ -Phase, Korngrenzenwanderung, Einspannkopf, Karbide und Mikro-  
Mikrorisse. seigerung an den Korngrenzen.



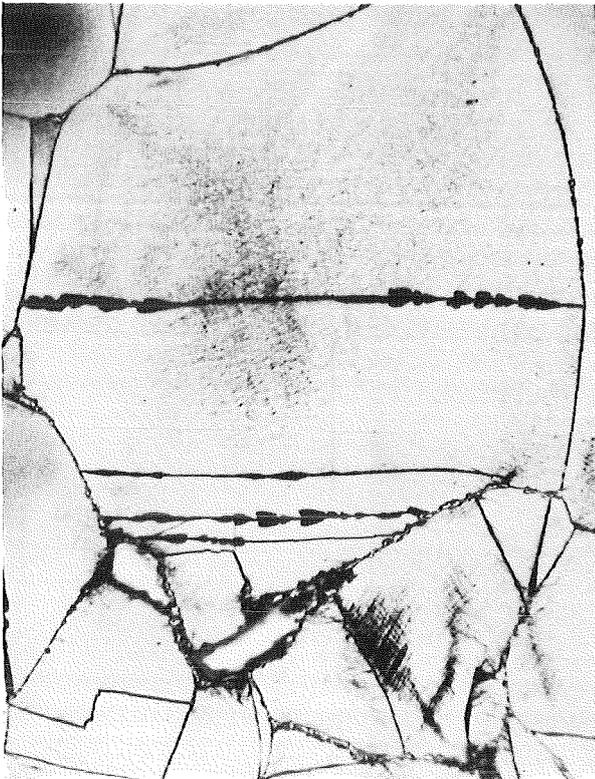
34333 V2A-Beize 500:1

Abb. 42: 550 °C; 230 MPa; 1080h;



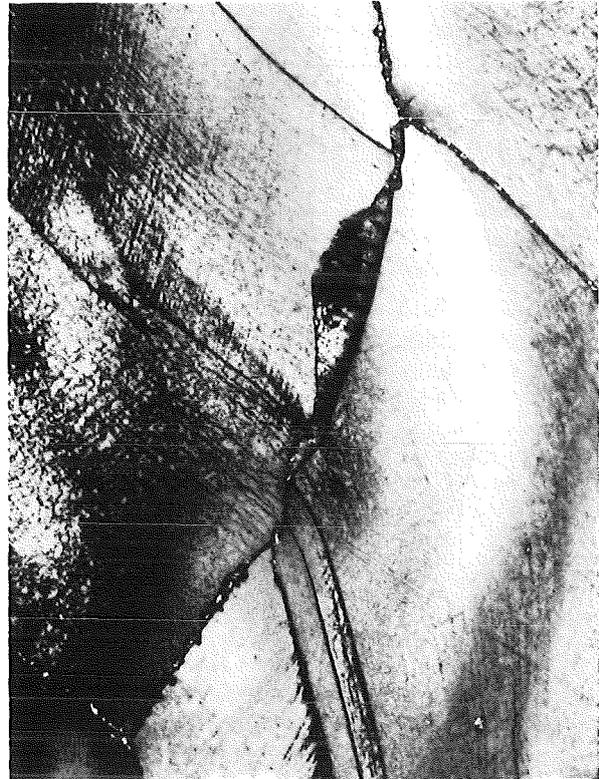
55492 Li.+B1. 1000:1

Abb. 43: 550 °C; 230 MPa; 1080 h;  
nur Korngrenzenkarbide sichtbar.



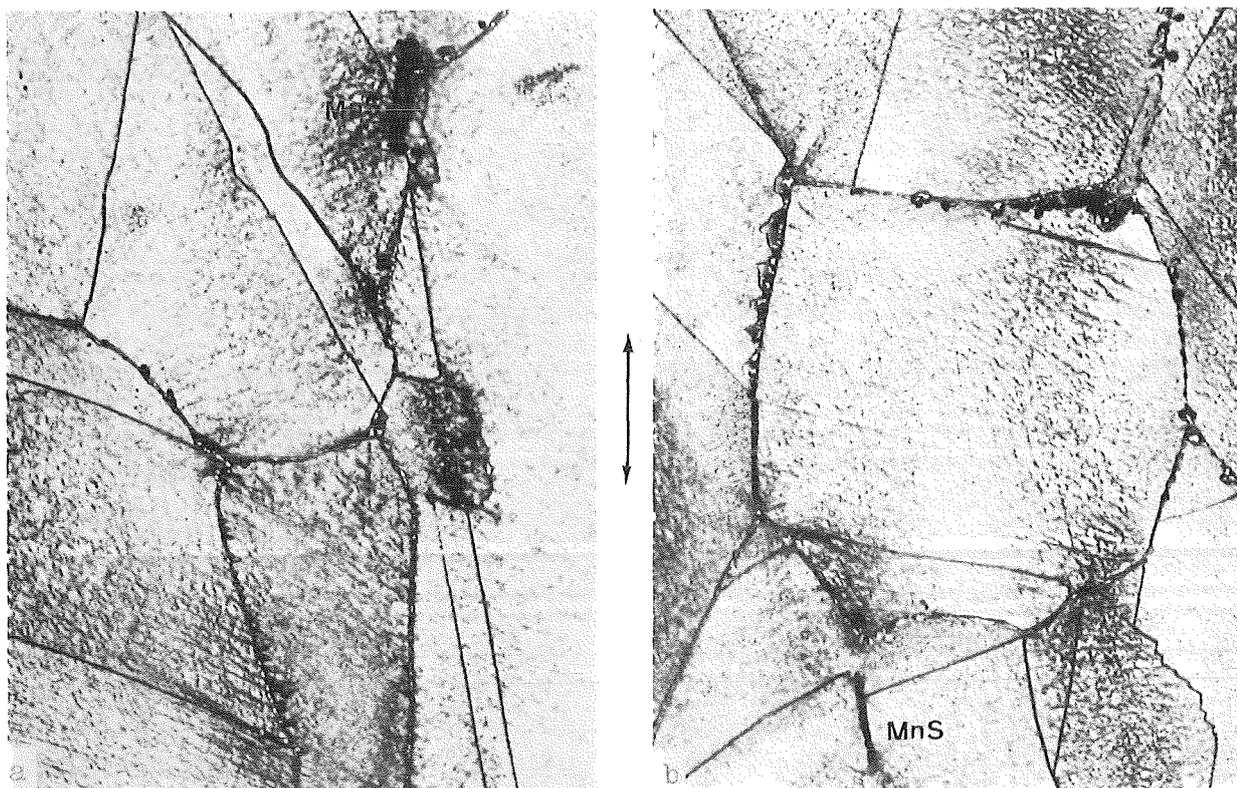
55486 Li.+B1. 1000:1

Abb. 44: 550 °C; 230 MPa; 1080h;  
"Stengelkarbide" an Zwillingsgrenzen.



55485 Li.+B1. 1000:1

Abb. 45: 550 °C; 230 MPa; 1080 h;  
"Stengelkarbide"; dekorierte Gleitebenen.



55888 Li.+Bl. 1000:1 55889 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 46a und 46b: 550 °C; 210 MPa; 2770 h; an den Korngrenzen  
kleine Karbide (weiß), kleine ferritisierte Zonen (schwarz) und  
gewanderte Korngrenzen (grau).



55887 Li.+Bl. 1000:1  
Abb. 47: 550 °C; 190 MPa; 7410 h;  
F = Ferrit (Martensit), W = von  
gewandelter Korngrenze durchlaufenes  
Gebiet.

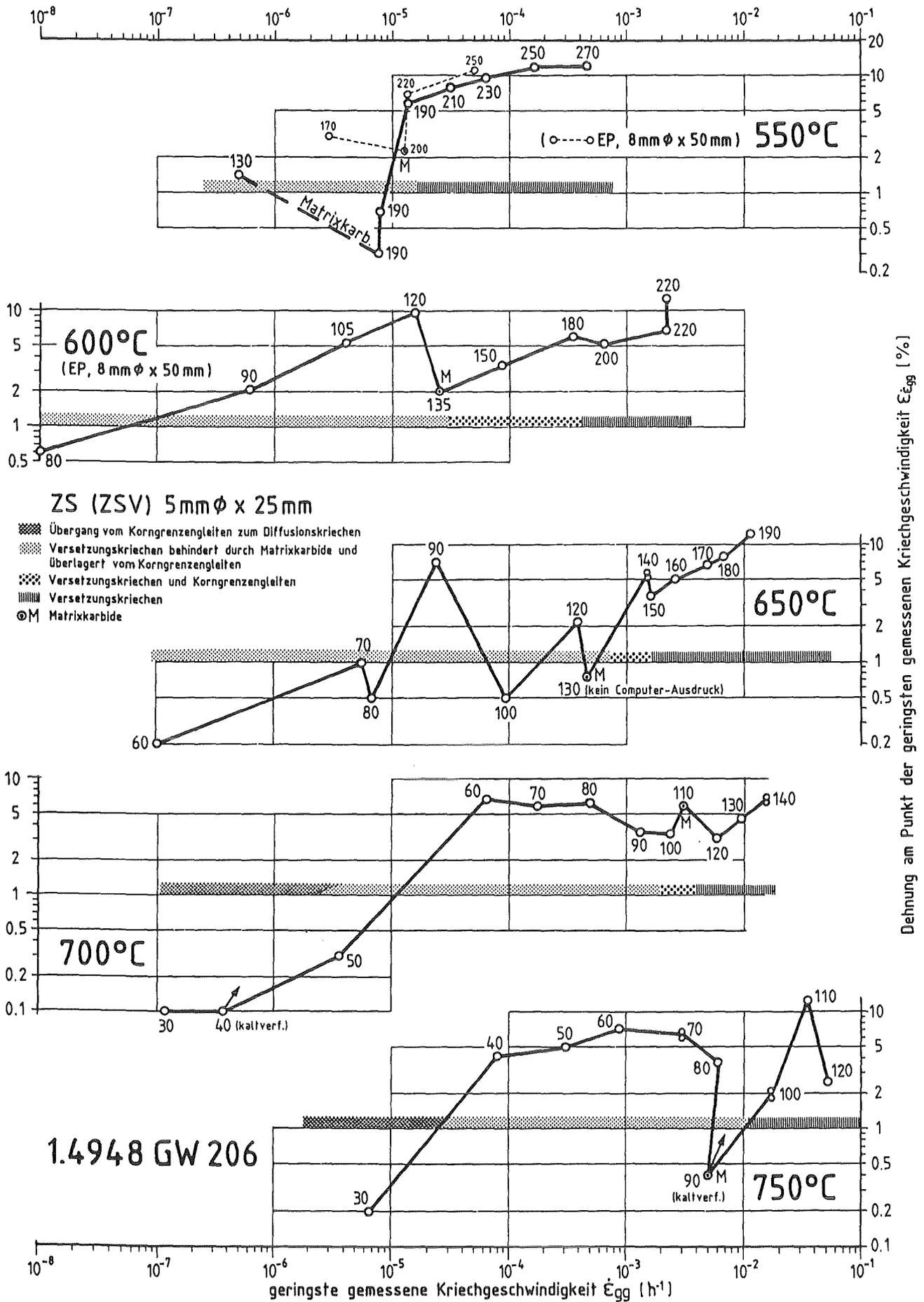


Abb. 48

Dehnung  $\epsilon_{\dot{\epsilon}_{gg}}$  bei der geringsten gemessenen Dehngeschwindigkeit  $\dot{\epsilon}_{gg}$  als Hilfsgröße zur Bestimmung des dominierenden Kriechmechanismus im primären Kriechabschnitt

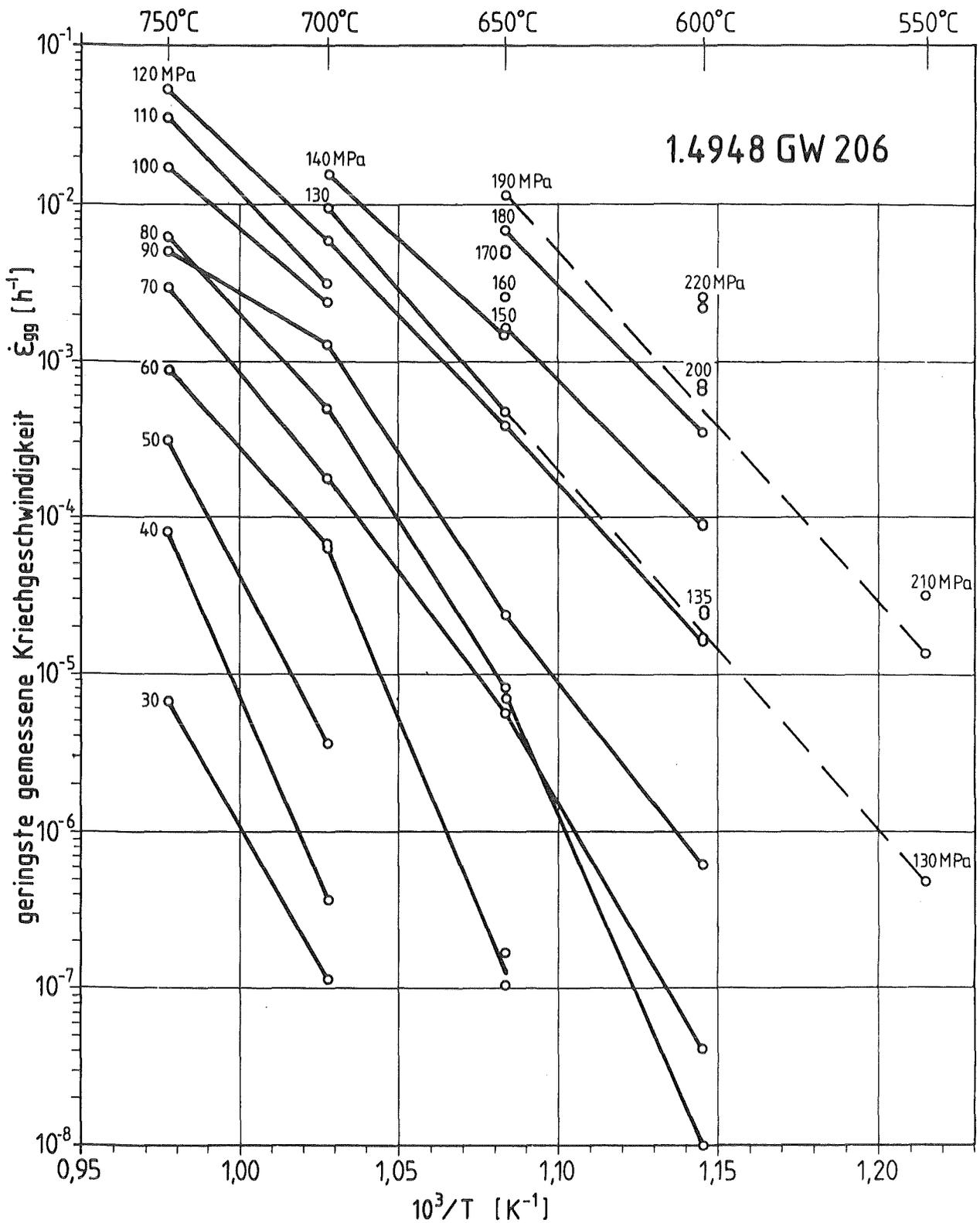


Abb. 49

Zur Bestimmung der Aktivierungsenergie des Kriechens

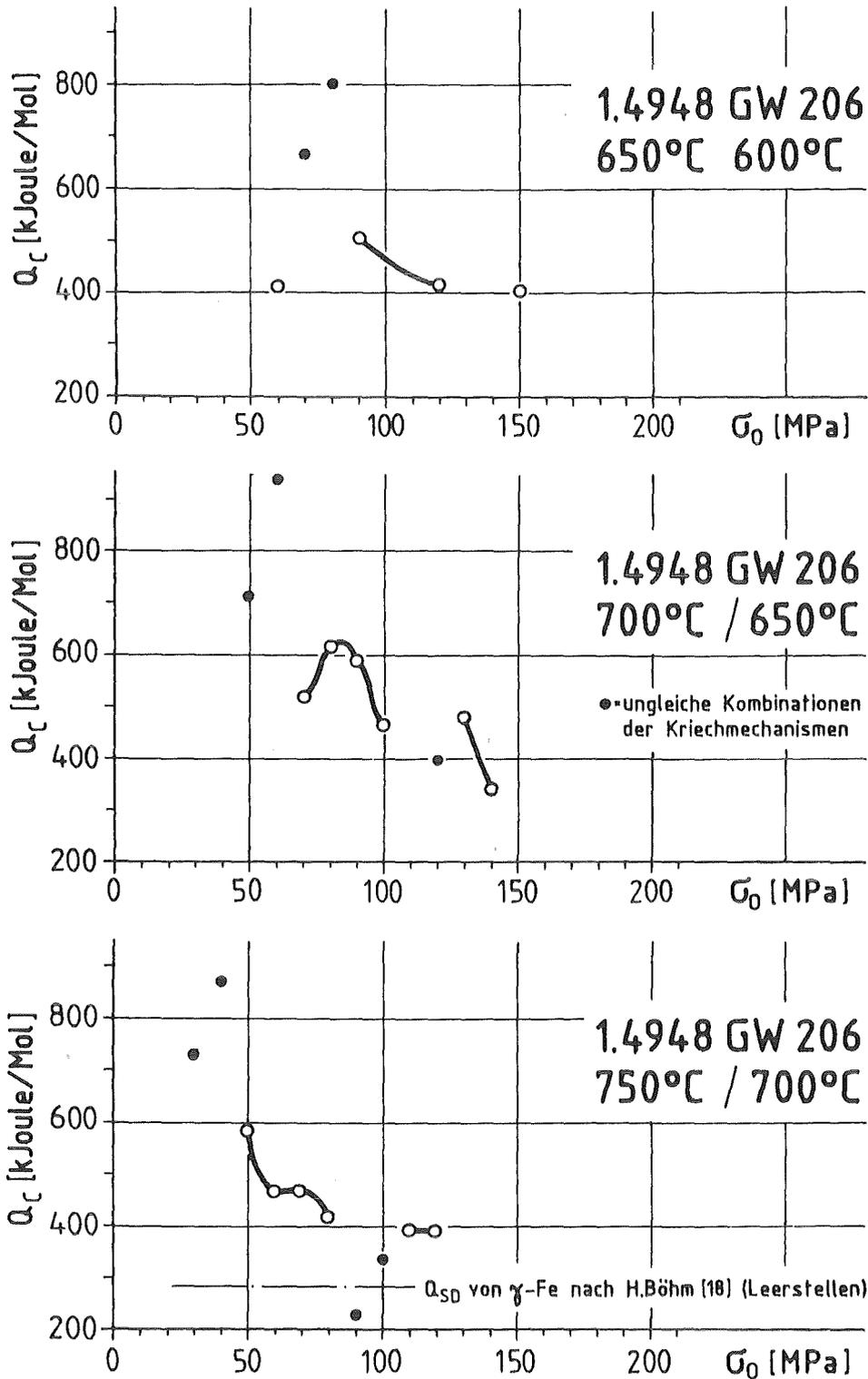


Abb. 50 Spannungsabhängigkeit der ermittelten Aktivierungsenergie des Kriechens

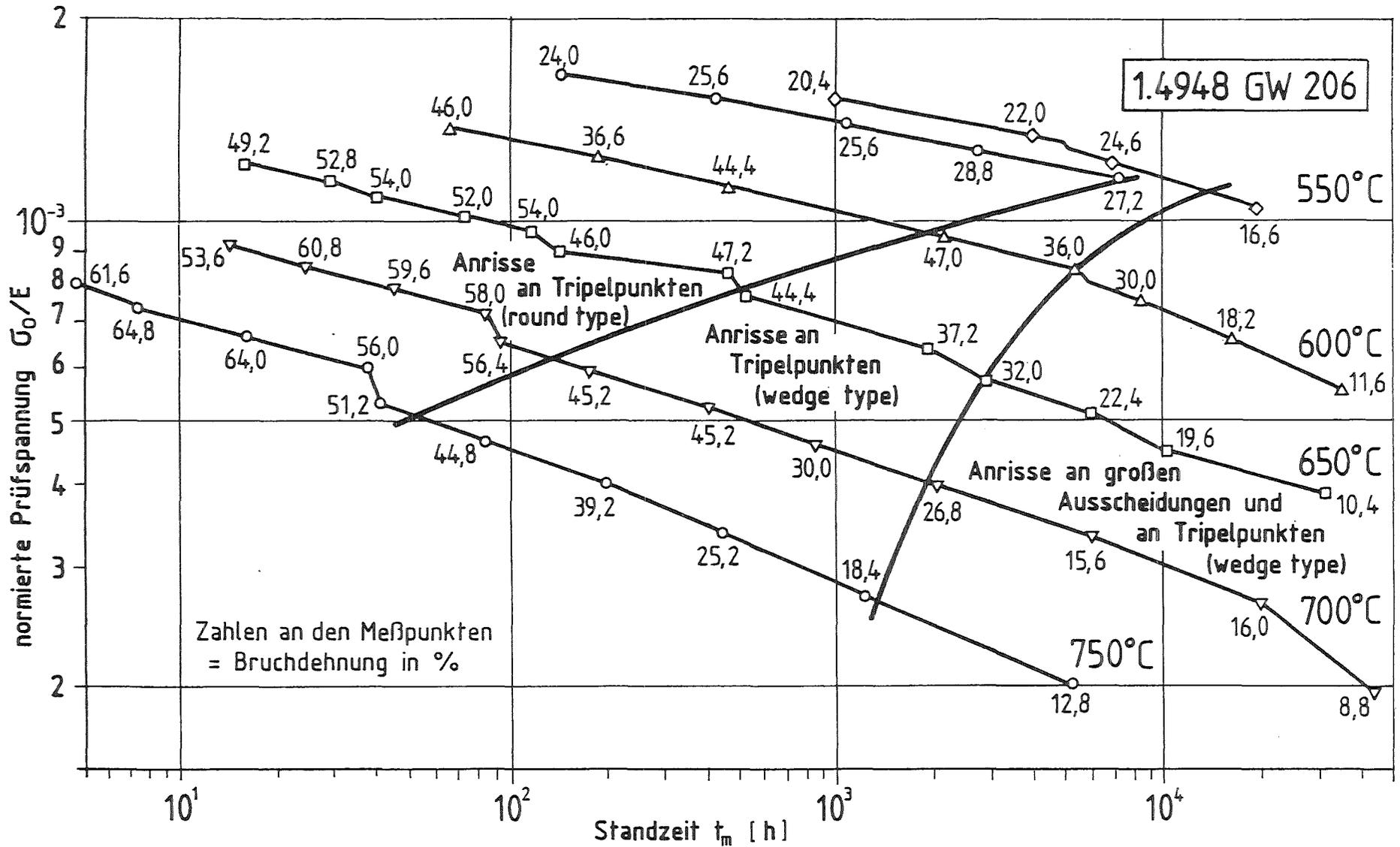
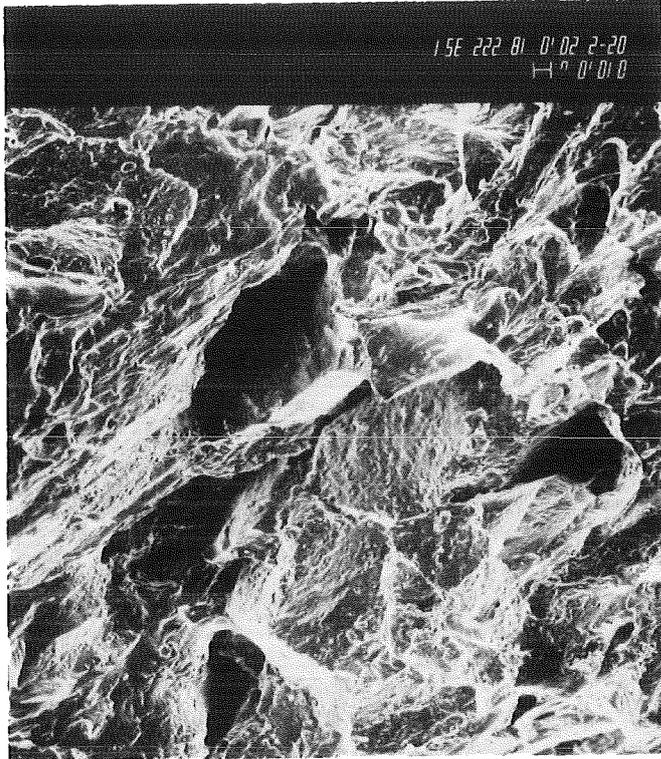


Abb. 51 : Vorherrschender Anrißtyp und Bruchdehnung

Abb. 55: 600 °C; 135 MPa; 5360 h;  
Mischbruch.



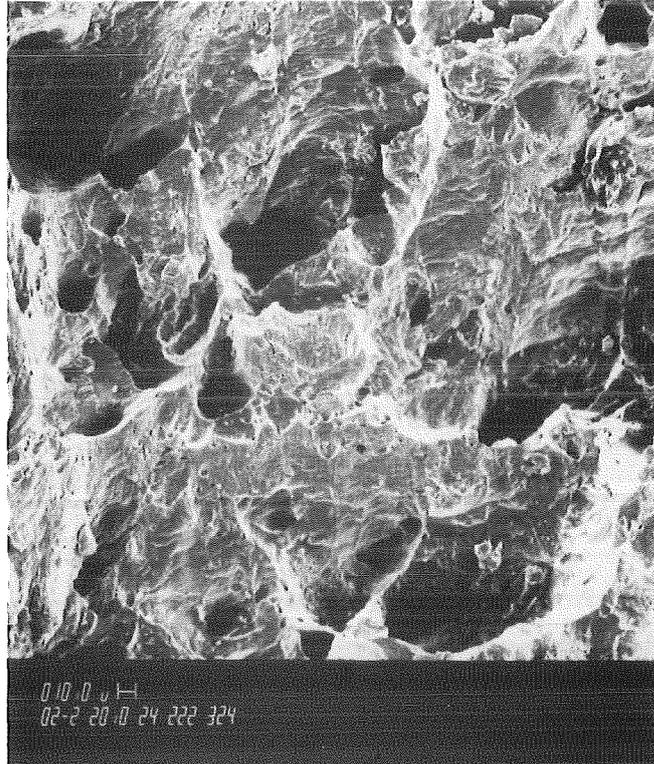


Abb. 53: 600 °C; 220 MPa; 66 h;  
duktiler, transkristalliner Bruch  
mit geringen Sprödbruchanteilen.

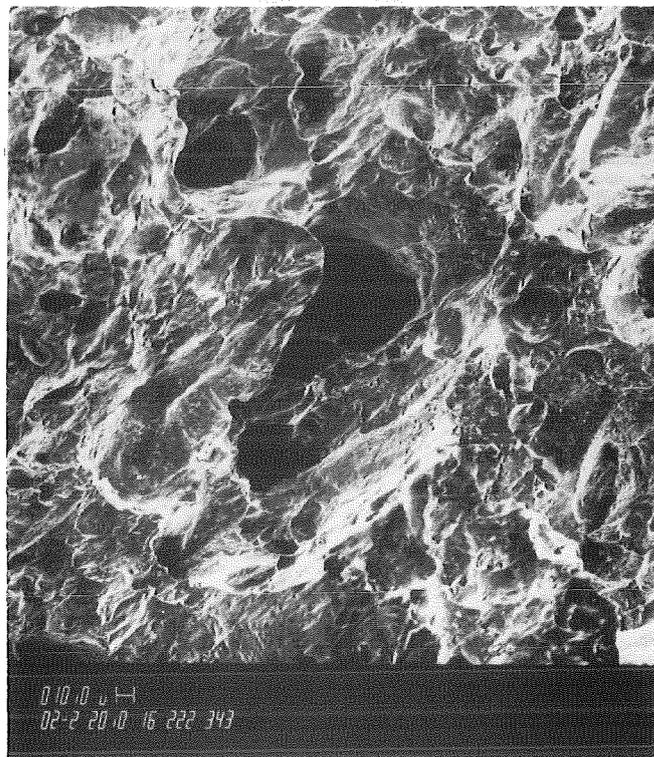


Abb. 54: 600 °C; 200 MPa; 187 h;  
duktiler, transkristalliner Bruch  
mit geringen Sprödbruchanteilen.

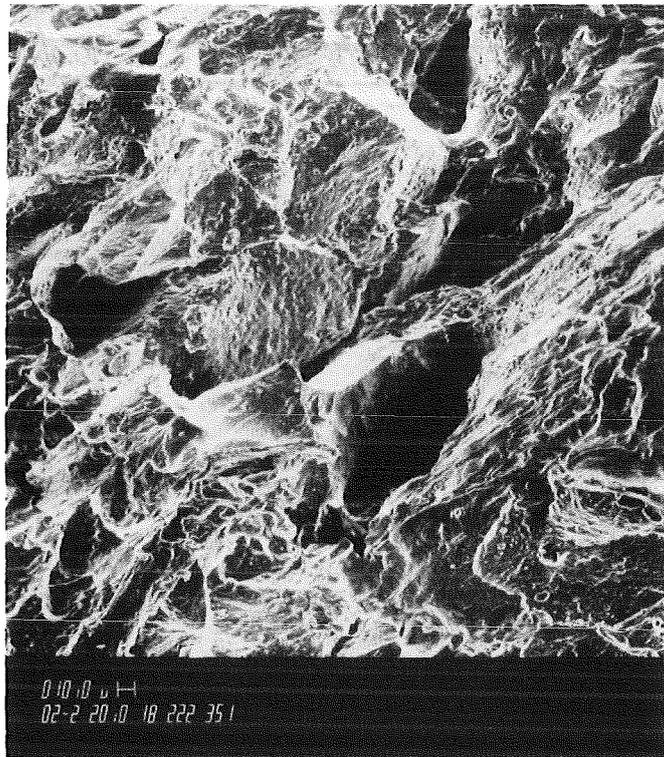


Abb. 55: 600 °C; 135 MPa; 5360 h;  
Mischbruch.

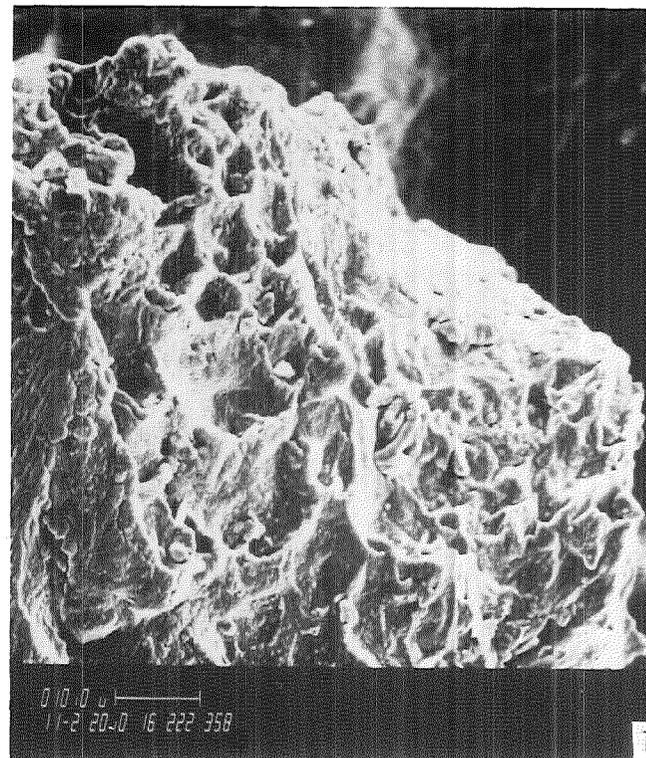
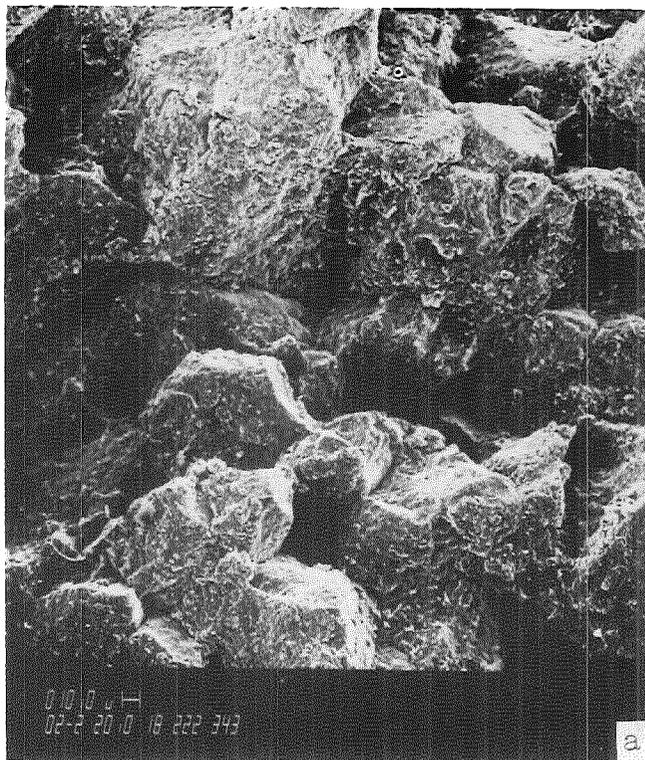


Abb. 56a und 56b: 600 °C; 105 MPa; 16325 h; interkristalliner Bruch mit "Poren" um Korngrenzenausscheidungen.



Abb. 57: 700 °C; 140 MPa; 14,5 h;  
duktiler, transkristalliner Bruch.

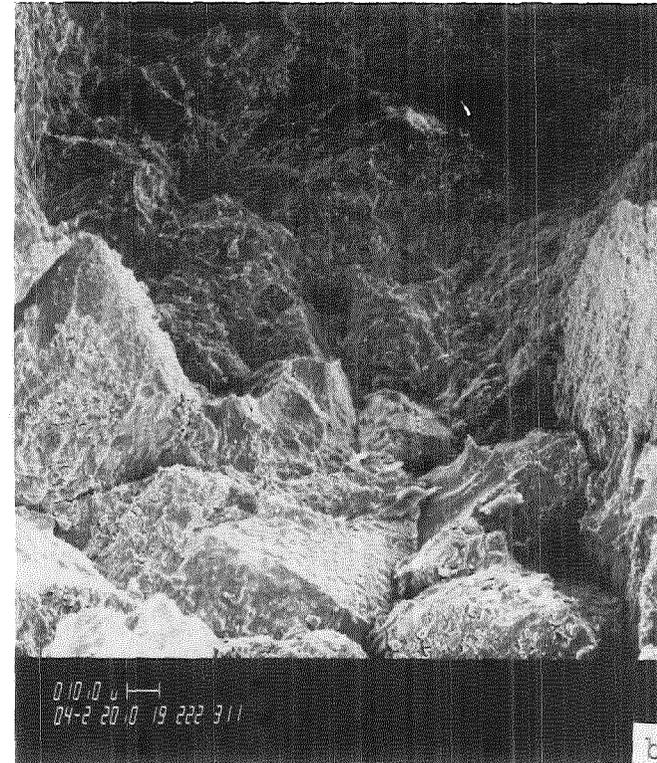
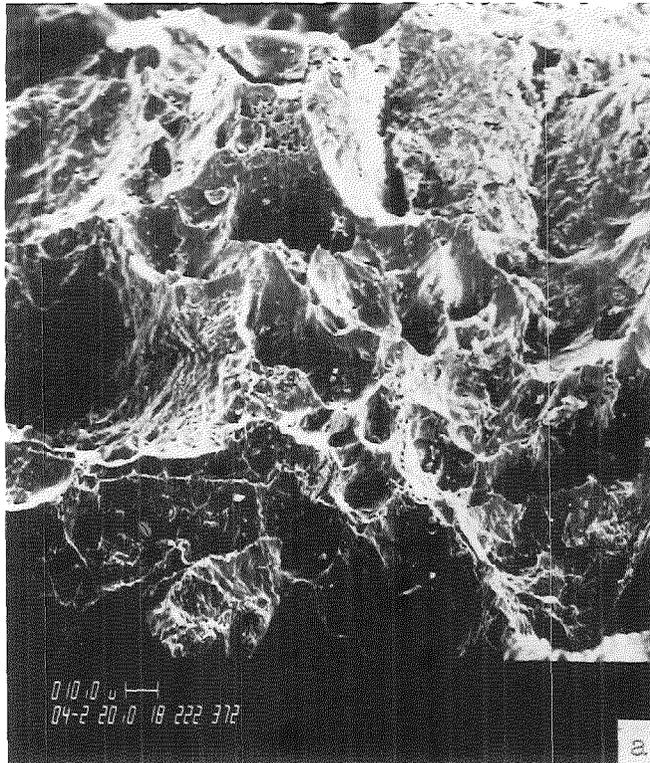


Abb. 58a und 58b: 700 °C; 70 MPa;  
transkristalliner Anteil;

866 h; Mischbruch;  
interkristalliner Anteil.

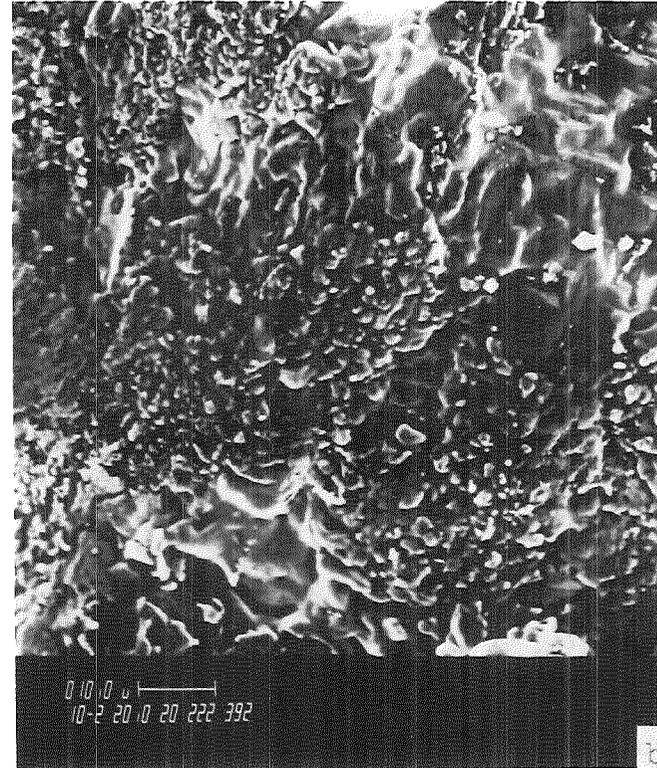
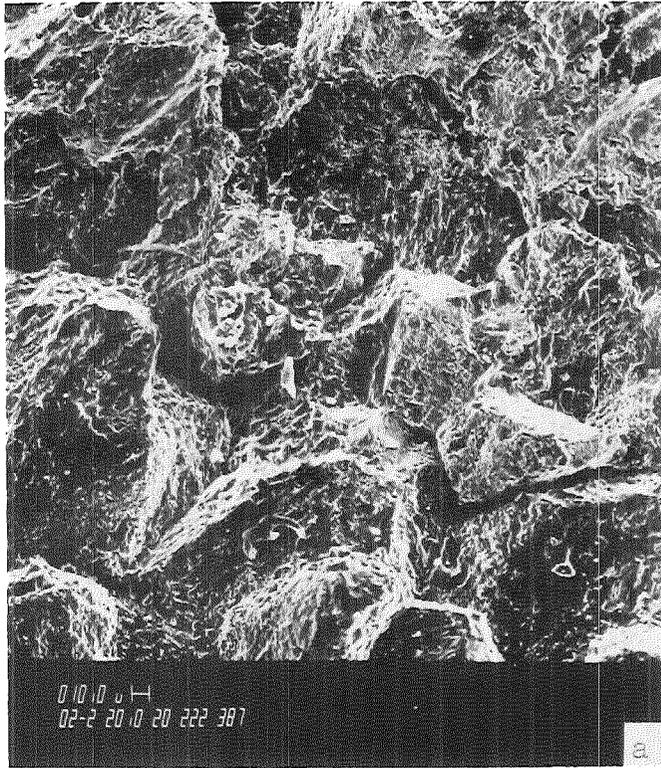


Abb. 59a und 59b: 700 °C; 50 MPa; 6035 h; interkristalliner Bruch; oberflächige Rekristallisation.

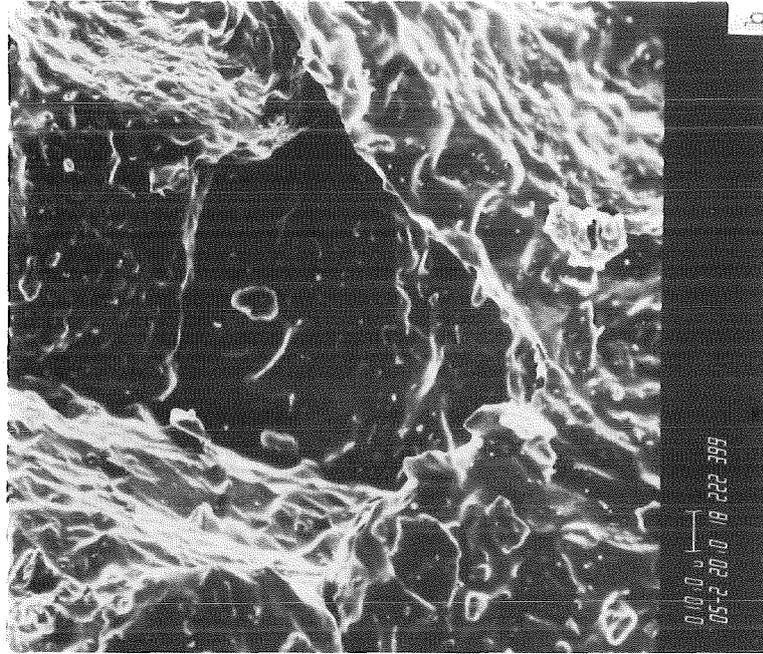
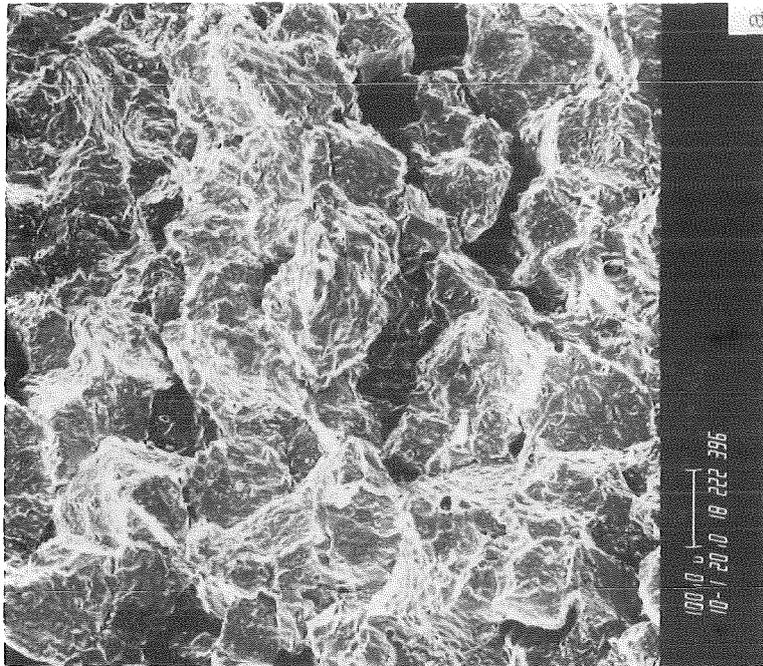
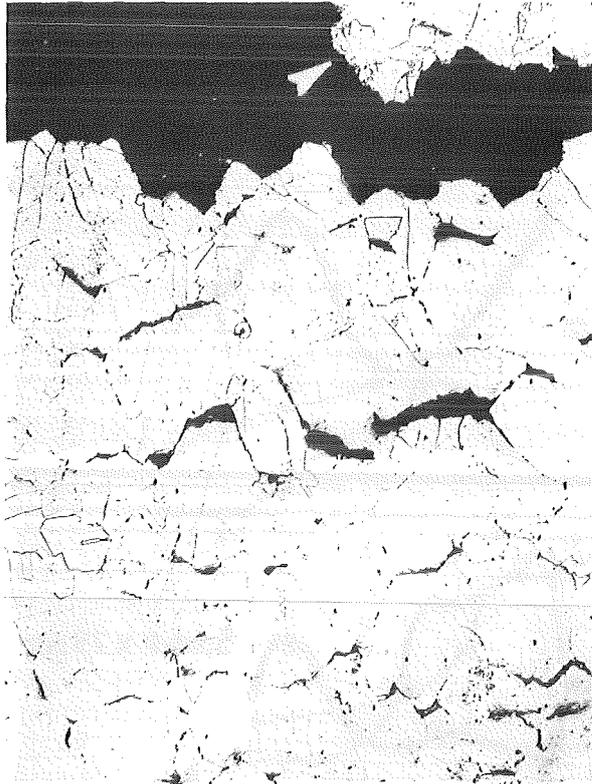
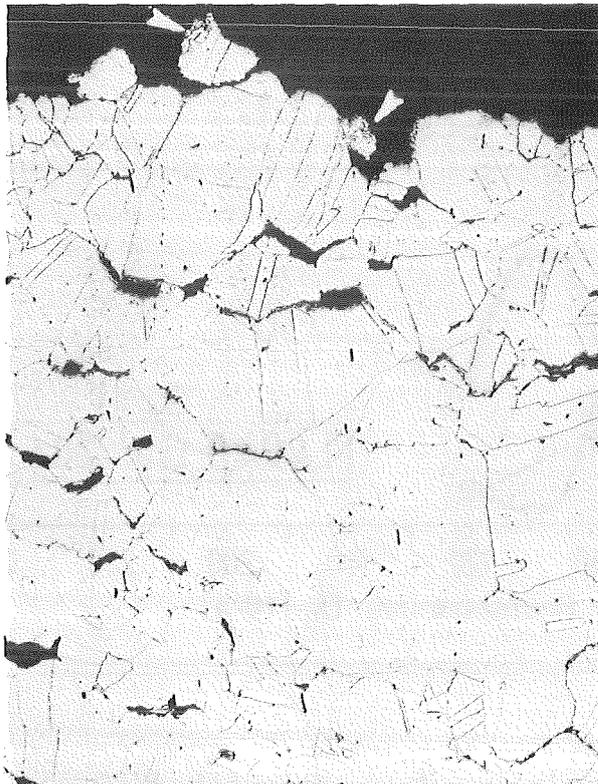


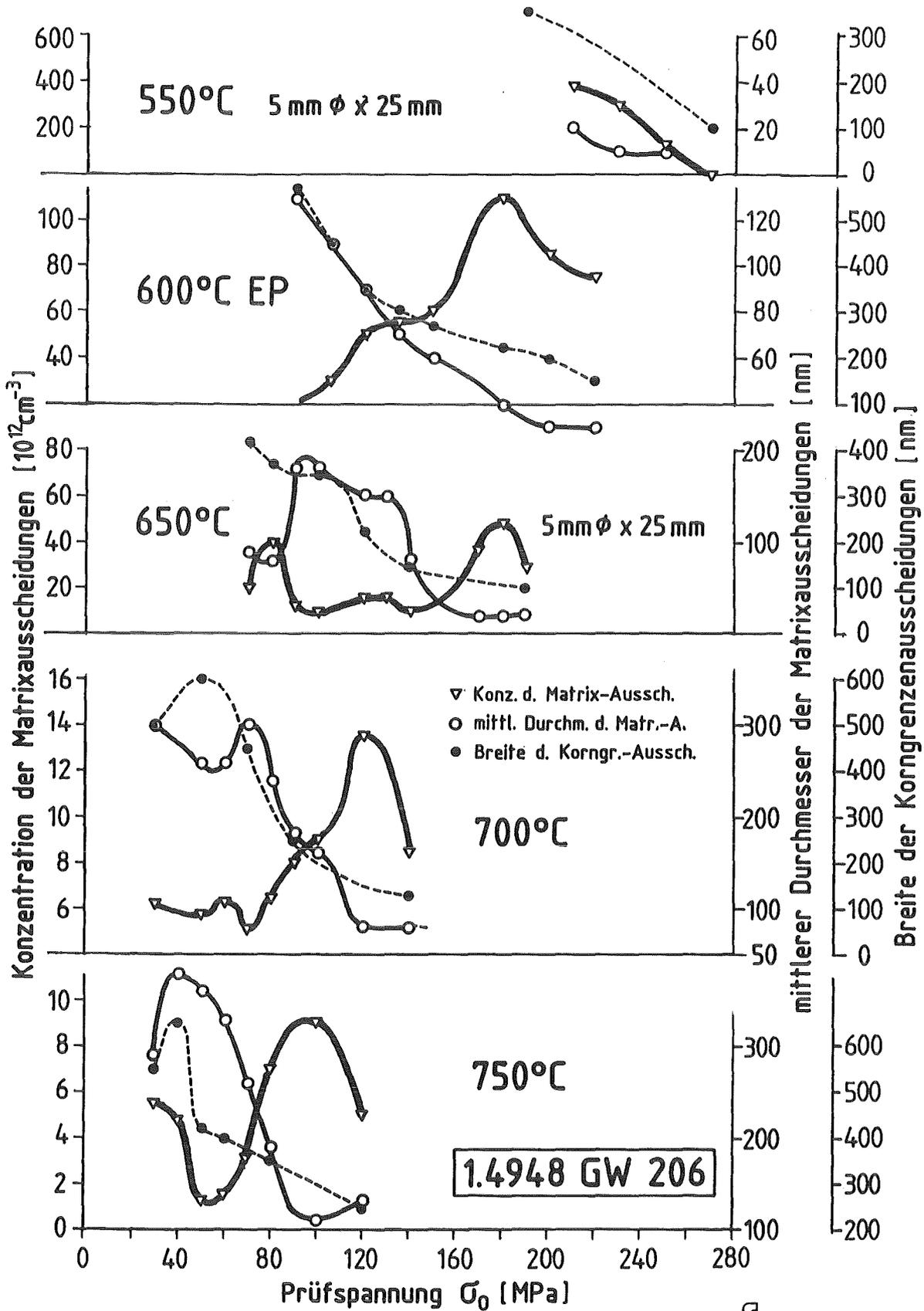
Abb. 60a und 60b: 700 °C; 30 MPa; 43601 h.



35760          V2A-Beize          100:1  
Abb. 61: 700 °C; 50 MPa; 6035 h;  
oberflächige Rekristallisation.



38986          V2A-Beize          100:1  
Abb. 62: 750 °C; 30 MPa; 5286 h;  
oberflächige Rekristallisation.



KfK

Abb. 63 Ergebnisse der quantitativen, elektronenmikroskopischen Ausscheidungserfassung