

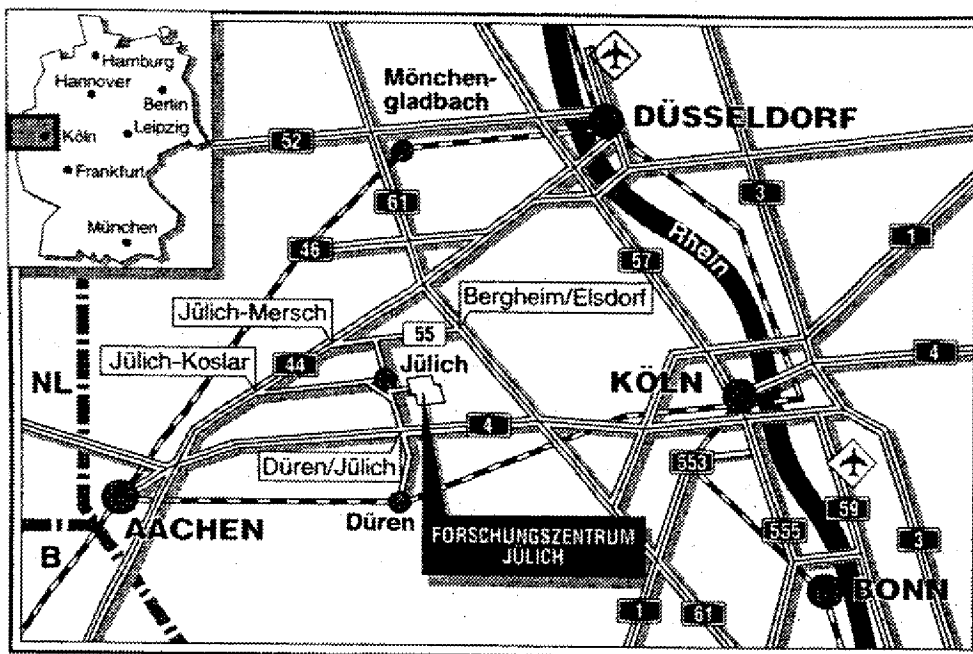
Institut für Werkstoffe der Energietechnik

**Untersuchung der Eigenschaften
des 9 %-Chromstahles vom Typ**

9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb

**im Hinblick auf seine Verwendung als
Rohrleitungs- und Kesselbaustahl
unter erhöhten Temperaturen**

O. Wachter P.J. Ennis A. Czyrska-Filemonowicz
A. Zielinska-Lipiec H. Nickel



Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 3074

ISSN 0944-2952

Institut für Werkstoffe der Energietechnik Jüli-3074

D 82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek
D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon: 02461/61-61 02 · Telefax: 02461/61-61 03 · Telex: 833556-70 kfa d

**Untersuchung der Eigenschaften
des 9 %-Chromstahles vom Typ
9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb
im Hinblick auf seine Verwendung als
Rohrleitungs- und Kesselbaustahl
unter erhöhten Temperaturen**

O. Wachter¹ P.J. Ennis² A. Czyrska-Filemonowicz³
A. Zielinska-Lipiec³ H. Nickel²

¹ Dissertation
PreussenElektra AG, D-30457 Hannover

² Forschungszentrum Jülich GmbH, Institut für Werkstoffe der Energietechnik 1, D-52425 Jülich

³ Universität für Bergbau und Metallkunde, Fakultät von Metallkunde und Werkstoffwissenschaft, PL-30-059 Krakau

Summary

In an extensive testing programme, the microstructure, tensile and impact properties, creep behaviour and the stress rupture strength of two heats of the tungsten-containing 9% chromium steel NF616 have been investigated. The creep rupture properties of weldments, one with a matching filler and another with a filler of composition similar to that of the steel E 9 1 1, and of weld simulations of the softened heat affected zone were determined and compared with those of the basis steel. The toughness of the weld metal and the HAZ of weldments was also investigated. The tendency for embrittlement of the coarse grained HAZ was assessed using weld simulation specimens.

Alongside the size and distribution of precipitates ($M_{23}C_6$, MX and Laves phase), the dislocation density was found to be the most significant structural parameter with respect to the long term strength properties. Tempering at temperatures just above the A_c temperature, even for only a few seconds as used in the softened HAZ weld simulation, led to a considerable decrease in the creep resistance compared with the normal heat treatment, which explains the susceptibility of weldments to type IV cracking in creep tests.

The creep behaviour depended on the applied stress, a Norton stress exponent of 16 being found for the high stress region and 6 for the low stress region. This observation must be taken into account in the extrapolation of data to long times; an overemphasis on test data obtained at high stresses can lead to an overestimation of the stress rupture strength.

Although the weld metal of the matching filler weldment was found to be relatively brittle at room temperature, the coarse grained HAZ impact strength was high. A post weld heat treatment did not lead to embrittlement.

The steel investigated may be used as boiler tubes and steam pipes operating at temperatures up to 620°C. The results of continuing creep rupture tests should be awaited before a general approval of the steel can be given.

Zusammenfassung

In einem umfangreichen experimentellen Versuchsprogramm wurden nach unterschiedlicher Wärmebehandlung an zwei Schmelzen des wolframhaltigen 9% Cr-Stahles (NF 616) die Gefügeausbildung und die Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften sowie das Kriechdehn- und Zeitstandverhalten des Grundwerkstoffes und des im Hinblick auf die WEZ-Erweichungszone schweißsimulierten Gefüges ermittelt und mit der Schweißverbindung aus NF 616- bzw. E 9 1 1-ähnlichem Schweißgut verglichen. Außerdem wurden die Zähigkeit des Schweißgutes und der WEZ in den Schweißverbindungen sowie die Versprödungsneigung der Grobkornzone der WEZ in Schweißsimulationsversuchen untersucht.

Neben der Verteilung und Größe der Gefügeausscheidungen ($M_{23}C_6$, MX, Laves-Phase) stellte sich die Versetzungsdichte als der wesentlichste, die Langzeiteigenschaften kennzeichnender Gefügeparameter heraus. Wärmebehandlungstemperaturen knapp oberhalb des A_{c1} -Punktes führen bereits im Sekundenbereich (entspricht der WEZ-Erweichungszone) zu deutlichen Einbußen des Kriechwiderstandes gegenüber dem Grundwerkstoff, woraus sich eine Neigung zur Typ IV-Rißbildung für die Schweißnaht ableiten läßt.

In Abhängigkeit der Prüfspannung zeigt sich ein unterschiedliches Kriechverhalten, ausgedrückt durch den Norton-Kriechexponenten (16 für hohe und 6 für niedrige Spannungen). Dies ist bei der Langzeitextrapolation zu beachten, weil es ansonsten bei einem Übergewicht einer Datenbasis mit hohen Spannungen zu einer Fehleinschätzung kommen kann.

Während sich das NF 616-ähnliche Schweißgut bei Raumtemperatur noch als relativ spröde erweist, trifft dies für die Grobkornzone der WEZ nicht zu. Eine Anlaßglühung der Schweißnaht bewirkt keine Versprödung.

Der untersuchte Stahl ist grundsätzlich bis zu einer Temperatur von ca. 620°C als Kessel- und Rohrleitungsstahl verwendbar. Die Ergebnisse noch laufender Langzeitversuche sollten vor einer generellen Freigabe noch mit einbezogen werden.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung	6
2. Literaturübersicht	10
2.1 Allgemeines	10
2.2 Die Wirkung von Wolfram in Verbindung mit Molybdän	11
2.3 Umwandlungsverhalten und Wärmebehandlung im Zuge der Herstellung	14
2.4 Ausscheidungsverhalten unter Temperatur und Spannung	17
2.5 Die mechanisch-technologischen Güteeigenschaften des Werkstoffes 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb	22
2.5.1 Grundwerkstoff	23
.1 Zeitstandfestigkeit	23
.2 Kurzzeitfestigkeit	26
.3 Kerbschlagzähigkeit	26
.4 Physikalische Eigenschaften	27
2.5.2 Schweißverbindung	28
.1 Härteeigenschaften	28
.2 Zeitstandfestigkeit	32
.3 Kurzzeitfestigkeit	34
.4 Kerbschlagzähigkeit	34
2.6 Schweißsimulation an 9 bis 12% Chromstählen	36
.1 Grobkornzone	37
.2 Interkritische Zone	38
2.7 Oxidations- und Korrosionsverhalten der 9 bis 12% Chromstähle	38
.1 Wasserdampf	39
.2 Rauchgase	39
3. Zielsetzung	40
4. Versuchsdurchführung und -ergebnisse	42
4.1 Versuchsmaterial	42
4.1.1 Grundwerkstoff	42
4.1.2 Schweißverbindung	44
4.2 Probenherstellung und Prüftechnik	44
4.2.1 Wärmebehandlungsversuche	44
.1 Charakterisierung der Werkstoffeigenschaften	44
.2 Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Schaubild (ZTU)	45
4.2.2 Mechanisch-technologische Versuche	45
4.2.3 Lichtoptische Metallografie (LOM)	49
4.2.4 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	49
4.2.5 Schweißsimulationsversuche	50

4.3	Versuchsprogramm	54
4.3.1	Rohr	54
	.1 Grundwerkstoff (CQM)	54
	.2 Schweißverbindung (CSJ und CSK)	58
	.3 Schweißsimulation (Grundwerkstoff CQM)	58
4.3.2	Schmiedestück	60
	.1 Grundwerkstoff (CMS)	60
	.2 Schweißverbindung (CSS)	62
4.4	V Versuchsergebnisse	62
4.4.1	Grundwerkstoff (Rohr CQM und Schmiedestück CMS)	62
	.1 Chemische Zusammensetzung und Umwandlungsverhalten	62
	.2 Mikrogefüge und Härte	65
	- <i>Lichtoptische Metallografie (LOM) bzw. Härte</i>	
	- Lieferzustand	65
	- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen im nicht angelassenen Zustand	65
	- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen	66
	- Zeitstandbeanspruchung	68
	• 1070°C/2 h + 775°C/2 h wärmebehandelt (Lieferzustand)	
	- Thermische Auslagerung	69
	• 1070°C/2 h + 775°C/2 h wärmebehandelt (Lieferzustand)	
	- <i>Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)</i>	70
	- Lieferzustand	70
	- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen im nicht angelassenen Zustand	72
	- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen	74
	• 715°C angelassen	74
	• 775°C angelassen	75
	• 835°C angelassen	76
	- Quantitativer Vergleich der Subkorn- und Partikelgröße sowie der Versetzungsdichte in Abhängigkeit der Anlaßtemperatur	78
	- Zeitstandbeanspruchung	84
	• 1070°C/2 h + 775°C/2 h (Lieferzustand) und 1070°C/2 h + 835°C/2 h wärmebehandelt	
	- Thermische Auslagerung	100
	• 1070°C/2 h + 775°C/2 h wärmebehandelt (Lieferzustand)	
	.3 Kurzzeitfestigkeit	101
	<i>(Lieferzustand und verschiedene Wärmebehandlungszustände)</i>	
	.4 Kerbschlagzähigkeit	102
	<i>(Lieferzustand und verschiedene Wärmebehandlungszustände)</i>	
	.5 Thermische Alterung ohne und mit Spannung (Lieferzustand)	106
	.6 Zeitstandfestigkeit	107
	- Lieferzustand	107
	- Unterschiedliche Wärmebehandlungszustände	111

4.4.2 Schweißverbindung (Rohr CSJ/CSK und Schmiedestück CSS)	113
<i>.1 Chemische Zusammensetzung des Schweißgutes</i>	113
<i>.2 Makro- und Mikrogefüge</i>	114
<i>.3 Härte</i>	118
<i>.4 Kerbschlagzähigkeit</i>	119
<i>.5 Zeitstandfestigkeit</i>	121
4.4.3 Schweißsimulation (Rohr CQM)	123
<i>.1 Erweichungszone</i>	123
- <i>Erweichungstemperatur</i>	123
- <i>Zeitstandfestigkeit</i>	124
- <i>Mikrogefüge</i>	125
<i>.2 Grobkomzone</i>	127
- <i>Temperaturinduzierte Versprödung (TIV)</i>	127
- <i>Dehnungsinduzierte Versprödung (DIV)</i>	128
- <i>Relaxationsrißbildung (SRC)</i>	128
5. Diskussion	129
5.1 Grundwerkstoff	129
5.1.1 Chemische Zusammensetzung	129
5.1.2 Einfluß der Wärmebehandlung auf die Verformungs- und Festigkeitseigenschaften unter Berücksichtigung der Mikrostruktur	130
<i>.1 Härte</i>	131
<i>.2 Kurzzeitfestigkeit und Kerbschlagzähigkeit</i>	132
<i>.3 Zeitstandfestigkeit</i>	133
- <i>Einordnung des Gefüges im Ausgangszustand anhand der TEM-Untersuchungsergebnisse</i>	133
- <i>Bewertung des Gefügezustandes nach Zeitstandbeanspruchung mittels TEM-Untersuchungen</i>	137
5.1.3 Zeitdehnverhalten im Lieferzustand im Hinblick auf die Extrapolation von Langzeit-Festigkeitskennwerten	141
5.2 Schweißverbindung	149
5.2.1 Kerbschlagzähigkeit	149
5.2.2 Zeitstandfestigkeit	149
5.3 Schweißsimulation	151
5.3.1 Zeitstandverhalten	151
5.3.2 Versprödungsverhalten beim Schweißen und nachfolgendem Anlassen	152
6. Zusammenfassung	154
7. Literaturverzeichnis	158
Anhang	181
<i>Tabellarische Auflistung der Ergebnisse der Zeitdehn- und Iso-Stress-Versuche</i>	

1. Einleitung

Wirtschaftlichkeit und Umweltschutz waren und sind die innovative Kraft in der Entwicklung der Kraftwerke. Den Werkstoffen kommt dabei, die gesteckten Ziele zu erlangen, eine Schlüsselrolle zu /1/.

Sowohl das wirtschaftliche Verlangen nach einer besseren Brennstoffausnutzung,

Abb. 1-1 /2/, als auch der umweltpolitische Zwang nach einer deutlichen Verringerung des Ausstoßes an Kohlendioxid (CO_2) in den Rauchgasen fossil befeuerter Dampfkraftwerke führte in den letzten zwei Jahrzehnten dazu, den thermischen

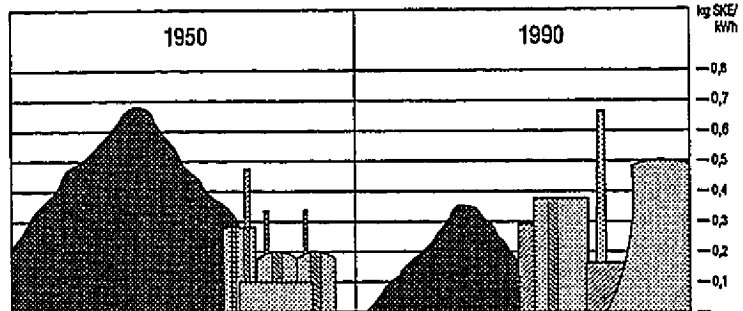


Abb. 1-1: Durschnittlicher Brennstoffeinsatz je kWh /2/

Wirkungsgrad des Wasser- und Dampfprozesses stetig zu steigern, Abb. 1-2 /2/. Das erklärte Ziel für moderne Kohlekraftwerke liegt darin, zukünftig den thermischen Wirkungsgrad von bislang 43% (Stand 1993) auf mehr als 45% anzuheben.

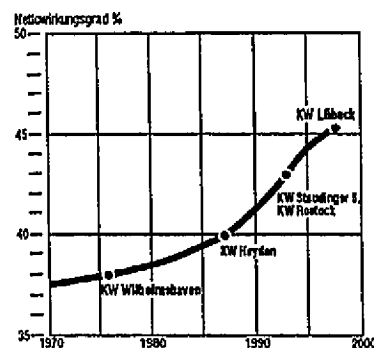


Abb. 1-2: Entwicklung des Anlagenwirkungsgrades bei Steinkohlekraftwerken /2/

Diese Bemühungen spiegeln sich auch in den jüngsten nationalen und internationalen Kraftwerksplanungen für Stein- und Braunkohleblöcke mit elektrischer Nettoleistung im Bereich von 400 bis zu 800 MW, z.T. sogar bis zu 1000 MW, wieder /3 - 8/.

Neben verfahrenstechnischen Maßnahmen, wie Verringerung des Luftüberschusses, Absenkung der Abgastemperatur, Einführung einer doppelten Zwischenüberhitzung und Erniedrigung des Kondensatordruckes, Abb. 1-3, kommt der Anhebung der Frischdampf-temperatur von derzeit üblichen 535 bzw. 540°C auf 600°C

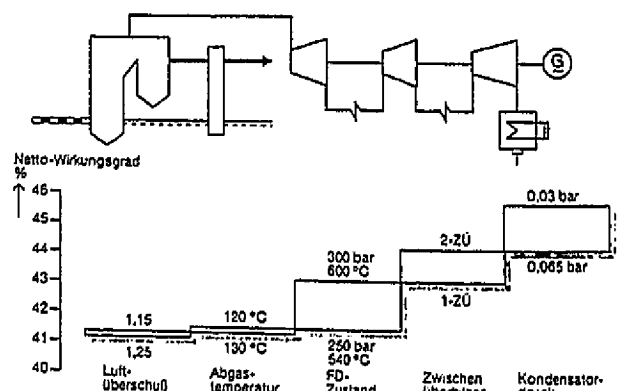


Abb. 1-3: Wirkungsgradsteigernde Maßnahmen für Dampfkraftwerke /9/

die entscheidende Bedeutung in der Verbesserung des Wärmeverbrauches und des damit verbundenen thermischen Wirkungsgrades zu /9/. Die Erhöhung des Frischdampfdruckes von zur Zeit gebräuchlichen 250 bar auf 300 bar erweist sich bei weitem nicht so effizient, Abb. 1-4 /10/.

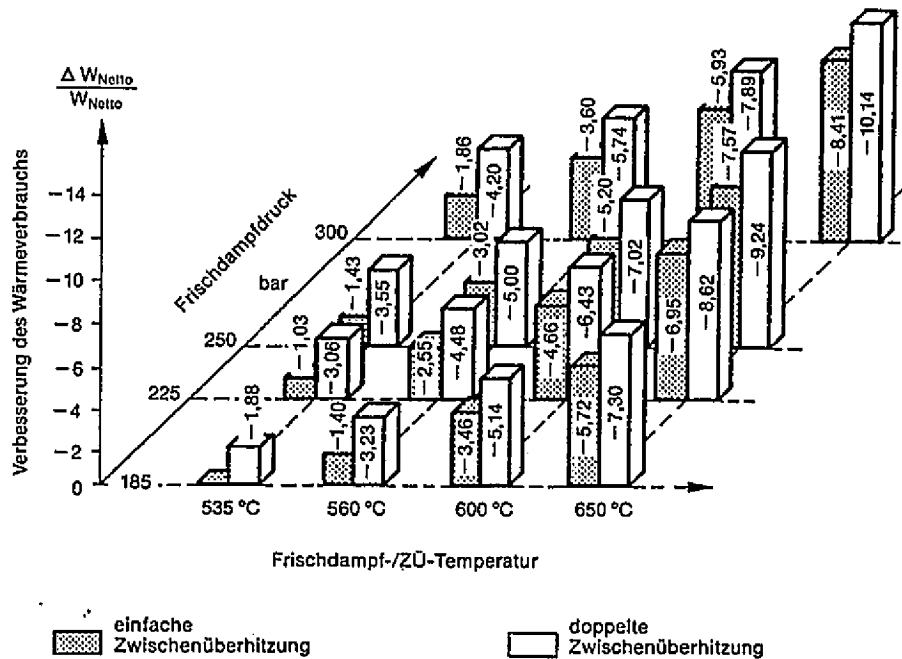


Abb. 1-4: Verbesserung des Wärmeverbrauchs bei einfacher und doppelter Zwischenüberhitzung /10/

Um das gesteckte Ziel (optimaler thermischer Wirkungsgrad) zu erlangen, müssen geeignete Werkstoffe bereitgestellt werden. Dabei ist jedoch zu beachten, daß eine Steigerung der Temperatur von größerer Tragweite auf die erforderlichen Materialeigenschaften ist als ein erhöhter Druck. Sollen z.B. Frischdampfzustände von 600°C und 300 bar eingestellt werden, so reicht der bislang in Deutschland übliche martensitische Stahl X20 CrMoV 12 1 nach DIN 17 175 mit einer Zeitstandfestigkeit von 59 MPa bei 600°C/10⁵ h nicht mehr aus, Abb. 1-5 /12/; die Wanddicken würden unverträglich groß /14/. Der Einsatz austenitischer

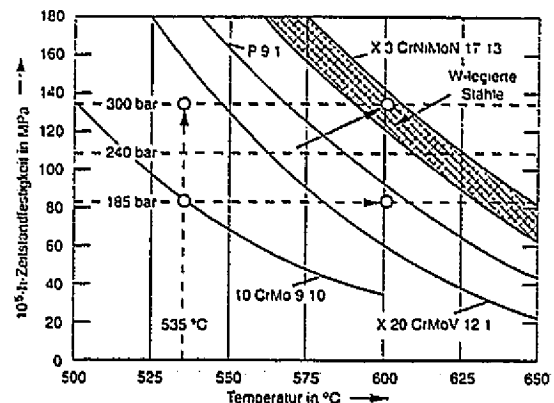


Abb. 1-5: Anforderungen an die Zeitstandfestigkeit

Stähle wäre die Alternative /13/, z.B. der Werkstoff X6 CrNiMoN 17 13 (1.4910) nach deutscher Norm DIN 17 459.

Die austenitischen Stähle weisen jedoch neben einem höheren linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten eine sich gleichfalls ungünstig auswirkende schlechtere Wärmeleitfähigkeit auf, /11,14/. Außerdem führen Austenite zu höheren Materialkosten. Insoweit besteht in der Kraftwerkstechnik ein starkes Interesse den Einsatz austenitischer Stähle, insbesondere bei Anlagen, die häufiger an- und abgefahren werden (z.B. Mittellastkraftwerke), auch wegen des schlechteren Dehnungswechselverhaltens der Austenite im Vergleich zu den Ferriten, zu vermeiden.

Eine Lösung dieses Problems bieten die Verwendung der im letzten Jahrzehnt zur Anwendungsreife entwickelten neuen 9-12% Chromstähle, die die Lücke zwischen dem Werkstoff X20 CrMoV 12 1 und den austenitischen Stählen schließen, Abb.1-5 /12/. Typische Vertreter dieser Stahlklasse sind die in Tabelle 1-1 /12/ mit ihrer chemischen Grundzusammensetzung aufgelisteten Stähle.

	EM 12	X 20	T 9	HCM 9 M	P 9 1	HCM 12	NF 616	HCM 12 A	TB 12 M	E 9 11
C	max. 0,15	0,17 – 0,23	max. 0,15	max. 0,08	0,08 – 0,12	max. 0,014	0,10	0,12	0,10	0,10
Si	0,20 – 0,65	max. 0,50	0,25 – 1,00	max. 0,05	0,20 – 0,50	max. 0,50	0,10	0,08	0,04	0,20
Mn	0,80 – 1,30	max. 1,00	0,30 – 0,60	0,30 – 0,70	0,30 – 0,60	0,30 – 0,70	0,50	0,60	0,50	0,50
P	max. 0,030	max. 0,030	max. 0,030	max. 0,030	max. 0,020	max. 0,030	0,01	0,015	0,02	0,02
S	max. 0,030	max. 0,030	max. 0,030	max. 0,030	max. 0,010	max. 0,030	0,005	0,001	0,01	0,01
Ni	max. 0,30	0,30 – 0,80	—	—	max. 0,40	—	—	0,3	1,0	0,3
Cu	—	—	—	—	—	—	—	1,0	0,10	—
Cr	8,50 – 10,50	10,00 – 12,50	8,00 – 10,00	8,00 – 10,00	8,00 – 9,50	11,00 – 13,00	9,0	11,0	11,0	9,0
Mo	1,70 – 2,30	0,80 – 1,20	0,90 – 1,10	1,80 – 2,20	0,85 – 1,05	0,80 – 1,20	0,50	0,40	0,50	1,0
W	—	—	—	—	—	0,80 – 1,20	1,8	1,9	2,0	1,0
V	0,20 – 0,40	0,25 – 0,35	—	—	0,18 – 0,25	0,20 – 0,30	0,2	0,2	0,2	0,2
Nb	0,30 – 0,55	—	—	—	0,06 – 0,10	max. 0,20	0,06	0,05	0,09	0,08
Al	—	—	—	—	max. 0,040	—	—	—	—	—
N	—	—	—	—	0,030 – 0,070	—	0,04	0,05	0,09	0,07
B	—	—	—	—	—	—	0,002	0,002	—	—

Tabelle 1-1: Chemische Zusammensetzung in Massen.-% von 9 bis 12%Cr-Stählen /12/

Der am besten untersuchte Werkstoff der 9 -11% Chromstähle ist der P91 nach ASTM -335 /15/ für Rohre ('pipes') und Sammler bzw. der T91 nach ASTM -213 /16/ für Überhitzerrohre ('tubes'). Es handelt sich dabei um einen 9%Cr-Stahl mit 1%Mo sowie V und Nb als den wesentlichen Legierungsbestandteilen. Über diesen Stahl mit der Normbezeichnung X10 CrMoVNb 9 1 wurde in der Literatur ausführlich be-

züglich seiner Eigenschaften und Anwendungsmöglichkeiten berichtet /17-24, 48, 66, 127, 149/.

Parallel zur Entwicklung des P91 wurde hauptsächlich in Japan die Stahlgruppe der 9-12%Cr-Stähle mit unterschiedlichem Wolfram-Gehalt untersucht /25-31;38, 39/. Die Stähle mit mehr als 0,8% W zeichnen sich gegenüber P91/T91 durch noch höhere Zeitstandfestigkeitseigenschaften aus, Abb. 1-5 /12/

In Deutschland und im europäischen Ausland wurden vor allen Dingen im Rahmen des Gemeinschaftsforschungsvorhabens COST 501 die W-legierte Variante der 9-11% Chromstähle für Turbinenwellen und -gehäuse erprobt /10, 32-36, 40, 139, 140/. Dabei hat sich die sogenannte 'Schmelze E' mit 1% Mo und 1% W als eine besonders günstige Variante für das Kriechverhalten herausgestellt /9, 10/ .

Der Kenntnisstand über die W-haltigen Rohrwerkstoffe, erlangt durch vergleichende oder ergänzende Forschung in Deutschland, ist noch nicht sehr ausgeprägt. Die Aktivitäten auf diesem Gebiet stecken noch in den Anfängen. In Fortsetzung der erfolgreichen Forschung auf dem Gebiet der 1% Mo- und 1% W-haltigen Turbinenstähle (Schmelze E) soll eine vergleichbare chemische Zusammensetzung als Rohrleitungswerkstoff mit der Versuchsbezeichnung E 9 1 1 im Rahmen von COST 501-Runde 3 gemeinschaftlich untersucht werden /37/. Jüngste Ergebnisse über Zeitstandversuche bis zu 18.000 h Laufzeit (7.000 h Bruchzeit) an einem dickwandigen Rohr (490x70mm) aus einer Betriebsschmelze sind in /149/ wiedergegeben. Hieraus wird die Erwartung abgeleitet, bei 600°C nach 100.000 h ein Zeitstandfestigkeitswert von 120 MPa erreicht wird.

Oben beschriebenes Defizit aufgreifend soll im Rahmen dieser Arbeit speziell der 9%Cr-Stahl, Typ 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb, (NF616 - Markenname des Herstellers Nippon Steel Corporation) näher untersucht werden. Dazu wird die einschlägige Literatur bezüglich der Entwicklung dieses Stahles und seiner kennzeichnenden Eigenschaften sowie das zugehörige Umfeld der warmfesten 9 bis 12%-Chromstähle soweit zweckdienlich aufgearbeitet und über den derzeitigen Kenntnisstand berichtet. Hieraus ergibt sich dann die Zielsetzung, wie unter Abschnitt 3 beschrieben, für den experimentellen Teil dieser Arbeit.

2. Literaturübersicht

2.1 Allgemeines

Die Entwicklung der martensitischen, warmfesten Stähle wurde im wesentlichen geprägt durch Ziele, die z.T. untereinander konkurrierend sind. Das primäre Ziel war und ist eine hohe, über lange Zeit stabile Langzeitfestigkeit und dies bei Temperaturen, die deutlich oberhalb der bislang üblichen Temperaturen von 530 bis 550°C liegen. Die Zielvorstellungen bewegen sich dabei im Bereich von 580 bis 620°C. Dabei durften aber weitere wichtige, die spätere Verarbeitung und Verwendung der Stähle betreffende Ziele wie eine gute Schweißbarkeit, zufriedenstellende Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit und ausreichende Zähigkeit nicht aus den Augen verloren werden /39,43/. Der Schlüssel für eine erfolgreiche Stahlientwicklung liegt in einer optimierten Analyse des Stahles und dem hierauf mit einer abgestimmten Wärmebehandlung eingestellten Gefüge, wobei dessen Mikrostruktur die entscheidende Bedeutung zukommt.

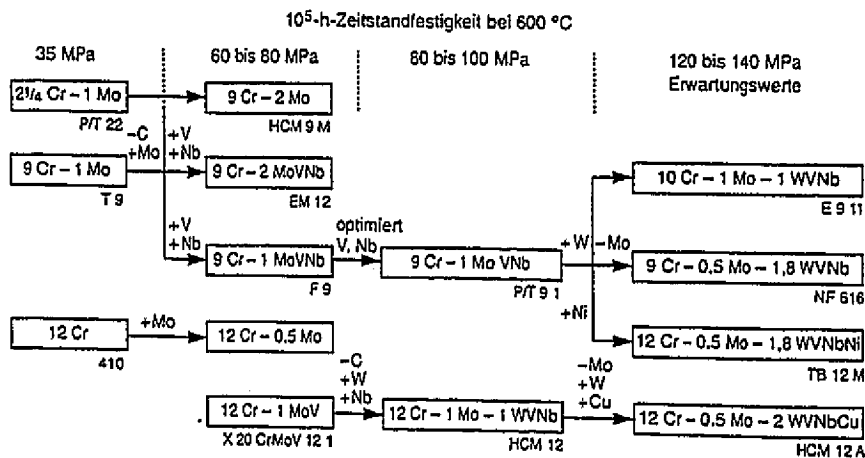


Abb. 2.1-1: Entwicklungswege der 9-12% Cr-Stähle /12, 41/

Betrachtet man den derzeitigen Stand der Stahlientwicklung allein von der Einteilung nach den erreichten bzw. erwarteten Langzeitfestigkeiten, Abb. 2.1-1 /12, 41/, gibt dies zwar rasch einen Überblick mit welchen Elementveränderungen welche Stähle geschaffen wurden; es vermittelt jedoch keinen Einblick in die sich dahinter verbergenden Mikrogefügestrukturen (ein- bzw. zweiphasiges Gefüge). Bei den für den Temperaturbereich von 580 bis 620°C interessierenden Festigkeitsklassen von 80 bis 100 MPa und 120 bis 140 MPa Zeitstandfestigkeit bei 600°C/100.000 h sind Stähle mit zwei unterschiedlichen Entwicklungsphilosophien vertreten.

Dies sind zum einen

- martensitische Stähle ohne oder mit einem relativ niedrigen δ -Ferritgehalt (<5%), wie

- 9%Cr-Stahl mit Mo, V und Nb: P91/T91
- 9%Cr-Stähle mit Mo, V, Nb und W: E 9 1 1, NF616, TB12M
- 12%Cr-Stahl mit Mo, V, Nb, Cu und W: HCM12A

und zum anderen

- ein Stahl mit einem hohen δ -Ferritanteil (ca.20-30%) im Gefüge
- 12%Cr-Stahl mit Mo, V, Nb und W: HCM12.

Den Gedanken der zu Beginn dieses Abschnittes genannten Ziele z.T. folgend, wird im Rahmen dieser Literaturübersicht auf relevante, o.g. Zielsetzung beeinflussende Parameter eingegangen. Der Schwerpunkt dieser Literaturübersicht liegt dabei auf dem in Japan von Nippon Steel Corporation entwickelten, W-haltigen Werkstoff NF616 vom Typ 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb. Insoweit soll hier über die Stähle mit einem ausgeprägtem Gehalt an δ -Ferrit, dessen Wirkung auf die kennzeichnenden Werkstoffeigenschaften, wie die Langzeitfestigkeit, die Zähigkeit, die Schweißbarkeit und die Oxidations- und Korrosionsbeständigkeit ausführlich in /6,9,14,17,22,23,25, 28,38,39,42 bis 65,74,75,124/ beschrieben ist, nicht weiter vertieft berichtet werden.

Dies gilt auch für den Einfluß derjenigen Elemente, die zwar für die kennzeichnenden Werkstoffeigenschaften von großem Einfluß sind, aber im experimentellen Teil dieser Arbeit nicht mit unterschiedlichen Gehalten untersucht wurden, wie Chrom (Cr) /56,58/, Vanadin (V) und Niob (Nb) /27,30,37,43,46,55,57,70,72,76-79,80/, Kohlenstoff (C) und Stickstoff (N) /18,49,53,87,130/, Nickel (Ni), Kupfer (Cu) und Kobalt (Co) /39,45,88,89/, Silizium (Si) /34,39,80,84/ und Bor (B) /30,39,45, 55,76,80,85/. Eingegangen werden soll jedoch auf das Element Wolfram (W), dessen Wirkung in engem Zusammenhang mit Molybdän (Mo) zu sehen ist.

2.2 Die Wirkung von Wolfram in Verbindung mit Molybdän

Schon Anfang der 60 er Jahre wurde festgestellt, daß Mo und W, beide aus der sechsten Nebengruppe wie Cr stammend, in 12%Cr-Stählen in die gleiche Richtung wirken, d. h. sie führen neben einer Ausscheidungshärtung durch Carbide und Carbonitride vornehmlich zu einer Mischkristallhärtung des Gefüges und steigern somit die Langzeitfestigkeitseigenschaften der Stähle. Um dieselbe Wirkung zu

erzielen, muß jedoch von W die zweifache Menge von Mo hinzugegeben werden /67/. Die stärkere Wirkung von Mo gegenüber der von W liegt im nur halb so hohen Atomgewicht des Mo begründet ($M_o=95,94$, $W=183,85$) /25/, wodurch bei gleicher Menge an Mo und W auf 1 W-Atom bereits 2 Mo-Atome kommen. Das Atomvolumen und der Atomradius spielen dabei wegen ihrer fast gleich großen Werte ($M_o=9,4 \text{ cm}^3/\text{mol}$ und $2,01 \text{ \AA}$; $W=9,5 \text{ cm}^3/\text{mol}$ und $2,02 \text{ \AA}$) kaum eine Rolle.

Aufgrund des höheren Schmelzpunktes von W erwartete man in /25/ jedoch zunächst, daß die Carbide der W-legierten Cr-Mo-Stähle sich insbesondere bei höheren Temperaturen ($>600^\circ\text{C}$) stabiler verhalten und somit zu einer Erhöhung der Langzeitfestigkeit beitragen würden. In bis knapp 20.000 h durchgeführten Langzeitversuchen hatte sich dies auch bestätigt /25/. Weitere Untersuchungen zeigten jedoch, daß die Wirkung des W auf die Mischkristallhärtung (IS-Effekt /25,26/, siehe auch Abschnitt 2.4) maßgeblich ist. Diese führt zu einer geringeren Diffusionsgeschwindigkeit, was sich letztlich stabilisierend auf die Carbide und Carbonitride auswirkt /23/.

In Erwartung o.g. positiver Effekte durch W wurden in Deutschland Zeitstandfestigkeitsuntersuchungen an Stählen mit 12%Cr-1%Mo-0,3%V unter Zugabe von 0,4 bis 0,6% W durchgeführt, ohne allerdings den erhofften Anstieg in der Langzeitfestigkeit festzustellen /46/. Die Zugabe an W in den deutschen Untersuchungen entsprach in etwa einer Steigerung des Mo-Äquivalentes (siehe unten) von 1 auf 1,25%, wovon man sich in diesem Analysenbereich und einer Beanspruchungstemperatur von 550°C keine weitere Verbesserung der Zeitstandfestigkeit mehr versprach. Dies gab dann den Ausschlag, in Deutschland die W-legierte Variante bei den 12%Cr-Stählen nicht mehr weiter zu verfolgen /46,68,69/.

In Japan, ebenfalls in den 60-er Jahren vorgenommene Untersuchungen an 11-12%Cr-Stählen erbrachten im Temperaturbereich von 550 bis 650°C ein Maximum an Kriechfestigkeit bei Mo-Anteilen von 1,3 - 1,5%, /70/. Um eine weitere Verbesserung zu erzielen, wurde eine Zugabe von mindestens 0,6 - 1% W genannt, um bei 1% Mo in die Nähe eines Äquivalentes von 1,5% Mo zu gelangen /70/.

Die Fortsetzung dieser Versuche bestätigte dann auch die Annahme, damit eine Anhebung der Zeitstandfestigkeitskennwerte bei Temperaturen zwischen 600 und 650°C zu erzielen /26/. Es ergab sich /26,71/ immer dann ein Maximum an Zeitstandfestigkeit, wenn das mit $[\%Mo + \frac{1}{2} (\%W)]$ definierte Mo-Äquivalent einen Wert von ca. 1,5% einnahm, Abb. 2.2-1 /71/ (Beispiel 9%Cr-

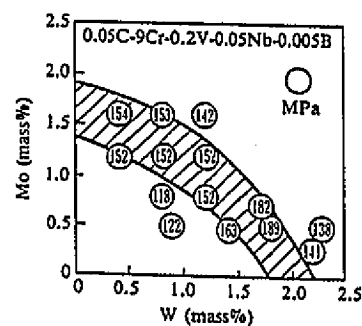


Abb.2.2-1. Wirkung von W und Mo in 9Cr-V-Nb-Stahl auf die 100.000 h-Zeitstandfestigkeit /71/

Stahl für 600°C). Eine Verminderung der Langzeitfestigkeit stellte sich jeweils bei Werten oberhalb des 1,5% Mo-Äquivalentes ein, unabhängig davon ob Mo und W einzeln oder gemeinsam zulegiert wurden /26,70/. Als Grund wird die Entstehung des sich negativ auf die Kriechfestigkeit auswirkenden δ -Ferrits angegeben.

Die höchste Zeitstandfestigkeit ergibt sich allerdings nur, wenn Mo und W gemeinsam zulegiert werden. Interessanterweise wird in /26/ noch ein Optimum in je 1% Mo und W gesehen. Dies entspricht von den Mo- und W-Gehalten nach der Zusammensetzung, der auf der Turbinenseite erfolgreich in COST 501 untersuchten 'Schmelze E' /10/ und derjenigen, die auf der Rohrleitungsseite demnächst erprobt werden soll /37/, (s. Kap. 1 'Einleitung'). Die dafür vorgesehene Analyse ist in /72/ näher spezifiziert.

Da Mo ein weitaus stärkerer Ferritbildner ist als W (nach Patriarca /44/ wird Mo mit Faktor 4 und W mit 1,5 bewertet), stellt sich mit steigendem Mo-Gehalt auch immer die Frage nach der Entstehung von δ -Ferrit. Denn grundsätzlich führt ein steigender δ -Ferrit zu einer Abnahme der Zeitstandfestigkeit, Abb.2.2-2 /53/ und der Kerbschlagzähigkeit, Abb. 2.2-3 /43/. Bei der Analyse des HCM12 liegt bei 1% Mo und 1% W bereits ein δ -Ferrit-Gehalt von ca. 30% vor, der dennoch zu deutlich höheren Langzeitfestigkeiten führt als beim δ -ferrit- und W-freien P91, s. Abb. 1-5/12/

Die Ausscheidung von δ -Ferrit läßt sich leichter vermeiden, wenn Mo abgesenkt und W angehoben wird, was letztlich auch höhere Zeitstandfestigkeiten im Langzeitbereich bringt, /39/. Am häufigsten angewandt werden Mo-Gehalte um 0,5% und W-Gehalte von 1,8 bis 2%, wie beim NF616 als 9%Cr-Stahl /27,29,47,48,51,53/ und beim HCM12A als 11%Cr-Stahl /39/. Eine Variante mit 2% W unter Verzicht auf Mo stellt ein 9Cr-2W-Stahl dar, der speziell für die

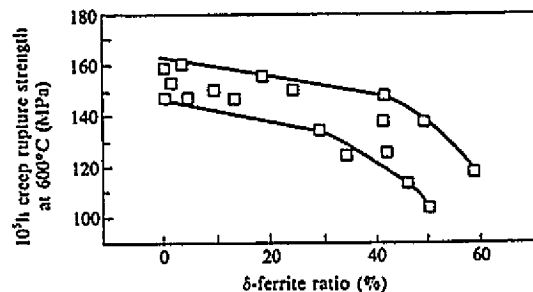
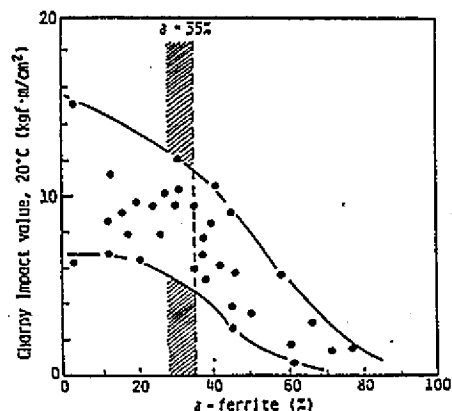


Abb. 2.2-2: Wirkung des δ -Ferritanteiles auf die 10^5 h Zeitstandfestigkeit bei 600°C von 9-15Cr-0.5Mo-1.8W Stählen /53/

(wt.%)										
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	W	V	Nb	N
0,05 -0,20	0,1 -0,4	0,6	<0,02	<0,01	12	0 -3,0	0 -3,0	0 -0,4	0 -0,4	0 -0,05



$$\text{kgf m/cm}^2 = 9,81 \text{ J/cm}^2$$

Abb. 2.2-3: Wirkung des δ -Ferritanteiles auf die Kerbschlagzähigkeit von 12%Cr-Stählen /43/

Schnelle Brüter-Technologie entwickelt wurde, da W weniger empfindlich gegenüber Aktivierung ist als Mo /73/.

Der Einfluß von W, variiert zwischen Gehalten von 0 bis 3%, auf das Ausscheidungsverhalten und die mechanische Güteeigenschaften ist in Kap. 2.4 näher beschrieben. Weitere Hinweise zum Wechselverhalten von Mo und W auf die Zeitstandfestigkeit und die Zähigkeit finden sich in /30/. Sehr hohe Gehalte an W (untersucht bis zu 4%) fördern die Festigkeit auf Kosten der Zähigkeit /30,128/; bei Mo (max. 1,5%) ist die Wirkung genau umgekehrt.

2.3 Umwandlungsverhalten und Wärmebehandlung im Zuge der Herstellung

Einen wesentlichen Beitrag zum Verständnis des Umwandlungsverhalten der warmfesten 9 bis 12%Chromstähle liefert das Kühlzeit-Temperatur-Umwandlungs-(KTU)-Schaubild. Aus ihm erhält man die wichtigen Informationen zum A_{c1} -Punkt, dem oberen und unteren Martensit-Umwandlungspunkt (M_s und M_f), der Ferritnase sowie zu den sich nach der Abkühlung vom Austenitisieren ohne Anlassen einstellenden Härtewerte.

Vergleicht man zunächst das Verhalten des bekannten X20 CrMoV 12 1 mit dem des X10 CrMoVNb 9 1 (P91) so fällt auf, daß P91 infolge seines niedrigeren C-Gehaltes /89/ einen höheren Martensit-Umwandlungspunkt (395°C statt 295°C) besitzt als X20 CrMoV 12 1, /11/, was sich auch in einer geringeren Martensithärte (440 statt 600 HV) bei vollständiger Carbidauflösung ausdrückt, /89/.

Bei technisch üblichen Abkühlungsbedingungen, die der Luftabkühlung eines 80mm dicken Rohres entsprechen, bleibt das Grundgefüge martensitisch, wobei bei größeren Waddicken durch eine Carbidvorausscheidung im Martensit wegen des dadurch teilweise verbrauchten Kohlenstoffes der Martensit-Umwandlungspunkt steigt und die Härtewerte absinken /89/ (bei X20 CrMoV 12 1 mehr als bei P91), /11/.

Die niedrigere Härte des P91 ist von erheblicher praktischer Bedeutung, da sie die Gefahr der bereits durch Feuchtigkeit H_2 -induzierten Spannungsrißkorrosion des nicht angelassenen Martensits /62/ nach dem Warmbiegen oder dem Schweißen deutlich mindert. Dies gilt auch für Neigung zur Kaltrißbildung, wodurch ein Abkühlen auf Raumtemperatur vor der erneuten Wärmebehandlung möglich ist /11/.

Ein Blick auf das KTU-Diagramm des NF616 zeigt ein dem P91 im Hinblick die Weiterverarbeitung vergleichbar günstiges Umwandlungsverhalten, Abb.2.3-1 /54/, wobei sich sogar um knapp 20 Einheiten niedrigere Härtewerte ergeben. Ein weiterer Unterschied besteht beim A_{c1} -Punkt des NF616, der mit 863°C ca. 50°C oberhalb desjenigen des P91 liegt /11/.

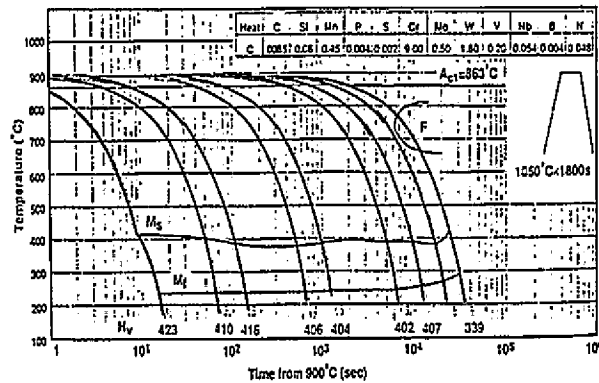


Abb. 2.3-1: KTU-Diagramm von NF616 /54/

Ein bezüglich der Aufhärtungsneigung noch besseres Umwandlungsverhalten zeigt der 20 bis 30% δ -Ferrit enthaltende HCM12 (0.1C-12Cr-1Mo-1W-0.2V-0.05Nb), dessen maximale Härtewerte sich um 350 HV einpendeln, /43/.

Für das Zeitstandverhalten der 9 bis 12% Cr-Stähle sind die beim Vergüten gewählten *Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen* von großer Wichtigkeit. Wie bereits aus Langzeituntersuchungen am X20 CrMoV 12 1 bekannt /90/, führt eine zu niedrige *Austenitisierungstemperatur*, z.B. 920 statt 1050°C , insbesondere bei höheren Beanspruchungstemperaturen von 600 oder 650°C zu einem raschen Absinken der Zeitstandwerte, /89/. Dies gilt in ganz besonderem Maße für den P91, da die für die gegenüber dem X20 CrMoV 12 1 höhere Zeitandfestigkeit wesentlichen Niobcarbonitride erst bei einer Temperatur oberhalb 1020°C in ausreichendem Maße in Lösung gehen /89/.

Auch der W-haltige NF616 reagiert aus denselben Gründen nachteilig auf eine zu niedrige Austenitisierungstemperatur, Abb. 2.3-2 /53/. Mit steigender Austenitisierungstemperatur gehen zwar vermehrt Niob und Vanadin in Lösung, um sich aber beim anschließenden Anlassen verstärkt in feiner Form als (Nb,V)(C,N) wieder auszuscheiden mit der Folge eines entsprechenden Langzeitfestigkeitsanstieges /53/. Das stärkere Inlösungsgehen von Nb und V

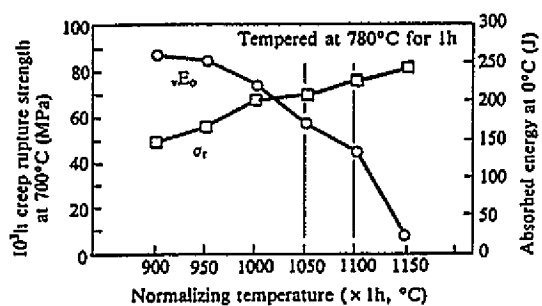


Abb. 2.3-2: Wirkung der Austenitisierungstemperatur auf die 10^4 -h-Zeitstandfestigkeit bei 700°C und auf die ISO-V-Kerbschlagarbeit bei 0°C von 9Cr-0.5Mo-1.8W-Nb-V-Stahl /53/

schwächt die Arretierung der Versetzungen, so daß es zu einem Wachstum des Austenitkorns kommt, was wiederum die Zähigkeit reduziert, Abb. 2.3-2 /53/. Als minimale Austenitisierungs-temperatur wird in /80/ 1040°C für den NF616 spezifiziert.

Die *Anlaßtemperatur* hat in der Regel auf die mechanisch-technologischen Güteeigenschaften bei Raumtemperatur einen weitaus größeren Einfluß als auf die Zeitstandfestigkeit, wie sich am Beispiel des P91 zeigt. Während die Kurzzeitfestigkeits- und Härtewerte mit steigender Anlaßtemperatur von 650 bis 800°C (entspricht A_{c1}) fallen, nehmen die Zähigkeitseigenschaften zu. Oberhalb A_{c1} verhalten sich die Werkstoffeigenschaften genau umgekehrt und als optimal werden 750 bis 780°C angesehen /22/. Gefügestände mit bei Raumtemperatur unterschiedlich hoch eingestellten R_m -Werten lassen Zeitstandfestigkeitswerte für 550 und 600°C erkennen, die innerhalb des üblichen Streubandes von $\pm 20\%$ der Spannung liegen, /11/. Die gleiche Tendenz zeigt auch der X20 CrMoV 12 1 mit unterschiedlich hoch vergüteten Werkstoffzuständen, /11/.

Über den NF616 wird in /53/ berichtet, ohne jedoch Zahlenwerte anzugeben, daß mit steigender Anlaßtemperatur von 720 bis 820°C die Zähigkeit angehoben und die Kriechfestigkeit infolge der Stabilisierung des Mikrogefüges leicht verbessert wird. Oberhalb 780°C Anlaßtemperatur sinkt die Kurzzeitzugfestigkeit ab.

Eine zu tiefe Anlaßtemperatur (750 statt 800°C) kann aber auch zu einem instabilen Langzeitverhalten bei Beanspruchungstemperaturen von 600 und 650°C führen, wie Untersuchungen am HCM12 belegen /38/.

In /45/ wird daher empfohlen, die Anlaßbehandlung der 9 bis 12%Cr-Stähle nahe, jedoch noch unterhalb des A_{c1} -Punktes durchzuführen. Die maximale Betriebstemperatur sollte von dieser Anlaßtemperatur mindestens 180°C entfernt sein.

Wie aus vor einiger Zeit an X20 CrMoV 12 1-Warmbiegungen infolge verringerter Zeitstandfestigkeiten aufgetretener Zeitstandschädigungen bekannt ist, stellt auch die Einhaltung der richtigen Abkühlungsbedingungen nach dem Austenitisieren einen wesentlichen Parameter dar, um ein langzeitstabiles Gefüge sicherzustellen /91,92/.

2.4 Ausscheidungsverhalten unter Temperatur und Spannung

Die Mikrogefüge der warmfesten 9 bis 12% Chromstähle mit Mo, W, V und Nb als den wesentlichen Legierungsbestandteilen liegen im vergüteten Zustand vornehmlich in angelassenem Martensit vor, in den je nach dem Verhältnis Ferrit- zu Austenitbildner Inseln mit im Zuge der Abkühlung aus Austenitisierungstemperatur entstandenem δ -Ferrit eingelagert sind /45,81/. Der Martensit weist dabei die für ihn typische Lattenstruktur innerhalb der ehemaligen Austenitkorgrenzen auf.

Das Langzeitverhalten der Stähle ist nun im wesentlichen geprägt durch:

- die Mischkristallhärtung in Lösung befindlicher Elemente (C,Cr,Mo,W);
- den Ausscheidungszustand der Carbide (Art, Größe, Verteilung) und
- die Versetzungsdichte innerhalb der Subkornstrukturen.

Die Austenitkorngröße ist gleichfalls von Einfluß und zwar nimmt die Kriechgeschwindigkeit bei Temperaturen oberhalb 500°C mit steigender Korngröße ab und führt positiv zu einem Anstieg der Zeitstandfestigkeit, jedoch wird dieser Effekt meist mehr oder weniger stark durch o.g. Hauptparameter überdeckt /81/. Was den Korngrößeneinfluß anbelangt, werden die Löslichkeit und die Morphologie der Martensitlatten (Subkorn im ehemaligen Austenitkorn) als bedeutendere Einflußfaktoren betrachtet /84/.

Eine Zunahme des Korndurchmesser macht sich allerdings negativ in einer Minderung der Kerbschlagzähigkeit bemerkbar /81/.

O.g. Gefügezustand wird maßgeblich durch die nach der Beendigung des Fertigungsvorganges durchgeführte abschließende Wärmebehandlung der Erzeugnisformen beeinflußt. Die sich dabei einstellende Zusammensetzung und Ausbildung der jeweiligen Phasen befinden sich jedoch nicht in einem Gleichgewichtszustand. Hohe Anwendungstemperaturen lösen weitere Gefügereaktionen aus, die im allgemeinen zu einer Vereinheitlichung (Verringerung der Streubreite) und Stabilisierung (Verringerung der Zeit- und Temperatur-Abhängigkeit) der mechanischer Langzeiteigenschaften führen /81/. Bei komplexen Gefügezuständen können allerdings auch nach relativ langer Beanspruchungsdauer bei hoher Temperatur noch Prozesse im Gefüge ablaufen, die relativ rasch zu einem Verlust der Stabilität führen. Als Beispiel seien hier die Ergebnisse des Stahles X19 CrMoVNb 11 1 angeführt, der bei 600°C nach 10.000 h einen deutlichen Einbruch in den Langzeitwerten zeigte, der sich bei 60.000 h sogar bis unterhalb der Streubandgrenze des X20 CrMoV 12 1 fortsetzte; bei 550°C war dagegen eine überproportionale Einbuße erst nach 70.000 h feststellbar, /81/.

D.h. je komplexer das Gefüge des Stahles zu Beginn einer Hochtemperaturbeanspruchung aufgebaut ist, desto länger müssen Langzeitversuche andauern, um eine verlässliche Aussage über mechanische Eigenschaften im Kriechbereich treffen zu können. Erinnert sei an dieser Stelle auch an die mehrfachen Korrekturen der 10^5 h/600°C-Zeitstandfestigkeitskennwerte des P91, bis sie schließlich weltweit einvernehmlich auf 90 MPa festgesetzt wurden /82/.

In dem nach dem Abkühlen aus der Austenitisierungstemperatur vorhandenen Martensit können sich im Fe-M-C-System entsprechend der Wirkungsweise ihrer Elemente M (Cr,Mo,V,Nb) die typischen Carbide (nachfolgend in der Reihenfolge ihrer Entstehung mit steigender Temperatur genannt) beim Anlassen ausscheiden /45,83/:

In Cr-legierten Stählen sind dies die Carbide:



Mo-haltige Stähle weisen folgende Carbide auf:



V und Nb bilden Carbide und zusammen mit N Carbonitride des Typs:



wobei die Elemente V und Nb in M und C und N in X enthalten sind. Die Indices a und b repräsentieren hauptsächlich die Wertepaare 4/3 bei V und 1/1 bei Nb.

Entsprechend des jeweiligen Anlaßzustandes treten dann die mit der Gesamtlegierungszusammensetzung korrespondierenden Carbide auf. Im Nachfolgenden soll anhand des Beispiels des δ -ferritfreien bzw. -armen 0.09C-9Cr-0.5Mo-1.8W-0.2V-0.05Nb-Stahles (NF616 - ehemals Tb9 - /29/) beschrieben werden, wie sich dann der Carbidhaushalt unter Langzeitbeanspruchung (Temperatur und Spannung sind dabei maßgeblich) verändert bzw. welche neuen Phasen sich bilden.

Der NF616 zeichnet sich dadurch aus, daß er im Vergütungszustand hauptsächlich $M_{23}C_6$ -Carbide auf den ehemaligen Austenitkorngrenzen und auf den Subkorngrenzen (Martensitlatten) sowie fein dispers verteilte, meist nadelförmige (V,Nb)-Carbonitridphasen des Typs MX im Innern der Subkörner aufweist, /23,18/. MX wirkt dabei als Keimort für $M_{23}C_6$ -Carbidausscheidungen, die in etwa eine Größe von 140-180 nm (auch nach einer 10^5 h/600°C äquivalenten Alterung) vorhanden sind /71/.

Die gleichen Grundmerkmale in der Gefügestruktur des NF616 sind auch beim dem derzeit bekanntesten Vertreter der 9%Cr-Stähle, dem W-freien P91 (0.1C-9Cr-1Mo-0.2V-0.07Nb) vorhanden, /23/. Beide Stähle unterscheiden sich deutlich von dem bisher in Deutschland üblicherweise verwendeten 12%Cr-Stahl X20 CrMoV 12 1, der zum einen eine wesentlich geringere Versetzungsdichte besitzt und zum ande-

ren nur über die $M_{23}C_6$ -Carbidausscheidungen auf den Korngrenzen verfügt, /23/. 'M' steht beim X 20 CrMoV 121 für die Elemente Cr, Fe, Mo und V. Die thermisch äußerst stabilen (V,Nb)-Carbonitride, /45,83/, die einen wesentlichen Beitrag zur Langzeitstabilität des Mikrogefüges der Stähle NF616 und P91 leisten, fehlen gänzlich. Dies bedeutet, daß die relativ hohe Konzentration an Cr im X20 CrMoV 12 1 die Bildung von $M_{23}C_6$ -Carbiden mehr fördert, als die der stabileren Carbide des Typs Mo_2C bzw. MX /45/.

Auch bei Langzeitauslagerung bleibt in allen Glühzuständen $M_{23}C_6$ beim NF616 das immer auftretende Carbide, Tabelle 2.4-1 /53/. Daneben findet sich auch ständig Nb(C,N). Die Entstehung von M_6C und der intermetallischen Laves-Phase $(Fe,Cr)_2(Mo,W)$ treten temperatur- und zeitabhängig auf. M_6C scheidet sich bei 550°C bereits nach 1 Stunde aus; bei 600°C dagegen erst nach 100 h. Dieser Trend setzt sich mit 1.000 h bei 650°C fort /51,53/.

Temperature (°C)	Aging time (h)					
	1	10	10^2	10^3	3×10^3	10^4
550	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C	—
600	Nb (C, N) $M_{23}C_6$	Nb (C, N) $M_{23}C_6$	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C Laves	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C Laves	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C Laves
650	Nb (C, N) $M_{23}C_6$	Nb (C, N) $M_{23}C_6$	Nb (C, N) $M_{23}C_6$	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C Laves	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C Laves	Nb (C, N) $M_{23}C_6$, M_6C Laves

Tabelle 2.4-1: Einfluß der Alterung auf die Art der ausgeschiedenen Partikel in NF616 /53/

Bei der Laves-Phase (Fe_2Mo) ist das Ausscheidungsverhalten umgekehrt. Bei niedrigeren Temperaturen (550°C) bildet sich diese erst nach 3.000 h. Die Entstehungszeitpunkte werden mit steigender Temperatur (600, 650, 700°C) zu kürzeren Zeiten hin verschoben (bis in den 100 h-Bereich), Abb. 2.4-1 /54,47/. Knapp oberhalb 700°C ist die Laves-Phase nicht mehr beständig, /54/. Die Entstehung von Laves-Phase ist auch für den P91 charakteristisch (600°C/ 1.400 h) /18/. Bei X20 CrMoV 12 1 ist Laves-Phase nur bei

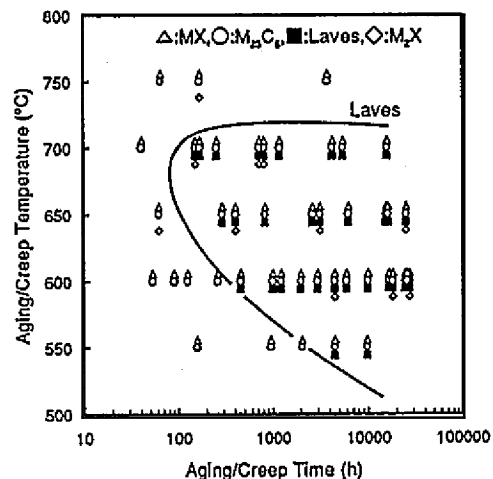


Abb. 2.4-1: Temperatur-Zeit-Ausscheidungsdiagramm für NF616 /54/

untypisch hohen Beanspruchungstemperaturen (575°C/18.000 h) festzustellen /118/. Die größte Ausscheidungsaktivität liegt zwischen 600 und 650°C, die mit etwa 100 h beginnt /54/. Absolut betrachtet, steigen dabei die Elemente Cr, Fe, W und Mo am stärksten an, wohingegen V und Nb nahezu unverändert bleiben, Abb.2.4-2 /47/.

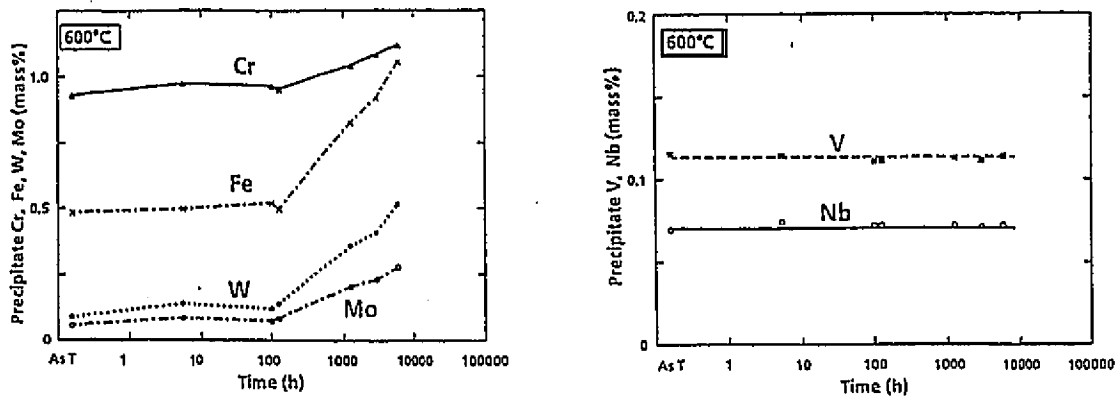
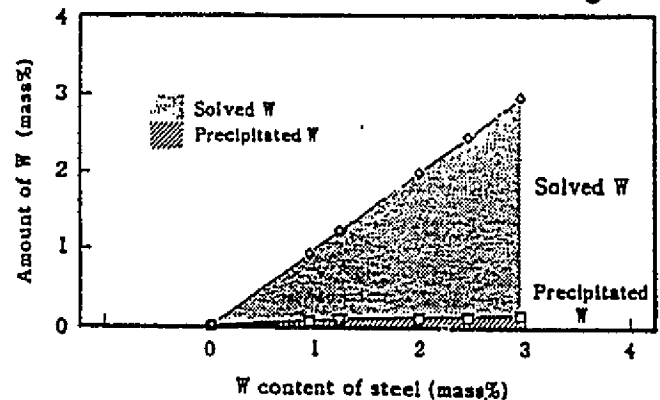


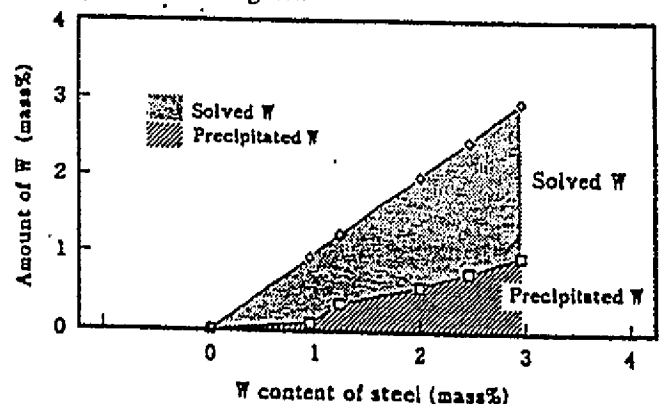
Abb. 2.4-2: Anreicherung der Legierungselemente in den Ausscheidungen in Abhängigkeit von der Zeit /47/

Relativ gesehen, liegt der Ausscheidungsgrad innerhalb der einzelnen Carbide bezogen auf den Gehalt in der Grundmasse bei Nb mit 70 bis 80% am höchsten. Dann folgen V mit 50 bis 70% sowie Cr und Mo mit 20 bis 30%. Fe weist mit <4% den geringsten Wert auf, wie Untersuchungen an 11%Cr-1,4%Mo-V und/oder Nb-Stählen belegen /85,26/.

Den größten Zuwachs an Elementenanreicherung erfahren die Carbide $M_{23}C_6$ und Laves-Phase, /47,86/, die beide W enthalten. Der Anteil von W in ausgeschiedener Form hängt dabei vom Anteil des nach dem Normalisieren gelösten W ab. Im vergüteten Zustand ist unabhängig vom W-Gehalt gleichmäßig nur der geringste Anteil in ausgeschiedener Form vorhanden. Dies ändert sich jedoch nach Auslagerung (z.B. 600°C/ 3.000 h) mit steigendem W-Gehalt, Abb. 2.4-3, /86/.



a) nach dem Vergüten



b) nach thermischer Auslagerung, 3000 h bei 600°C

Bei W-Gehalten >1% ist eine deutliche Zunahme des Anteils an W-

Abb. 2.4-3: Änderung des W-Gehaltes in den Ausscheidungen und des gelösten W-Anteiles in der Matrix in Abhängigkeit des W-Gehaltes /86/

haltigen Ausscheidungen festzustellen /86,129/, wodurch der Matrix ein Teil des W, das im gelösten Zustand zur Mischkristallhärtung beiträgt, wieder entzogen wird. Dies wirkt sich nach den in /86/ veröffentlichten Daten (<8.000 h) noch nicht negativ auf die Langzeitfestigkeit aus, weil der Verlust an Matrixhärtung durch die Ausscheidungshärtung ($M_{23}C_6$ und Laves-Phase) noch kompensiert wird, /86/, (siehe auch Bemerkungen unten zum Verhältnis Matrix- und Ausscheidungshärtung unter Langzeitbeanspruchung). Nachteilige Auswirkungen sind jedoch auf die Kerbschlagzähigkeit durch die verstärkten Ausscheidungen mit steigendem W-Gehalt zu erkennen, /86,129/.

In /85/ wird für einen 12%Cr-1%Mo-Stahl vermerkt, daß die Mischkristallhärtung durch in Lösung befindlicher, Fe-substituierender Elemente wie z.B. Mo (dazu gehören auch Cr und W) einer der Hauptverfestigungsmechanismen für die Langzeitfestigkeit ist. Diese Wirkung wird durch den sogenannten "IS-Effekt" /25/ verstärkt, bei dem sich interstitielle Elemente wie C und N wegen ihrer hohen Affinität zu Mo, Cr und W auf Zwischengitterplätzen um diese substitutionierenden Elemente herum gruppieren und zu einer Mischkristallhärtung führen, die die Bewegung der Versetzungen behindert /26/. Die vorgenannten Effekte wirken sich um so ausgeprägter aus je größer die Differenz des Atomvolumens der Legierungselemente zum Fe ist ($Fe=7,1$; $Mo=9,4$; $W=9,5$; $V=8,8$ und $Nb=10,9$ cm^3/mol). Ein weiterer Anstieg der Kriechfestigkeit ergibt sich durch den sogenannten "Cottrell Effekt" /25/, der besagt, daß die in Fe interstitiell gelösten Atome wie C und N nahe dem Zentrum von Versetzungen seigern und so ein Hindernis für die Versetzungsbewegungen darstellen.

Kommt es nun zu einer Agglomeration der Ausscheidungen (nach /85/ liegt die Rate bei der Laves-Phase höher als bei $M_{23}C_6$ und wird unter Spannung noch beschleunigt /79/) mit einem stärkeren Verbrauch substitutioneller und interstitieller Elemente, kann dies zu einer signifikanten Einschränkung des Cottrell- und IS-Effektes führen, der sich dann langfristig in einem Verlust an Kriechwiderstand bemerkbar macht (Laves-Phase langfristig nicht so effektiv wie $M_{23}C_6$) /85/.

Wenngleich der Prozeß der Carbidagglomeration durch Mo und W i.a. verzögert wird (beide Elemente wirken mischkristallhärtend (IS-Effekt /26/), was sich mindernd auf die Diffusionsgeschwindigkeit der carbidbildenden Elemente auswirkt /23/), unterstützt o.g. Verhalten nachhaltig das Erfordernis langzeitiger Zeitstandversuche, um zu zuverlässigen Extrapolationen der mechanischen Gütewerte zu gelangen (in etwa $\frac{2}{3}$ der rechnerisch zugrunde gelegten Berechnungsdauer).

2.5 Die mechanisch-technologischen Güteeigenschaften des Werkstoffes 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb

Der warmfeste, für den Einsatz als Überhitzerrohr- bzw. als Dampfrohrleitungswerkstoff vorgesehene Stahl 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb (Markenbezeichnung NF616 des Herstellers Nippon Steel Corporation, Japan) wird im Hinblick auf seine

- chemische Zusammensetzung,
- Festigkeitseigenschaften bei Raumtemperatur,
- Härtewerte
- Wärmebehandlung

durch die Angaben in Tabelle 2.5-1 /80/ spezifiziert. Im nachfolgenden werden die weiteren Eigenschaften dieses Werkstoffes näher beschrieben.

NF616-Spezifikationsanforderungen des Stahlherstellers Nippon Steel						
Chemische Zusammensetzung in Gew.%						
C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo
0.07-0.13	max. 0.5	0.30-0.60	max.0.020	max.0.010	8.50-9.50	0.30-0.60
W	V	Nb	B	N	Ni	Al
1.50-2.00	0.15-0.25	0.04-0.09	0.001-0.006	0.030-0.070	max.0.40	max.0.04

Mechanisch-technologische Eigenschaften bei Raumtemperatur		
	Europäisches Regelwerk	ASTM und ASME
Zugfestigkeit	620-850 MPa	620 MPa (90 ksi)
0,2% Dehngrenze	mind. 440 MPa	mind. 440 MPa (64 ksi)
Bruchdehnung	mind. 20%	mind 20%
Härte	max. 250 HB bzw. 265 HV bzw. 25 HRc	
Kerbschlagarbeit	längs: 41 J	
Mittelwert aus 3 ISO-V-Pr.	quer: 27 J	

Wärmebehandlung		
	Europäisches Regelwerk	ASTM und ASME
Austenitisieren	1040 -1110°C	mind. 1040°C (1900°F)
Anlassen	730 - 810°C	mind. 730°C (1350°F)

Tabelle 2.5-1: Spezifikationsanforderungen an die chemische Zusammensetzung, mechanisch-technologische Eigenschaften und die Wärmebehandlung des Werkstoffes NF616 nach Angaben des Stahlherstellers /80,123/

2.5.1 Grundwerkstoff

.1 Zeitstandfestigkeit

Die ersten Veröffentlichungen, gleichzeitig mehrere Schmelzen umfassende Untersuchungen, über das Langzeitverhalten des warmfesten Stahles

9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb (NF616) finden sich in /28/. Darin werden für Überhitzerrohre nach erst 3.000 h Versuchsdauer mittels linearer Extrapolation Zeitstandwerte für 10^5 h bei 600°C in der Höhe von 16 kp/mm^2 genannt, bei Anwendung der Larson-Miller-Parameter (LMP)- Extrapolation $14,5 \text{ kp/mm}^2$ abgeleitet. Der Wert 16 kp/mm^2 stand dann auch Pate für die Hersteller-Namensgebung: 'N' = Nippon; 'F' = Force; '6' = 600°C und '16' = 16 kp/mm^2 für 10^5 h bei 600°C . Die vorgenannten Werte wurden in nachfolgenden Publikationen /51,53,71/, umgerechnet auf das heute übliche Maßsystem, mit 157 MPa bzw. 142 MPa bestätigt /51/. Die LMP-Extrapolation wurde mit einer neu entwickelten, sogenannten modifizierten 'Theta Projection Method' geringfügig nach unten auf Werte von 136 bis 140 MPa korrigiert /93/.

In /51/ veröffentlichte Daten über dickwandige Rohre in Vergleich zu den dünnwandigen Überhitzerrohren ließ jedoch erkennen, daß die o.g. Werte nicht zu halten sein würden, da die Kriechfestigkeitswerte der Rohre deutlich unter denen der Überhitzerrohre lagen /51/. Inwieweit dies auf einen Schmelzen- oder einen Wanddickeneinfluß mit entsprechend unterschiedlichen Ausscheidungszuständen zurückzuführen ist, wird nicht näher erläutert.

Die in der Abb. 2.5.1-1 /54,80/ zusammenfassend dargestellten Zeitstandkurven wurden mit dem Larson-Miller-Parameter letztlich auf $132 \text{ MPa}/600^\circ\text{C}/10^5 \text{ h}$ extrapoliert /80/. Dies bedeutet gegenüber den anfänglich als Mittelwert genannten 157 MPa immerhin eine Rücknahme um 25 MPa.

Im Jahre 1993 wurde auf der Grundlage dieser Werte vom Hersteller, nachdem er in der Vergangenheit 14 Chargen dieses Stahles untersucht hatte /80/, der Antrag auf Zulassung in ASTM A-213 /16/ für Überhitzerrohre ('tubes') und in ASTM A-335 /15/ ('pipes') mit der Bezeichnung T92 und P92 gestellt /80/, wobei die '9' für 9% Cr und '2' für 2% W in Anlehnung an T91 und P91 ('9' für 9% Cr und '1' für 1% Mo) stehen. Dem Antrag wurde zwischenzeitlich im Oktober 1994 stattgegeben. Im April 1994 folgte der Antrag auf Erteilung eines VdTÜV-Werkstoffblattes unter Vorlage von /123/, eine überarbeitete Fassung der Datensammlung von /80/. Komprimiert finden sich die Daten in /126/ wieder.

Den jetzigen Kriechfestigkeitswerten liegen maximale Bruchzeiten von ca. 27.500 h /80/ mit einer Spannung von 157 MPa bei 600°C und maximale Laufzeiten von ca. 34.500 h /80/ mit einer Spannung von 137 MPa bei 600°C zugrunde. Die Ergebnisse der neben o.g. Zeitstandversuchen ermittelten Kriechkurven sind in Abb. 2.5.1-2 /80,123/ in der isothermischen Darstellung wiedergegeben.

Aus den gewonnenen Daten wurde eine Kriechrate von 0,01%/1.000 h bei einer Belastungstemperatur von 600°C und einer Spannung von 127 MPa abgeleitet /80,123/, was bedeutet, daß 1% Kriechdehnung nach 10^5 h erreicht werden. Angaben über absolute Werte, wann 1% Kriechdehnung in den Langzeitversuchen erlangt wurde, fehlen.

Ausführungen darüber, ab welchen Beanspruchungsbedingungen (Spannung, Temperatur, Zeit) sich bei den einzelnen Zeitstandproben das Bruchverhalten von trans- in interkristalline Brüche geändert hat, finden

sich auch nicht in o.g. Literatur. Die Kenntnis hierüber ist aber für eine zuverlässige Extrapolation unerlässlich /94/. Bewegt man sich noch im Bereich der transkristallinen Brüche, kann es zu Fehleinschätzungen kommen.

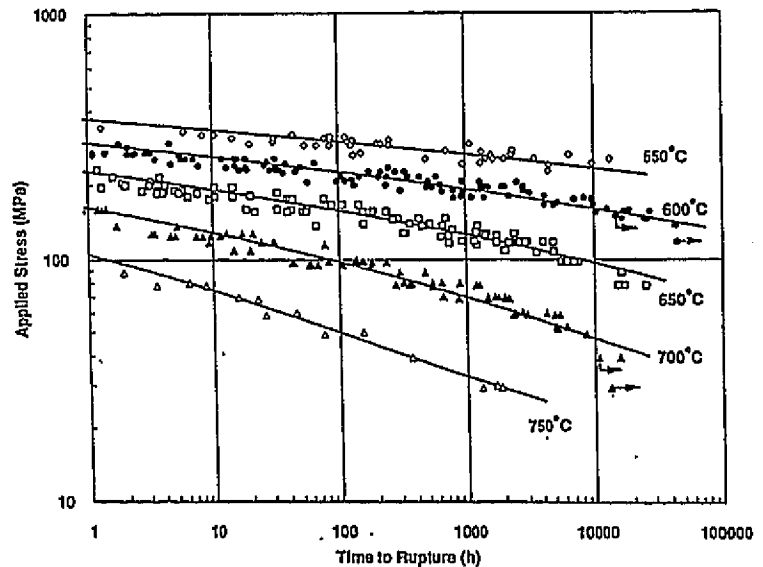


Abb. 2.5.1-1: Zeitstandkurven für NF616 /80/

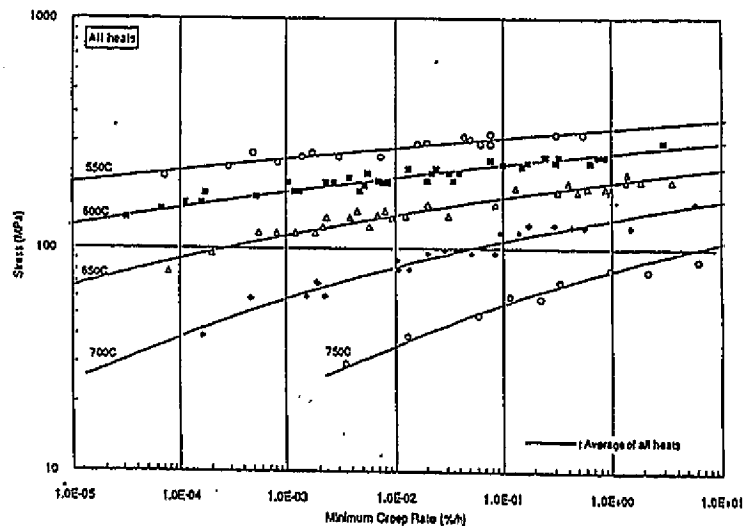


Abb. 2.5.1-2: Spannung in Abhängigkeit der sekundären Kriechdehnrate /123/

Aus den veröffentlichten, zugehörigen Kurven zum Verhalten der Bruchdehnung unter Zeitstandbeanspruchung, Abb.2.5.1-3 /54, 80, 123/, ist anzunehmen, daß der Zeitpunkt für den Wechsel des Bruchmodus bei einer Belastungstemperatur von 600°C wahrscheinlich oberhalb 10.000 h liegen wird. Dieser Zeitpunkt entspricht einem signifikanten Abfall der Brucheinschnürung.

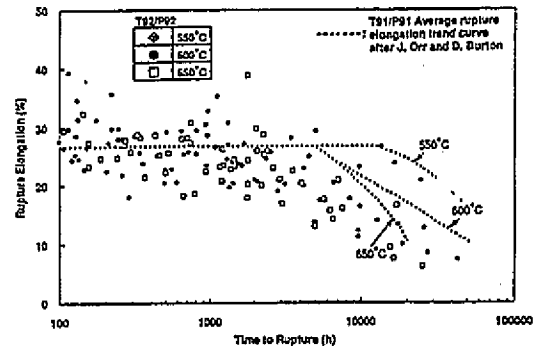


Abb. 2.5.1-3: Bruchdehnung nach Zeitstandbeanspruchung von NF616 /123/

Eine eigene, anhand der in /80,123/ über die Zeitstandversuche enthaltenen Daten durchgeführte Extrapolationsanalyse nach dem MCM-Verfahren, (Minimum Commitment Method nach Goldhoff) /95/ zum Schmelzeneinfluß belegt, daß die jeweils zu einer Schmelze gehörenden Versuchspunkte relativ wenig streuen, wobei zwischen den einzelnen Chargen untereinander jedoch signifikante Unterschiede in der Zeitstandfestigkeit erkennbar werden, Abb.2.5.1-4. Dies ist z.B. auch aus den in /51/ veröffentlichten Daten zu entnehmen.

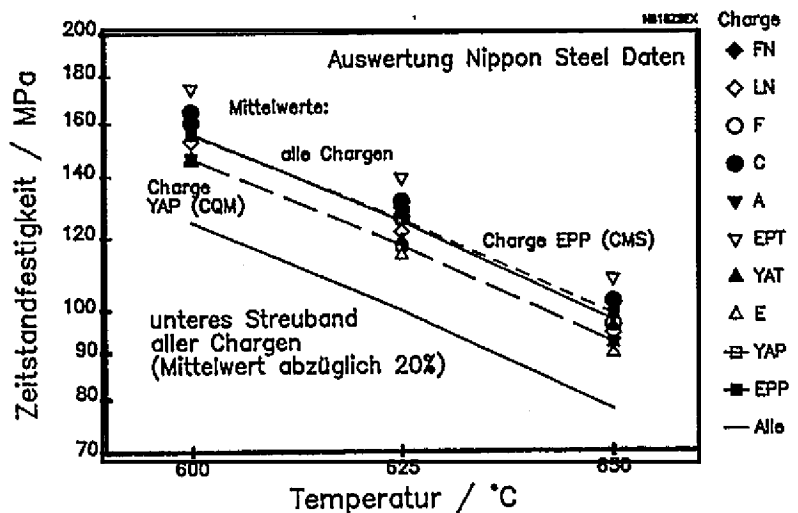


Abb. 2.5.1-4: 10^4 h Zeitstandfestigkeit von NF616 in Abhängigkeit von der Temperatur, ermittelt nach der MCM-Extrapolationsmethode anhand der Herstellerangaben in /123/

Der jetzige Stand der Kriechversuche zeigt eine deutliche Überlegenheit des NF616 gegenüber dem T91/P91, die sich bei einer Temperatur von 600°C in einer um 35% besseren Spannungsausnutzung oder in einer um 25°C höheren Temperaturbelastung ausdrückt, Abb. 2.5.1-5 /54/.

Bislang an Proben aus einem im Kessel bei 600°C betriebsbeanspruchtem Material (13.673 h und 21.272 h) durchgeführte Zeitstandversuche zeigten ein dem Neuzustand entsprechendes Verhalten /54,93/.

.2 Kurzzeitfestigkeit

Die im Kurzzeitversuch in Abhängigkeit von der Temperatur ermittelten Kennwerte zur Zugfestigkeit und Streckgrenze sowie zur Bruchdehnung und -einschnürung sind in der Abb. 2.5.1-6 /80/ wiedergegeben. Das Verhalten des NF616 stimmt in diesem Bereich ziemlich genau mit dem des P91 überein /18/.

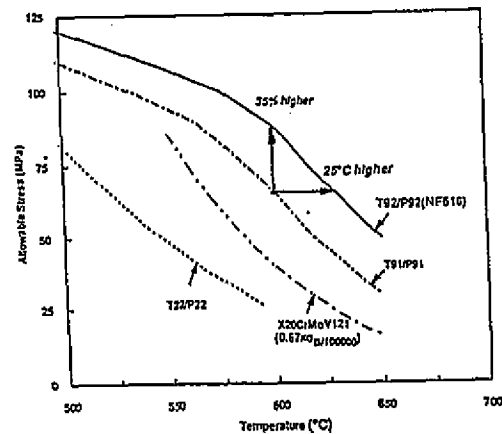
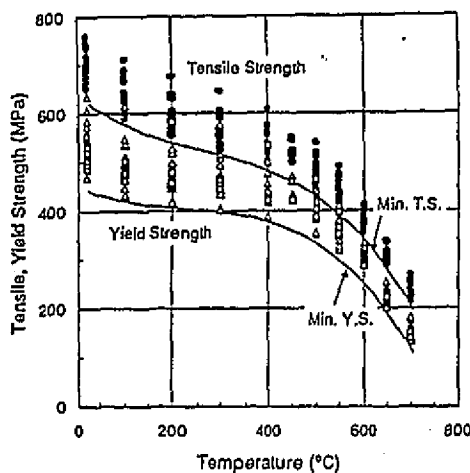
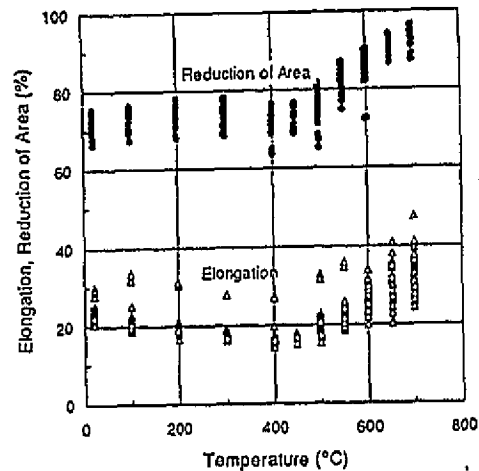


Abb. 2.5.1-5: Vergleich der zulässigen Spannung einiger warmfester Stähle



a) Zugfestigkeit und Streckgrenze



b) Bruchdehnung und -einschnürung

Abb. 2.5.1-6: Zugfestigkeit, Streckgrenze, Bruchdehnung und -einschnürung in Abhängigkeit von der Temperatur /80/

Durch eine Betriebsbeanspruchung bei 600°C bis zu 13.763 h ist keine signifikante Veränderung der Kurzzeitfestigkeit festzustellen /51,96/.

.3 Kerbschlagzähigkeit

Der NF616 zeichnet sich durch eine sehr hohe Ausgangskerbschlagzähigkeit bei Raumtemperatur aus. Sie liegt in der Regel bei 200 J/cm² und mehr, gemessen an der ISO-V-Probe /51/. Bei dickwandigen Rohren ($d_{axs} = 352 \times 56$ mm) konnte ein Wanddickeneinfluss von innen nach außen mit steigender Tendenz festgestellt werden, der im Übergangsbereich des Steilabfalls eine Verschiebung der AV-T-Kurve um bis zu -40°C ausmacht. Dies wird auf unterschiedliche Abkühlungsbedingungen

bei der Wärmebehandlung zurückgeführt /51/, obgleich lichtoptisch im Mikrogefüge kein Unterschied festgestellt werden konnte. In Anbetracht des Umwandlungsverhalten dieses Stahles (ausgedehnter Martensitbereich, /54/), erscheint dieses Ergebnis bemerkenswert.

Das Alterungsverhalten des NF616, ermittelt an Kerbschlagzähigkeit-Temperatur-Kurven mittels Charpy-V-notch-Proben aus Überhitzerrohren ($d \times s = 38,1 \times 6 \text{ mm}$), zeigt zwar den bekannten Zähigkeitsabfall bei 0°C oder Raumtemperatur, siehe Abb. 2.5.1-7 /51/, weist aber bereits bei Temperaturen $>40^\circ\text{C}$ immer noch einen solch starken Zähigkeitsgewinn auf, der die Kerbschlagzähigkeit Werte von $>100 \text{ J/cm}^2$ auch nach einer Langzeitauslagerung bei $600^\circ\text{C}/10.000 \text{ h}$, erreichen läßt, Abb. 2.5.1-8 /51,96/. Dies gilt auch nach einer Betriebsbeanspruchung bei 600°C und 13.763 h . Das Alterungsverhalten des NF616 ähnelt damit ziemlich stark dem des P91 /22/.

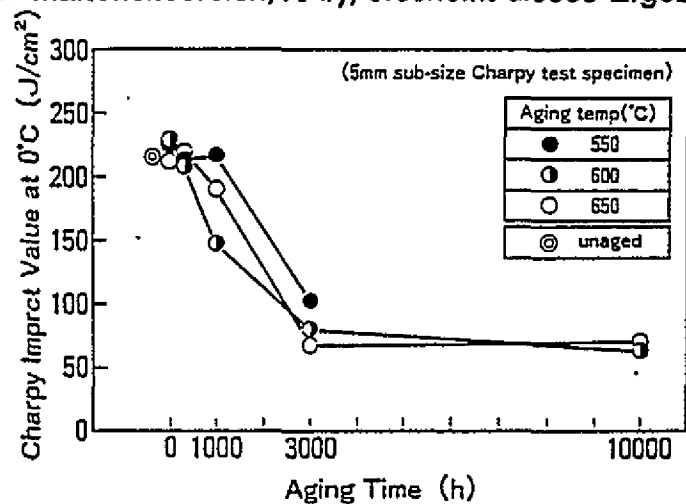


Abb. 2.5.1-7: Einfluß der thermischen Alterung auf die Kerbschlagzähigkeit von NF616 (Kesselrohr) /51/

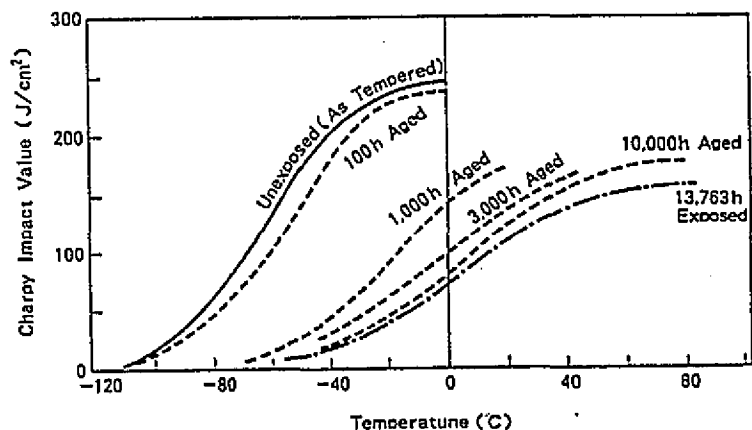


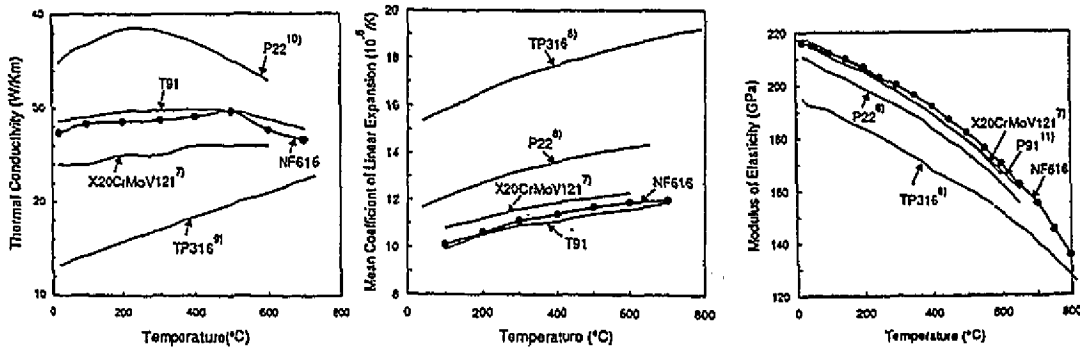
Abb. 2.5.1-8: Kerbschlagzähigkeit von NF616 (Kesselrohr) nach Vergütung, thermischer Alterung und Zeitandbeanspruchung /51/

.4 Physikalische Eigenschaften

In den nachfolgend aufgeführten Diagrammen der Abb. 2.5.1-9 /54/ sind die für die Auslegung im Kessel- und Rohrleitungsbau maßgeblichen physikalischen Eigenschaften wie

- Wärmeleitfähigkeit
- mittlerer linearer Ausdehnungskoeffizient
- Elastizitätsmodul

in Abhängigkeit von der Temperatur beschrieben.



a) Wärmeleitfähigkeit

b) mittlerer linearer
Ausdehnungskoeffizient

c) Elastizitätsmodul

Abb. 2.5.1-9: Physikalische Eigenschaften des NF616 im Vergleich zu anderen warmfesten Stählen /54/

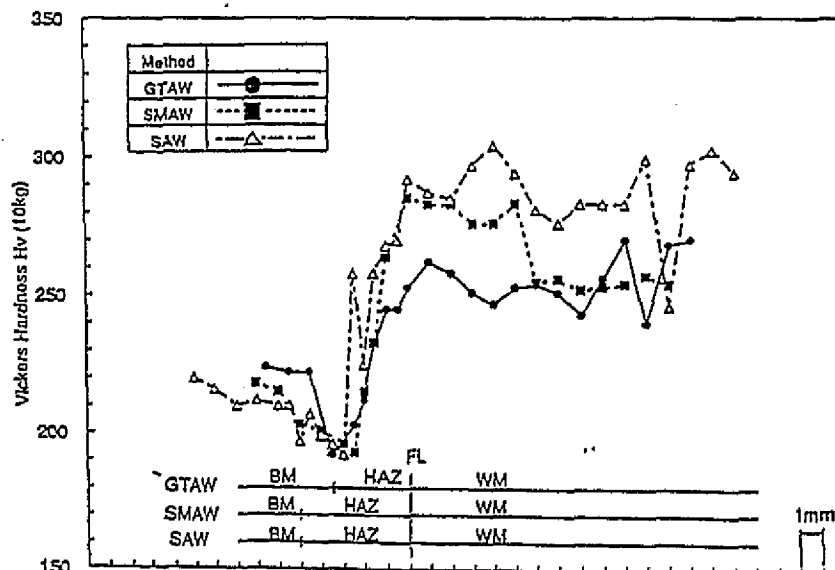
Der Vergleich mit P91 und X20 CrMoV 12 1 zeigt ein annähernd gleiches Verhalten, wobei der NF616 enger mit P91 übereinstimmt. Ein beachtlicher Unterschied besteht allerdings zu dem amerikanischen Stahl P22, der mit dem deutschen Stahl 10 CrMo 9 10 vergleichbar ist.

2.5.2 Schweißverbindung

.1 Härteeigenschaften

Erweichungszone / interkritische Zone in der WEZ

Die Schweißverbindungen des Stahles NF616 (9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb) zeigen das für die 9 bis 12% Cr bekannte, typische Härteprofil quer zur Schweißnaht und zwar unabhängig vom eingesetzten Schweißverfahren (WIG; E-Hand, UP), Abb.2.5.2-1 /80/. Gleiches hierzu wird in /11/ über das Verhalten der Stähle X20 CrMoV 12 1 und X10 CrMoVNb 9 1 (P91) berichtet.



BM = Grundwerkstoff

HAZ = WEZ

WM = Schweißgut

FL = Schmelzlinie

GTAW = WIG

SMAW = UP

SAW = E-Hand

Abb. 2.5.2-1: Härteprofil quer zur Schweißnaht einer NF616-Schweißverbindung nach einer Anlaßbehandlung bei 740°C/4 h

Das Härteprofil der vorgenannten Stähle ist hauptsächlich durch zwei Merkmale gekennzeichnet:

- Härtemaximum im Schweißgut (260 bis 300 HV)
- Härteminimum in der WEZ (190 bis 220 HV; ca. 10 bis 20 HV-Einheiten unterhalb der Härte des Grundwerkstoffes, auch als sogenannter "Härtesack" oder "Erweichungszone" bezeichnet).

Dieses Härteprofil ist bereits im Schweißzustand charakteristisch ausgebildet und wird durch die Anlaßbehandlung der Schweißnaht nur in der absoluten Höhe der Härtewerte verändert (Härtespitze in der WEZ erniedrigt sich von 440 auf 280 HV10), nicht jedoch in seinem Verlauf /97/.

Die Lage der Erweichungszone fällt mit der interkritischen Zone zusammen, die die schwächsten Zeitstandfestigkeitseigenschaften aufweist und unter bestimmten Beanspruchungsbedingungen zur interkristallinen Rißbildung (Typ IV-Rißbildung) neigt, Abb. 2.5.2-2 /98,23,59/. Weitere Informationen über die in den typischen Gefügezonen der WEZ ablaufenden Temperaturzyklen finden sich in /98/ am Beispiel eines 12CrMoV-Stahles, dessen Verhalten sich vom Grundsatz her auch auf die 9%Cr-Stähle übertragen läßt /23/.

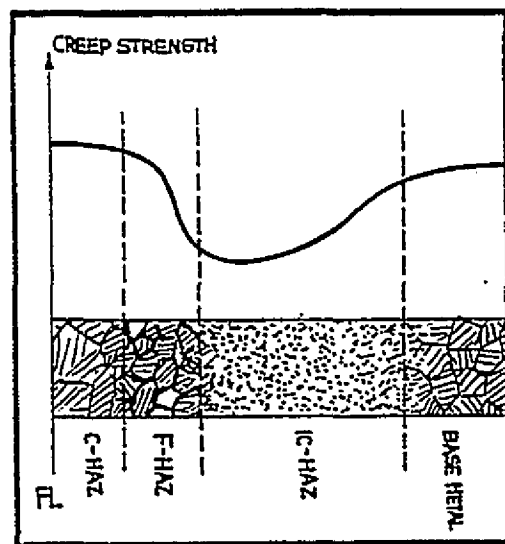


Abb. 2.5.2-2: Kriechfestigkeitsverteilung in der WEZ einer 12CrMoV-Schweißnaht /98/

Danach werden

- der interkritischen Zone Temperaturbereiche von 825 bis 1000°C,
- der feinkörnigen (FK) Zone Temperaturbereiche von 1000 bis 1200°C,
- der grobkörnigen (GK) Zone Temperaturbereiche von 1200°C bis zum Schmelzpunkt

zugeordnet /98/, siehe auch Kap. 2.6 Schweißsimulation.

Da dies unabhängig von den gewählten Schweißparametern (Vorwärmtemperatur, Lagenaufbau, Wärmeeinbringung) gilt, - durch diese wird lediglich die Breite der jeweiligen Zonen beeinflusst -, kann die interkritische Zone beim Schweißen nicht unterdrückt werden /23/. Ausgenommen hiervon ist die WEZ der 9 bis 12%Cr-Stähle mit höherem δ -Ferrit-Gehalt (20 bis 30%), wie am Beispiel des HCM12 zu sehen ist, in der aufgrund eines höheren Cr-Äquivalentes in diesem Temperaturbereich nicht das reine γ -Gebiet zu durchlaufen ist, Abb. 2.5.2-3 /59/.

Die gegenüber dem Grundwerkstoff stärkere Kriechneigung der IK-Zone ist aus an P91 durchgeführten Untersuchungen klar ersichtlich. Mit 850°C/5 min zur Simulation der interkritischen Zone wärmebehandelten Grundwerkstoffproben zeigen eine weitaus höhere Kriechrate als der ordnungsgemäß vergütete Grundwerkstoff /106/.

In den über NF616-Schweißverbindungen berichtenden japanischen Veröffentlichungen /47, 48, 51, 53, 71, 80, 93, 99/ wird über die das WEZ-Gefüge betreffende Zusammenhänge und Sachverhalte im Hinblick auf die interkritische Zone nur wenig ausgesagt. In /48, 51/ wird z.B. ausgeführt, daß in der WEZ angelassener Martensit vorliegt und kleine Mengen δ -Ferrit entstehen

können. Aus /71/ ist zu entnehmen, daß die Brüche von Zeitstandproben in der WEZ aufgetreten sind, die aber nicht notwendigerweise mit der interkritischen Zone übereinstimmen. In /28/ wird noch erläutert, daß bei 700°C gegenüber dem Grundwerkstoff abfallende Zeitfestigkeitswerte festgestellt wurden, die mit der Erweichungszone in Verbindung zu bringen sind. Ein vergleichbarer Abfall war bei 650 und 600°C trotz Erweichungszone nicht vorhanden. Es wird allerdings betont, man wolle der Sache durch weitere Untersuchungen nachgehen. In der Folge-literatur, siehe oben, war jedoch zum Thema 'interkritische Zone - Erweichungszone - Zeitstandfestigkeit - Bruchlage' nichts Wesentliches mehr enthalten. Was ergänzt wurde, sind die Ergebnisse über Zeitstandversuche mit von knapp 1.000 h /28/ über 3.000 h /71/ auf 20.000 h /80/ verlängerten Prüfzeiten, siehe hierzu Kap. 2.5.2.2 Zeitstandfestigkeit.

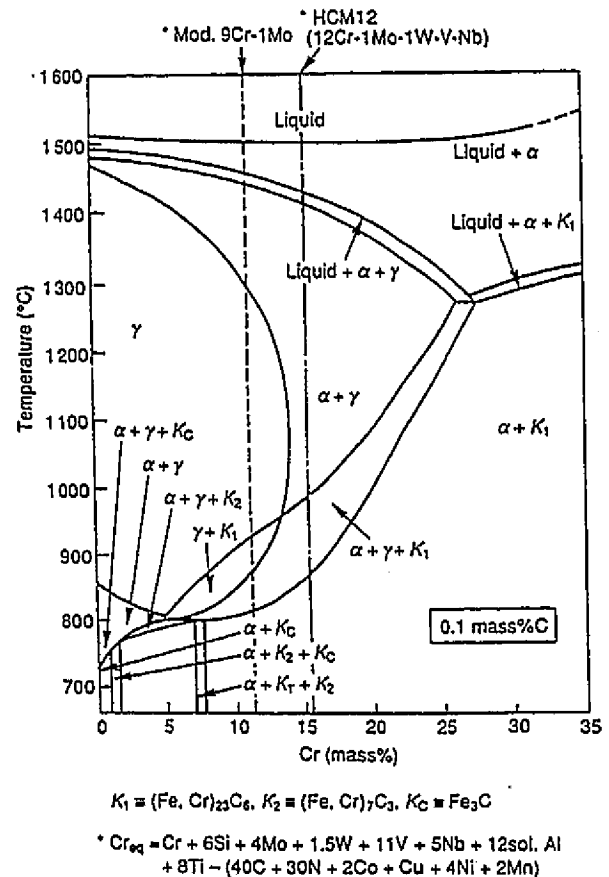


Abb. 2.5.2-3: Phasendiagramm im C-Fe-Cr-System (C = 0,1 Massen-%) /59/

In dänischen Veröffentlichungen /23/ wird berichtet, daß bei NF616-Schweißverbindungen in Iso-Stress-Kriechversuchen mit 100 MPa in einem Temperaturbereich von 640 bis 680°C immer interkristalline Brüche in der interkritischen Zone gefunden wurden. Bei P91 traten die Brüche zwar auch alle in der interkritischen Zone auf, jedoch zeigten sich interkristalline Brüche erst bei Temperaturen unterhalb 640°C /23/. Von der Zeitachse her betrachtet, traten die Brüche bei beiden Werkstoffen in etwa zur selben Zeit auf, was auf die höhere Zeitstandfestigkeit des NF616 hindeutet, Abb. 2.5.2-4 /23/.

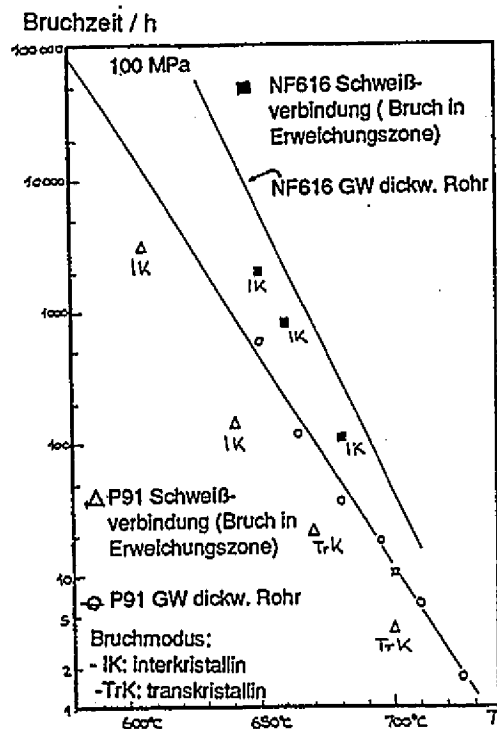


Abb. 2.5.2-4: Iso-Stress-Versuche an P91- und NF616-Schweißverbindungen /23/

Aufhärtung in Abhängigkeit der Vorwärmung / Kaltritzneigung

Die Aufhärtung in der WEZ einer NF616-Schweißverbindung wird im geschweißten Zustand nur unwesentlich durch eine Vorwärmung von 200°C im Vergleich zu 20°C erniedrigt (10 bis 20 HV-Einheiten) /97/. Dennoch empfiehlt es sich aufgrund durchgeführter Versuche zur Kaltritzigkeit mindestens eine Vorwärmtemperatur von >100°C einzuhalten, um H₂-induzierte Rißbildung zu vermeiden /97,53,71/. Für den sich härtemäßig ähnlich verhaltenden 9%Cr-Stahl P91 wird allerdings eine Vorwärmtemperatur von mindestens 180°C verlangt /55/. Bei diesen Vorwärmtemperaturen liegt zu 100% Martensit mit einer entsprechenden Aufhärtung vor, da der untere Martensitpunkt M_f (230°C bei NF616, Abb. 2.3-1 /54/) bereits deutlich unterschritten ist. Die im Verhältnis zum X20 CrMoV 12 1 deutlich niedrigeren Härtewerte von ca. 440 bis 450 HV statt 540 /11/, bedeuten jedoch eine wesentliche Verringerung der Empfindlichkeit gegenüber interkristalliner Spannungsrißkorrosion (IKSpRK).

.2 Zeitstandfestigkeit

Nach den Erfahrungen mit den Stählen X20 CrMoV 12 1 und X10 CrMoVNb 9 1 (P91) liegen die Zeitstandfestigkeitswerte quer zur Schweißnaht beanspruchter Schweißverbindungen unterhalb denen des Grundwerkstoffes. Dieser Effekt ist bei 550°C nur sehr schwach ausgeprägt, Abb.2.5.2-5a /11/; zeigt sich aber deutlich bei 600°C, Abb.2.5.2-5b /11/. Vom X20 CrMoV 12 1 ist bekannt, daß die Kennwerte bei 600°C sich nach ca. 10.000 h in Form eines sogenannten "S-Schlages" wieder der Grundwerkstoffkurve nähern, um sich an der unteren Streubandgrenze (-20%) wieder einzupendeln, Abb. 2.5.2-5b /11/. Vom P91 erwartet man ein gleiches Verhalten, was sich aber erst noch durch Langzeitversuche bestätigen muß, Abb. 2.5.2-5b /11/.

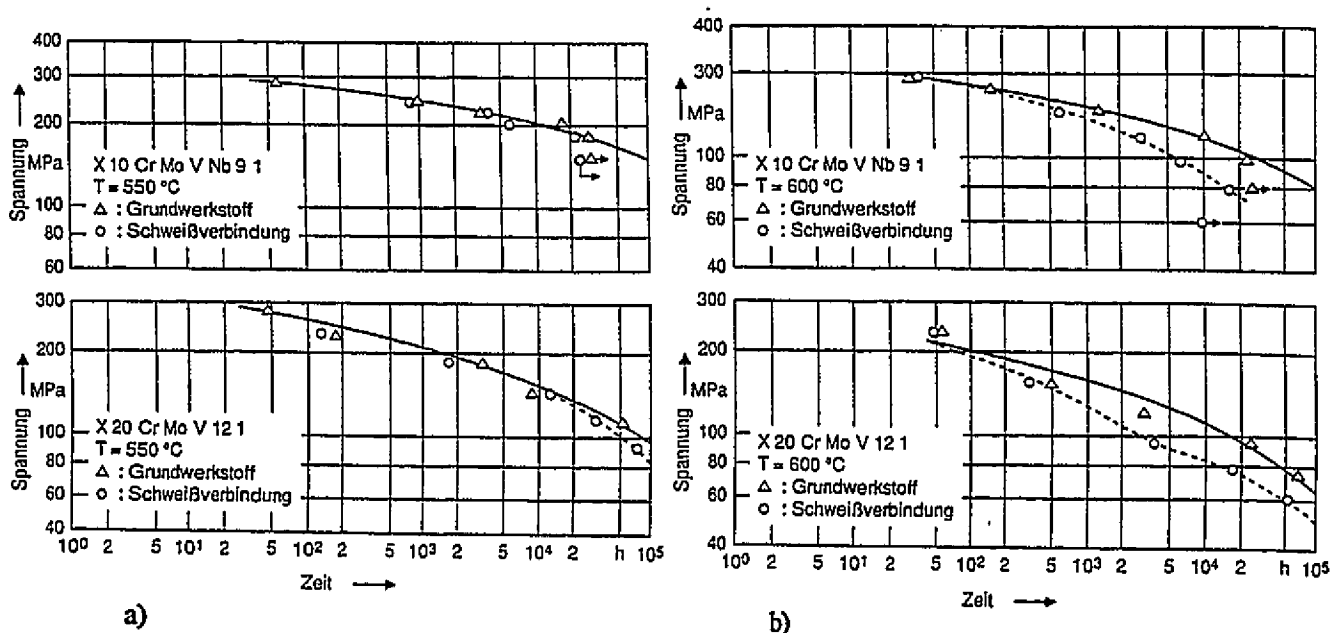
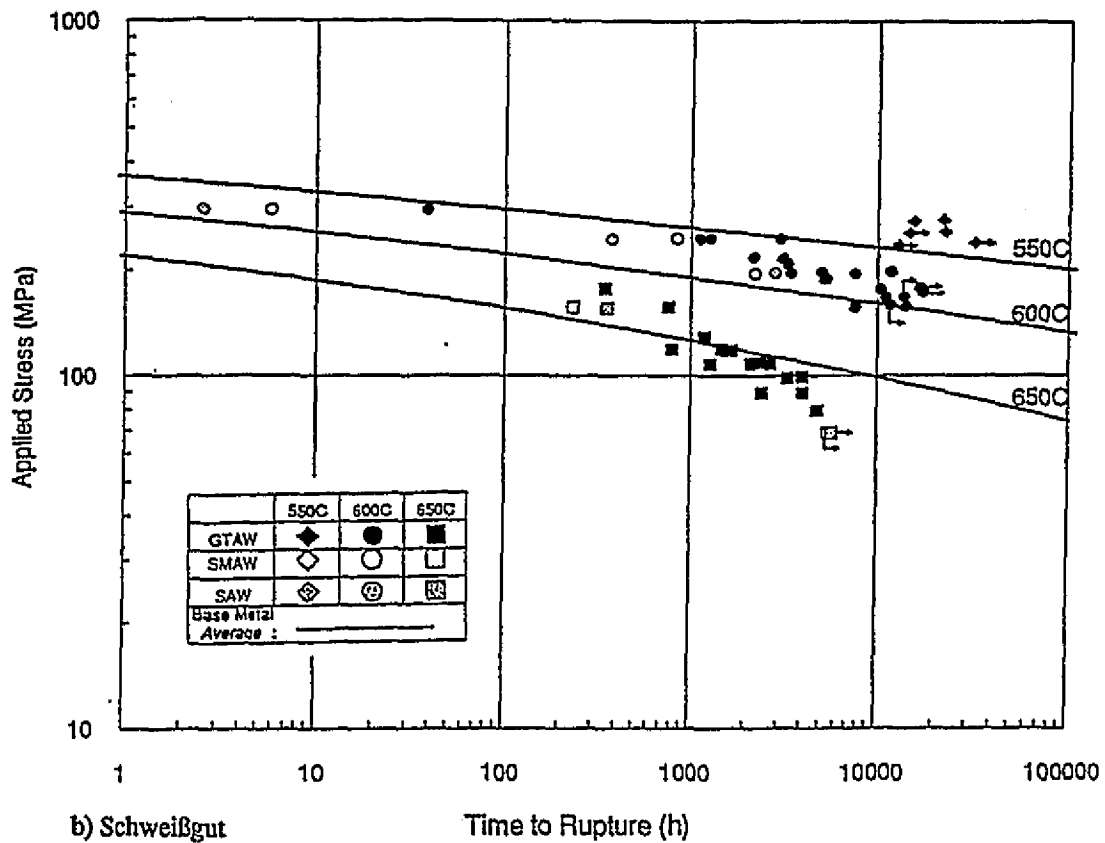
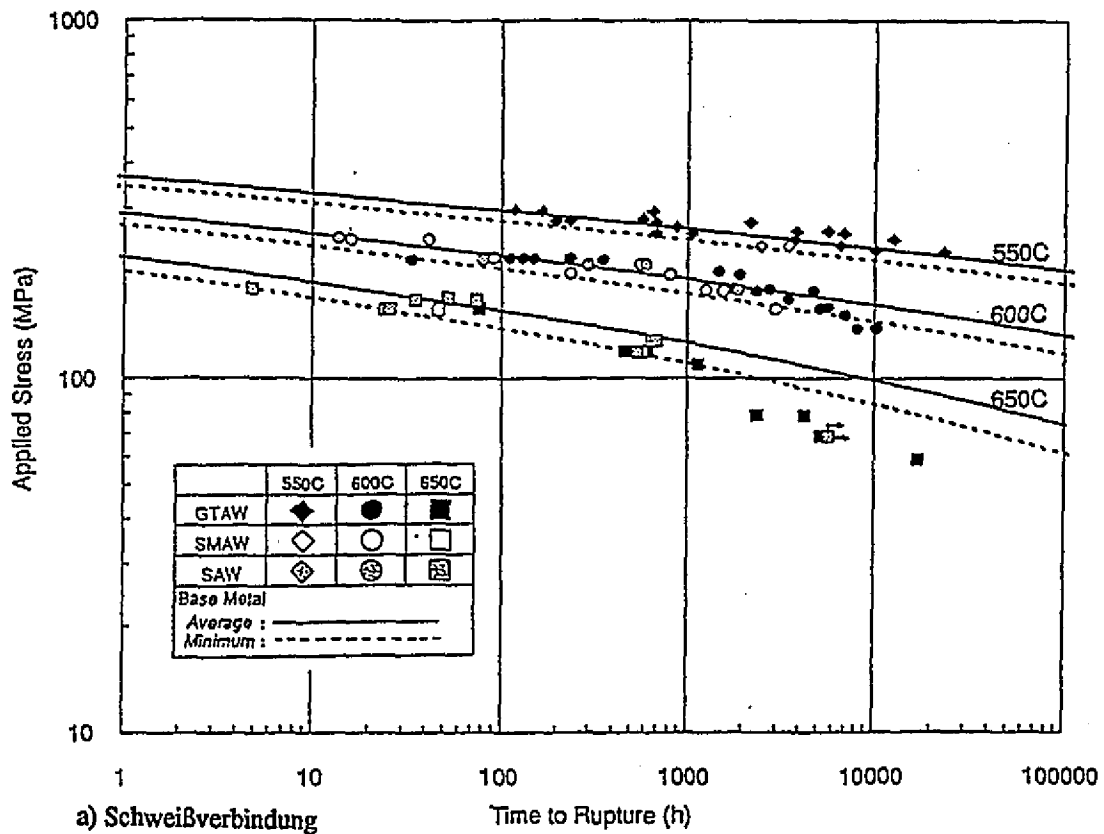


Abb. 2.5.2-5: Zeitstandfestigkeit von Grundwerkstoff und Schweißverbindung für X10 Cr MoVNb 9 1 und X20 CrMoV 12 1 bei 550 und 600°C /11/

Betrachtet man nun das Verhalten des NF616, ergibt sich grundsätzlich dasselbe Bild, Abb. 2.5.2-6a /80/. Die 600°C-Werte beginnen bei etwa 10.000 h unter die untere Streubandkurve des Grundwerkstoffes zu fallen; bei 650°C geschieht dies bereits ab 2.000 h. Ein Anschmiegen der Kennwerte der Schweißverbindung an die untere Streubandkurve des Grundwerkstoffes ist anhand der bislang veröffentlichten Versuchszeiten von <16.000 h noch nicht zu erkennen.

Das Schweißgut zeigt, wie von den anderen 9 bis 12%Cr-Stählen nicht anders zu erwarten, unabhängig vom Schweißverfahren (WIG /100/, E-Hand /101/ und UP /102/) bis 600°C meist ein besseres Zeitstandfestigkeitsverhalten als der Grundwerkstoff oder die Schweißverbindung selbst, Abb. 2.5.2-6b /80/.



GTAW=WIG SMAW=E-Hand SAW=UP Base Metal=Grundwerkstoff

Abb 2.5.2-6: Zeitstandkurven von NF616-Schweißnähten bei 550, 600 und 650°C /80/

.3 Kurzzeitfestigkeit

Wie die Zeitstandfestigkeit stellt die Kurzzeitfestigkeit, unabhängig vom eingesetzten Schweißverfahren /100,101,102/, kein werkstoffmäßiges Problem bei den quer zur Schweißnaht beanspruchten NF616-Schweißverbindungen dar /80/, was bekanntermaßen auch für P91 /18/ und X20 CrMoV 12 1 /90/ gilt. Sowohl für die Streckgrenze als auch für die Zugfestigkeit sind die Mindestkennwerte für den Grundwerkstoff eingehalten. Der Vollständigkeit halber sei hier erwähnt, daß dies in noch stärkerem Maße für das reine Schweißgut gilt /80/. Die Kurzzeitfestigkeitseigenschaften des NF616-artgleichen Schweißgutes /100,101,102/ liegen etwa 100 MPa über denjenigen des P91-artgleichen Schweißgutes /103,104,105/.

.4 Kerbschlagzähigkeit

Bei der Beschreibung der Kerbschlagzähigkeitseigenschaften von NF616-Schweißverbindungen mit artgleichen Schweißzusatz ist bezüglich der angewandten Schweißverfahren (WIG, E-Hand, UP) /100,101,102/ zu unterscheiden. Dies gilt hauptsächlich im Hinblick auf das Verhalten des reinen Schweißgutes, weniger bezüglich der WEZ-Eigenschaften. Das WIG-Schweißgut besitzt bei Rt nach bislang veröffentlichten Daten um den Faktor 10 höhere Kerbschlagzähigkeitswerte im angelassenen Zustand gegenüber dem E-Hand- bzw. UP-Schweißgut (rund 300 J/cm² zu 30 J/cm²) /80/. Dieser Zähigkeitsvorsprung schwindet bereits nach 1.000 h Alterung bei 600°C um 2/3 und sinkt nach 3.000 h auf ca. 50 J/cm² bei Rt ab, Abb. 2.5.2-7 /80/.

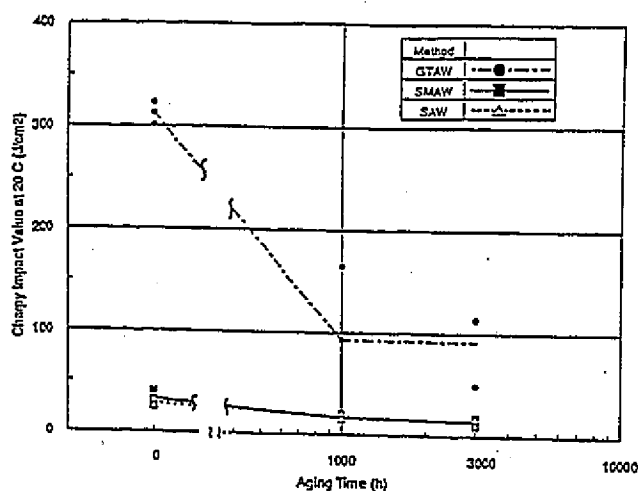


Abb. 2.5.2-7. Kerbschlagzähigkeit bei Rt von NF616-Schweißgut (740°C/4 h) nach thermischer Alterung bei 600°C /80/

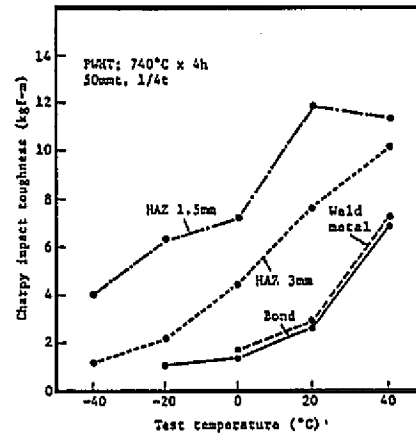
Die bereits im Ausgangszustand relativ niedrigen Zähigkeitswerte von 25 bis 40 J/cm² der E-Hand- und UP-Schweißgüter, verringern sich bei denselben Auslagerungsbedingungen nochmals um die Hälfte, Abb. 2.5.2-7 /80/. Dieses Verhalten spielt sich gleichermaßen auf der Schmelzlinie der WIG-Schweißung bei ähnlich niedrigem Niveau ab /97/ und ist sinngemäß auf die Schmelzlinie der E-Hand- und UP-Schweißung, die mit vergleichbar niedrigen Ausgangswerten starten /80/, zu übertragen.

Mit steigender Temperatur ist sowohl für die Schmelzlinie als auch für die WEZ ein Zähigkeitsgewinn zu verzeichnen, wie am Beispiel der UP-Schweißung, Abb. 2.5.2-8a /97/, demonstriert wird, das in seiner Aussage grundsätzlich auch für die WIG- und E-Hand-Schweißung übernommen werden kann.

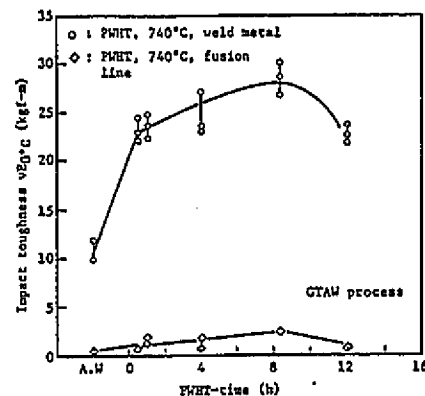
Untersuchungen zum Anlaßverhalten des WIG-Schweißgutes ergaben, daß bereits nach 1 h ungefähr 80% des nach 8 h/740°C erreichbaren Wertes von 260 J/cm^2 erlangt sind, Abb.2.5.2-8b /97/. Glühungen von einer Zeitdauer von 8,4 h im Bereich von 720 bis 760°C belegen davon kaum differierende Kerbschlagzähigkeitswerte, Abb.2.5.2-8c /97/. 740°C Anlaßtemperatur ist somit als optimal anzusehen.

Für Betrachtungen des temperatur- und zeitabhängigen Anlaßverhaltens von NF616-Schweißgut kann grundsätzlich auf Erfahrungen beim P91-Schweißgut zurückgegriffen werden /18,103/. Da die Legierungen des Schweißgutes nicht voll dem Grundwerkstoff entsprechen, sind die Unterschiede zu beachten.

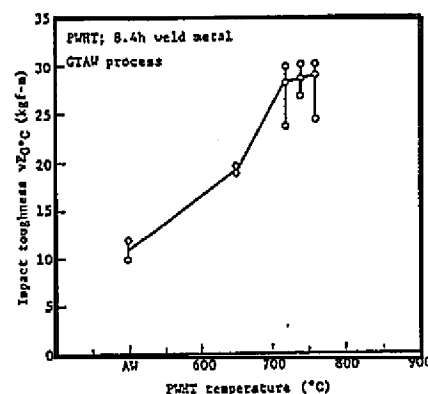
Von Bedeutung in diesem Zusammenhang sind z.B. die für Ni und Nb gewählten Gehalte /18/. Ni wirkt sich zähigkeitsverbessernd, Nb dagegen verschlechternd aus. An einer Verbesserung der Situation wird derzeit seitens der verarbeitenden - zusammen mit der herstellenden - Industrie gearbeitet. Gehalte von $(\text{Ni}+\text{Mn}) < 1,5\%$ (A_{c1} -Punkt, Zähigkeit) und $\text{Nb} < 0,05\%$ (Festigkeit und Zähigkeit) sind im Gespräch /121/.



a) WEZ, Schmelzlinie, Schweißgut



b) Wärmebehandlungsdauer (Prüftemperatur: Rt)



c) Wärmebehandlungstemperatur (Prüftemperatur: Rt)

Abb. 2.5.2-8: Kerbschlagzähigkeit ($\text{kgf m}=9,81 \text{ J}$) in NF616-Schweißnähten /97/

2.6 Schweißsimulation

Beim Verschweißen eines Stahles durchläuft die der Schmelzlinie benachbarte Zone des Grundwerkstoffes temperatur- und zeitabhängig thermomechanisch gesteuerte Prozesse, die zu unterschiedlich ausgebildeten Gefügebereichen mit entsprechend veränderten Werkstoffeigenschaften führen, Abb.2.6-1 /107,108/.

Von besonderem Interesse für das mechanische Verhalten einer Schweißverbindung ferritischer Stähle sind dabei

- die Grobkornzone wegen möglicher Beeinträchtigung der Zähigkeit;
- die interkritische Zone wegen ihrer geringeren Kriechfestigkeit.

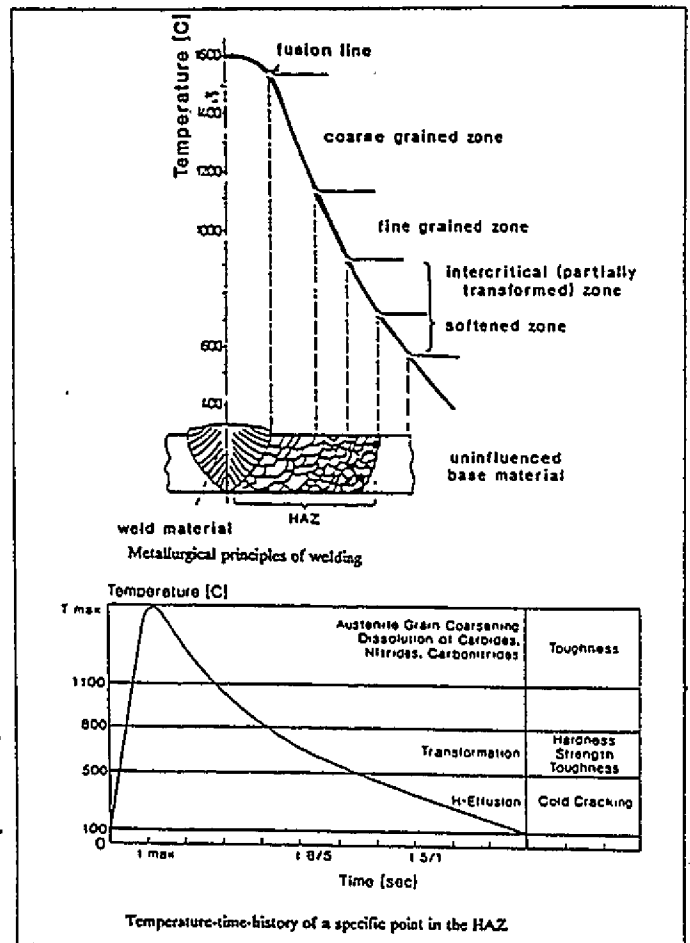


Abb. 2.6-1: Temperatur-Zeit-Verläufe in einer Wärmeinflusszone und der damit zusammenhängenden Gefügebereiche /107/

Aufgrund der im 0,5 mm-Bereich liegenden Breite dieser Zonen entziehen sich diese meist einer gezielten Überprüfung mit den üblicherweise für die Werkstoffprüfung zur Verfügung stehenden Prüfmethoden. Aus diesem Grunde wurde die Schweißsimulationstechnik entwickelt, mit der Probekörper hergestellt werden können, deren Gefüge den jeweiligen Gefügebereichen der WEZ sehr nahe kommt und anhand denen weiterer Aufschluß über deren Verhalten gewonnen werden soll /109,110/.

Über Untersuchungen bezüglich des Verhaltens der 9%Cr-Stähle (P91, NF616, HCM12) gegenüber TIV und DIV sind in der o.g. Literatur kaum Angaben enthalten.

2.2 Interkritische Zone

Zur Ermittlung der interkritischen Zone bzw. der Erweichungszone wurden Schweißsimulationsversuche mit Spitzentemperaturen von 700 bis 950°C mit anschließender spezifikationsgemäßer Spannungsarmglühung durchgeführt. Solchermaßen erzeugte Gefügestände wurden im Warmzugversuch mit niedriger Dehnrates (10^{-5} s^{-1}) geprüft, um diejenige Spitzentemperatur festzustellen, bei der die geringsten Festigkeitswerte auftraten. Diese Bedingungen wurden dem Erweichungszyklus zugeordnet. Als Beispiel seien hier die am P91 durchgeführten Versuche angeführt, Abb.2.6-3/18/, bei denen ein Minimum bei 920°C gefunden wurde.

Anschließend erfolgte eine metallkundliche Untersuchung, z.B. für P91 in /18, 23/, für X20 CrMoV 12 1 und NF616 in /23/. Nach /23/ wird aufgrund des Ausscheidungsstandes in der interkritischen Zone dem NF616-Gefüge die höchste Zeitstandfestigkeit beigemessen, gefolgt vom P91 und X20 CrMoV 12 1. Diese rein qualitative Beurteilung ist noch nicht durch quantitative, an schweißsimulierten Gefüge Versuchen belegt. Solche gibt es bislang nur für nicht-martensitische 1%CrMoV-Stähle /117/. Insoweit wird in /116/ empfohlen, solche Versuche in Angriff zu nehmen.

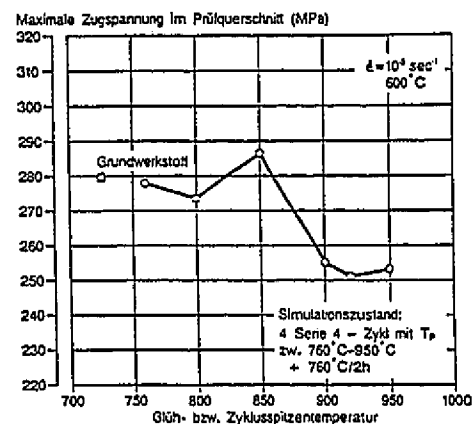


Abb. 2.6-3: Kurzzeitkriechversuche an mit unterschiedlichen Spitzentemperaturen schweißsimuliertem Gefüge von P91 /18/

2.7 Oxidations- und Korrosionsverhalten

Der Einsatz der 9 bis 12%-igen Chromstähle (z.B. P91, NF616, HCM12) in fossil befeuerten Dampfkesseln bei Metalltemperaturen um 580 bis 600°C, die oberhalb des bisherigen, mit X20 CrMoV 12 1 gewonnenen Erfahrungsbereiches von 520 bis 560°C liegen, werfen die Frage nach deren dampf- und rauchgasseitiger Oxidations- bzw. Korrosionsbeständigkeit auf. Aus diesem Grunde wurden verschiedene Untersuchungen im Labor bzw. direkt in Dampfkesseln durchgeführt, um eine Klärung in der Angelegenheit herbeizuführen. Da das Oxidations- und Korrosionsverhalten der 9 bis 12% Cr-Stähle zwar nicht Gegenstand dieser Arbeit ist, soll doch vollständigheitshalber kurz auf das Verhalten gegenüber Wasserdampf und Rauchgasen eingegangen und die einschlägige Literatur genannt werden.

.1 Wasserdampf

Angaben über das Zunderverhalten der 9 bis 12%Cr-Stähle in Wasserdampf finden sich in /6, 9, 38, 43, 48, 50, 52, 53, 78, 96, 93, 119-122 und 125/. Hieraus kann zusammenfassend abgeleitet werden, daß grundsätzlich die 12%-igen Cr-Stähle eine bessere Zunderbeständigkeit aufweisen als die 9%-igen (Faktor 1,5 bis 1,75 bei 600°C Metalltemperatur). Das Verhalten der 9%Cr-Stähle scheint für Überhitzerrohre noch in einem akzeptablen Bereich zu liegen. Es müssen jedoch weitere Ergebnisse aus langzeitigen Betriebsversuchen abgewartet werden, da die kurzzeitigen Laborversuche unter Umständen ein zu günstiges Bild zeichnen.

.2 Rauchgase

Sowohl in /96/ als auch in /120/ wird über das Verhalten gegenüber der rauchgasseitigen Korrosion aus Praxisversuchen berichtet. Die Schichtdicke ist um ca.10% geringer als auf der dampfbeaufschlagten Seite. Das Schichtdickenverhältnis von außen zu innen liegt bei 0,7 (NF616) bzw. 0,8 (P91). Auf der Rauchgasseite zeigt sich derzeit (nach knapp 22.000 h) ein geringerer Korrosionsangriff als auf der Wasserdampfseite.

Der mitgeprüfte X20 CrMoV 12 1 erweist sich wie auf der Wasserdampfseite gegenüber den 9%Cr-Stählen (ca. um den Faktor 1,5 bis 1,7 wie bei der dampfseitigen Oxidation) als korrosionsbeständiger.

Eine verbindliche Aussage zum rauchgasseitigen Korrosionsverhalten der 9%Cr-Stähle läßt sich hier ebenso wie bei der dampfseitigen Oxidation erst nach längeren Versuchszeiten treffen.

3. Zielsetzung

Aus der Sicht des Kraftwerksbetreibers ist der Einsatz eines Rohrleitungs- und Kesselstahls erst dann uneingeschränkt zu befürworten, wenn hinreichend verlässliche Kenntnisse über das Langzeitverhalten des Stahles bekannt sind. Da als Fügetechnik immer das Schweißen angewendet wird, reichen hervorragende Eigenschaften des Grundwerkstoffes alleine noch nicht aus, um eine Entscheidung zur Verwendung eines neuen Stahles im Hochtemperaturbereich, z.B. für eine Frischdampfleitung mit 580°C, treffen zu können. Vielmehr muß auch das Verhalten der Schweißverbindung gründlich und insbesondere langfristig für im Zeitstandbereich beanspruchte Bauteile untersucht sein.

Wenngleich im Rahmen dieser Arbeit die letztgenannte Bedingung verständlicherweise aus Zeitgründen nicht gänzlich erfüllt werden kann, so soll doch ein Beitrag zum tieferen Verständnis des Verhaltens der das Zeitstandverhalten prägenden interkritischen Zone (auch Erweichungszone genannt) in der Wärmeeinflußzone (WEZ) einer Schweißverbindung geliefert werden.

Wie aus Abschnitt 2.5.2 'Schweißverbindung' ersichtlich ist, ergeben sich nach Auswertung der Literatur über den Werkstoff 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb (NF616) Fragestellungen zum Einfluß der Erweichungszone auf das Zeitstandverhalten einer Schweißverbindung. Auskünfte sollen hier Schweißsimulationsversuche an Grundwerkstoffproben mit einer für diese Zone charakteristischen Temperaturbeeinflussung geben. Zur quantitativen Beschreibung des Zeitstandfestigkeitsverhaltens wurden entsprechend den Erkenntnissen der Literatur, siehe Abschnitt 2.6 'Schweißsimulation', Iso-Stress-Versuche an schweißsimulierten Proben durchgeführt und mit solchen aus dem Grundwerkstoff verglichen. Diese Versuche dienen ausschließlich der Einordnung und nicht der absoluten Bestimmung eines für die Auslegung maßgeblichen Festigkeitskennwertes. Dies ist der Prüfung von aus Bauteilschweißungen entnommenen Proben vorbehalten. Solche wurden gleichfalls parallel zum Grundwerkstoff bis zu 10.000 h mit untersucht. Die aktuellen Ergebnisse längerlaufender, aber noch nicht gebrochener Proben sind in den zutreffenden Diagrammen wiedergegeben.

Da das Gefüge des Werkstoffs von entscheidender Bedeutung für das Zeitstandverhalten ist, und dies wiederum stark von der Wärmebehandlung beeinflusst wird, wobei bereits kurzzeitiges Einwirken Folgen aufweist, wie sich aus Abschnitt 2.3 'Umwandlungsverhalten und Wärmebehandlung im Zuge der Herstellung' ergibt, sollte im Rahmen der hier vorliegenden Arbeit auf diese Zusammenhänge sowohl für

den Grundwerkstoff als auch für die Schweißverbindung (Schweißgut und WEZ) vertieft eingegangen werden. Nur anhand dieser für den hier zu untersuchenden Werkstoff selbst ermittelten Grundlagen lassen sich die Veränderungen im Gefüge, wie sie sich in der interkritischen Zone ereignen, vergleichen und dann besser verstehen und erklären.

Wegen der sich vornehmlich im submikroskopischen abspielenden Vorgänge bedurfte es neben der lichtoptischen Metallografie des verstärkten Einsatzes der aufwendigen transmissionselektronenmikroskopischen (TEM) Gefügebeurteilung, wobei sowohl die Gefügebrauchungen hinsichtlich Art, Größe und Verteilung sowie ihrer chemischen Zusammensetzung, bestimmt mittels energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX), als auch kennzeichnende Gefügeparameter wie Subkorngrößen und Versetzungsdichten im Vordergrund standen. Effekte auf das Gefüge, wie sie sich neben einer Kurzzeitwärmebeeinflussung auch durch eine thermische Langzeitauslagerung (ohne Spannung) oder durch eine Langzeitbeanspruchung (mit Spannung) ergeben, waren mit zu untersuchen und die mit den Gefügeveränderungen einhergehenden Eigenschaften wie Festigkeit und Zähigkeit zu erfassen.

Darüberhinaus war in dieser Arbeit das Zeitdehnverhalten des Grundwerkstoffes Gegenstand der Untersuchungen, da wie in Abschnitt 2.5.1.1 'Grundwerkstoff - Zeitfestigkeit' erläutert, zum Verhalten des 1% Kriechdehnwertes von NF616 wenig aus der veröffentlichten Literatur bekannt ist. Außerdem stand die Frage im Raum, unter welchen Randbedingungen von einer gesicherten Extrapolation der Langzeitfestigkeitskennwerte ausgegangen werden kann.

Da sich die Grobkornzone der WEZ einer Schweißnaht wegen ihrer geringen Breitenausdehnung zum Teil einer gezielten Untersuchung ihrer mechanischen Eigenschaften entzieht, war anhand geeignet schweißsimulierter Grundwerkstoffproben zu bestimmen, ob der Werkstoff NF616 zur temperatur- bzw. dehnungsinduzierten Versprödung oder zur Relaxationsrißbildung neigt. Wie in Abschnitt 2.6.1 'Grobkornzone' beschrieben, wurden hierüber in der Literatur kaum Aussagen gefunden.

Der Schwerpunkt der Experimente im Rahmen dieser Arbeit lag auf der Beurteilung des Verhaltens nahtloser, dickwandiger Rohre und Sammler für Frischdampf- und Zwischenüberhitzerleitungen. Als Versuchswerkstoffe wurden deshalb ein im Stranggußverfahren hergestelltes Rohr mit einer Wanddicke von 40 mm und ein geschmiedetes Rohr mit 50 mm Wand beschafft. Das unterschiedliche Verhalten der beiden Rohre war zu ermitteln. Das 40 mm dicke Rohr stand dabei im Mittelpunkt der Untersuchungen.

Mit Blick auf die relativ guten Eigenschaften der 9%Cr-Stähle mit 1%Mo und 1%W (Werkstoff E 9 1 1, Schmelze E, für Turbinen, siehe Abschnitt 1 'Einleitung' und Abschnitt 2 'Die Wirkung von Wolfram in Verbindung mit Molybdän') wurde neben den für das dünnere Rohr eingesetzten NF616-artgleichen Schweißzusätzen des japanischen Herstellers Nippon Steel Welding Products & Engineering Co., Ltd ein E 9 1 1-artgleicher Schweißzusatz des Elektrodenherstellers Böhler Schweißtechnik für das dickere Rohr verwendet und im wesentlichen bezüglich seines Zeitstandverhaltens in der Schweißverbindung untersucht.

4. Versuchsdurchführung und -ergebnisse

4.1 Versuchsmaterial

4.1.1 Grundwerkstoff

Für die Untersuchungen an dem 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb-Stahl mit der Markenbezeichnung NF616 des Herstellers Nippon Steel Corporation Japan standen zwei dickwandige Rohrabmessungen ($d_i \times s = 300 \times 40$ und 350×50 mm) zur Verfügung, Tab. 4.1.1-1. Bei dem 40 mm dicken Versuchsstück mit der KFA-Bezeichnung CQM handelt es sich um ein mit dem Sauerstoffblasverfahren im LD-Konverter erschmolzenes Rohr, das nach dem Vakuumdesoxidieren der 120 t Schmelze im Stranggußverfahren und anschließendem Walzen hergestellt wurde. Das 50 mm dicke Versuchsstück mit der KFA-Bezeichnung CMS entstammt einer 40 t Schmelze, die nach Erschmelzung im Elektroofen und nachfolgender Pfannenbehandlung elektroschlackeumgeschmolzen wurde. Der Formgebungsprozeß erfolgte durch Schmieden. Beide Versuchsstücke wurden im austenisierten und angelassenen Zustand ausgeliefert, Tab.4.1.1-1.

Schmelzenbezeichnung		Herstellungsmethode der Rohre	Abmessungen $d_i \times s$ in mm	Wärmebehandlung
KFA	Nippon Steel			
CQM	YAP	Strangguß, gewalzt	300 x 40	1070°C/2 h + 775°C/2 h
CMS	EPP	Blockguß, ESU, geschmiedet	350 x 50	1065°C/2 h + 770°C/2 h

Tabelle 4.1.1-1: NF616 Grundwerkstoff - Versuchsmaterial

Daten zur chemischen Zusammensetzung und den mechanisch-technologischen Eigenschaften der beiden Grundwerkstoffchargen finden sich in Abschnitt 4.4.1 'Versuchsergebnisse Grundwerkstoff'.

Schweißplan/ -Protokoll für Rundnahtschweißungen an NF616		
Versuchsstück	Rohrrundnähte CSJ und CSK am Rohr CQM 300x40mm	Rohrrundnaht CSS am Schmiedestück CMS 350x50mm
Schweißnahtvor- bereitung	Tulpe mit 8 bis 10° Öffnungswinkel Steghöhe 2 mm	
Schweißverfahren Wurzel: Füll-und Decklagen:	WIG/ Argon 99,99% Lichtbogen-Hand (LBH)	
Schweißzusatz Wurzel: Füll-und Decklagen:	Nippon-Draht Nittetsu YT616 d = 2 mm Nippon-Stabelektrode Nittetsu N 616 d = 3,25 mm	Thyssen-Draht MTS 3-IG ähnlich P91; d=2,4 mm Böhler-Stabelektrode C9 MVW, ähnlich 'E911' d = 3,25 mm
Vorwärmtemperatur	> 200°C, meist 235 bis 245°C	
Zwischenlagen- temperatur	< 250°C	
Schweißposition	Wannenlage , Rohrachse waagrecht	
Schweißstrom	WIG: ca.135 A LBH: ca.120 A	
Schweißspannung	ca. 24 V	
Schweiß- geschwindigkeit	ca. 12 cm/min	
Pendelbreite/ Lagendicke	2-3 x Kerndrahtdurchmesser < 2 mm	
Wärmeeinbringung	14,4 kJ/cm	
$\Delta t_{8/5}$	12 s	
Wasserstoff- effusionsglühung	>250°C, 2 h	
Wärmebehandlung	je Rundnaht 1 Rohrviertel -ungeglüht -4 h / 710, /740, /770°C Aufheizrate:150 K/h bis 500°C; 80 K/h ab 500°C Abkühlrate: umgekehrt	gesamte Rohrrundnaht 4 h /740°C Aufheizrate:150 K/h bis 500°C; 80 K/h ab 500°C Abkühlrate: umgekehrt

Tabelle 4.1.2-1: Schweißparameter für die Rundnahtschweißungen an NF616

4.1.2 Schweißverbindung

Für das Rohr und das Schmiedestück wurden unterschiedliche Schweißzusätze zur Herstellung der Rundnähte verwendet:

Bei dem Rohr CQM kam der zum NF616 artgleiche Schweißzusatz Nittetsu YT-616 als WIG-Draht für die Wurzelschweißung und Nittetsu N-616 als Stabelektrode für die Füll- und Decklagen zum Einsatz. Der Hersteller dieser Schweißzusätze ist Nippon Steel Welding Products & Engineering Co., Ltd. Zur Erprobung dieser Schweißverbindung wurden zwei Rundnähte mit der KFA-Bezeichnungen CSJ und CSK von der Firma Mannesmann Anlagenbau, Düsseldorf, Werk Dortmund hergestellt. Die Schweißbedingungen sind aus Tab.4.1.2-1 ersichtlich. Die ohne Wärmebehandlung ausgelieferten Schweißnähte wurden in der KFA in 4 Teile zerlegt; drei Schweißnahtviertel je Rundnaht (CSK und CSJ) wurden dann jeweils 4 h bei 710 (niedrig), 740 (normal) bzw. 770°C (hoch) angelassen. Über die Ergebnisse der ungeglühten und unterschiedlich wärmebehandelten Schweißnahthälften wird unter Abschnitt 4.4.2 'Versuchsergebnisse-Schweißverbindung' berichtet.

Die Rundnaht (KFA-Bezeichnung CSS) des Schmiedestücks CMS wurde mit einer neu von Firma Böhler Schweißtechnik entwickelten Stabelektrode mit etwa 1% Wolfram und 1% Molybdän (vergleichbar Schmelze E 9 1 1, siehe Abschnitt 1 'Einleitung') bei einer ansonsten dem NF616 ähnlichen Analyse ebenfalls von Firma Mannesmann Anlagenbau, Düsseldorf, Werk Dortmund geschweißt. Für die Wurzelschweißung wurde mangels eines verfügbaren WIG-Drahtes, artgleich zu der neuen Stabelektrode, der für P91-Schweißungen übliche Thyssen-WIG-Draht MTS 3-IG verwendet. Für die Erprobung der 50 mm dicken Schweißnaht war dies ohne Belang. Die Schweißparameter der Schweißnaht CSS entsprachen denen des Rohres gemäß Tab. 4.1.2-1. Nach dem Schweißen wurde die Schweißnaht einer Wärmebehandlung bei 740°C/4 h unterzogen. Die Untersuchungsergebnisse dieser Schweißnaht sind in Abschnitt 4.4.2 'Versuchsergebnisse Schweißverbindung' enthalten.

4.2 Probenherstellung und Prüftechnik

4.2.1 Wärmebehandlungsversuche

.1 Charakterisierung der Werkstoffeigenschaften

Entsprechend der Aufgabenstellung waren Wärmebehandlungsversuche im Laborofen mit unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen (970 bis 1145°C) und Anlaßtemperaturen (715 bis 835°C) zur Einstellung verschiedener Gefügezustände durchzuführen. Dabei sollten bewußt Grenzzustände erzeugt werden, um die Wirkung auf die mechanisch-technologischen Eigenschaften zu erkennen. Da neben

den Spitzentemperaturen hier insbesondere die Abkühlgeschwindigkeit von Belang ist, wurde diese an die vom Hersteller angegebenen Daten angepaßt. In der Herstellungspraxis sind ca. 9 bis 12 K/min üblich; dementsprechend wurde an den Probekörpern der Abmessung $d \times l = 16 \times 130$ mm durch Abkühlung unter Isoliermatten eine Abkühlrate von ca. 24 min zwischen 800 und 500°C verwirklicht, was 12,5 K/min entspricht. Das Aufheizen erfolgte mit einer Temperaturänderungsgeschwindigkeit von ca. 60 K/min. Die Durchwärmzeit lag bei 24 min.

.2 Kühlzeit-Temperatur-Umwandlungs-Schaubild (KTU)

Zur Erstellung eines KTU-Diagrammes wurden an zylindrischen Proben ($l \times d = 10 \times 3,5$ mm) Versuche an einem Dilatometer TYP "Formastor -F" durchgeführt. Das Aufheizen erfolgte induktiv; das geregelte Abkühlen geschah mittels Stickstoff, der aus in die Spule eingebrachten Düsen druckgesteuert auf die Probe geblasen wurde. Über Probenlänge und Probendurchmesser war eine gute Temperaturkonstanz gewährleistet. Die Temperaturmessung erfolgte über ein auf die Probe angepunktetes Pt/Rh-Pt-Thermoelement. Die Dilation wurde mit Hilfe eines induktiven Wegaufnehmers gemessen.

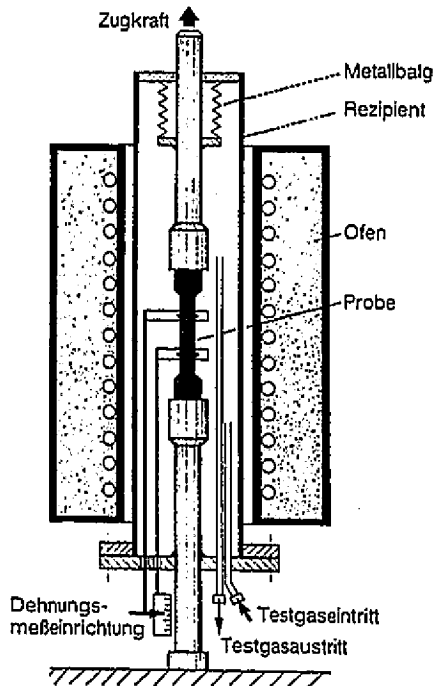
Für das Austenitisieren wurde eine Spitzentemperatur von 1070°C mit einer Haltezeit von 20 min eingestellt. Die lineare Aufheizgeschwindigkeit betrug 100 K/min. Zur Untersuchung des kontinuierlichen Umwandlungsverhaltens wurden die Proben nach dem Austenitisieren mit $\Delta t_{8/5}$ -Zeiten von 1,45 s bis 27.720 s (7,7 h) linear auf Raumtemperatur abgekühlt.

4.2.2 Mechanisch-technologische Versuche

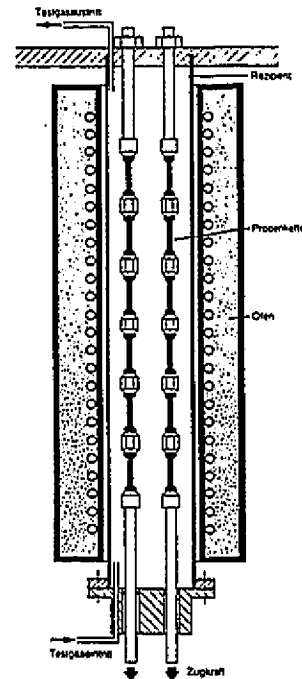
Die im Rahmen dieser Forschungsarbeit zur Bestimmung der mechanisch-technologischen Güteeigenschaften durchgeführten Versuche konzentrieren sich entsprechend der Aufgabenstellung hauptsächlich auf die Zeitstandversuche. Zur Charakterisierung der Festigkeitseigenschaften wurden einige wenige Zugversuche in das Versuchsprogramm mit aufgenommen. Die Veränderung der Zähigkeitseigenschaften wurden in Kerbschlagbiegeversuchen gemessen.

Für die Ermittlung der Zeitstandfestigkeitseigenschaften wurden für die kontinuierliche Kriechdehnungsmessung Einzelprobenmaschinen (EPM) eingesetzt; war bei der Versuchsführung eine diskontinuierliche Kriechdehnungserfassung ausreichend, wurden Mehrprobenmaschinen (MPM) verwendet. Der innere Aufbau der Prüfmaschinen ergibt sich aus Abb. 4.2.2-1a und b. Die Beanspruchung der Proben wurde durch ein gewichtsbelastetes Hebelsystem aufgebracht. Die Wärmeleitung im Ofen, überwacht mit Hilfe von Ni/NiCr-Thermoelementen, stellt eine Temperaturgenauig-

keit von max. 2 K, bezogen auf die Solltemperatur, sicher. Weitere Einzeleinheiten zu den Prüfmaschinen finden sich in /131/.



a) Einzelprobenmaschine (EPM)



b) Mehrprobenmaschine (MPM)

Abb. 4.2.2-1: Prinzipaufbau der Prüfmaschinen für die Zeitstandversuche

Die zu dem jeweiligen Prüfmaschinentyp gehörigen Proben sind in Abb. 4.2.2-2a und b dargestellt. Der mit mindestens 6,4 mm gewählte Probendurchmesser gewährleistet die Bestimmung zuverlässiger Kennwerte für die Langzeitfestigkeitseigenschaften /132/.

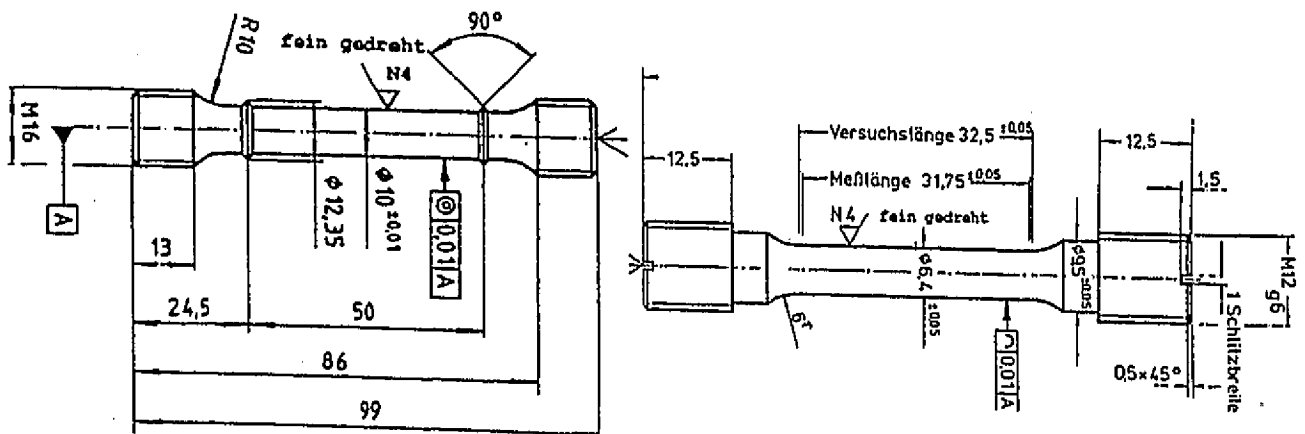


Abb. 4.2.2-2: Abmessungen der verwendeten Kriechproben

Für die Zugversuche zur Ermittlung der Festigkeitseigenschaften bei Raumtemperatur und erhöhten Temperaturen wurde die in Abb. 4.2.2-3 dargestellte Probenform gewählt.

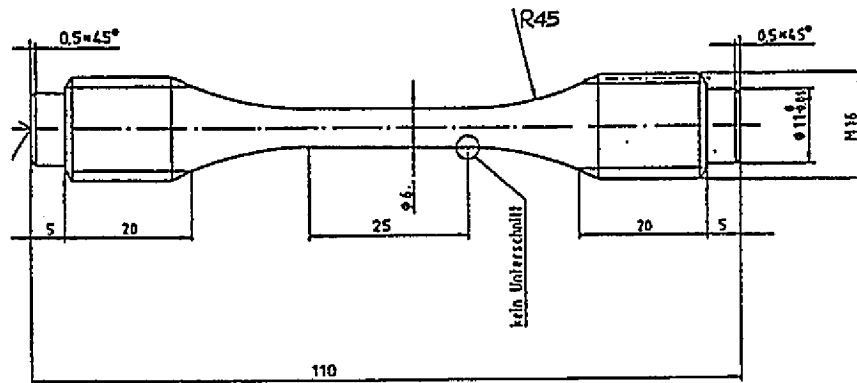
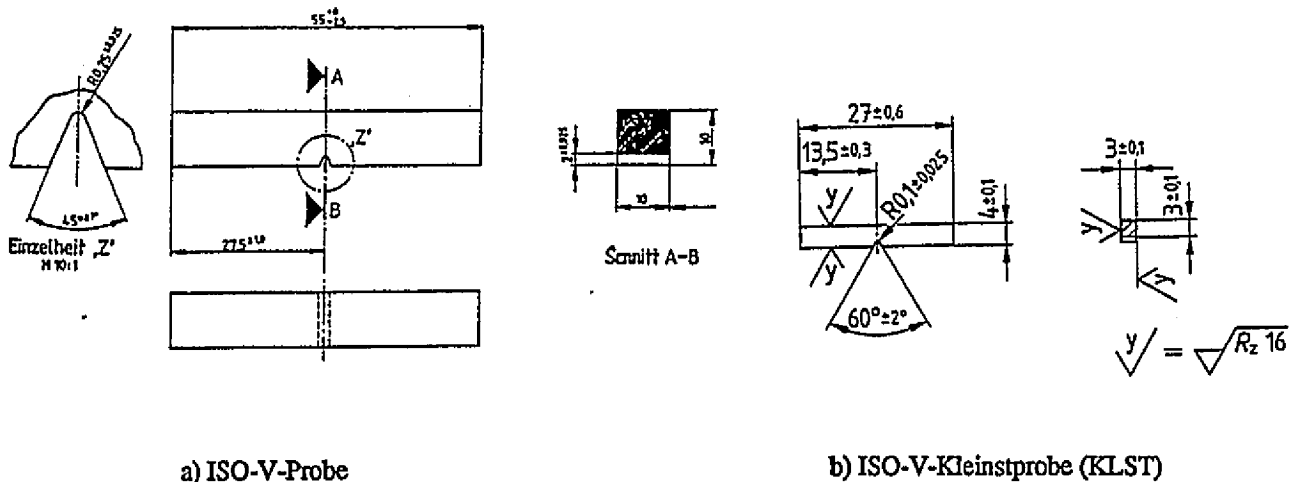


Abb. 4.2.2-3: Abmessung der Warmzugprobe

Für die Bestimmung der Kerbschlagarbeit im Kerbschlagbiegeversuch wurden in der Regel ISO-V-Proben nach DIN EN 10 045 eingesetzt. In einigen wenigen Fällen, bei denen der Einfluß einer Langzeitbeanspruchung auf die Kerbschlagarbeit im Vergleich zur rein thermischen Alterung erfaßt werden sollte, wurden aus geometrischen Gründen ISO-V-ähnliche Kleinstproben nach DIN 50115 verwendet. Beide Probenformen sind Abb. 4.2.2-4 wiedergegeben.



a) ISO-V-Probe

b) ISO-V-Kleinstprobe (KLST)

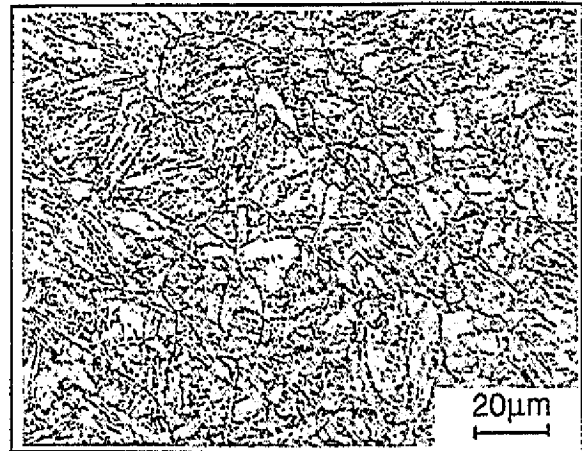
Abb. 4.2.2-4: Abmessungen der verwendeten Kerbschlagbiegeproben

Zur Prüfung der Kerbschlagzähigkeit des Grundwerkstoffes wurden die Proben so angeordnet, daß der Kerbgrund parallel zur Rohroberfläche lag und die Reißaufrichtung von innen nach außen war. Beim Schweißgut befand sich der Kerbgrund senkrecht zur Nahtoberfläche; der Reißfortschritt fand in Umfangsrichtung statt. Bei der Wärmeeinflußzone (WEZ) lag der Kerbgrund in einem Abstand von $0,5 \pm 0,3$ mm parallel zur Schmelzlinie; der Reißfortschritt erfolgte in Nahrichtung.

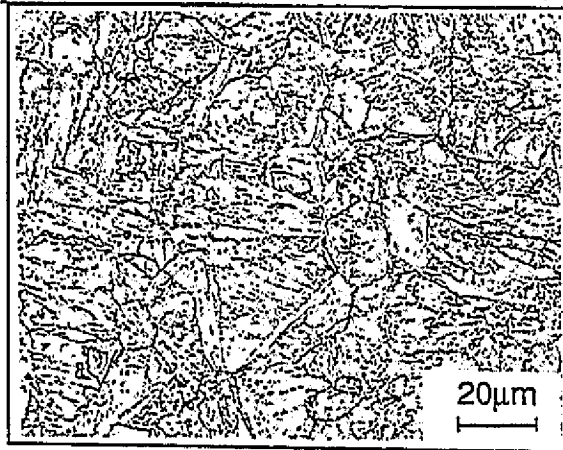
118062



118133



a) 50 ml H₂O, 50 ml C₂H₅OH,
50 ml HCl, 2 g CuSO₄, 20 s 118091



b) 10n NaOH, 2 min

118055



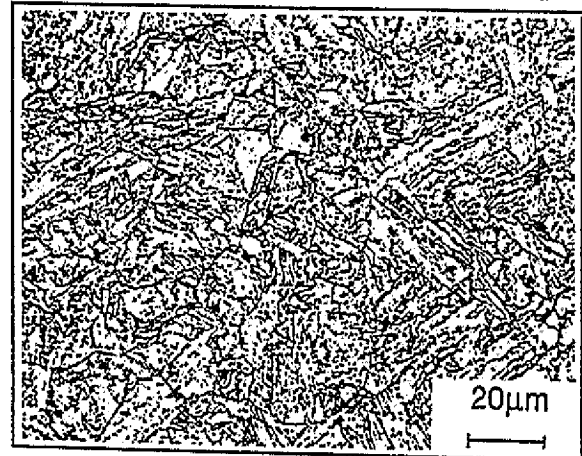
c) 10% HCl, 2V

118052



d) 50 ml C₂H₅OH, 50 ml HCl, 60 min

118079



e) Ammoniakwasser 1:10, 4 V, 10 s

f) 50 ml H₂O, 50 ml C₂H₅OH 1ml HCl
20 g FeCl₃, 3 s

Abb. 4.2.3-1: Mikrogefüge (500-fach) von NF616 (Charge CMS) im Lieferzustand (1065°C/2 h + 770°C/2 h) nach Ätzung mit verschiedenen Lösungen

4.2.3 Lichtoptische Metallografie (LOM)

Da über dem zu untersuchenden Werkstoff NF616 noch keine Erfahrungen zum Ätzverhalten vorlagen, wurden vorlaufend verschiedene Ätzmethoden untersucht, um eine optimale Gefügedarstellung bei der lichtoptischen Metallografie zu erhalten. Dabei stand zum einen die Sichtbarmachung des Grundgefüges und zum anderen die der Verteilung der Carbidausscheidungen im Vordergrund. Aus Abb. 4.2.3-1 ist zu sehen, daß sich das Grundgefüge am besten nach einer 3 s dauernden Ätzung in 50 ml H₂O, 50 ml C₂H₅OH, 1 ml HCl, 20 g FeCl₃ abbildet, Abb. 4.2.3-1f. Bei der Carbidausscheidung bewerkstelligt dies eine 10 s anhaltende elektrolytische Ätzung in 1:10 Ammoniakwasser bei 4 V, Abb.4.2.3-1e.

4.2.4 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Um das Mikrogefüge besser beschreiben zu können, bedarf es transmissions-elektronenmikroskopischer Gefügeuntersuchungen, um über das Auflösungsvermögen zu verfügen, das zur Beurteilung der Substrukturen, der Versetzungen und Ausscheidungen notwendig ist. Dabei wurden zwei Präparationstechniken angewandt, die der Metallfolie zur detaillierten Beurteilung der Mikrostruktur und die des Extraktionsreplika zur statistischen Erfassung der Ausscheidungen.

Zur Herstellung der Metallfolien wurden 1 mm dicke Proben mit einer Diamantsäge aus dem Versuchsmaterial herausgeschnitten und durch Polieren mit Diamantpaste auf 0,1 mm abgetragen. Anschließend wurden diese Proben in einer Lösung aus 10%-iger Perchlorsäure in Essigsäure bei 10°C und einem Potential von 40 V durch elektrolytisches Polieren bis zum mittigen Foliendurchbruch auf Präparationsdicke ausgedünnt.

Zur Anfertigung der Extraktionsreplikas wurden gleichfalls mit 1 mm Dicke herausgesägte Proben bis auf eine Stärke von 0,05 mm mittels Diamantpaste abpoliert. Diese Plättchen wurden sodann beidseitig mit Kohlenstoff bedampft. Anschließend wurde die metallische Matrix in einer 10%-igen Bromlösung in Äthanol herausgelöst, so daß nur noch die Carbide stehengeblieben waren /137/.

Als TEM-Gerät wurde JEM 200CX des Herstellers Japanese Optical Electron Laboratory verwendet. Zur statistischen Ermittlung der Verteilung und Größe der Ausscheidungen wurden das interaktive Bildanalysen-System (IBAS) der Firma Kontron und das nach dem Linienschnittverfahren arbeitende Quantimet 720 von Cambridge Instruments eingesetzt.

Zur quantitativen Bestimmung der Anteile kennzeichnender chemischer Elemente in den Carbiden und der Matrix wurde das Rasterelektronenmikroskop unter zu Hilfe-nahme der enenergiedispersiven Röntgenanalyse (EDX) eingesetzt.

4.2.5 Schweißsimulationsversuche

Zur versuchsmäßig günstigeren Erfassung der schmalen interkritischen Zone innerhalb der WEZ einer Schweißverbindung wurde auf die Schweißsimulations-technik zurückgegriffen. Die Simulation verschiedenster Überhitzungs- bzw. Anlaßgefüge wurde auf einer Gleeble-Anlage, die nach dem Prinzip der konduktiven, elektrischen Widerstandserwärmung arbeitet, vorgenommen. Die Anlage besteht aus einer getrennt steuerbaren mechanischen und thermischen Einheit. Die schematische Darstellung der Anlage ist in Abb. 4.2.5-1 /133/ wiedergegeben.

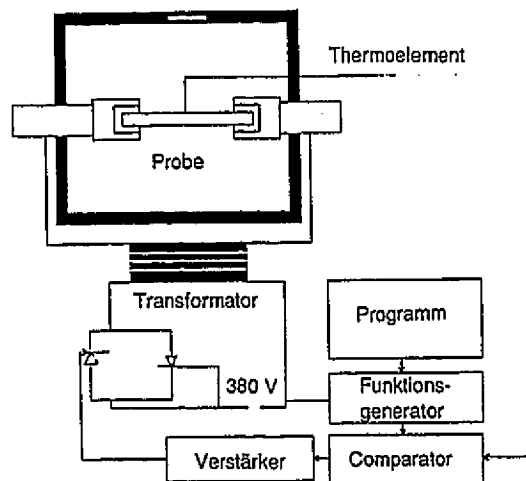


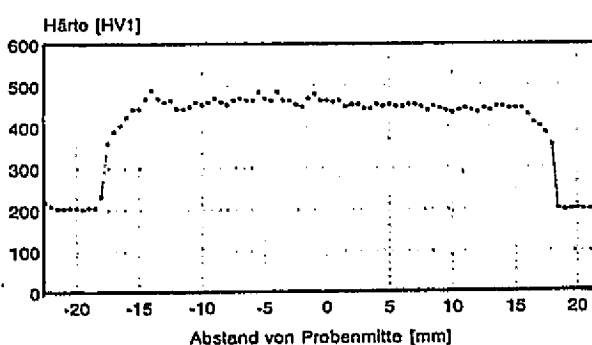
Abb. 4.2.5-1: Schematische Darstellung der für die Schweißsimulation eingesetzten Gleeble-Apparatur

Bei der Simulation der bei einer realen Schweißung ablaufenden Temperatur-Zeit-Verläufe wurde der für die Gefügeausbildung in der WEZ charakteristische Wert für die Abkühlung von 800 auf 500°C, der $\Delta t_{8/5}$ -Wert, mit 25 s angesetzt. Dieser Wert ist unter Berücksichtigung der hier verschweißten Waddicken von 40 und 50 mm, siehe Abschnitt 4.1.2 'Schweißverbindung', und angewandten Schweißparameter mit einer Wärmeeinbringung von 14,4 kJ/cm, siehe Tab. 4.1.2-1, als konservativ anzusehen. Dies leitet sich aus der Berechnung der Schweißtemperaturzyklen nach /135/ ab, die für beide Waddicken einen theoretischen $\Delta t_{8/5}$ -Wert von nur ca. 12 s ausweist.

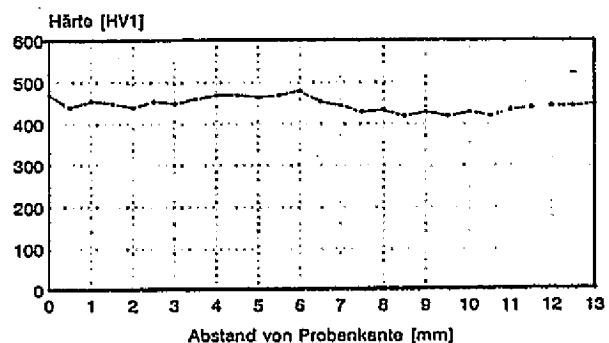
Wegen der bei großen Waddicken (>19,8 mm bei ansonsten unveränderten Schweißparametern, siehe Tab. 4.1.2-1) vorhandenen 3-dimensionalen statt einer 2-dimensionalen Wärmeableitung ergeben sich für die beiden Waddicken keine Unterschiede im $\Delta t_{8/5}$ -Wert /136/.

Die Entscheidung, einen $\Delta t_{8/5}$ -Wert von 25 s zu wählen, wurde vor folgendem Hintergrund getroffen: Zum einen ist ein Vergleich mit Schweißsimulationsergebnissen an P91 möglich /18/ und zum anderen deckt dieser Wert auch eine Wärmeeinbringung bis zu 25 kJ/cm ab. Eine solche Wärmeeinbringung wurde nämlich z.B. an einer E-Hand-Stabelektrodenschweißung einer Rohrrundnaht mit 20 mm Wandstärke des Werkstoffes P91 mit größer/gleich 200°C Vorwärmung in steigender Position gemessen; sie ist als repräsentativ für einen $\Delta t_{8/5}$ -Wert von 25 s zu bezeichnen /134/, da hierfür bei dieser Schweißung unter Verwendung einer Stabelektrode mit einem Drahtdurchmesser von 3,25 mm 24 bis 30 s ermittelt wurden. Außerdem deckt eine Wärmeeinbringung von 25 kJ/cm mit einem $\Delta t_{8/5}$ -Wert von 25 s auch Unterpulver (UP)-Schweißungen mit ab.

Die Schweißsimulation wurde an zylindrischen Probenrohlingsen von 15 mm Durchmesser und 100 mm Länge vorgenommen. Aus dieser Probenform ließen sich sowohl die Kriechproben für die Iso-Stress- und die Kurzzeitstandversuche als auch die Kerbschlagbiegeproben entnehmen. Vorversuche ergaben, daß in der Mitte der Probenlänge auf der Außenoberfläche bei Spitzentemperaturen von 900, 1100 und 1300°C ohne Haltezeiten ein Temperaturgradient von 150 K/sec in der Aufheizphase und ein $\Delta t_{8/5}$ -Wert von 25 s in der Abkühlphase erzielbar war. Unter diesen Bedingungen stellte sich, von der Probenmitte aus gerechnet, eine nutzbare Prüflänge von ± 10 bis 15 mm homogenen Gefüges ein, was hier am Beispiel des an der Probenoberfläche in Längsrichtung gemessenen Härteverlaufes HV1 mit Abb.4.2.5-2 a belegt und durch metallografische Untersuchungen aus dieser Zone in Verbindung mit einem Härteprofil HV1 quer zur Probe, mittig, Abb. 4.2.5-2 b, bestätigt wird.



a) längs Mitte Probe



b) quer Mitte Probe

Abb.4.2.5-2: Härteverlauf in den Schweißsimulationsproben (1300°C/Aufheizgeschwindigkeit 150K/s)

Die o.g. nutzbare Prüflänge korrespondiert mit dem Beginn eines signifikanten Temperaturabfalles in Achsrichtung der Simulationsprobe, Abb. 4.2.5-3.

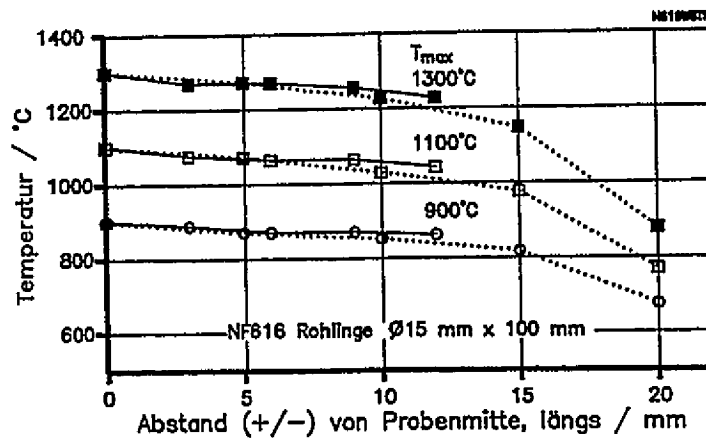


Abb. 4.2.5-3: Temperaturprofil auf der Außenoberfläche der Schweißsimulationsproben

Zur Beurteilung der Eigenschaften in der Grobkornzone im Hinblick auf TIV, DIV und SRC, siehe Abschnitt 2.6.1 'Grobkornzone', wurden Schweißsimulationsproben durch Behandlung im Einlagenzyklus mit einer Spitzentemperatur von 1300°C hergestellt. Bei den TIV-Proben erfolgte zusätzlich eine Stoßglühung mit 900°C nach vorheriger Abkühlung auf Raumtemperatur.

Für die Erprobung der Vorgänge in der interkritischen Zone, siehe Abschnitt 2.6.2 'Interkritische Zone', wurden im Einlagenzyklus Spitzentemperaturen von 800 über 850, 875, 900, 925 bis hin zu 950°C angewandt.

Bei allen Schweißsimulationsproben wiesen die Spitzentemperaturen keine Haltezeiten auf.

Wärmebehandlung		Untersuchungen an CQM						
$T_{Aust}/^{\circ}C$	$T_{Anl.}/^{\circ}C$	LOM	HV	TEM	IBAS	KSV	ZV	ZSV
970	-	x	x	x	x			
	715	x	x	x				
	745	x	x					
	775	x	x	x	x	x	x	x
	805	x	x					
	835	x	x					
1070*	-	x	x	x	x			
	715	x	x	x	x	x	x	
	745	x	x					
	775*	x#	x#	x#; +	x#	x#	x#	x#
	805	x	x					
	835	x	x	x	x	x	x	x
1125	-	x	x					
	715	x	x					
	745	x	x					
	775	x	x					
	805	x	x					
	835	x	x					
1145	-	x	x	x	x			
	715	x	x	x	x	x	x	
	745	x	x					
	775	x	x	x	x	x	x	
	805	x	x					
	835	x	x	x	x	x	x	

* Lieferzustand $T_{Aust.}$: Austenitisierungstemperatur $T_{Anl.}$: Anlaßtemperatur
 # Untersuchungen an Schmiedestück CMS im Lieferzustand 1065°C/2 h + 770°C/2 h
 + EDX: Phasenidentifikation mittels energiedispersiver Röntgenanalyse in CQM
 LOM: Lichtopt. Metallografie HV: Vickers-Härte HV5
 IBAS: Interaktives Bildanalyse-System TEM: Transmissionselektronenmikroskopie
 KSV: Kerbschlagbiegeversuche (ISO-V-Proben) bei verschiedenen Temperaturen
 Kerb parallel Rohroberfläche, Rißfortschritt von innen nach außen
 ZV: Zugversuche bei 20, 600, 650°C ZSV: Zeitstandversuche (Tab. 8 bis 10)

Tabelle 4.3.1-1: Versuchsmatrix CQM-1/CMS-1 zur Ermittlung der Eigenschaften an NF616-Rohr (CQM) und Schmiedestück (CMS) in Abhängigkeit unterschiedlicher Wärmebehandlungszustände

4.3 Versuchsprogramm

4.3.1 Rohr (d x s = 350 x 40 mm)

.1 Grundwerkstoff (CQM)

Aufgrund der zur Verfügung stehenden NF616-Versuchsmaterialien lag der Schwerpunkt der Untersuchungen bei dem Rohr (CQM) gemäß Tab. 4.1.1-1 Neben der Erfassung des Lieferzustandes mittels chemischer Analyse, Metallografie und mechanisch-technologischer Prüfungen nahm die Beurteilung der Wirkung unterschiedlicher Wärmebehandlungen (verschiedene Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen) auf die kennzeichnenden Eigenschaften des Gefüges, der Zähigkeit und der Kurz- sowie der Langzeitfestigkeit breiten Raum ein. Die bei den gewählten Wärmebehandlungszuständen durchgeführten Untersuchungsschritte sind in Tab. 4.3.1-1 in der Übersicht dargestellt. Zur Klärung des Alterungsverhaltens wurde die Kerbschlagschlagarbeit bei Raumtemperatur im Lieferzustand mit der nach einer thermischen Langzeitauslagerung (bis zu 10.000 h bei 600 und 650°C) verglichen. Die Veränderungen der Zähigkeits-eigenschaften wurden durch entsprechende metallografische und metallkundliche Untersuchungen zu ergründen versucht. Die Versuchsmatrix ergibt sich aus Tab. 4.3.1-2.

Wärme- behandlung	Auslagerungs- temperatur, °C	Auslagerungs- dauer, h	KSV ISO-V- Probe	KSV Kleinst- probe*	LOM, HV	TEM	EDX
1070°C/2 h 775°C/2 h	600	1.000	x	x	x		
		3.000	x		x	x*	
		10.000	x	x	x		
	650	1.000	x		x	x*	
		3.000	x		x	x*	x*
		10.000	x	x	x	x*	

* ersatzweise am Kopf von Zeitstandproben mit vergleichbaren Laufzeiten entnommen, siehe Tabelle 4.3.1-3 und 4.4.1-3

KSV: Kerbschlagbiegeversuch bei 20°C; ISO-V-Kleinstprobe nach DIN 50115

LOM: Lichtoptische Metallografie HV Härte HV10

TEM: Transmissionselektronenmikroskopie

EDX: Phasenidentifizierung im Rasterelektronenmikroskop mittels energie-dispersiver Röntgenanalyse

Tabelle 4.3.1-2: Versuchsmatrix CQM-2 zur Ermittlung des thermischen Alterungsverhaltens an NF616-Rohr (CQM) im Lieferzustand 1070°C/2 h+775°C/2 h

Wärme- behandlung °C/h	Prüf- temp. °C	Prüfspannung MPa	erwartete Bruchzeit h	Test- typ	x: TEM, LOM +: EDX o: HV10	x: KSV (ISO-V ähnlich)
Z e i t d e h n v e r h a l t e n						
Lieferzustand(L): 1070/2 + 775/2	600	180	1.000	EPM	x, +(S)	x
		160	3.000	EPM		x
		145	12.000	EPM		
		132	30.000	EPM		
	650	110	1.000	EPM	x, o	x
		104	3.000	EPM	x, +(K+S), o	
		92	10.000	EPM		
		81	30.000	EPM		
I s o - S t r e s s v e r s u c h e						
Lieferzustand(L): 1070/2 + 775/2	600	160(L)	3.000	MPM	x(L)*	
	612		1.000	MPM		
	625		300	EPM		
	637		100	EPM		
	650		30	EPM	x(L)	
WB-Zustand(W1): 970/2 + 775/2	600	145(L,W1,W2)	12.000	MPM	x(L,W2)	
	612		3.000	MPM		
	625		1.000	EPM		
	637		300	EPM		
	650		100	EPM		
	662		30	EPM		
WB-Zustand(W2): 1070/2 + 835/2	600	120(L,W1,W2)	100.000	MPM	x(L,W2) x,o(L),x(W2)	x(W1)
	612		30.000	MPM		
	625		8.000	MPM		
	637		2.500	EPM		
	650		700	EPM		
	662		250	EPM		
	675		70	EPM		

* ausgebaut nach 1,8% Kriechdehnung; EPM, MPM: Einzel-, Mehrprobenmaschine
 LOM: lichtoptische Metallografie TEM: Transmissionselektronenmikroskopie in S+K
 S: Probenschaft K: Probenkopf KSV: Kerbschlagbiegeversuch, 20°C, S+K
 EDX: Phasenidentifizierung mittels energiedispersiver Röntgenanalyse
 HV10: Härte aus Bruchzone, Schaft außerhalb Einschnürung sowie Kopf

Tabelle 4.3.1-3: Versuchsmatrix CQM-3 für Zeitstandversuche an NF616-Rohr (CQM) im Lieferzustand und 2 weiteren Wärmebehandlungszuständen

Die Detailplanung der Zeitstandfestigkeitsversuche, wie sie in Tab. 4.3.1-3 wiedergegeben ist, sah vor, im Lieferzustand ($1070^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$) das Zeitdehnverhalten bei 2 Temperaturen (600 und 650°C) mit jeweils 4 Spannungshorizonten bis zu 30.000 h Laufzeit zu erfassen. Die Bestimmung der Zeitstandfestigkeit in Iso-Stress-Versuchen erstreckte sich sowohl für den Lieferzustand als auch bei zwei weiteren Wärmebehandlungszuständen ($970^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ und $1070^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$) auf 3 Spannungshorizonte (160 , 145 und 120 MPa) bei bis zu 7 Temperaturen mit Laufzeiten vom 10 h -Bereich bis hin zu 90.000 h . Die für die beiden Wärmebehandlungszustände angegebenen Erwartungshorizonte für die Bruchzeit orientieren sich, mangels vergleichbarer Daten, an den für den Lieferzustand, anhand der vorgenommenen MCM-Auswertung der Nippon Steel-Daten (siehe Abschnitt 2.5.1.1 *Zeitstandfestigkeit*), abgeleiteten Laufzeiten, Abb. 4.3.1-1.

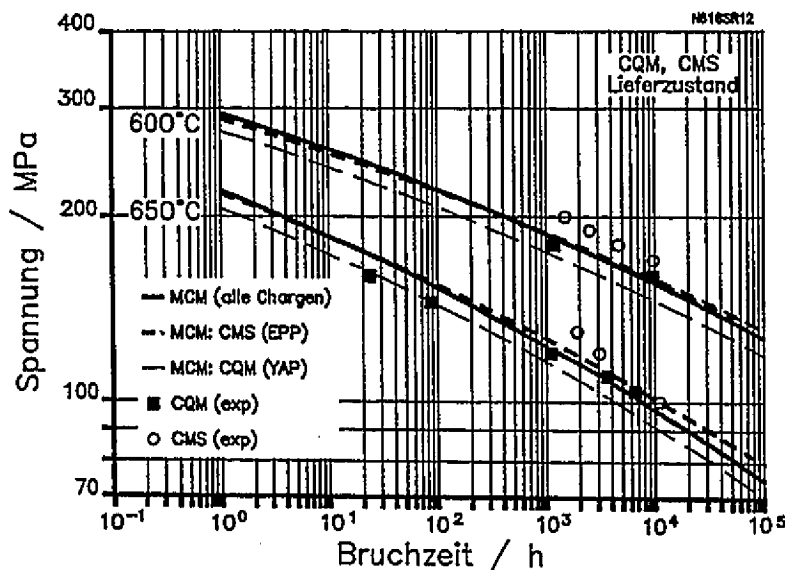


Abb. 4.3.1-1: Zeitstandbruchkurven der Schmelzen CQM und CMS, extrapoliert mit der MCM-Methode /95/ auf der Grundlage von Hersteller-Daten /80,123/, verglichen mit eigenen Ergebnissen

An Proben bestimmter Wärmebehandlungs- und Beanspruchungszustände wurden gezielt metallografische Untersuchungen mit metallkundlichem Charakter vorgenommen, um vom Gefüge Aufschluß über das festgestellte mechanische Verhalten zu erlangen. Im Rahmen dieser Arbeit wird allerdings nur über die Ergebnisse berichtet, soweit sie bis zu einer Versuchsdauer von 10.000 h vorlagen. Insoweit ist das in Tabelle 4.3.1-3 dargestellte Raster mit von den sich tatsächlich einstellenden Versuchsergebnissen geprägt.

Zum Vergleich des Einflusses einer thermischen Beanspruchung mit und ohne Zugspannungsüberlagerung auf das Ausscheidungsverhalten des Grundwerkstoffes wurden ISO-V-ähnliche Kleinstkerbschlagbiegeproben bei 20°C geprüft (siehe Tab. 4.3.1-2 und -3).

Schweißverbindung CSJ / CSK SG und WEZ (alle WB)					Iso-Stress-Versuche (alle WB) quer zur Naht CSJ				
Wärmebe- handlungs- zustand (WB) °C/h	LOM CSJ CSK	Härte CSJ CSK	KSV CSK	TEM CSJ	Temp. °C	Spann. MPa	erwartete Bruchzeit * h	Test- typ	LOM
S	x	x	x	x	600	145	12.000	MPM	x
					612		3.000	MPM	x
					625		1.000	EPM	x
					637		300	EPM	x
					650		100	EPM	x
					662		30	EPM	x
				x	600	120	100.000	MPM	x
					612		30.000	MPM	x
A1	x	x	x		625		8.000	MPM	x
A2	x	x	x		637		2.500	EPM	x
A3	x	x	x		650		700	EPM	x
					662		250	EPM	x
					675		70	EPM	x

* Bruchzeit bezogen auf Grundwerkstoff-Lieferzustand 1070°C/2 h+ 775°C/2 h

WB: S= wie geschweißt A1= 710°C/4 h (niedrig);

A2= 740°C/4 h (normal) A3= 770°C/4 h (hoch)

EPM: Einzelprobenmaschine MPM: Mehrprobenmaschine

KSV: Kerbschlagarbeit-Temperatur-Kurve, je Temperatur 1 ISO-V-Probe;

Kerblage: WEZ=0,5 ± 0,3 mm neben Schmelzlinie, Rißfortschritt in Nahtichtung

SG= senkrecht Oberfläche, Mitte Naht, Rißfortschritt in Nahtichtung

Härte: HV5-Meßreihen quer zur Schmelzlinie,

Erfassung der Erweichungszone in WEZ

LOM: lichtoptische Metallografie

TEM: Transmissionselektronenmikroskopie

Tabelle 4.3.1-4: Versuchsmatrix CSJ-/CSK-1 für die Erprobung der unterschiedlich wärmebehandelten Schweißnähte CSJ und CSK an NF616-Rohr (CQM) mit NF616-ähnlichem Schweißgut

.2 Schweißverbindung (CSJ und CSK)

Die mechanisch-technologischen Eigenschaften wie Härte und Kerbschlagzähigkeit im Schweißgut und in der Wärmeeinflußzone (WEZ) wurden an der Schweißverbindung CSK im Zustand 'wie geschweißt' und in 3 verschiedenen Anlaßzuständen (710, 740 und 770°C jeweils 4 h geglüht) erprobt. Die Zeitstandfestigkeitseigenschaften quer zur Naht wurden in Iso-Stress-Versuchen wie beim Grundwerkstoff bei 2 Spannungshorizonten (120 und 145 MPa) und bis zu 7 Temperaturen an der Schweißverbindung CSJ gleichfalls in allen 4 Wärmebehandlungszuständen ermittelt. Neben metallografischen Untersuchungen wurden an einigen ausgewählten Proben metallkundliche Betrachtungen angestellt. Die sich letztlich unter Berücksichtigung der Ausführungen über die dargestellten Versuchsergebnisse des Grundwerkstoffs, siehe Abschnitt 4.3.1.1, einstellende Versuchsmatrix ist in Tabelle 4.3.1-4 wiedergegeben.

.3 Schweißsimulation (Grundwerkstoff CQM)

Die Schweißsimulationsversuche waren von 2 Zielen bestimmt:

- Bestimmung und Eigenschaften der Erweichungszone (interkritische Zone) in der Wärmeeinflußzone (WEZ) und
- Untersuchung des Verhaltens der Grobkornzone in der WEZ.

Die Bestimmung der Erweichungszone erfolgte zum einen durch Härtemessungen HV10 an in einem Temperaturbereich von 800 bis 925 °C stoßgeglühten Proben ohne und mit Anlaßglühung (740°C/4 h); zum anderen wurden an letzteren Warmzugversuche bei 600°C mit niedriger Dehnrates (10^{-5} s^{-1}) durchgeführt: In Iso-Stress-Versuchen wurden die Bruchzeiten in Abhängigkeit der Stoßglüh-temperatur von 800 bis 900°C bei 2 Temperaturen (612 und 625°C) mit einer Prüfspannung von 145 MPa bestimmt. Das sich hieraus ergebende Minimum war Eingangsgröße für das Zeitstandverhalten in der Erweichungszone, das mittels Iso-Stress-Versuchen bei 2 Spannungsniveaus (120 und 145 MPa) in einer Temperaturspanne von 600 bis 662°C erfaßt an Proben, die mit einer Stoßglühung 850°C und einer Anlaßglühung von 740°C/4 h behandelt waren. Metallografische Untersuchungen mit metallkundlicher Analyse wurden ergänzend vorgenommen. Die Auswahl richtete sich vornehmlich nach geeigneten Vergleichsproben des Grundwerkstoffes, siehe Tabelle 4.3.1-3. Weitere Einzelheiten zur Versuchsmatrix sind aus Tabelle 4.3.1-5 ersichtlich.

Versuchsziel	Gleeble-Zyklus $T_{\max}$ /°C ohne Haltezeit	Versuche
1. Bestimmung und Eigenschaften der Erweichungszone in der WEZ		
a) Bestimmung von $T_{\max}$ für die Erweichung	• 800, 825, 850, 875, 900 u. 925 m.u.o. 740°C/4 h • 800, 825, 850, 875, 900 u. 925 mit 740°C/2 h	• Härte HV10 • WZV bei 600°C mit Dehnrates 10^{-5} s^{-1}
	800, <u>825</u> , <u>850</u> , <u>875</u> , 900 mit Anlaßglühung 740°C/2 h (WB-Zustände SA1-5)	Iso-Stress-Versuche*: • 145 MPa: 612, <u>625</u> °C
b) Zeitstandfestigkeit im Bereich der Erweichung	$T_{\max}$ für Erweichung: gewählt: 850°C# mit Anlaßglühung 740°C/2 h (WB-Zustand SA3)	Iso-Stress-Versuche* • 120 MPa: 600, 612, 625, 637#, **, 650, 662°C • 145 MPa: 612, 625°C
2. Untersuchung des Verhaltens der Grobkornzone		
b) Temperatur induzierte Versprödung (TIV)	1300 1300+900 Stoßglühung m. u. o. 740°C/2 h	Kerbschlagarbeits-Temperatur-Kurven 1 ISO-V-Pr. je Temp.
c) Dehnungsinduzierte Versprödung (DIV)	1300	KSV bei 20°C an bei 740°C im WZV mit 0,3/0,7/1,0/1,5% vorgedehnten Proben
a) Stress Relief Cracking (SRC)	1300	• WZV bei 550, 600, 650, 700 und 775°C mit Dehnrates $3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ • WZV bei Temp. mit min. Bruchdehnung Dehnrates 10^{-5} s^{-1} **

WZV: Warmzugversuch KSV: Kerbschlagbiegeversuch an ISO-V-Kleinstproben

* erwartete Bruchzeiten bezogen auf Lieferzustand und Testtypen wie in Tab. 8

**LOM

TEM

SA: Schweißsimulation u. Anlassen

Tabelle 4.3.1-5: Versuchsmatrix CQM-4 für Schweißsimulation an NF616-Rohr (CQM)

Das Verhalten der Grobkornzone wurde wie folgt untersucht:

- temperaturinduzierte Versprödung (TIV)
 - Vergleich von Kerbschlagarbeits-Temperatur-Kurven von Proben mit einfacher und doppelter Stoßglühung (1300 und 1300+900°C) im Zustand mit und ohne Anlaßglühung (740°C/4 h)
- dehnungsinduzierte Versprödung (DIV)
 - Ermittlung der Kerbschlagarbeit bei Raumtemperatur an bei der Anlaßtemperatur von 740°C bis zu 1,5% vorgedehnten Proben nach vorheriger Stoßglühung bei 1300°C
- Stress Relief Cracking (SRC)
 - Proben mit Stoßglühung bei 1300°C:
Warmzugversuche mit niedriger Dehnrage ($3 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) zur Bestimmung des Bruchdehnungsminimums in einem Temperaturfenster, beginnend von 550°C bis zur oberen Grenze der Anlaßglühtemperatur (775°C);
 - Kurzzeitkriechversuche mit einer Kriechgeschwindigkeit von 10^{-6} s^{-1} bei der Temperatur, die zu einem Bruchdehnungsminimum führte, zur Kontrolle, ob interkristalline Relaxationrißbildung ein getreten ist oder nicht.

Die zugehörige Versuchsmatrix mit weiteren Details ist im Überblick in Tabelle 4.3.1-5 dargestellt.

4.3.2 Schmiedestück (d x s = 350 x 50 mm)

4.1 Grundwerkstoff (CMS)

Bei dem Schmiedestück (CMS) erstreckte sich der Untersuchungsumfang nur auf den Lieferzustand (1065°C/2 h + 770°C/2 h), somit entfielen die für das Rohr (CQM) durchgeführten Grundlagenuntersuchungen zum Gefüge verschiedener Wärmebehandlungszustände entsprechend Tabelle 4.3.1-1. Aus Vergleichszwecken zum Rohr (CQM), siehe Tabelle 4.3.1-3, wurde das Schmiedestück (CMS) im Zeitdehnverhalten und im Iso-Stress-Versuch getestet, Tabelle 4.3.2-1, wobei der Prüfumfang im Iso-Stress-Versuch etwas geringer ausfiel. Metallografie und Härtemessungen an einigen zeitstandbeanspruchten Proben schlossen sich an, siehe Tabelle 4.3.2-1. Gleichfalls miterfaßt wurde das Alterungsverhalten des Schmiedestücks (CMS), Tabelle 4.3.2-2, nach thermischer Auslagerung sowie die Veränderung der Kerbschlagzähigkeit nach Zeitstandbeanspruchung, Tabelle 4.3.2-1.

Wärme- behandlung °C/h	Prüf- temp. °C	Prüf- spann. MPa	erwartete Bruchzeit h	Test- typ	LOM	KSV	HV10
Z e i t d e h n v e r h a l t e n							
1065/2 + 770/2	600	200	300	EPM			
		190	1.000	EPM			
		180	2.000	EPM			x
		170	4.000	EPM			x
		160	10.000	EPM	x*	x	x
	650	130	300	EPM			
		120	2.000	EPM			
		110	5.000	EPM			
		100	10.000	EPM	x*	x	
I s o - S t r e s s v e r s u c h e							
1065/2 und 770/2	600	160	10.000	MPM			
	612	160	2.000	MPM			
	600	145	30.000	MPM			
	612	145	8.000	MPM			
	600		>100.000	MPM			
	612	120	50.000	MPM			
	625		20.000	MPM			

* verkürzte Laufzeiten eingetreten

LOM: lichtoptische Metallografie

KSV: Kerbschlagbiegeversuch mit ISO-V-Kleinstproben bei Raumtemperatur aus Schaft und Kopf

EPM: Einzelprobenmaschine MPM: Mehrprobenmaschine

HV10: Härte aus Bruchzone, Schaft außerhalb Einschnürung sowie Kopf

Tabelle 4.3.2-1: Versuchsmatrix CMS-1 für Zeitstandversuche an NF616-Schmiedestück (CMS) im Lieferzustand 1065°C/2 h+770°C/2 h

Wärme- behandlung	Auslagerungs- temperatur °C	Auslagerungs- dauer h	KSV ISO-V	LOM HV
Grundwerkstoff CMS	600	1.000	x	x
1070°C/2 h		3.000	x	x
775°C/2 h		10.000	x	x
Schweißnaht CSS	600	3.000	x	x
740°C/4 h		10.000	x	x

KSV: Kerbschlagbiegeversuch bei 20°C

LOM: Lichtoptische Metallografie

HV: Härtemessungen HV10

Tabelle 4.3.2-2: Versuchsmatrix CMS-2/CSS-2 zur Ermittlung des thermischen Alterungsverhaltens an NF616-Schmiedestück (CMS) im Lieferzustand 1065°C/2 h+775°C/2 h und Schweißnaht CSS nach Anlaßglühung 740°C/4 h

.2 Schweißverbindung (CSS)

Bei der Schweißverbindung (CSS) des Schmiedestückes (CMS) beschränkte sich die Prüfung auf den Anlaßzustand 740°C/4 h, der die Metallografie und metallkundliche Untersuchungen sowie Härtemessungen und Kerbschlagbiegeversuche im Schweißgut und der WEZ umfaßte, Tabelle 4.3.2-3 . Ergänzend hierzu wurden Zeitdehnversuche bei 600 und 650°C mit 3 Spannungshorizonten, Tabelle 4.3.2-3, durchgeführt.

4.4 Versuchsergebnisse

4.4.1 Grundwerkstoff (Rohr CQM und Schmiedestück CMS)

.1 Chemische Zusammensetzung und Umwandlungsverhalten

Die als Stückanalyse an den beiden Erzeugnisformen Rohr (CQM) und Schmiedestück (CMS) ermittelte chemische Zusammensetzung ist im Vergleich zur Schmelzanalyse des Herstellers Nippon Steel Corporation, entnommen aus /80 und 123/, in Tabelle 4.4.1-1 wiedergeben. Die Werte stimmen im Rahmen üblicher Abweichungen zwischen Stück- und Schmelzanalyse hinreichend gut überein und erfüllen die in Tabelle 2.5-1 gestellten Anforderungen.

Während C mehr an der oberen Grenze des Analysenbandes liegt, bewegen sich die übrigen für die Zeitstandeigenschaften maßgeblichen Elemente wie Cr, Mo, W, V, Nb und N im mittleren Drittel. Besonders auffällig ist der extrem niedrige S-Gehalt von 0,001% im Schmiedestück im Vergleich zum Rohr mit 0,015%. Weiterhin sind für die Elemente Si, Ni und Al die spezifizierten Obergrenzen bei weitem nicht ausgeschöpft.

Schweißverbindung CSS, SG und WEZ					Zeitdehnversuche quer zur Naht CSS				
Wärmebehandlungs- zustand (WB) °C/h	LOM	Härte	KSV	TEM +	Temp. °C	Spann. MPa	erwartete Bruchzeit * h	Test- typ	LOM
740°C/4 h	x	x	x	x	600	190	1.000	EPM	x
						170	4.000	EPM	x
						160	10.000	EPM	x
					650	120	2.000	EPM	x
						110	5.000	EPM	x
						100	10.000	EPM	x

* Bruchzeit bezogen auf Grundwerkstoff-Lieferzustand 1070°C/2 h+ 775°C/2 h

KSV: Kerbschlagarbeit-Temperatur-Kurve, je Temperatur 1 ISO-V Probe

Kerblage: WEZ=0,5 ± 0,3 mm neben Schmelzlinie, Rißfortschritt in Nahrichtung,

SG= senkrecht Mitte Naht, Rißfortschritt in Nahrichtung

Härte: HV5-Meßreihen quer zur Naht zur Erfassung der Erweichungszone in WEZ

LOM: lichtoptische Metallografie

EPM: Einzelprobenmaschine

Tabelle 4.3.2-3: Versuchsmatrix CSS-1 für die Erprobung der Schweißnaht CSS an NF616-Schmiedestück (CMS) mit E 911-ähnlichem Schweißgut nach Anlaßglühung 740°C/4 h

Das für den Stahl NF616 charakteristische Umwandlungsverhalten ist am Beispiel der Analyse der Charge CMS in Abb. 4.4.1-1 in einem kontinuierlichen Kühlzeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm (KTU) dargestellt. Auch nach langen Abkühlungszeiten (>2 h) liegt ein vollständig umgewandeltes Gefüge in Form von Martensit mit Carbiden vor. Erst nach >6 h Abkühlungsdauer tauchen ferritische Gefügebestandteile auf. Die Martensittemperatur M_s wurde mit 395°C bestimmt, der für die Zeitstandfestigkeitseigenschaften maßgebliche $\alpha/\alpha + \gamma$ -Umwandlungspunkt A_c1 mit 825°C. Die Härtewerte liegen in weiten Bereichen zwischen 460 bis 420 HV10.

Element Gew. %	Rohrschmelze		Schmiedestückschmelze		Spezifikations- vorgabe*
	CQM	YAP*	CMS	EPP*	
C	0.115	0.124	0.111	0.106	0.06 - 0.13
Si	0.028	0.02	0.045	0.04	<0.50
Mn	0.46	0.47	0.46	0.46	0.30 - 0.60
P	n.b.	0.011	n.b.	0.008	<0.020
S	0.006	0.006	0.001	0.001	<0.010
Cr	8.85	9.07	8.85	8.96	8.00 - 9.00
Mo	0.42	0.46	0.48	0.47	0.30 - 0.60
W	1.85	1.78	1.85	1.84	1.50 - 2.20
V	0.20	0.19	0.21	0.20	0.15 - 0.25
Nb	0.065	0.063	0.075	0.069	0.03 - 0.10
B	<0.008	0.003	<0.008	0.001	<0.006
N	0.042	0.043	0.049	0.051	0.030 - 0.070
Ni	0.068	0.06	0.062	0.06	<0.40
Al	<0.02	0.002	<0.030	0.007	<0.04

* Angaben von Nippon nach /80, 123/

Tabelle 4.4.1-1: Chemische Zusammensetzung der Produktionsschmelzen Rohr (CQM) und Schmiedestück (CMS) des Werkstoffes NF616

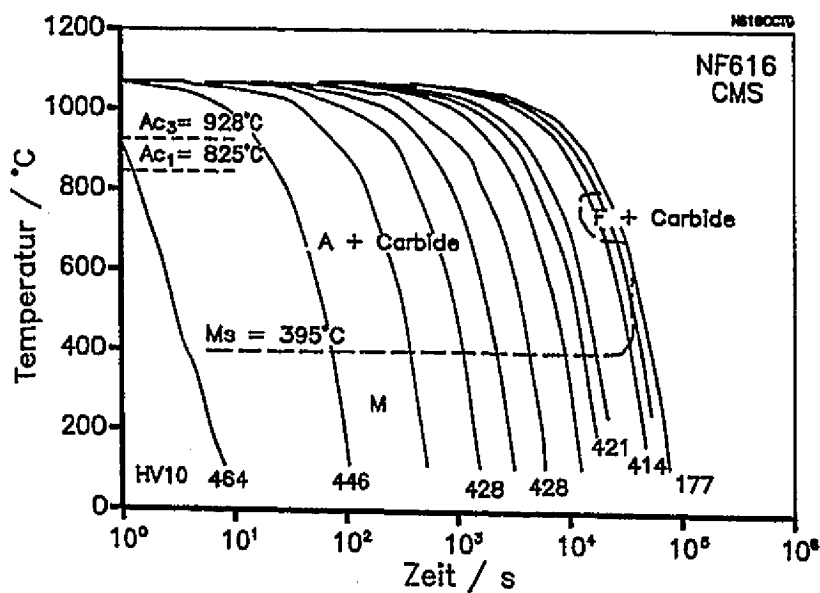


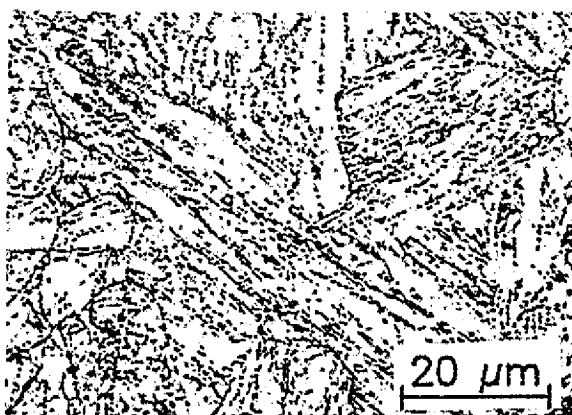
Abb. 4.4.1-1: KTU-Diagramm für die Schmelze CMS

.2 Mikrogefüge und Härte

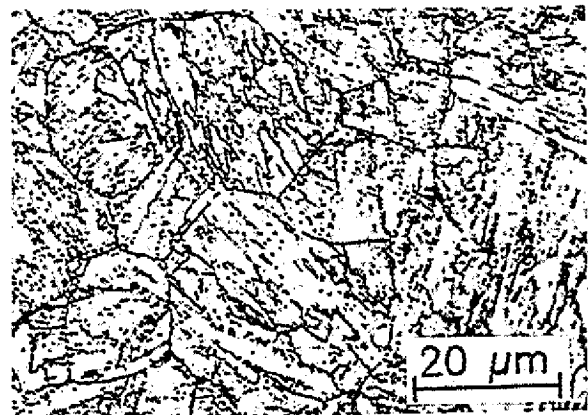
Das Mikrogefüge der beiden Schmelzen CQM (Rohr) und CMS (Schmiedestück) wurden gemäß Tabelle 4.3.1-1 metallografisch in unterschiedlichen Wärmebehandlungszuständen mit Variation der Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen untersucht:

- Lichtoptische Metallografie (LOM) bzw. Härte

- Lieferzustand Im Lieferzustand ($1070^{\circ}\text{C}/2\text{ h} + 775^{\circ}\text{C}$ für CQM und $1065^{\circ}\text{C}/2\text{ h} + 770^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ für CMS) besteht das Mikrogefüge bei lichtoptisch metallografischer Betrachtung (LOM) aus vollständig angelassenem Martensit mit Carbidausscheidungen auf den ehemaligen Austenit- und den Subkorn Grenzen (Martensitlatten). Darüber hinaus finden sich Carbonitride in der martensitischen Matrix, siehe Abb. 4.4.1-2. Die Größe der Ausscheidungen selbst ist zu klein für eine Feinauflösung im Lichtmikroskop; dies bedurfte des Einsatzes der Transmissions-Elektronen-Mikroskopie (TEM), siehe hierzu später. Die beiden Chargen unterscheiden sich bei der LOM im Mikrogefüge nur wenig; die mittlere Austenit-Korngröße erscheint bei der Schmelze CQM etwas größer als bei CMS. Angaben zur Subkorngröße finden sich im nachfolgenden Kapitel über die TEM-Untersuchungen.



a) Schmelze CQM



b) Schmelze CMS

Abb.4.4.1-2: Lichtoptische Metallografie des Mikrogefüges der Chargen CQM und CMS im Lieferzustand

- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen

im nichtangelassenen Zustand Der Einfluß auf das Mikrogefüge im nichtangelassenen Zustand durch eine Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen ergibt sich für die Schmelze CQM repräsentativ aus Abb. 4.4.1-3. In allen Fällen liegt ein vollmartensitisches Gefüge vor, bei dem von $970^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ über $1070^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ bis hin zu $1145^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ eine deutliche Vergrößerung der ehemaligen

Austenitkorngrenzen, belegt mit $M_{23}C_6$, festzustellen ist. Der mittlere Korndurchmesser steigt von 970°C bis 1125°C in etwa linear von ca. 10 auf 30 μm , um dann bei 1145°C überproportional auf 65 μm anzuwachsen, Abb. 4.4.1-4.

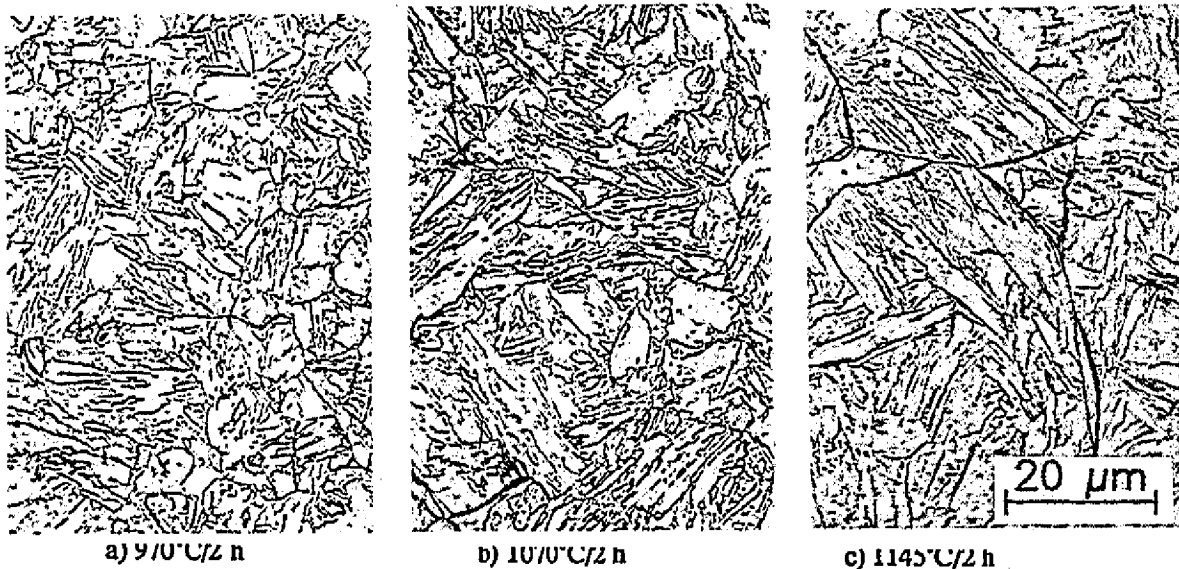


Abb. 4.4.1-3: Lichtoptische Metallografie des Mikrogefüges der Charge CQM nach unterschiedlicher Austenitisierung ohne nachfolgendes Anlassen

-Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen Bei einer konstanten Austenitisierungstemperatur führt eine *steigende* Anlaßtemperatur von 715 über 745, 775, 805 bis hin zu 835°C zu einer deutlich sichtbaren Erholung des Gefüges, bei dem eine zunehmende Ausscheidung von im Martensit nach der Austenitisierung noch gelöstem C und N in Form Carbiden und Carbonitriden stattfindet, siehe hierzu in Abb. 4.4.1-5 beispielhaft die entsprechenden

Veränderungen ausgehend von einer Austenitisierung bei 1070°C/2 h.

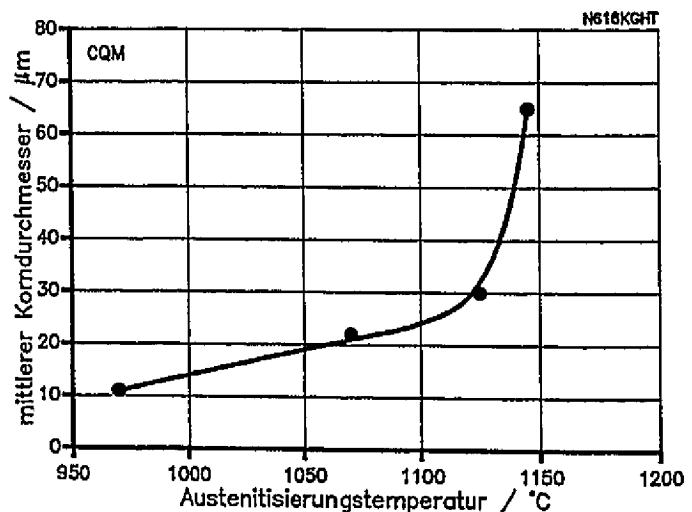
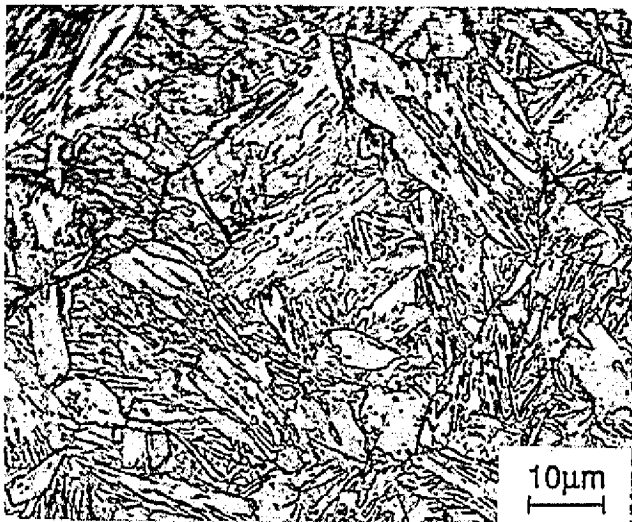
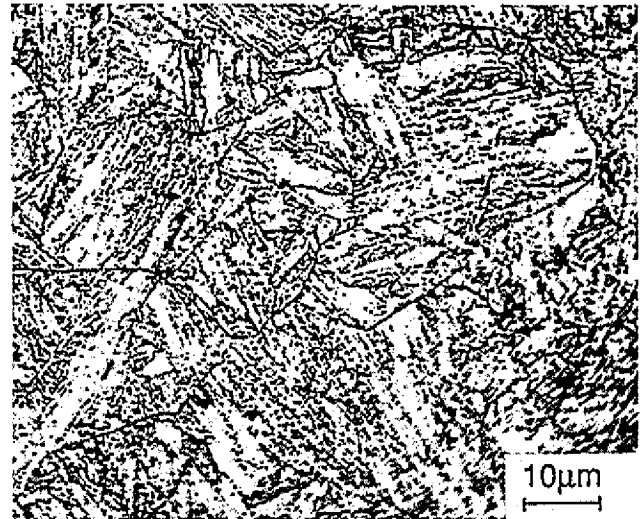


Abb. 4.4.1-4: Austenitkorngröße in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur der Schmelze CQM



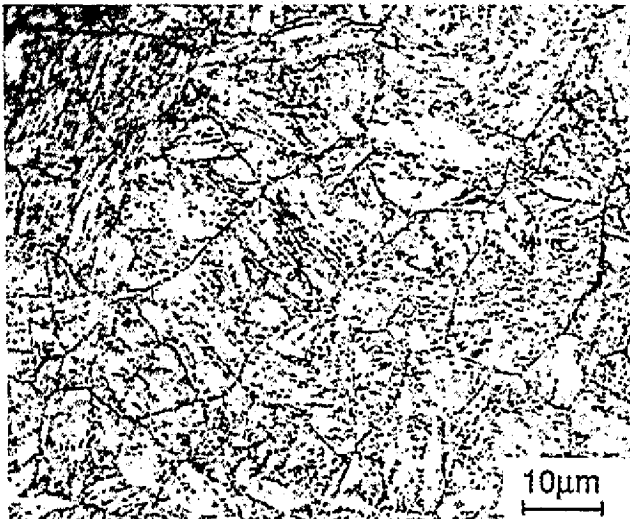
austenitisiert

118423



austenitisiert + 715°C/2h

118549



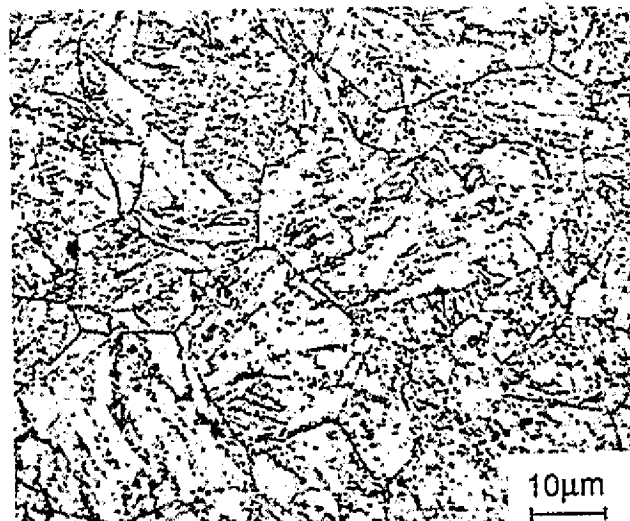
austenitisiert + 745°C/2h

118728



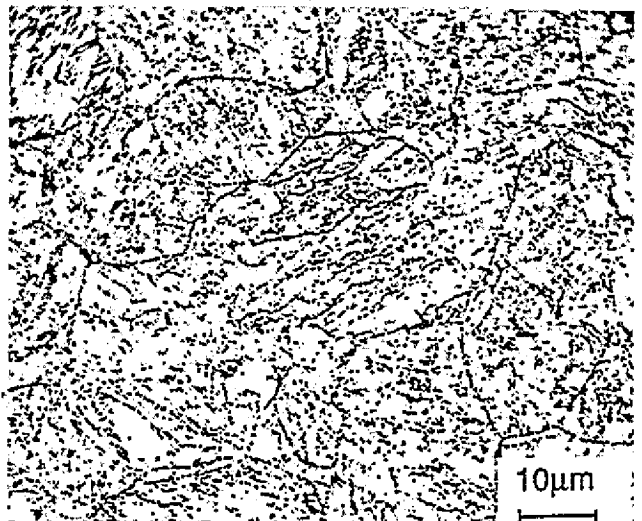
austenitisiert + 775°C/2h

118749



austenitisiert + 805°C/2h

118588



austenitisiert + 845°C/2h

118554

Abb. 4.4.1-5: Lichtoptische Darstellung (1.000 fach) des Mikrogefüges der Charge CQM nach einer Austenitisierung bei 1070°C/2 h und unterschiedlicher Anlaßbehandlung (715 bis 835°C/2 h)

Näheres zur Mikrostruktur des Mikrogefüges wird nachfolgend mit den Ergebnissen von den TEM-Untersuchungen berichtet.

Die gefügemäßig erkennbare Erholung drückt sich auch in einer signifikanten Erweichung, gemessen durch Härte-reihen HV5, wie in Abb. 4.4.1-6 dargestellt aus. Die Martensithärte von ca. 440 HV5 fällt mit steigender Anlaß-temperatur allmählich auf ca. 220 HV5 ab; eine Differenzierung zwischen den 4 ge-wählten Austenitisierungs-temperatures (970, 1070, 1125 und 1145°C) ergibt sich nur bei den unteren Anlaßtem-peraturen. In diesen Fällen weist die Härte bei der höch-sten Anlaßtemperatur (1145°C) die höheren Werte auf; bei der niedrigsten (970°C) verhält sie sich umgekehrt. Die maximalen Härteunterschiede betragen rund 50 HV5.

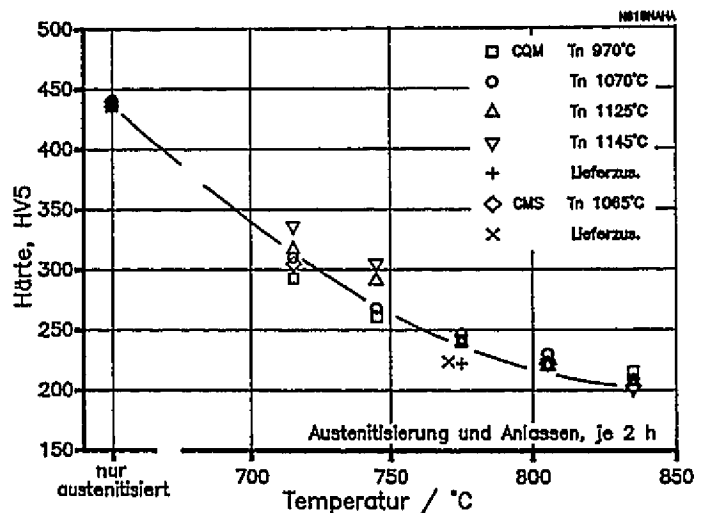


Abb. 4.4.1-6: Härte der Charge CQM in Abhängigkeit der Austenitisierungs- und Anlaßtemperatur (jeweils 2 h wärmebehandelt)

- Zeitstandbeanspruchung: 1070°C/2 h + 775°C/2 h wärmebehandelt (Lieferzustand)

Zur Erfassung der sich durch die Zeitstandbeanspruchung im Hinblick auf eine Entfestigung bemerkbar machenden Veränderungen des Mikrogefüges wurde gemäß den Tabelle 4.3.1-3 und 4.3.2-1 die Härte in der Bruchzone, im Schaft außerhalb der Einschnürungszone sowie im Kopf gebrochener Zugproben gemessen. Aus Abb. 4.4.1-7 lassen sich im wesentlichen 2 Einflüsse ableiten. Dies sind in Abhängigkeit der Beanspruchungsdauer zum einen die Kriechdehnung und zum anderen die Temperatur, wobei letztere in ihrem Einfluß überwiegt.

Die Härte HV10 nimmt vom Kopf (praktisch kriechdehnungsfrei), über den Schaft außerhalb der Einschnürungszone (geringe Kriechdehnung) zur Bruchzone (maximale Kriechdehnung) hin kontinuierlich ab. An der für diese Messungen ausgewählten Probe mit bei 650°C längster Laufzeit (ca. 6.500 h) fällt die Härte von ca. 225 über 180 auf 150 HV10 ab. Für 600°C betragen diese Werte nach knapp 9.700 h rund 230, 210 und 170 HV10. Während der Erweichungsprozeß im Grundwerkstoffgefüge bei 650°C bereits nach 1.000 h einsetzt, ist dieser für 600°C erst nach 5.000 h festzustellen.

Bezogen auf den Lieferzustand ist im Kopf der Proben kaum eine Veränderung der Härte in Abhängigkeit der Beanspruchungsdauer zu erkennen.

Eine Differenzierung nach den beiden untersuchten Schmelzen CQM und CMS sowie nach den angelegten Spannungen ist nicht zu abzulesen.

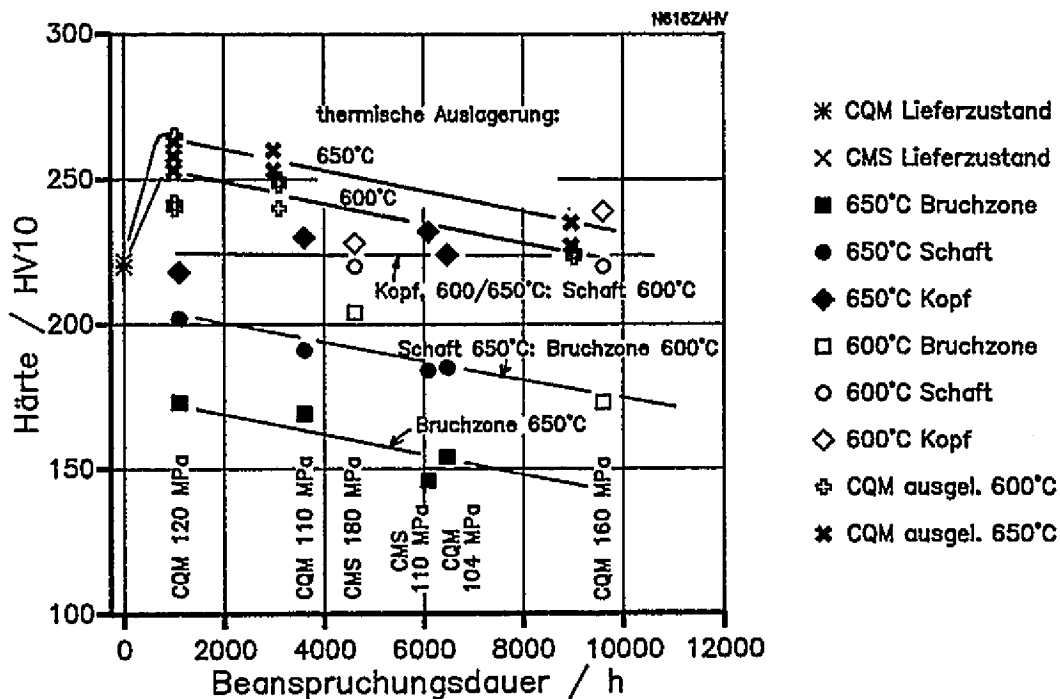


Abb.4.4.1-7: Veränderung der Härte bei den Schmelzen CQM und CMS (Lieferzustand) infolge Zeitstandbeanspruchung

- Thermische Auslagerung - 1070°C/2 h + 775°C/2 h wärmebehandelt

(Lieferzustand) Die nach Tabelle 4.3.1-2 im Hinblick auf die Härteveränderungen vorgesehene Nachuntersuchung der thermisch ausgelagerten Proben der Schmelze CQM zeigt für 600°C bereits nach einer Auslagerungsdauer von nur 1.000 h einen deutlichen Härteanstieg von ca. 220 HV10 auf rund 250 HV10. Der Wert 250 HV10 repräsentiert auch das Maximum, denn im weiteren Verlauf der Auslagerung fällt die Härte nach knapp 10.000 h allmählich wieder auf ca. 230 HV10 ab, Abb. 4.4.1-7. Bei 650°C Auslagerungstemperatur liegt ein ähnlicher Effekt vor; die Härte ist jedoch über die gesamte überprüfte Auslagerungsdauer ca. 10 Härteeinheiten höher.

Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

- Lieferzustand Die TEM-Untersuchungen an der Rohrcharge CQM zeigen dicht mit Carbiden belegte ehemalige Austenitkorngrenzen, Abb.4.4.1-8. Innerhalb des ehemaligen Austenitkorns haben sich durch Erholungsvorgänge, gesteuert von Versetzungsbewegungen während des Anlassens, langgestreckte Subkörner mit unterschiedlicher Versetzungsdichte und -strukturen (Versetzungnetzwerke) gebildet, siehe Abb.4.4.1-9 und Abb.4.4.1-10, wobei die Martensitlattengrenzen zu Subkorngrenzen wurden.

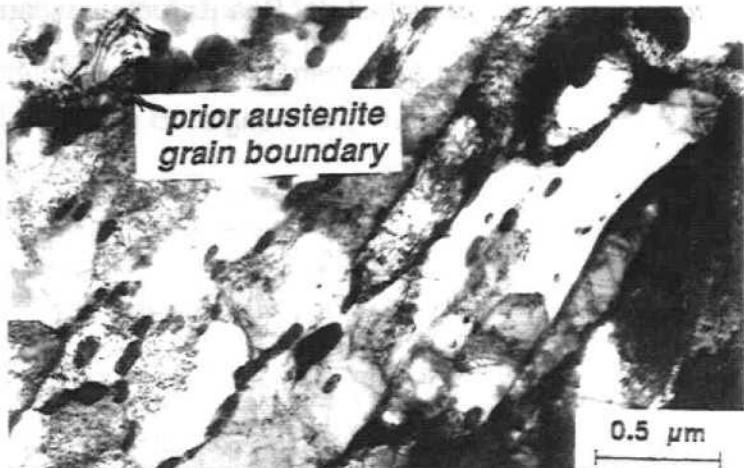


Abb. 4.4.1-8: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: Carbidbelegung auf den Austenit- und Subkorngrenzen

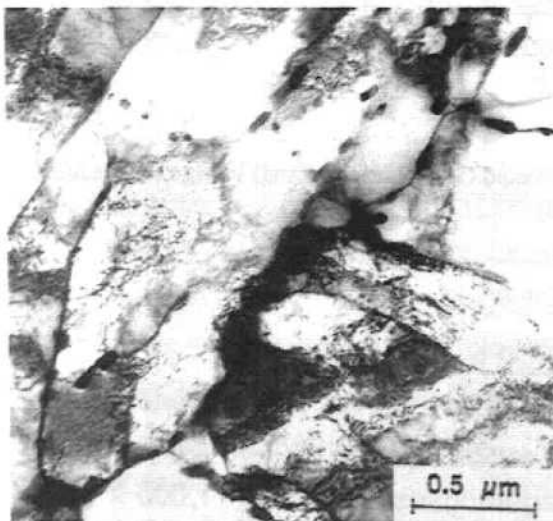


Abb. 4.4.1-9: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: Verlängerte Subkörner geringer Versetzungsdichte

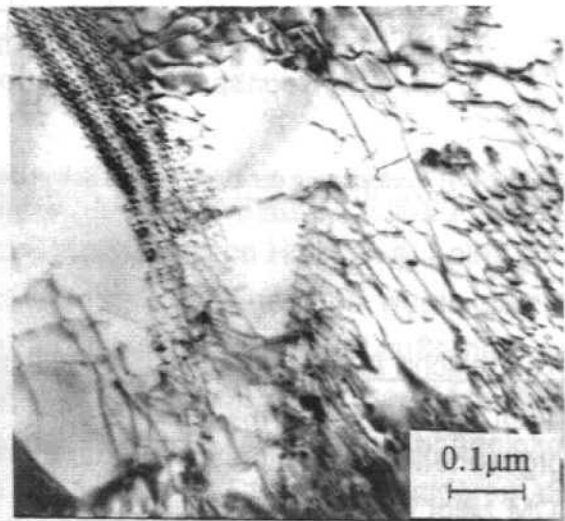


Abb. 4.4.1-10: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: Subkornbildung durch Versetzungsnetzwerke

Auf diesen haben sich gleichfalls Carbide, jedoch im Vergleich zu den ehemaligen Austenitkorngrenzen in geringerer Häufigkeit und Größe ausgeschieden, Abb.4.4.1-8. Die auf Korngrenzen ausgeschiedenen, mehr kugelig ausgebildeten Carbide weisen einen Teilchendurchmesser bis zu $0,2 \cdot \mu\text{m}$ auf und konnten mittels SAD (Selected Area Diffraction)-Methode als M_{23}C_6 identifiziert werden, Abb.4.4.1-11.

Einige kleinere $M_{23}C_6$ -Teilchen mit einem Durchmesser bis zu $0,1 \mu m$ finden sich auch im Innern der Subkörner, Abb.4.4.1-12.

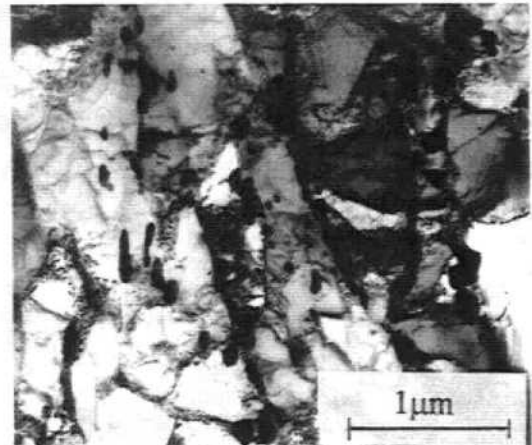
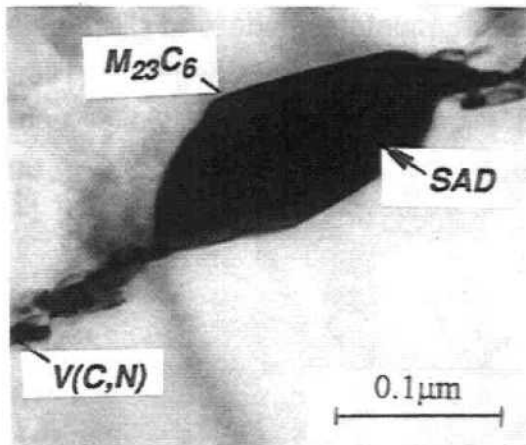


Abb. 4.4.1-11: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: große $M_{23}C_6$ -Carbide auf Subkorn Grenzen

Abb. 4.4.1-12: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: feine $M_{23}C_6$ -Carbide und Carbonitride im Subkorninneren

Neben $M_{23}C_6$ sind auch Carbide des Typs $M(C,N)$ im Subkorngefüge vorhanden, Abb.4.4.1-12, die wesentlich kleiner und von anderer Gestalt sind, Abb.4.4.1-11. Die Morphologie und die Zusammensetzung variiert von kugelförmigen, Nb-reichen zu plattenartigen, V-reichen $M(C,N)$ -Ausscheidungen, Abb.4.4.1-13, (letztere treten vorwiegend als VN-Partikel auf).

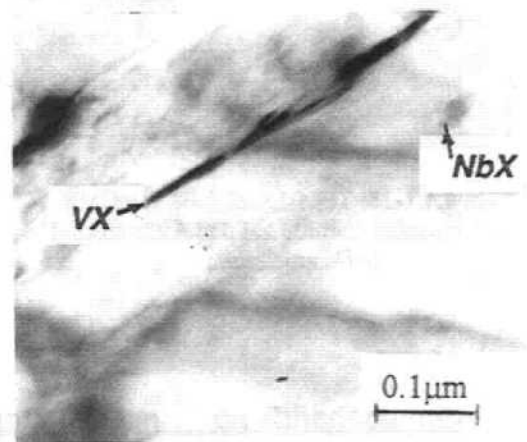


Abb. 4.4.1-13: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: globulare und plattenartige MX-Partikel

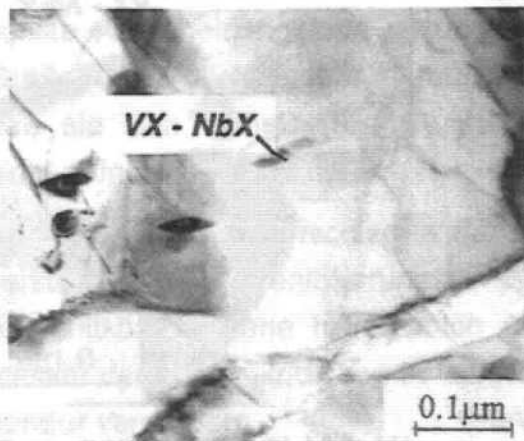


Abb. 4.4.1-14: TEM-Metallfolie von CQM-Lieferzustand: kombinierte Nb(C,N)-VN-Propeller

Eine Besonderheit stellt dabei die Kombination beider Ausscheidungsformen dar. Plattenförmige, V-reiche $M(C,N)$ -Carbide sind 'Flügeln eines Propellers gleich', ausgehend von den runden, Nb-reichen Carbonitriden (repräsentieren die 'Nabe eines meist 2 flügeligen Propellers'), gewachsen, Abb.4.4.1-14.

Die Mikrostruktur des Schmiedestücks CMS zeigt mit den in die Länge gewachsenen Subkörnern und den Versetzungsnetzwerken ein ähnliches Aussehen, Abb.4.4.1-15 und Abb.4.4.1-16. Dies trifft auch für die Ausscheidungscharakteristik der $M_{23}C_6$ -Carbide und der $M(C,N)$ -Carbonitride zu. Die Größenunterschiede und die Gestalt dieser Ausscheidungen sind in Abb.4.4.1-17 anschaulich wiedergegeben. Hierin liegt der Hauptunterschied zwischen den beiden Schmelzen, wie die weiter unten angeführte quantitative Analyse der Ausscheidungspartikel nach deren Größe und statistischer Verteilung belegt.

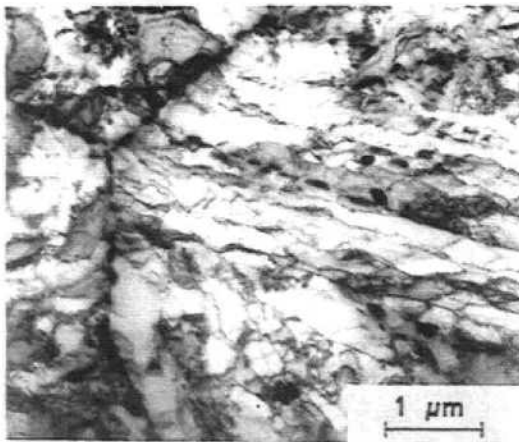


Abb. 4.4.1-15: TEM-Metallfolie von CMS-Lieferzustand Carbide auf den Austenit- und Subkorn-
grenzen

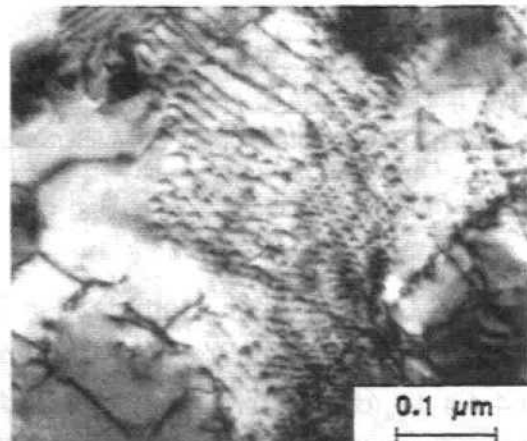


Abb. 4.4.1-16: TEM-Metallfolie von CMS-Lieferzustand: ersetzungsnetzwerke auf den Austenit- und Subkorn-
grenzen

- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen im nichtangelassenen Zustand Entsprechend den Angaben in Tabelle 4.3.1-1 wurde die Mikrostruktur der Rohrschmelze CQM nach einer Austenitisierungsbehandlung bei 970, 1070 und 1145°C/ jeweils 2 h ohne nachfolgendes Anlassen metallkundlich untersucht.

Im nicht angelassenen Zustand liegt nach dem Austenitisieren Martensit mit einer hohen Versetzungsdichte vor, der gelegentlich von spießartigen Martensitzwillingen durchsetzt ist, wie aus Abb.4.4.1-18 beispielhaft für die Austenitisierung bei 970°C ersichtlich ist. Außerdem finden sich innerhalb der Martensitlatten nadelförmige Ausscheidungen in

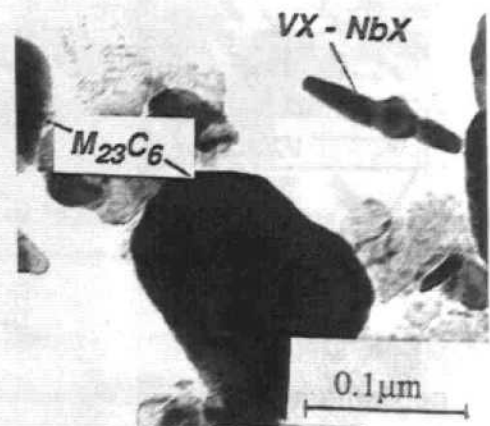


Abb. 4.4.1-17: TEM-Metallfolie von CMS-Lieferzustand: Große $M_{23}C_6$ und MX-Propeller

einer Widmannstätten-Struktur, Abb.4.4.1-19 exemplarisch für 970°C, die als Fe-reiche M_3C -Carbide identifiziert wurden.



Abb. 4.4.1-18: TEM-Metallfolie von CQM ($T_A=970^\circ\text{C}$):
Martensitlattenstruktur

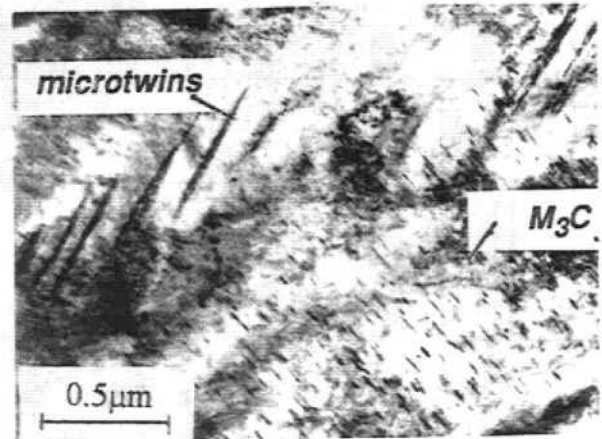


Abb. 4.4.1-19: TEM-Metallfolie von von CQM ($T_A=970^\circ\text{C}$):
Widmanstätt'sches Gefüge mit Martensitzwillingen

Im Korninnern sind kugelförmige Ausscheidungen zu sehen, die einen Durchmesser von 2 bis 50 nm aufweisen, Abb.4.4.1-20 als Beispiel für 970°C. Da nach der Selected Area Diffraction (SAD)-Methode eine Unterscheidung in NbC und NbN nicht möglich war, sind dennoch unter Berücksichtigung des N-Gehaltes und der Auswertung in Extraktionsreplika Nb-Carbonitride als die wahrscheinlichste Ausscheidungsform anzunehmen. Die Größe der Teilchen läßt darauf schließen, daß sie sich während der Austenitisierung nicht aufgelöst haben.

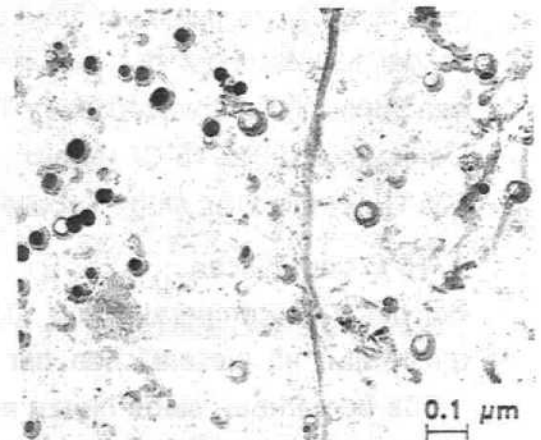


Abb. 4.4.1-20: TEM-Extraktionsreplika von CQM ($T_A=970^\circ\text{C}$):
während Austenitisierung nicht aufgelöste Carbide

Der wesentliche Unterschied in der Mikrostruktur nach der Wärmebehandlung mit verschiedenen Austenitisierungstemperaturen liegt darin, daß sich die ehemaligen Austenitkörner, siehe hierzu auch Abb. 4.4.1-4, und der mittlere Teilchendurchmesser der Carbonitride von 26 auf 43 nm, siehe Abb.4.4.1-21, mit steigender Temperatur vergrößern.

Außerdem ist zu vermerken, daß sich mit steigender Austenitisierungstemperatur der Volumenanteil ausgeschiedener Teilchen von 0,8% (970°C) über 0,58% (1070°C) auf 0,4% (1145°C) verringert, Abb.4.4.1-22.

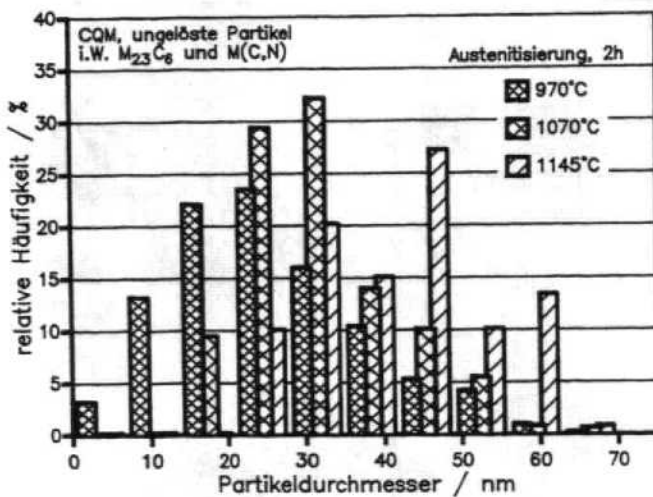


Abb. 4.4.1-21: relative Häufigkeit ungelöster Partikel in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur in Schmelze COM

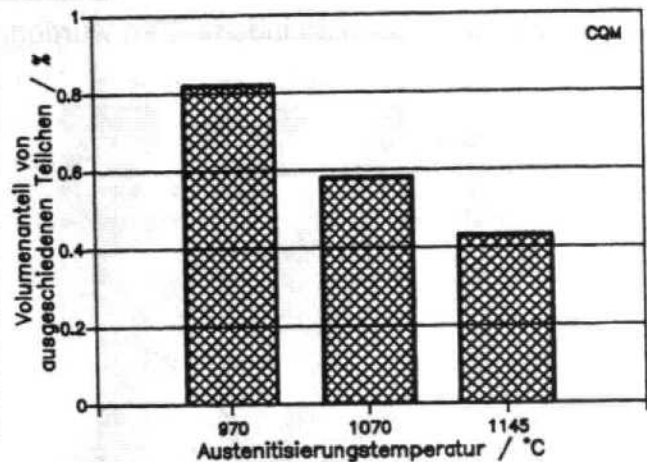


Abb. 4.4.1-22: Volumenanteil ungelöster Partikel in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur in Schmelze COM

- Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen Ein Schwerpunkt der TEM-Untersuchungen lag in der metallkundlichen Analyse der Mikrostruktur des Gefüges der Rohrschmelze CQM nach einer Wärmebehandlung mit unterschiedlichen Temperaturen für die Austenitisierung (970, 1070 - Lieferzustand-, 1145°C/ jeweils 2 h) und das Anlassen (715, 775 - Lieferzustand - 835°C/ jeweils 2 h), siehe Tabelle 4.3.1-1.

- 715°C angelassen

Bei der Anlaßtemperatur von 715°C, macht sich die steigende Austenitisierungstemperatur im wesentlichen nur in einer Zunahme der ehemaligen Austenitkorngröße bemerkbar, siehe hierzu auch Abb. 4.4.1-4. Ansonsten zeichnen sich die jeweiligen Mikrogefüge durch eine im Vergleich zum Lieferzustand (775°C) höhere Versetzungsdichte aus, siehe Abb.4.4.1-12 gegenüber Abb.4.4.1-23. Ein weiterer Beleg für den noch nicht ganz abgeschlossenen Erholungsprozeß ist das Vorhandensein von Martensit-Zwillingen, Abb.4.4.1-23.

Neben dem Erholungsprozeß hat auch ein intensiver Ausscheidungs Vorgang von Carbiden und Carbonitriden auf den ehemaligen Austenitkorngrenzen, den Subkorngrenzen und im Korninnern stattgefunden, wie am Beispiel für 1070°C/2 h; 715°C/2 h in Abb.4.4.1-24 gezeigt wird. Die größeren $M_{23}C_6$ befinden sich hauptsächlich auf den Korngrenzen, die kleineren MX im Korninnern. Die MX-Teilchen unterteilen sich in kugelförmige Nb(C,N), plattenartige VN sowie in komplexe Ausscheidungsformen von beiden zusammen, sogenannte 'Propeller', wobei Nb(C,N) als Keimbildner für VN fungiert.

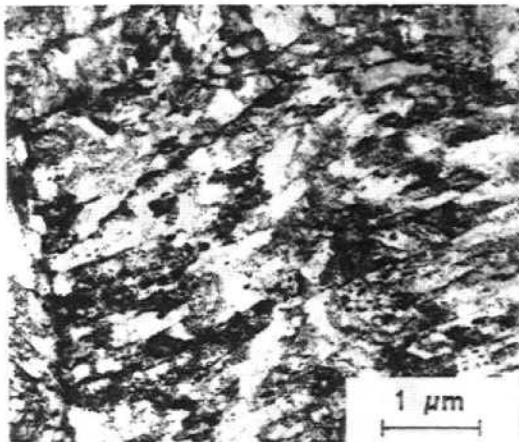
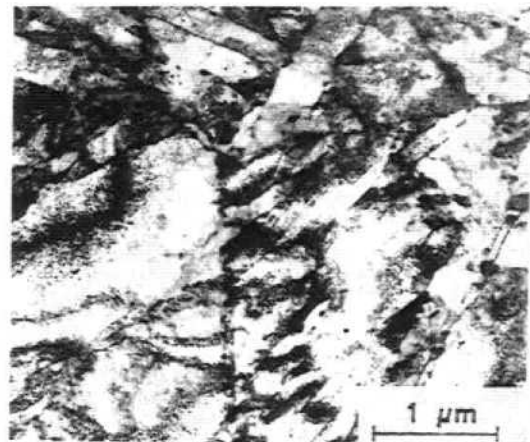
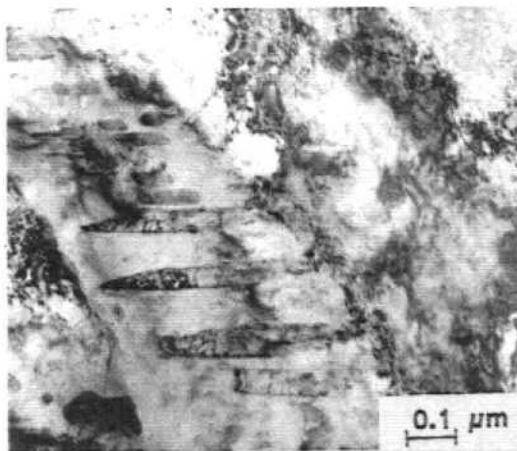
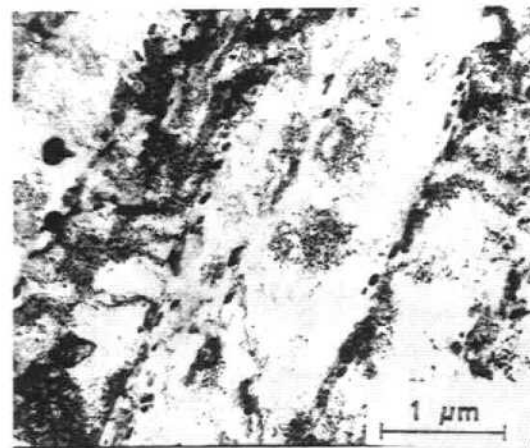
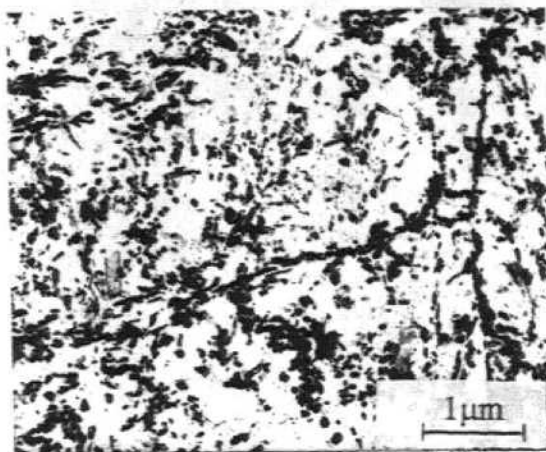
a) $T_A = 970^\circ\text{C}$ b) $T_A = 1070^\circ\text{C}$ c) $T_A = 1070^\circ\text{C}$ (Martensitzwillinge)d) $T_A = 1145^\circ\text{C}$

Abb.4.4.1-23: CQM-TEM-Metallfolie nach Anlassen bei 715°C und verschiedenen Austenitisierungstemperaturen

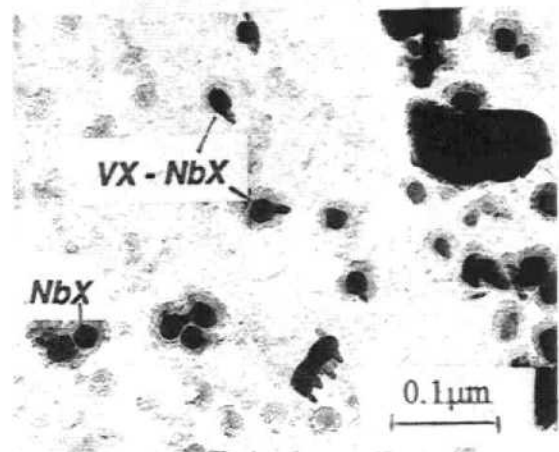
- 775°C angelassen

Bei einer Anlaßtemperatur von 775°C ist bei allen Austenitisierungstemperaturen der Erholungsprozeß gegenüber 715°C deutlich fortgeschritten, was insbesondere in den noch langgestreckt vorliegenden Subkörnern mit deutlich geringerer Versetzungsdichte zum Ausdruck kommt. Gleichzeitig sind sowohl die größeren M_{23}C_6 -Teilchen als auch die feineren MX-Partikel größer ausgeschieden. Die Ausscheidungscharakteristik ist dabei unverändert geblieben, d.h. die größeren M_{23}C_6 -Carbide befinden sich im wesentlichen auf den ehemaligen Austenitkorn-grenzen; die feineren sind auf den Subkorgrenzen anzutreffen, in geringerem Umfang und zum Teil auch im Korninnern zusammen mit den feinen MX-Partikeln. Letztere setzen sich wie bei der 715°C Anlaßtemperatur aus morphologisch gleichartigen Nb(C,N)-, V(C,N)- und (Nb,V)(C,N)-Ausscheidungen zusammen. Dieser Sachverhalt

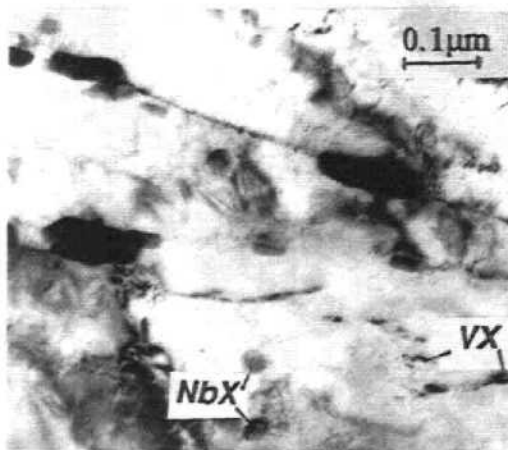
ist am Beispiel der 970°C-Austenitisierung in Abb.4.4.1-25 in einer Übersicht dargestellt.



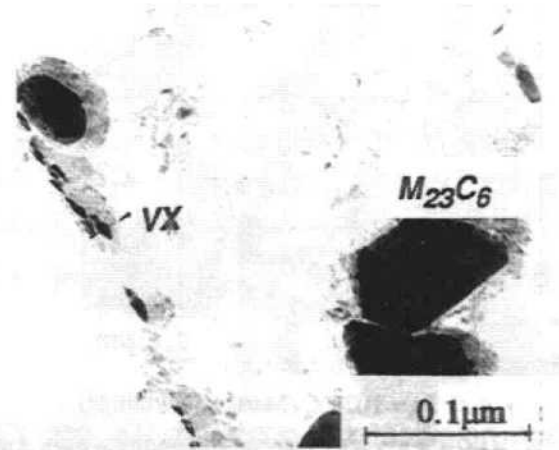
a) inter- und intragranulare Carbide



b) $M_{23}C_6$ und Nb-reiche Nb(C,N)



c) $M_{23}C_6$ und kugelförmige Nb(C,N)



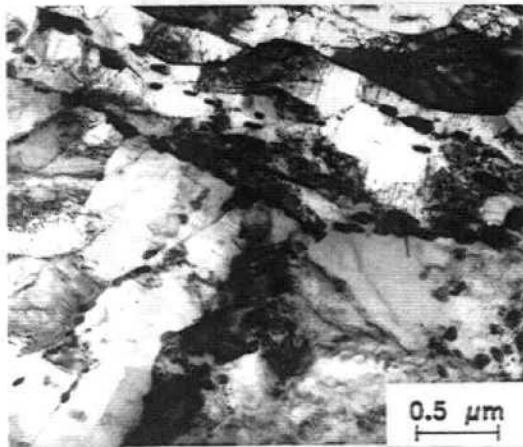
d) $M_{23}C_6$ und plattenförmige VN

Abb. 4.4.1-24: CQM-Extraktionsreplika und -TEM -Metallfolien nach Anlassen bei 715°C und Austenitisieren bei 1070°

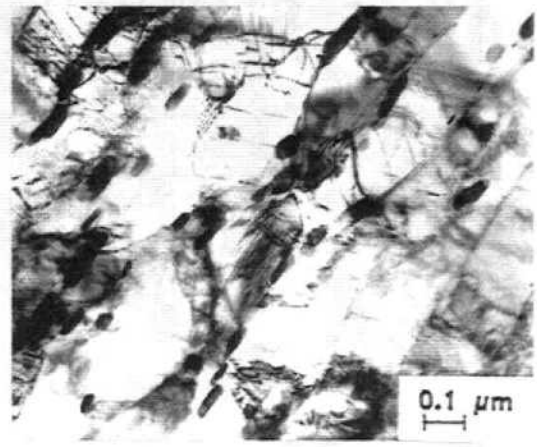
- 835°C angelassen

Nach einer 835°C-Anlaßglühung ist der Erholungsprozeß gegenüber den niedrigeren Anlaßtemperaturen 715 und 775°C soweit fortgeschritten, daß sich bereits Zellstrukturen innerhalb der langgestreckten Subkörner gebildet haben, Abb.4.4.1-26 (1070°C-Austenitisierung repräsentativ für die anderen Temperaturen). Die Versetzungsdichte innerhalb der Subkörner ist nur noch sehr gering.

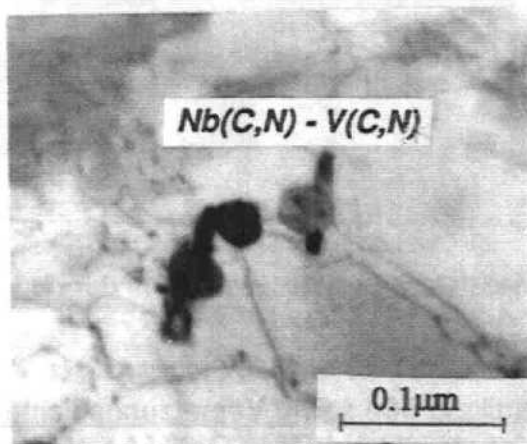
Infolge der hohen Anlaßtemperatur von 835°C ist ein signifikantes Wachstum einzelner Carbide und Carbonitride festzustellen, Abb.4.4.1-27. Die größeren unter ihnen wirken als Hindernisse in Form eines Staus oder eines Festhaltens der Versetzungsbewegungen, siehe beispielhaft für 1070°C die Darstellungen in Abb.4.4.1-28.



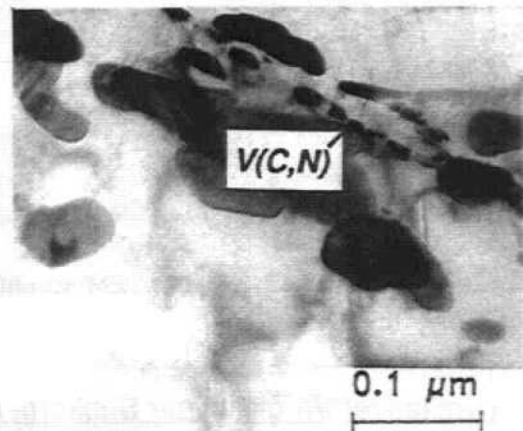
a) angelassener Martensit mit Carbiden auf den Austenitkorgrenzen



b) gestreckte Subkörner mit niedriger Versetzungsdichte



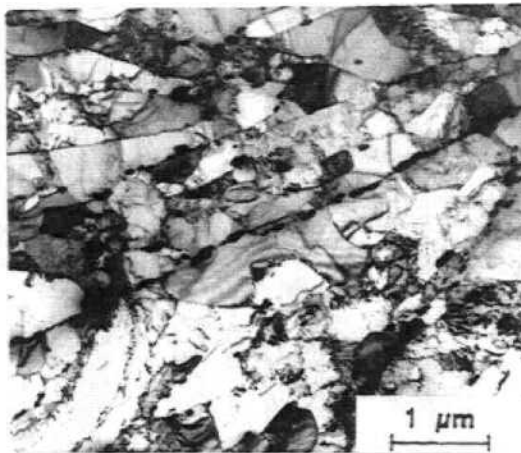
c) komplexe Nb(C,N)-VN-Partikel 'Propeller'



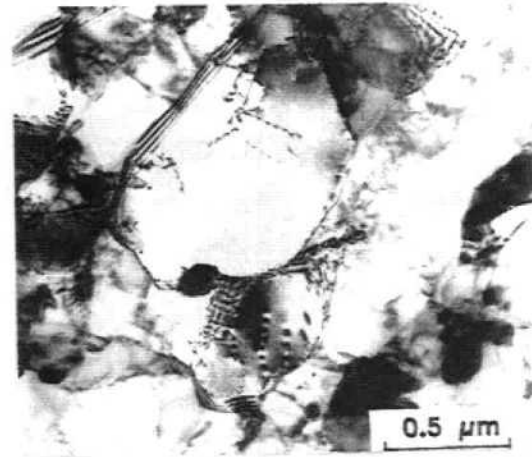
d) große $M_{23}C_6$ -Carbide und plattenartige VN

Abb. 4.4.1-25: COM-Metallfolien nach Anlassen bei 775°C und Austenitisieren bei 970°C

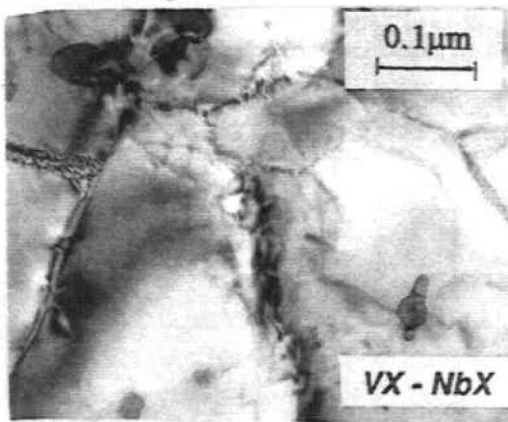
Besonders auffällig ist der hohe Ausscheidungsgrad relativ grober $M_{23}C_6$ -Carbide (bis 150 nm gefunden) auch auf den Subkorgrenzen, Abb.4.4.1-26d und -28a und -28b. Die plattenartigen V(C,N) haben sich an Subkorgrenzen, Abb.4.4.1-28c, und im Korninnern ausgeschieden; dies gilt auch für die kugelförmigen Nb(C,N), Abb.4.4.1-28d. Die komplexen (Nb,V)(C,N) -'Propeller'- sind vorwiegend im Inneren der Subkörner an Versetzungen anzutreffen, Abb.4.4.1-26c.



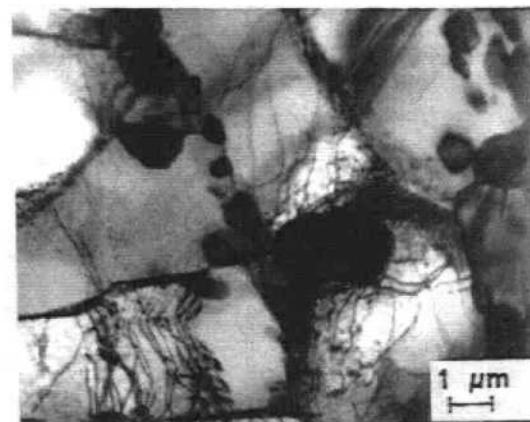
a) verstärkte Carbid-Ausscheidung auf den Primärkorngrenzen



b) Polygonisation in den Subkörnern



c) MX-Partikel



d) Carbide auf den Subkorngrenzen

Abb. 4.4.1-26: CQM-TEM-Metallfolie nach 835°C und Austenitisieren bei 1070°C

- Quantitativer Vergleich der Subkorn- und Partikelgröße sowie Versetzungsdichte in Abhängigkeit der Anlaßtemperatur-CQM Zur besseren Charakterisierung des Werkstoffes wurden die die Zeitstandfestigkeit kennzeichnenden Eigenschaften des Mikrogefüges, wie Subkorn- und Partikelgröße sowie Versetzungsdichte quantitativ statistisch ausgewertet.

Für die Subkorngröße ist am Beispiel der dem Lieferzustand von Schmelze CQM entsprechenden Austenitisierung bei 1070°C eine um mehr als 25%-ige Zunahme der mittleren Latenbreite festzustellen, wenn die Anlaßtemperatur von 715 auf 835°C ansteigt, Abb.4.4.1-29.

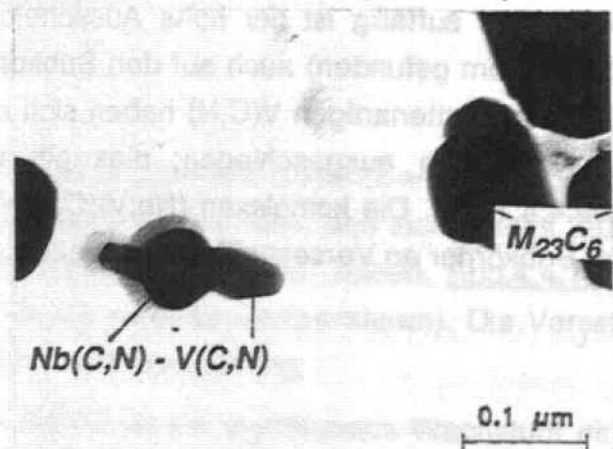
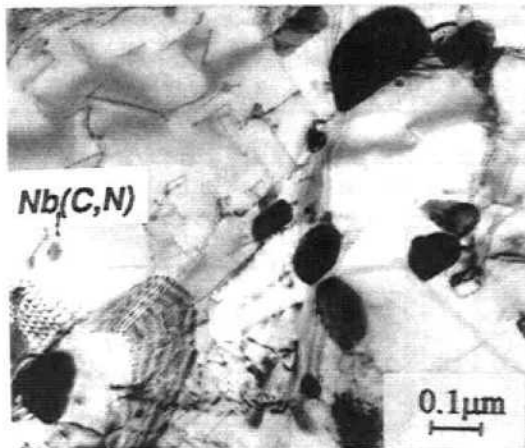
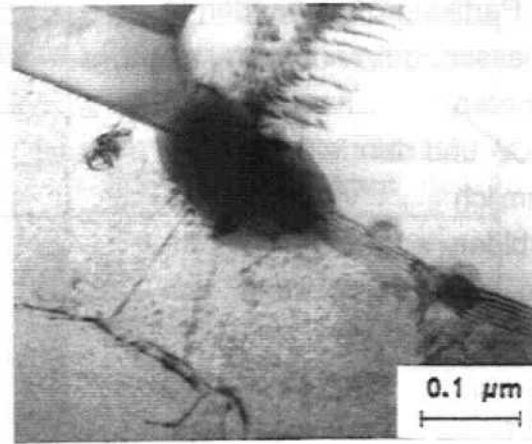
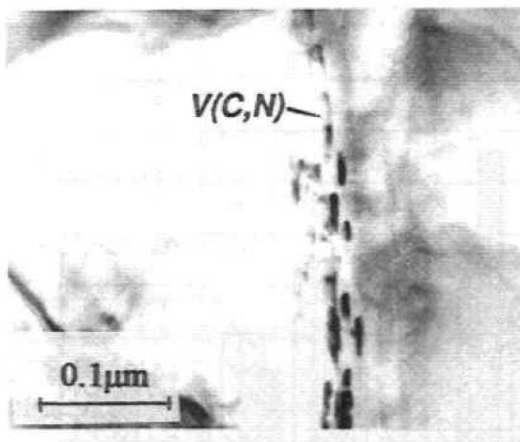
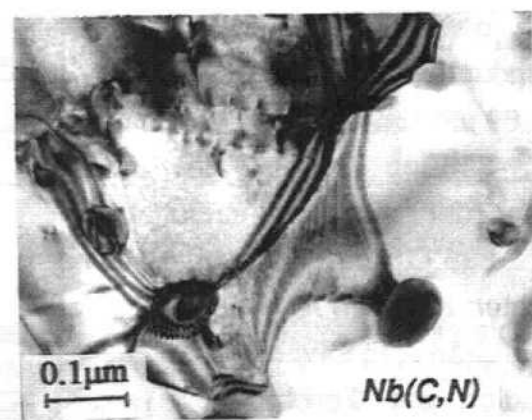


Abb. 4.4.1-27: CQM-Extraktionsreplika (835°C, 1070°C: $M_{23}C_6$, MX-Propeller)

a) $M_{23}C_6$ arretiert Subkorn Grenzenb) $M_{23}C_6$ an Primärkorn Grenzenc) plattenartige $V(C,N)$ auf den Subkorn Grenzen

d) Polygnisation der Subkörner, geringe Versetzungsdichte

Abb. 4.4.1-28: CQM-TEM-Metallfolien nach Anlassen bei 835°C und Austenitisieren bei 1070°C

Der Lieferzustand der Schmelze CMS zeigt im Vergleich zu CQM eine um ca. 20% größere mittlere Lattenbreite, die mit $0,49\text{ nm}$ in etwa derjenigen von CQM bei 835°C Anlaßtemperatur entspricht.

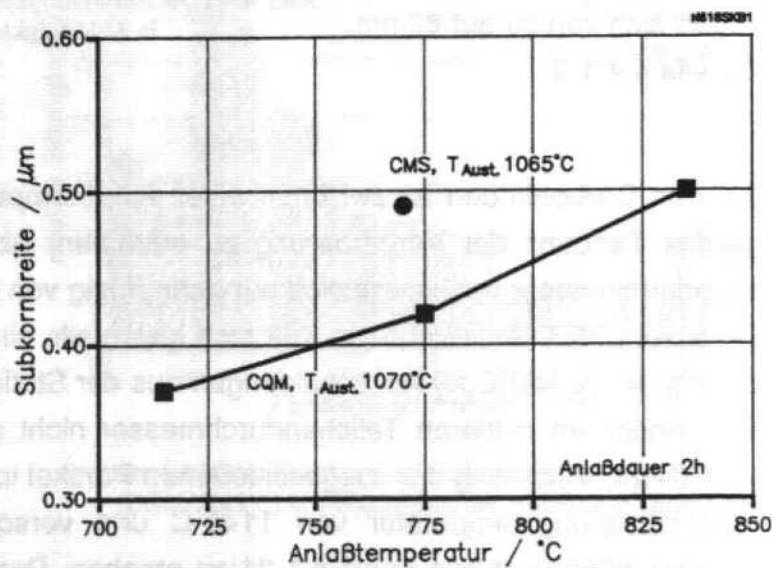
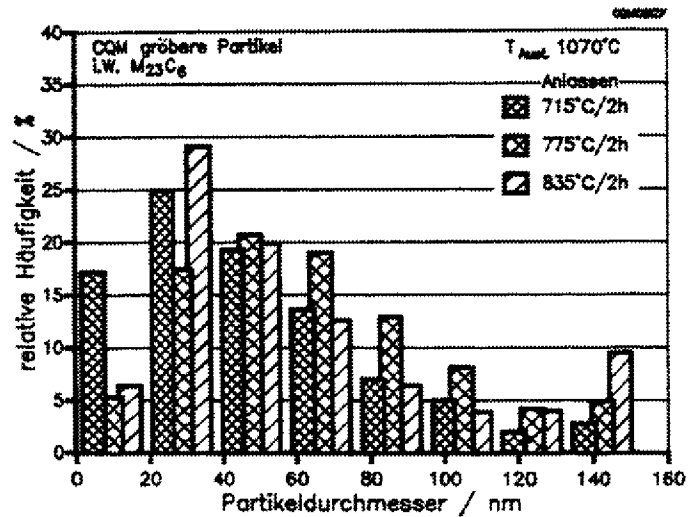
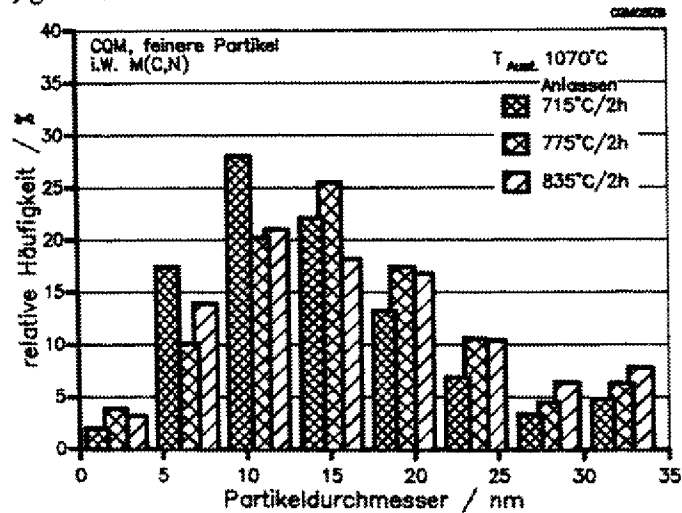


Abb. 4.4.1-29: Subkornbreite als Funktion der Anlaßtemperatur

Die Partikelgrößen wurden in 2 Klassen, getrennt nach den gröberen, hauptsächlich $M_{23}C_6$ - und den feineren, vornehmlich $(V,Nb)(C,N)$ -Carbiden analysiert. Bei einem Ausgangszustand von 1070°C führt eine steigende Anlaßtemperatur von 715 bis 775°C zu einem Wachstum der $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, Abb.4.4.1-30. Dies gilt auch für den mittleren Teilchendurchmesser, der von 72 auf 89 nm anwächst, Tabelle 4.4.1-2. Eine weitere Anhebung der Anlaßtemperatur auf 835°C bewirkt einen leichten relativen Anstieg der am stärksten vertretenen Fraktion der Teilchengröße zwischen 19 und 38 nm auf Kosten der kleinsten Carbide, Abb.4.4.1-30. Der mittlere Teilchendurchmesser verringert sich von 89 auf 82 nm, Tabelle 4.4.1-2.



a) gröbere Partikel



b) feinere Partikel

Abb. 4.4.1-30: Rel. Häufigkeit der Ausscheidungen (CQM/ 1070°C) in Abhängigkeit der Anlaßtemperatur

Bei den Carbonitriden ist zwischen einer Anlaßtemperatur von 715 bis 775°C die gleiche Tendenz der Vergrößerung zu erkennen, Abb.4.4.1-30. Der mittlere Teilchendurchmesser veränderte sich nur geringfügig von 14 auf 16 nm, Tabelle 4.4.1-2. Bei einer 835°C -Anlaßglühung läßt sich gleichfalls eine leichte Neigung zur Vergrößerung der $(V,Nb)(C,N)$ -Ausscheidungen aus der Statistik ablesen, Abb.4.4.1-30, die sich jedoch im mittleren Teilchendurchmesser nicht auswirkt, Tabelle 4.4.1-2. Die statistische Verteilung der ausgeschiedenen Partikel in der Schmelze CQM bei einer Austenitisierungstemperatur von 1145°C und verschiedenen Anlaßtemperaturen (715 bis 835°C) ist aus Abb.4.4.1-31 zu ersehen. Der Einfluß einer steigenden Anlaßtemperatur ist bei dieser Austenitisierungstemperatur nicht so ausgeprägt wie bei

Mittlerer Teilchendurchmesser d nach Austenitisierung bei 1145°C und nachfolgendem Anlassen der Schmelze CQM								
T _{Anlassen} °C	größere Partikel vorwiegend M ₂₃ C ₆ -Ausscheidungen				kleinere Partikel hauptsächlich MX-Ausscheidungen			
	d nm	S _d	δ	N	d nm	S _d	δ	N
715	53	9	3,1	431	2	3	1,1	1666
775	68	18	6,2	323	6	3	1,2	1518
835	81	27	9,6	227	12	3	1,0	1040

Mittlerer Teilchendurchmesser d nach Austenitisierung bei 1070°C und nachfolgendem Anlassen der Schmelze CQM								
715	72	16	5,6	852	14	3	1,2	1171
775	89	13	4,6	389	16	3	1,2	1017
835	82	12	4,2	429	16	3	1,3	892

d: mittlerer Teilchendurchmesser
δ: Vertrauensintervall

S_d: Standardabweichung von d
N: Anzahl der erfaßten Teilchen

Tabelle 4.4.1-2: Statistische Auswertung des mittleren Teilchendurchmessers der in der Schmelze CQM nach Austenitisieren bei 1145 und 1070°C und nachfolgendem Anlassen ausgeschiedenen größeren (M₂₃C₆)- und kleineren (MX)-Teilchen

1070°C, Abb. 4.4.1-31, führt aber dennoch tendentiell zu einer Zunahme, insbesondere der M₂₃C₆-Teilchen größeren Durchmessers von 53 nm (715°C) über 68 nm (775°C) auf 81 nm (835°C), was mit einer Verringerung derjenigen mittleren Durchmessers zu Buche schlägt, Tabelle 4.4.1-2. Bei den MX-Partikeln ist dieser Sachverhalt nicht einheitlich; der mittlere Teilchendurchmesser vergrößert sich zunächst von 12 auf 16 nm, um dann wieder auf 12 nm zurückzufallen.

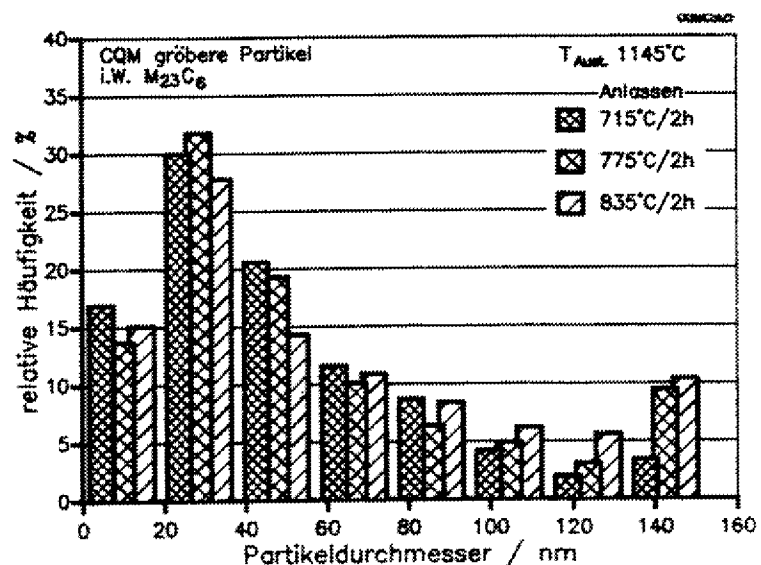


Abb. 4.4.1-31a: Relative Häufigkeit der größeren Partikel (CQM/1145°C) in Abhängigkeit der Anlaßtemperatur

Allerdings liegt für diese Teilchen eine wesentlich kleinere Standardabweichung bei einem schmaleren Vertrauensintervall gegenüber den $M_{23}C_6$ -Teilchen vor, Tabelle 4.4.1-2.

Die statistische Analyse der komplexen, 'propellerartigen' MX-Teilchen (kugelförmige Nb(C,N) als 'Nabe' mit plattenförmigen VN als 'Flügel') zeigt mit steigender Anlaßtemperatur gleichfalls eine Vergrößerung, ausgedrückt in der mittleren Länge der Hauptachse, wie am Beispiel

der Austenitisierungstemperatur von 1070 °C für die Schmelze CQM in Abb.4.4.1-32 dargestellt.

Die statistische Auswertung der Versetzungsdichte, entsprechend dem in /138/ beschriebenen Vorgehen, zeigt den dominierenden Einfluß der hohen Anlaßtemperatur von 835 °C im Vergleich zu 715 bzw. 775 °C auf. Unabhängig von der Austenitisierungstemperatur 970 oder 1070 °C ergibt sich für das Anlassen bei 715 °C eine nahezu gleiche mittlere Versetzungsdichte im Korninneren von $8,72 \pm 1,21$ bzw. $8,98 \pm 1,15 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Das Anlassen bei

775 °C reduziert die mittlere Versetzungsdichte nur geringfügig auf $7,46 \pm 0,94 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$. Nach einem Anlassen bei 835 °C fällt dieser Wert unabhängig davon, ob bei 1070 oder 1145 °C austenitisiert wurde jedoch um ca. 75% auf $2,26 \pm 0,58$ bzw. $2,12 \pm 0,52 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ab, Abb.4.4.1-33.

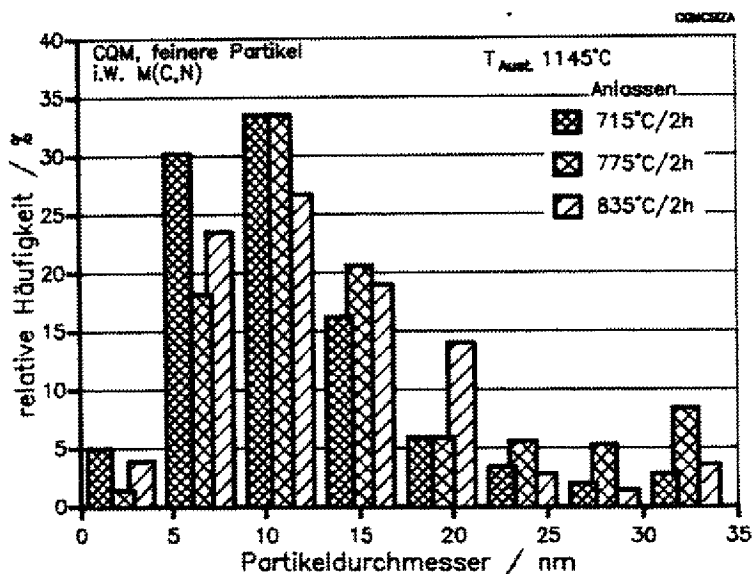


Abb. 4.4.1-31b: Rel. Häufigkeit der feineren Partikel (CQM/1145 °C) in Abhängigkeit der Anlaßtemperatur

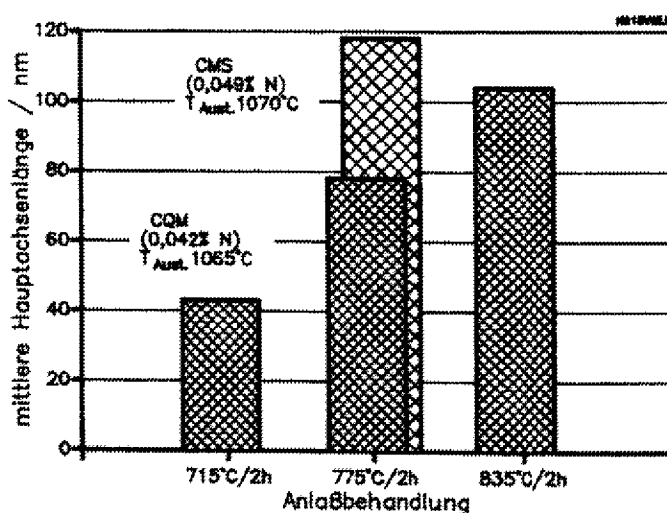


Abb. 4.4.1-32: mittlere Hauptachsenlänge der Nb(C,N)-VN-Propeller

- CMS

Bei der Schmelze CMS liegt die Subkorngröße, definiert als die mittlere Breite der Martensitlatten, mit $0,49\ \mu\text{m}$ geringfügig oberhalb gegenüber der Schmelze CQM mit $0,42\ \mu\text{m}$, Abb. 4.4.1-29.

Die Auswertung der Teilchengröße nach ihrer relativen Häufigkeit in einer beliebig erfaßten Menge von Partikeln zeigt sowohl für die größeren M_{23}C_6 -Carbide als auch für die kleineren $\text{M}(\text{C},\text{N})$ -Carbonitride, daß diese bei der Schmelze CMS feiner und häufiger verteilt sind als bei der Charge CQM, Abb.4.4.1-34.

Das Maximum der relativen Häufigkeit der Teilchengröße liegt für M_{23}C_6 -Carbide bei ca. $50\ \text{nm}$ (CMS) bzw. bei $70\ \text{nm}$ (CQM); für $\text{M}(\text{C},\text{N})$ -Carbonitride zeigen sich mit ca. $10\ \text{nm}$ (CMS) bzw. $15\ \text{nm}$ (CQM) Teilchengröße ähnliche Relationen, Abb. 4.4.1-34a und b.

Wie aus den TEM-Bildern, Abb.4.4.1-14 und 4.4.1-17, schon ersichtlich, bestätigt auch die statistische Analyse der Größenverteilung der 'propellerartigen' $\text{V}(\text{C},\text{N})$ - $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ -Carbonitride, daß bei der Schmelze CMS der 'Propellerdurchmesser' (Länge der Hauptachse der komplexen Carbonitride) im Mittel mit $118\ \text{nm}$ deutlich größer ausfällt als bei der Charge CQM mit $78\ \text{nm}$, siehe Abb. 4.4.1-32.

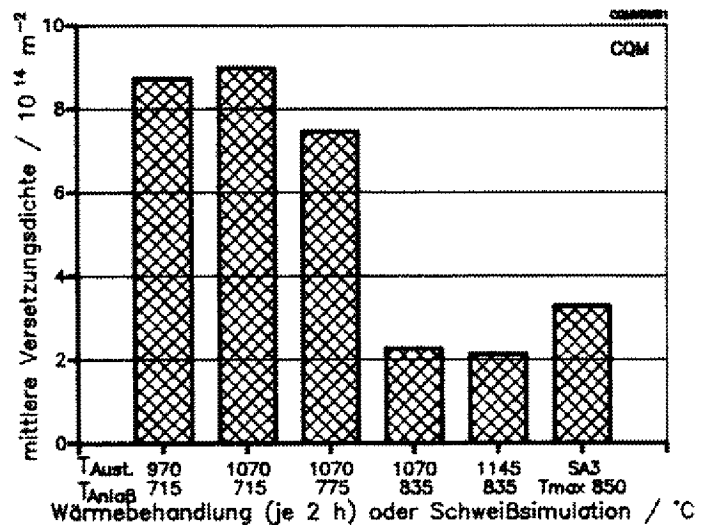


Abb. 4.4.1-33: mittl. Versetzungsdichte von CQM in Abhängigkeit der Wärmebehandlung

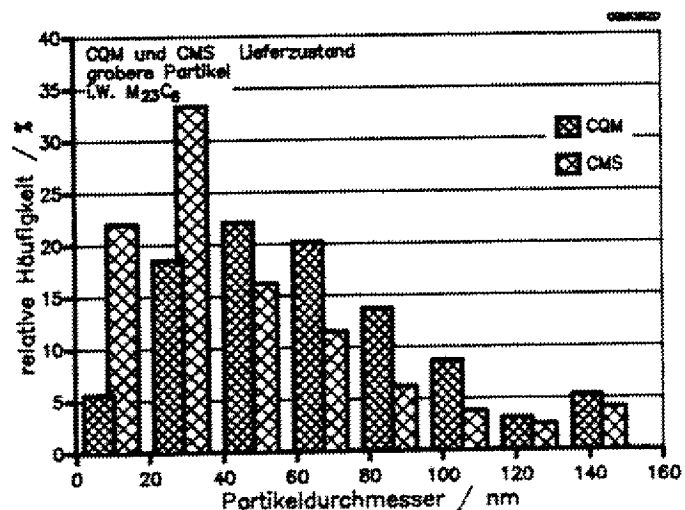


Abb. 4.4.1-34a: Relative Häufigkeit der größeren Partikel im Vergleich zwischen Schmelze CQM und CMS (Lieferzustand)

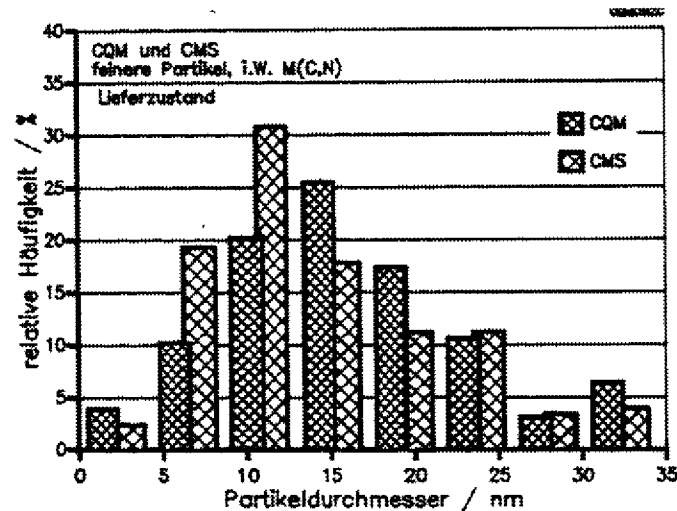


Abb.4.4.1-34b: Relative Häufigkeit der feineren Partikel im Vergleich zwischen Schmelze CQM und CMS (Lieferzustand)

- Zeitstandsbeanspruchung Die nach Tabelle 4.3.1-3 an der Rohrschmelze CQM für TEM-Untersuchungen vorgesehenen zeitstandsbeanspruchten Proben sind in Tabelle 4.4.1-3 im Hinblick auf die tatsächliche Bruchzeit und die dabei erreichte Kriechdehnung präzisiert. Die Proben wurden gezielt so ausgewählt, daß bei den Temperaturen 600, 612, 637 und 650°C sowohl kürzere als auch längere Beanspruchungszeiten mit erfaßt wurden und ein Vergleich sowohl zwischen dem Lieferzustand (L) als auch der 835°C-Anlaßbehandlung (W2) gezogen werden konnte. Der Einfluß der Spannung wurde durch Untersuchungen am Kopf und am Schaft der Proben berücksichtigt. Die Probenentnahmestelle am Schaft lag ca. 10 mm von der Bruchoberfläche entfernt, um bei der Beurteilung der Metallfolie keine Beeinträchtigungen durch möglicherweise entstandene Mikroporen zu erhalten.

TEM-Untersuchungen zeitstandbeanspruchter, gebrochener Proben					
Temperatur °C	Spannung MPa	Prüfdauer h	Dehnung %	Wärmebehand- lungszustand	TEM-Unter- suchungsort
600	160	1502	1,8 (o.Br.)	L	K,S*
		9755	22,8	L	K*,S**
612	145	5001	5,7	L	S*
		597	30,1	W2	S
637	120	7348	25,3	L	S*
		157	30,7	W2	S*
		725	52,3	SA3	S*
650	160	23	27,5	L	K,S
	120	1088	21,7	L	K,S*
	120	66	35,4	W2	S*
	110	3595	22,2	L	K*,S*
	104	6468	21,8	L	K**,S**

* bedeutet: Gefüge mit Laves-Phasen-Ausscheidungen gefunden; * EDX

L: 1070°C/2 h+775°C/2 h (Lieferzustand)

W2: 1070°C/2 h+835°C/2 h

SA3: Schweißsimulation $T_{max} = 850^\circ\text{C}$ + Anlassen $740^\circ\text{C}/2\text{ h}$

o.Br.: vorzeitig vor Bruch ausgebaut

TEM: Transmissionselektronenmikroskop K: Probenkopf S: Probenschaft

Tabelle 4.4.1-3: Übersicht über die nach Zeitstandbeanspruchung im Transmissionselektronenmikroskop untersuchten Proben der NF616-Schmelze CQM

- Prüftemperatur 600°C

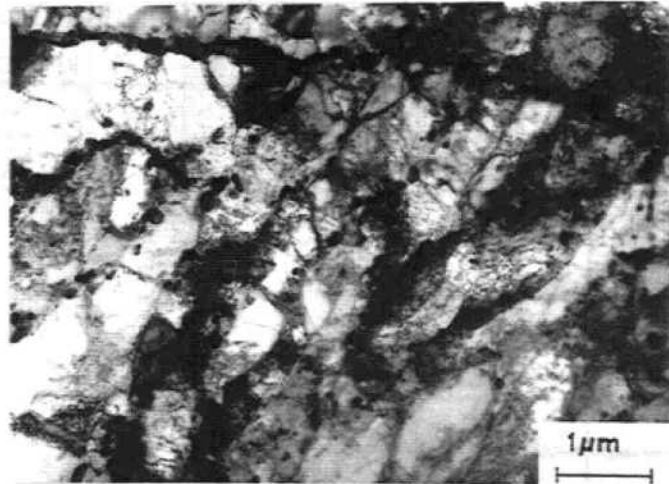
Von den bei 600°C zeitstandbeanspruchten Proben wurden 2 mit 160 MPa belastete ausgesucht und im Kopf und Schaft mittels TEM untersucht:

Probenkopf

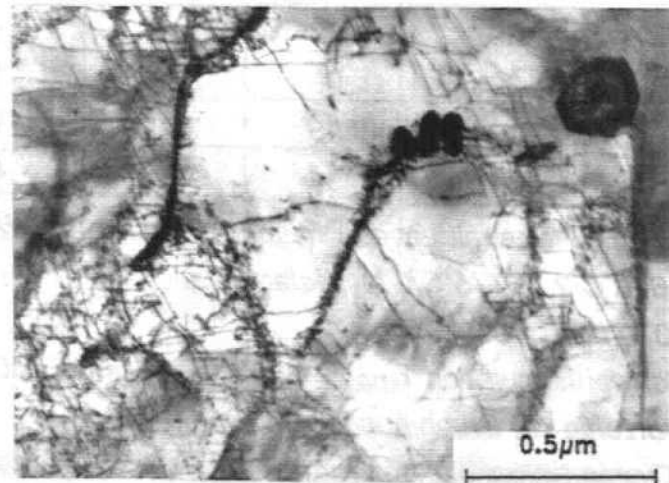
Die Probe mit der kürzeren Laufzeit (600°C, 160 MPa, 1502 h; vor Bruch ausgebaut; 1,8% Dehnung) zeigt im Kopf angelassenen Martensit, Abb. 4.4.1-35a, mit einer relativ hohen Versetzungsdichte von $5,8 \pm 0,6 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$, Abb. 4.4.1-35b und Abb. 4.4.1-36. Jedoch sind auch Subkörner mit einer bereits deutlich verminderten Versetzungsdichte anzutreffen, Abb. 4.4.1-35c. Die mittlere Martensitlattenbreite beträgt $0,46 \pm 0,08 \mu\text{m}$, Abb. 4.4.1-37. Auf den Subkorn Grenzen finden sich die größeren, meist langgestreckten M_{23}C_6 -Carbide (wobei sich M aus Cr, Fe, Mo, W und V zusammensetzt) und plattenartige VN-Ausscheidungen; im Korninneren zum Teil feine-

re $M_{23}C_6$ -Carbide, komplexe Carbonitride ("Propeller": Nb(C,N)-VN) sowie fein dispers verteilte globulare Nb(C,N)-Carbonitride.

a) Probenkopf:
angelassener Martensit



b) Probenkopf:
Subkörner mit rel. hoher Versetzungsdichte



c) Probenkopf:
Carbidausscheidungen in Verbindung
mit Versetzungen

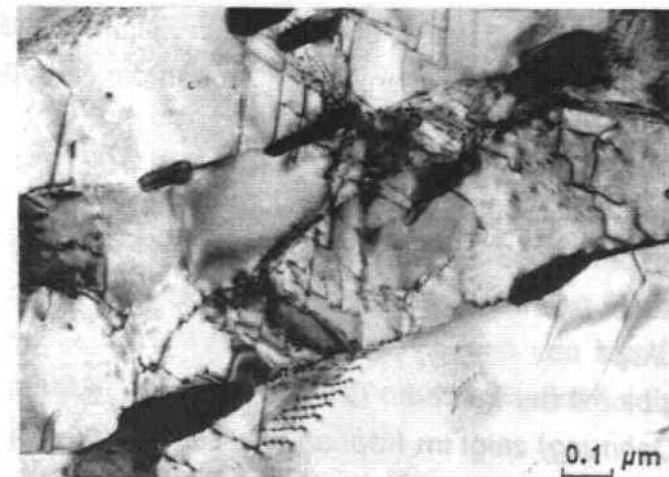


Abb. 4.4.1-35: TEM-Metallfolie nach Zeitstandsbeanspruchung der Schelze COM (Probe: 600°C, 160 MPa, 1502 h, 1,8% - vorzeitig ausgebaut)

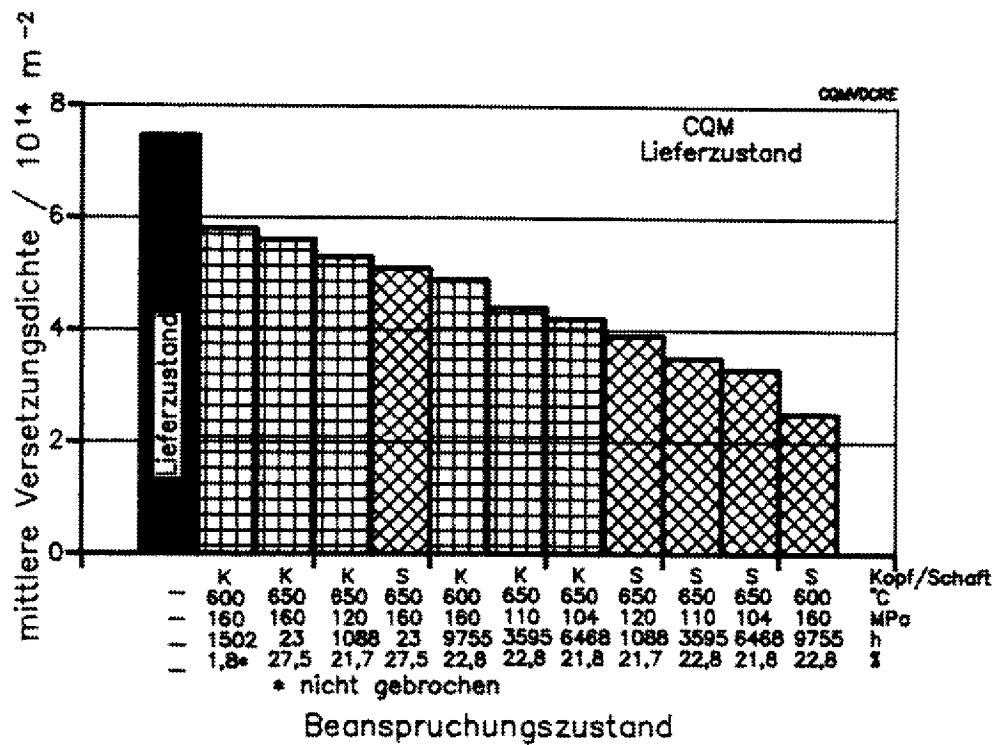


Abb. 4.4.1-36: Einfluß von Temperatur, Spannung und Zeit auf die mittlere Versetzungsdichte zeitstandbeanspruchter Proben der Schmelze CQM (Lieferzustand)

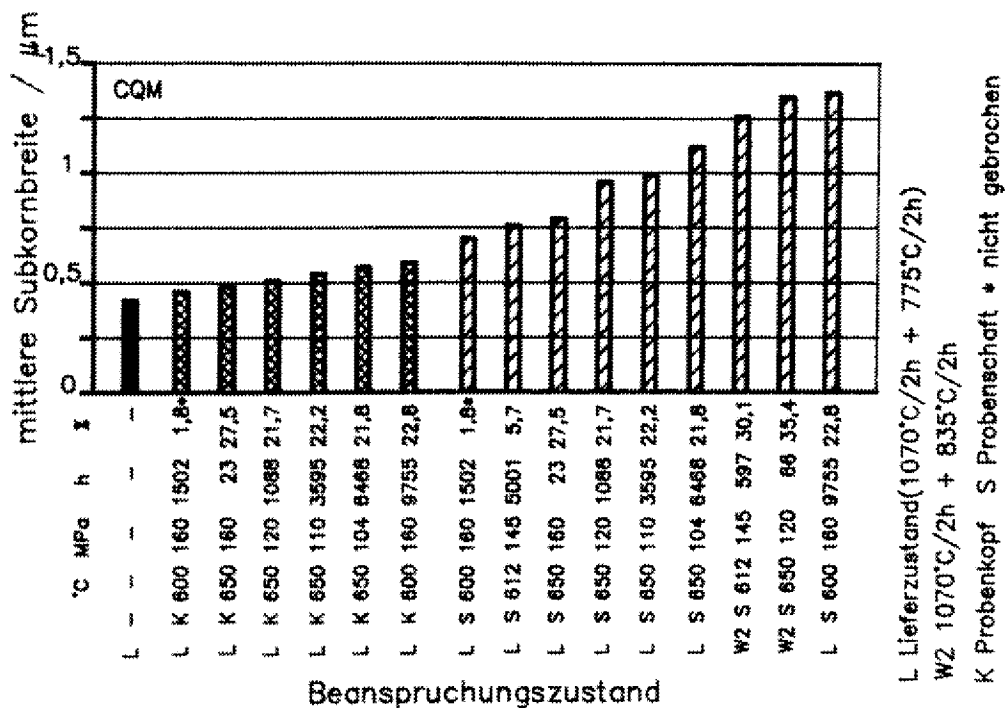


Abb. 4.4.1-37: Einfluß von Temperatur, Spannung und Zeit auf die mittlere Subkornbreite zeitstandbeanspruchter Proben der Schmelze CQM (Lieferzustand und 835°C angelassen)

Bei der Probe mit der längeren Laufzeit (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung) ist im Kopf eine leichte Zunahme der Subkombreite auf $0,59 \pm 0,13 \mu\text{m}$ und geringfügige Abnahme der Versetzungsdichte im Subkorninneren auf $0,49 \pm 0,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ festzustellen, Abb. 4.4.1-37 und -36. Die thermische Auslagerung von knapp 10.000 h führte zu einer Intensivierung des Ausscheidungsprozesses, hauptsächlich bei M_{23}C_6 (wobei sich M aus Cr, Fe, W mit weniger Mo und V zusammensetzt) auf den ehemaligen Austenit- und Subkorn Grenzen, Abb. 4.4.1-38. Im Subkorninneren ergeben sich Verküpfungen der kleineren Partikel MX (M gleich Nb und /oder V, X gleich C und/oder N; 10 bis 20 nm groß) mit Versetzungen, Abb. 4.4.1-39. Der Volumenanteil der MX-Partikel ist deutlich niedriger als derjenige von M_{23}C_6 . Neben MX- und M_{23}C_6 -Ausscheidungen wurden auch solche der Laves-Phase $(\text{Fe,Cr})_2(\text{W,Mo})$ beobachtet, Abb. 4.4.1-40a. Diese sehr groben Partikel (ca. $0,5 \mu\text{m}$) zeigten sich vornehmlich auf den Korngrenzen und nur gelegentlich im Korninneren, Abb. 4.4.1-41. Im Elektronen-Beugungsbild (SAD = Selected Area Diffraction) läßt sich diese Phase aufgrund ihres charakteristischen Streifenmusters, hervorgerufen durch Stapelfehler, relativ leicht von den anderen Ausscheidungen unterscheiden /147/, Abb. 4.4.1-40b.

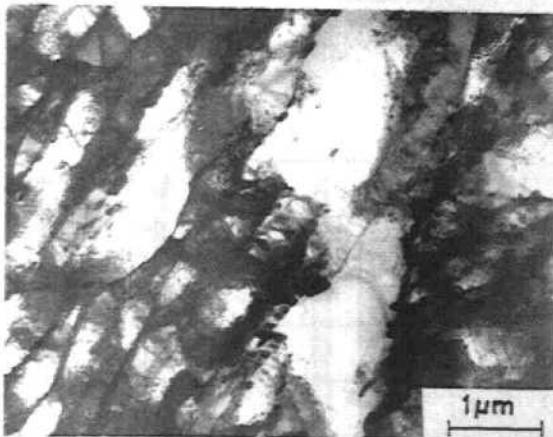


Abb. 4.4.1-38: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung, Kopf): verstärkte M_{23}C_6 -Ausscheidungen auf den Primär- und Subkorn Grenzen

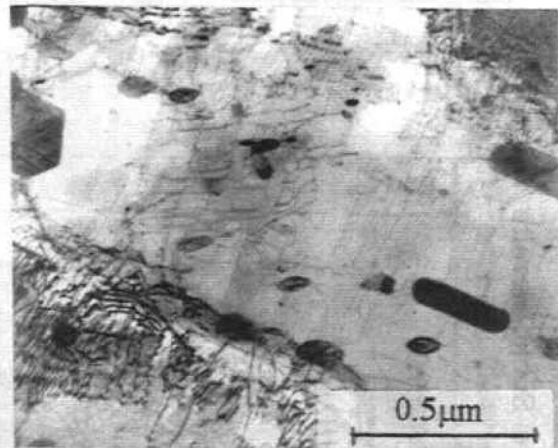


Abb. 4.4.1-39: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung, Kopf): Versetzungen in Verbindung mit MX-Ausscheidungen

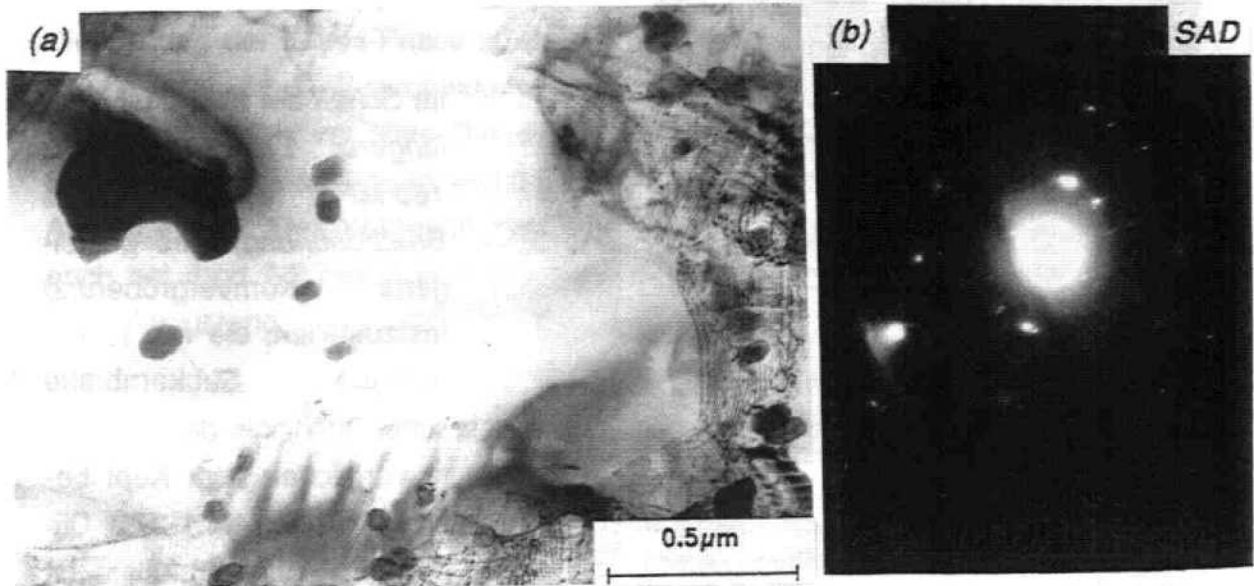


Abb. 4.4.1-40: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung, Kopf): Ausscheidung von Laves Phase neben MX- und $M_{23}C_6$ -Partikeln

Probenschaft

Bereits nach relativ kurzer Laufzeit macht sich im Schaft der Probe (600°C, 160 MPa, 1502 h; vor Bruch ausgebaut; 1,8% Dehnung) der Einfluß der hohen Spannung durch eine deutlich einsetzende Polygonisation der ursprünglichen Martensitlattenstruktur bemerkbar, Abb. 4.4.1-42. Bänder von $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, die vorher mit der Ausgangssubstruktur assoziiert waren, sind erkennbar. Die Subkornbreite hat sich mit $0,7 \pm 0,1 \mu m$ gegenüber dem Kopf fast um 65% erhöht, Abb. 4.4.1-37. Die Versetzungsdichte erweist sich als sehr uneinheitlich, somit wurde auf Messung verzichtet. Im Korninneren zeigen sich feinere MX-Partikel sowie kleinere

$M_{23}C_6$ -Ausscheidungen, die sich in Interaktion mit Versetzungen befinden, Abb. 4.4.1-43.

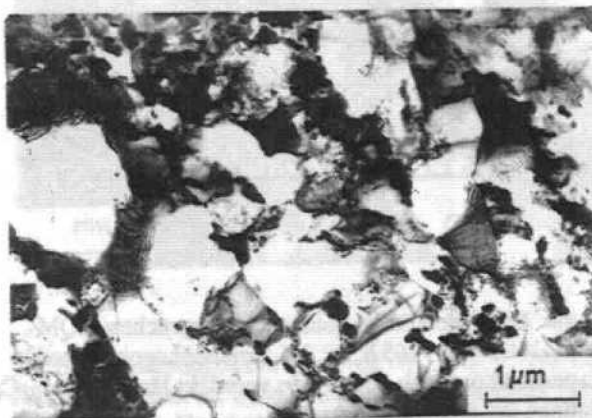


Abb. 4.4.1-42: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 1502 h, 1,8% - vorzeitig ausgebaut - , Schaft): beginnende Polygonisation in der ursprünglichen Martensitlattenstruktur

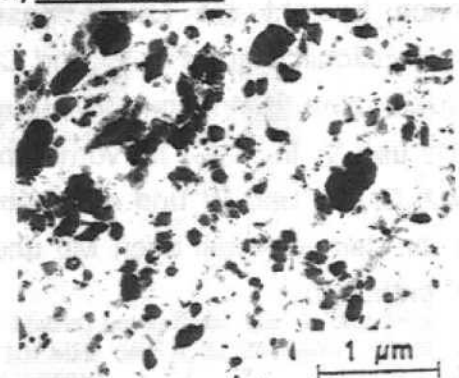


Abb. 4.4.1-41: TEM-Extraktionsreplika zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung, Kopf): $M_{23}C_6$ -Partikel und Laves-Phase i.W. auf den Korngrenzen

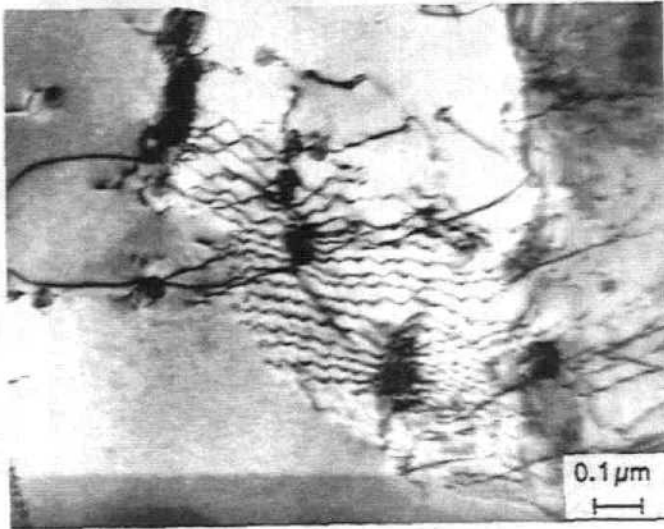


Abb. 4.4.1-43: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 1502 h, 1,8% - vorzeitig ausgebaut -, Schaft): Interaktionen im Korninneren zwischen Versetzungen und MX- und kleineren $M_{23}C_6$ -Partikeln

Ausscheidungen belegt, Abb. 4.4.1-44. Äquiaxiale Subkörner mit einzelnen Versetzungen im Innern in Verbindung mit MX-Partikeln sind vermehrt vorhanden, Abb. 4.4.1-45. Die Versetzungsdichte beläuft sich nur noch auf $2,5 \pm 0,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$, Abb. 4.4.1-36. Wie im Kopf so sind auch im Schaft grobe Partikel aus Laves-Phase neben den $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen auf den Korngrenzen zu finden.

Anhand von Extraktionsreplika wurde die chemische Zusammensetzung der Laves-Phase und von $M_{23}C_6$ mittels energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX-Verfahren) bestimmt. Danach besteht die Laves-Phase hauptsächlich aus Fe, W und Cr sowie zum geringeren Teil aus Mo und V. In $M_{23}C_6$ ist vornehmlich Cr, Fe und W und zu einem sehr kleinen Anteil auch Mo und V enthalten.

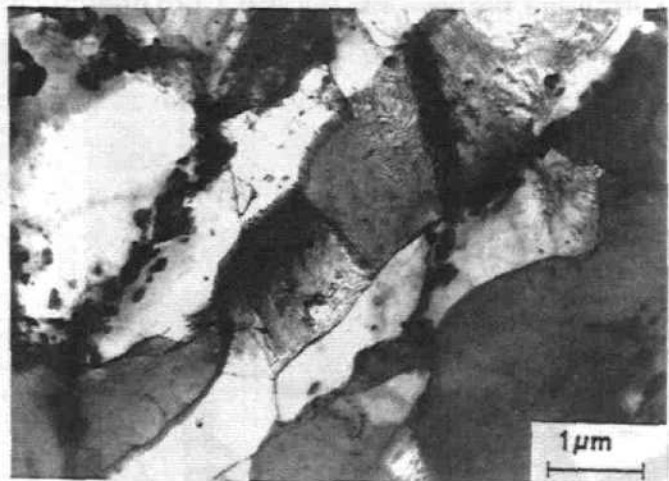
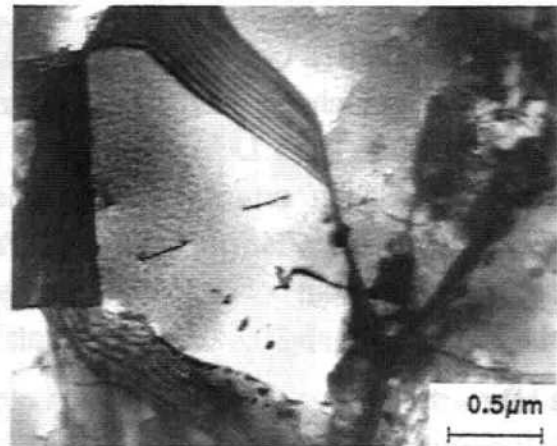


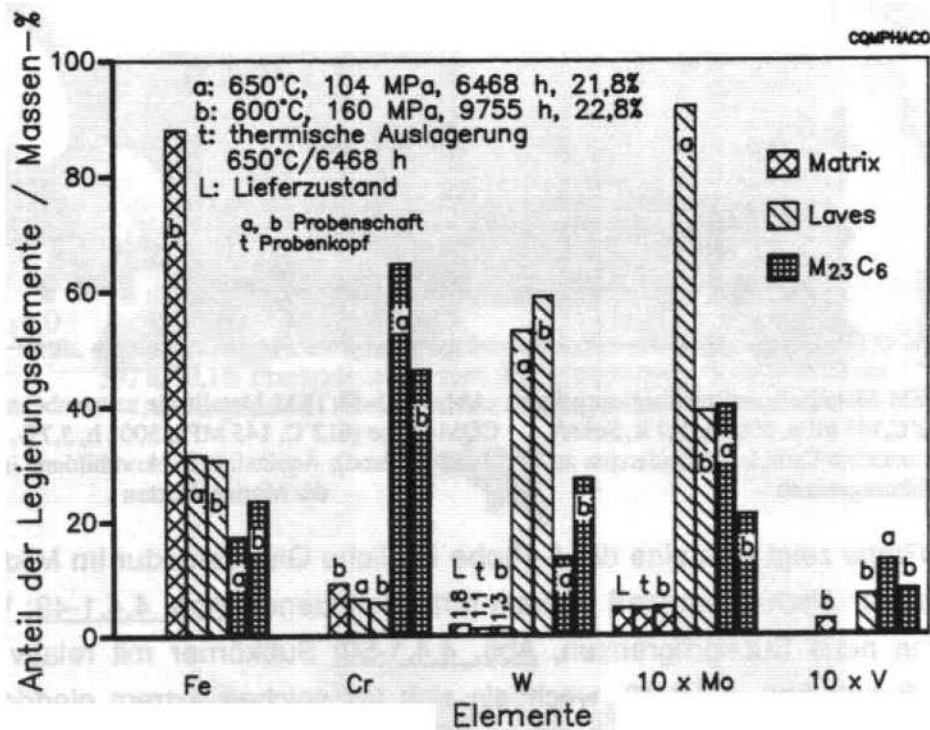
Abb. 4.4.1-44: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung, Schaft): Martensitlattenstruktur noch erkennbar; verstärkt längliche $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen auf den Korngrenzen

Im Schaft der Probe ist nach längerer Laufzeit (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung) eine gesteigerte Kornvergrößerung festzustellen, die mit $1,37 \pm 0,18 \mu\text{m}$ Subkornbreite schon mehr als das Doppelte verglichen zum Kopf beträgt, Abb. 4.4.1-37. Die Martensitlattenstruktur ist jedoch noch vorhanden, die Korngrenzen sind verstärkt mit länglichen $M_{23}C_6$ -

Die Bildung der Laves-Phase sowie die intensivierte $M_{23}C_6$ -Ausscheidung entziehen der Matrix vor allen Dingen das für die Mischkristallhärtung wichtige W, Abb. 4.4.1-46. Der W-Gehalt liegt nur noch bei rund 2/3 des Ausgangswertes im Lieferzustand.



4.4.1-45: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung, Schaft): Äquiaxiale Subkonbildung, vereinzelte Versetzungen in Verbindung mit MX-Partikeln



4.4.1-46: Massengehalte (%) von W, Mo, V, Nb und Fe in der Matrix, Laves-Phase und in den $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen im Schaft zeitstandbeanspruchter Proben (650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8%; 600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung) und nach thermischer Auslagerung bei 650°C

- Prüftemperatur 612°C

Die TEM-Untersuchung von bei 612°C zeitstandbeanspruchter Proben erstreckte sich auf den Vergleich 'Lieferzustand (L)' gegenüber '835°C angelassen (W2)', wobei nur der Schaft erfaßt wurde. Zwischen diesen beiden Proben (L: 612°C, 145 MPa, 5001 h, 5,7% Bruchdehnung; W2: 612°C, 145 MPa, 597 h, 30,1% Bruchdehnung) besteht ein beträchtlicher Unterschied an Laufzeit bis zum Bruch; die W2-Probe liegt um knapp 90% ungünstiger als die L-Probe.

Die Mikrostruktur der *L-Probe* ist durch eine klare Martensitlattenstruktur mit ausgeprägten Ausscheidungen von $M_{23}C_6$ -Carbiden auf den Subkorn Grenzen gekennzeichnet, Abb. 4.4.1-47. Die mittlere Subkornbreite ist mit $0,76 \pm 0,14 \mu m$ bereits deutlich erhöht, Abb. 4.4.1-37. Außerdem sind Anzeichen von Polygonisation in Form äquiaxialer Subkörner unübersehbar, Abb. 4.4.1-48. Diese Subkörner zeichnen sich wiederum durch eine geringe Versetzungsdichte aus. Auf den Subkorn Grenzen findet sich auch Laves-Phase.

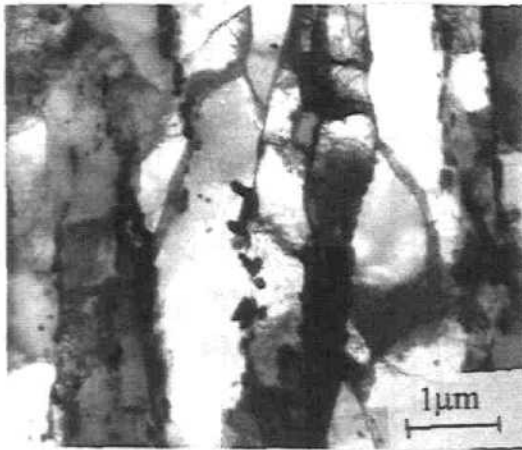


Abb. 4.4.1-47: TEM-Metallfolie zeistandbeanspruchter CQM-Probe (612°C, 145 MPa, 5001 h, 5,7%, Schaft, Lieferzustand): verstärkte Carbidausscheidungen auf Subkorn Grenzen

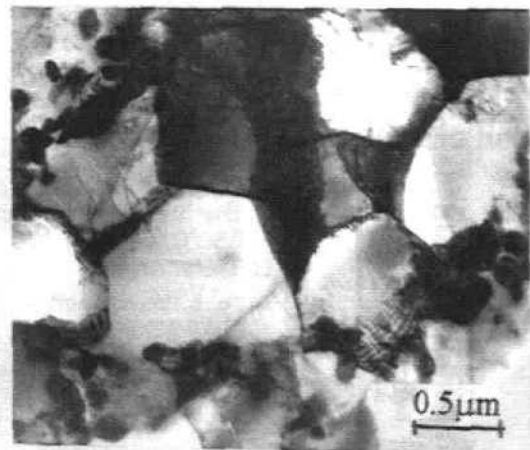


Abb. 4.4.1-48: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (612°C, 145 MPa, 5001 h, 5,7%, Schaft, Lieferzustand): Äquiaxiale Subkornbildung innerhalb der Martensitlatten

Bei der *W2-Probe* zeigt sich eine der *L-Probe* ähnliche Grundstruktur im Mikrogefüge, jedoch ist der Alterungsprozeß weitaus fortgeschrittener, Abb. 4.4.1-49: Versetzungen bilden neue Subkorn Grenzen, Abb. 4.4.1-50; Subkörner mit relativ hoher Versetzungsdichte, Abb. 4.4.1-49, wechseln sich mit solchen extrem niedriger ab, Abb. 4.4.1-51. Die mittlere Subkornbreite ist mit $1,26 \pm 0,19 \mu m$ stark gegenüber der *L-Probe* angestiegen, Abb. 4.4.1-37. Anzeichen für eine verstärkte Ausscheidung der Laves-Phase wurden nicht gefunden.

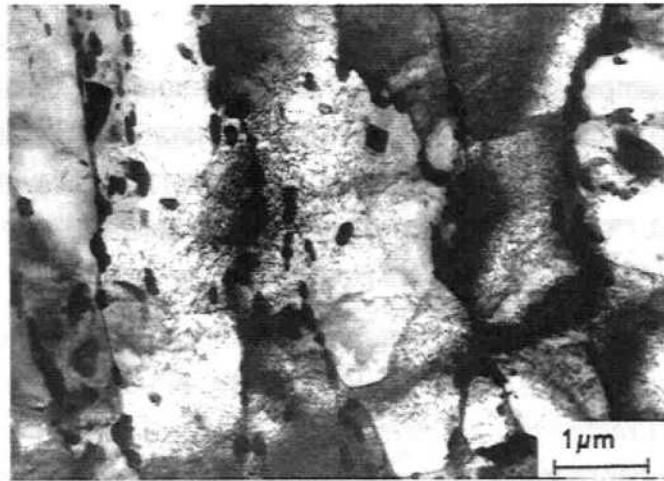


Abb. 4.4.1-49: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (612°C, 145 MPa, 597 h, 30,1% Bruchdehnung, Schaft, 835°C angelassen): fortgeschrittener Alterungsprozeß

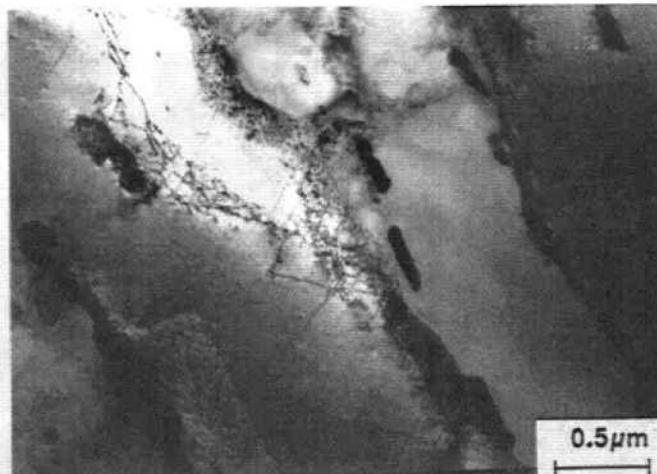


Abb. 4.4.1-50: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (612°C, 145 MPa, 597 h, 30,1% Bruchdehnung, Schaft, 835°C angelassen): fortgeschrittener Alterungsprozeß, Bildung neuer Subkorn Grenzen an Versetzungen

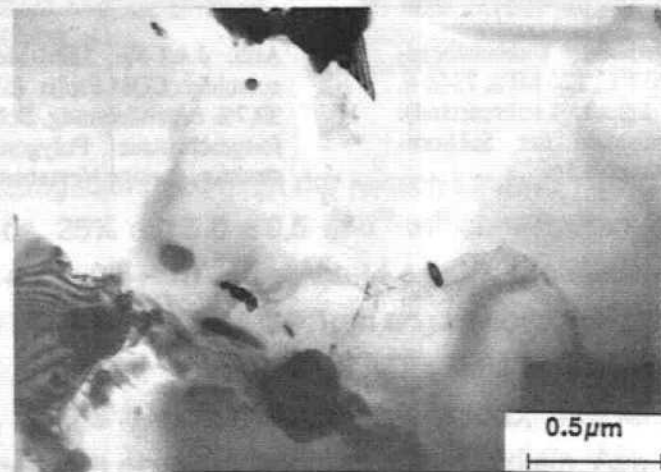


Abb. 4.4.1-51: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (612°C, 145 MPa, 597 h, 30,1% Bruchdehnung, Schaft, 835°C angelassen): fortgeschrittener Alterungsprozeß, Subkörner mit extrem niedriger Versetzungsdichte

- Prüftemperatur 637°C

Wie bei 612°C Prüftemperatur umfaßt die TEM-Untersuchung den Zustand 'L = Lieferzustand' und 'W2 = 835°C angelassen'. Der Unterschied in den Laufzeiten bis zum Bruch fällt jedoch noch deutlicher aus als bei 612°C. Die *W2-Probe* (637°C, 120 MPa, 157 h, 30,7% Bruchdehnung) weist nur knapp 2% der Laufzeit der *L-Probe* (637°C, 120 MPa, 7348 h, 25,3% Bruchdehnung) auf.

Die TEM-Untersuchung des Probenschaftes erbrachte sowohl bei der L-Probe, Abb. 4.4.1-52, als auch bei der W2-Probe, Abb. 4.4.1-53, eine nahezu vollständige Polygonisation der Subkornstruktur. Martensitlatten sind kaum noch erkennbar. Bei der L-Probe liegt die Subkornbreite im 1µm-Bereich, bei der W2-Probe im 1 bis 2 µm Bereich. Die Versetzungsdichte ist nur noch schwach ausgeprägt. Laves-Phase ist, vergesellschaftet mit $M_{23}C_6$ -Carbiden, auf den Subkorn Grenzen anzutreffen, bei der L-Probe in stärkerem Maße als bei der W2-Probe.

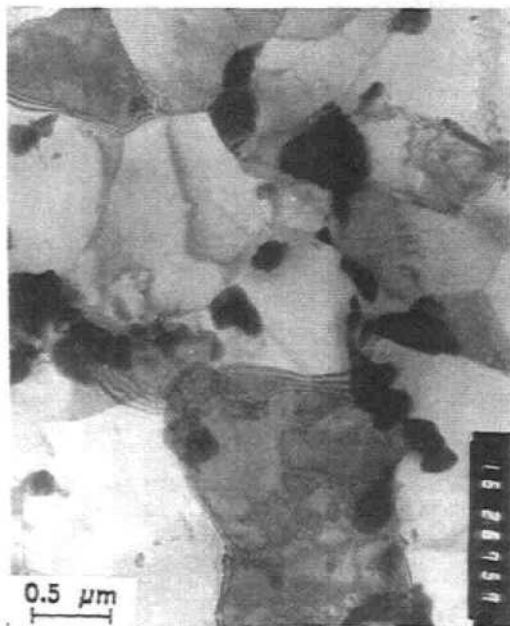


Abb. 4.4.1-52: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (637°C, 120 MPa, 7348 h, 25,3% Bruchdehnung, Schaft, Lieferzustand): fortgeschrittene Polygonisation der Subkornstruktur, geringe Versetzungsdichte

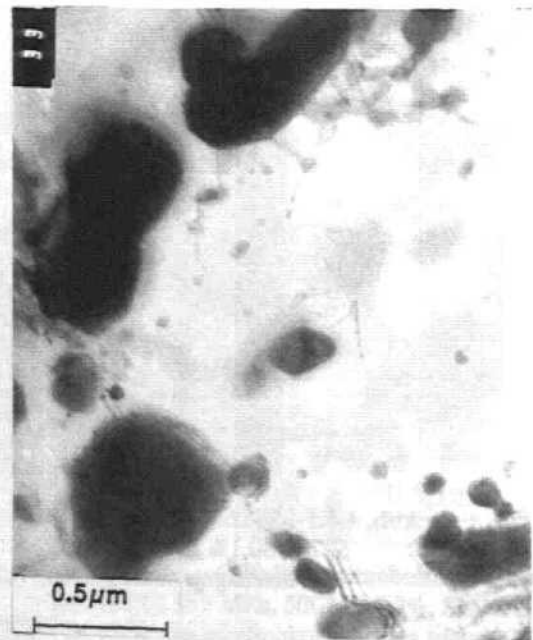


Abb. 4.4.1-53: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (637°C, 120 MPa, 157 h, 30,7% Bruchdehnung, Schaft, 835°C angelassen): fortgeschrittene Polygonisation der Subkornstruktur, geringe Versetzungsdichte

- Prüftemperatur 650°C

Die TEM-Untersuchungen der im Lieferzustand eingesetzten und bei 650°C mit verschiedenen Spannungen geprüften Proben erstreckte sich sowohl auf deren Kopf als auch deren Schaft, wohingegen die mit 835°C angelassene Probe nur im Schaft analysiert wurde, Tabelle 4.4.1-3.

Probenkopf

Von den 4 im Lieferzustand getesteten Proben seien beispielhaft, diejenige mit der kürzesten Laufzeit (650°C, 160 MPa, 23 h, 27,5% Bruchdehnung) und der längsten Laufzeit (650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8% Bruchdehnung) herausgegriffen. Bei der 23h-Probe ist im Probenkopf nur eine geringfügige Beeinflussung des Mikrogefüges feststellbar, Abb. 4.4.1-54. Bei der Probe mit 6468 h Laufzeit ist dieser Prozeß weiter fortgeschritten, wenngleich noch nicht so ausgeprägt, Abb. 4.4.1-55.

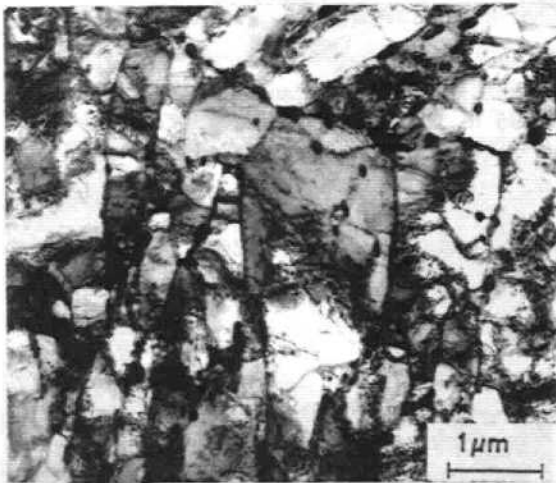


Abb. 4.4.1-54: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C, 160 MPa, 23 h, 27,5% Bruchdehnung, Kopf, Lieferzustand): geringfügig beeinflusste Mikrostruktur

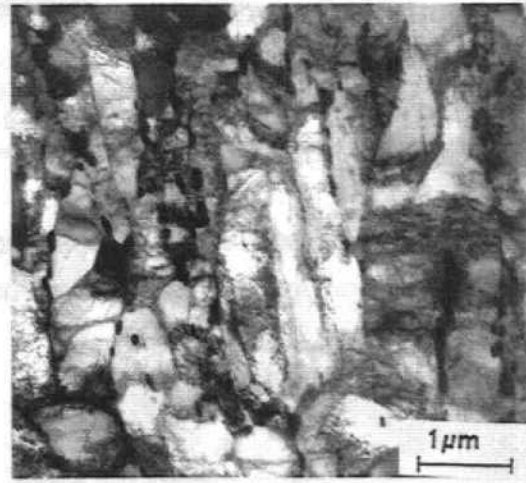


Abb. 4.4.1-55: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8% Bruchdehnung, Kopf, Lieferzustand): beeinflusste Mikrostruktur, jedoch noch nicht sehr ausgeprägt

Die mittlere Versetzungsdichte ist nach der kurzen Laufzeit von 23 h gegenüber dem Ausgangswert um ca. 25% auf $5,6 \pm 0,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ abgesunken; bei 6468 h Laufzeit sind es 55% bzw. $4,2 \pm 0,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$, Abb. 4.4.1-36. Die mittlere Subkombbreite ist bei der 23 h-Probe um 15% auf $0,48 \pm 0,1 \mu\text{m}$ angestiegen, bei der 6468 h-Probe um ca. 35% auf $0,57 \pm 0,1 \mu\text{m}$, Abb. 4.4.1-37. Die beiden anderen Proben (650°C, 120 MPa, 1088 h, 21,7% Bruchdehnung bzw. 650°C, 110 MPa, 3595 h, 22,2% Bruchdehnung) fügen sich erwartungsgemäß in das Bild ein, Abb. 4.4.1-36 und -37.

Alle Proben zeigen große, langgestreckte $M_{23}C_6$ -Carbide auf den Subkorngrenzen. Laves-Phase in geringem Ausmaß wurde nur in den Proben mit 3595 und 6468 h Laufzeit beobachtet, wobei die Partikel angenommen haben, Abb. 4.4.1-56.

Probenschaft

Der Spannungs- und Dehnungseinfluß auf die Veränderungen im Mikrogefüge macht sich bei den mit 650°C , vom Lieferzustand ausgehend belasteten Proben im Schaft schon nach der relativ kurzen Laufzeit von 23 h (650°C , 160 MPa, 23 h, 27,5% Bruchdehnung) in Form ausgeprägter Polygonisation bemerkbar, Abb. 4.4.1-57. Nach 6468 h Laufzeit

(650°C , 104 MPa, 6468 h, 21,8% Bruchdehnung) hat sich der Prozeß soweit fortentwickelt, daß polygonale Subkörner ohne nennenswerte Versetzungsdichte anzu-treffen sind, Abb. 4.4.1-58.

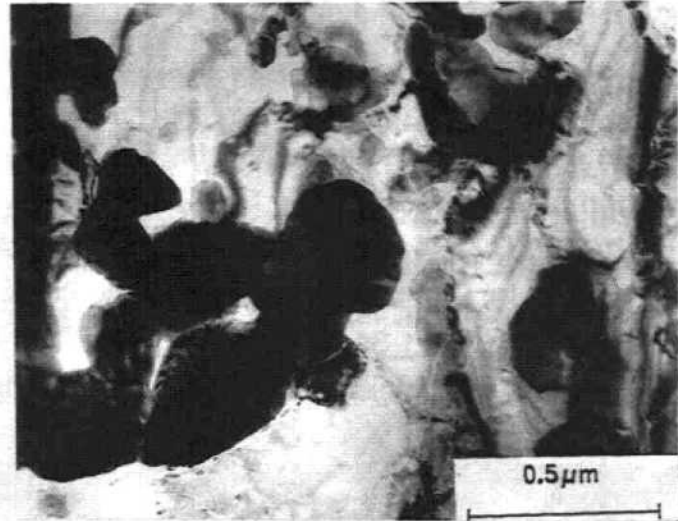


Abb. 4.4.1-56: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C , 110 MPa, 3595 h, 22,2%-Bruchdehnung, Kopf, Lieferzustand): Laves-Phase in Verbindung mit $M_{23}C_6$ -Carbiden

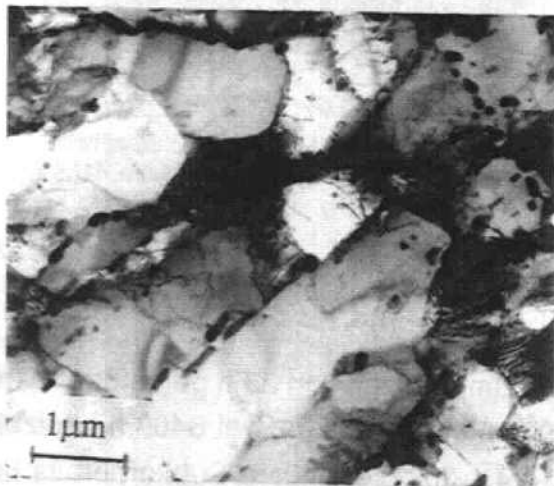


Abb. 4.4.1-57: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C , 160 MPa, 23 h, 27,5% Bruchdehnung, Schaft, Lieferzustand): deutliche Anzeichen von Polygonisation in der Subkornstruktur

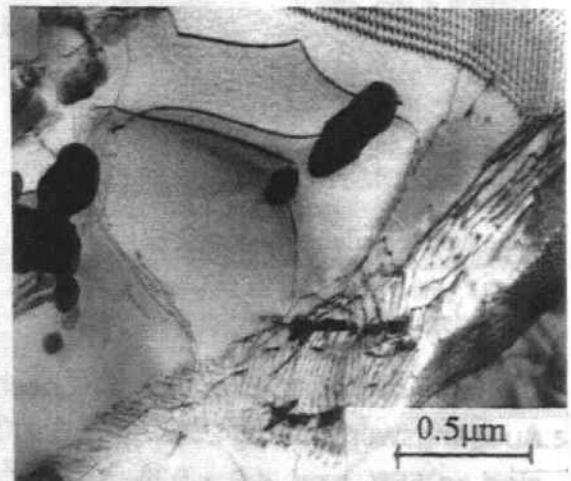


Abb. 4.4.1-58: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C , 104 MPa, 6468 h, 21,8%, Schaft, Lieferzustand): polygonale Subkörner ohne nennenswerte Versetzungsdichte

Quantitativ drückt sich dies zum einen in einer gegenüber dem Ausgangszustand nahezu verdoppelten mittleren Subkornbreite von $0,79 \pm 0,14 \mu\text{m}$ (nach 23 h) bzw. verdreifachten Subkornbreite von $1,12 \pm 0,14 \mu\text{m}$ (nach 6468 h) aus, Abb. 4.4.1-37, und zum anderen in einer Abnahme der mittleren Versetzungsdichte um rund 1 Drittel (nach 23 h) auf $5,1 \pm 0,8 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$ bzw. um etwa die Hälfte (nach 6468 h) auf $3,3 \pm 0,5 \cdot 10^{14} \text{ m}^{-2}$, Abb. 4.4.1-36. Die beiden anderen Proben (650°C, 120 MPa, 1088 h, 21,7% Bruchdehnung bzw. 650°C, 110 MPa, 3595 h, 22,8% Bruchdehnung) ordnen sich sinnvoll in das oben beschriebene Verhalten ein, Abb. 4.4.1-36 und -37.

In der 6468 h-Probe werden überschüssige Versetzungen meist von ausgeschiedenen Carbiden festgehalten bzw. stehen in Wechselwirkung mit Subkorn Grenzen, Abb. 4.4.1-58. Weiterhin ist in dieser Probe feststellbar, daß Ketten feiner M_{23}C_6 -Carbide auf vormals vorhandenen Subkorn Grenzen stehengeblieben sind, Abb. 4.4.1-59.

In allen untersuchten Proben finden sich feine MX-Partikel (globulare Nb(C,N), plattenartige VN und Kombinationen davon, sogenannte 'Propeller'), zum Teil verknüpft mit Versetzungen, beispielhaft dargestellt anhand der 6468 h-Probe, Abb. 4.4.1-60.

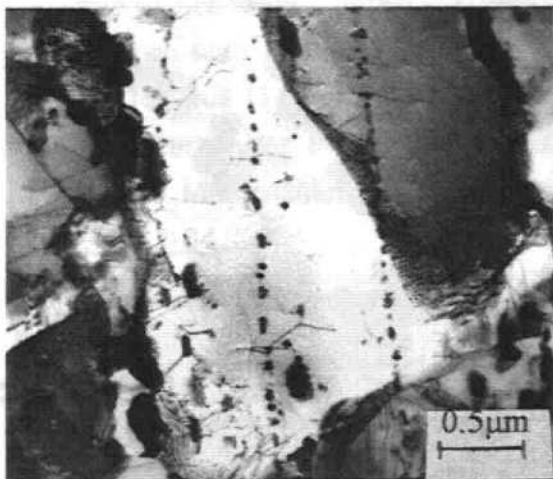


Abb. 4.4.1-59: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8% Bruchdehnung, Schaft, Lieferzustand): Ketten feiner M_{23}C_6 -Carbide auf ehemaligen Subkorn Grenzen

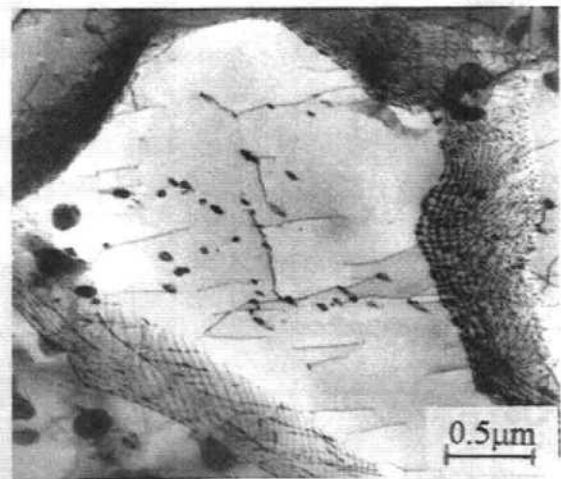
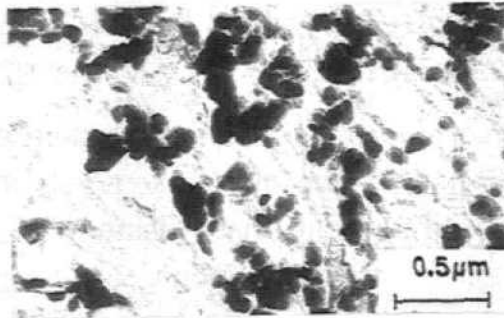


Abb. 4.4.1-60: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8% Bruchdehnung, Schaft, Lieferzustand): plattenartige VN, globulare Nb(C,N), 'Propeller' VN-Nb(C,N)

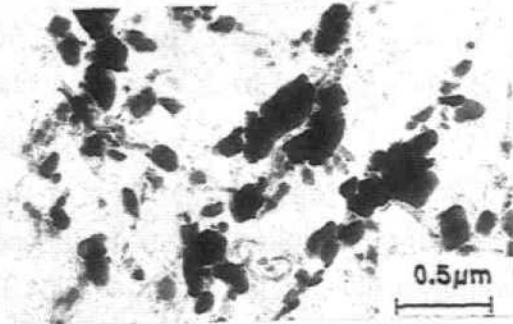
Laves-Phase wurde in Proben mit einer Laufzeit von 1088 h und mehr entdeckt. Eine von der 6468 h-Probe mittels energiedispersiver Röntgenanalyse (EDX) vorgenommene Bestimmung der chemischen Zusammensetzung belegt auch hier, wie bei der 600°C-Probe längerer Laufzeit (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung), einen beträchtlichen Anteil an W, der der Matrix zur Mischkristallhärtung entzogen wurde, Abb. 4.4.1-46.

Der Einfluß der Spannung und der Beanspruchungsdauer auf die statistische Größenverteilung der ausgeschiedenen Partikel wurden an vom Kopf und Schaft der 23 h- und 6468 h-Probe entnommener Extraktionsreplika, Abb. 4.4.1-61a bis d untersucht, Abb. 4.4.1-62a und b.

Probe: 650°C, 160 MPa, 23 h, 27,5% Bruchdenung

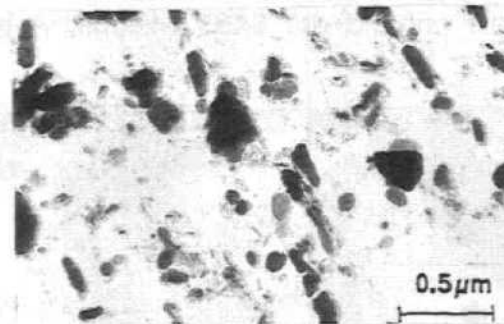


a) Kopf

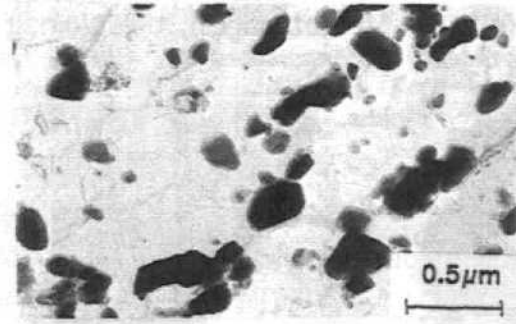


b) Schaft

Probe: 650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8% Bruchdenung

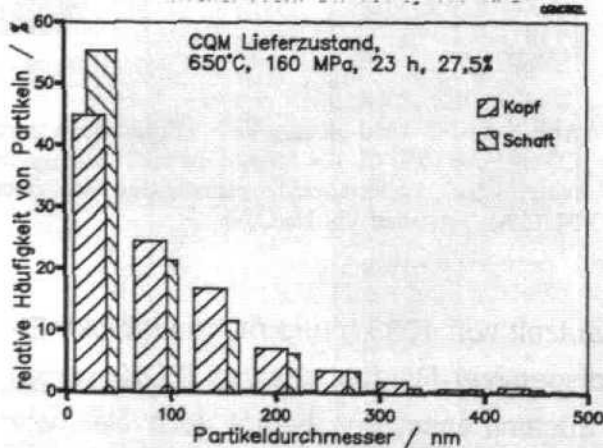


c) Kopf

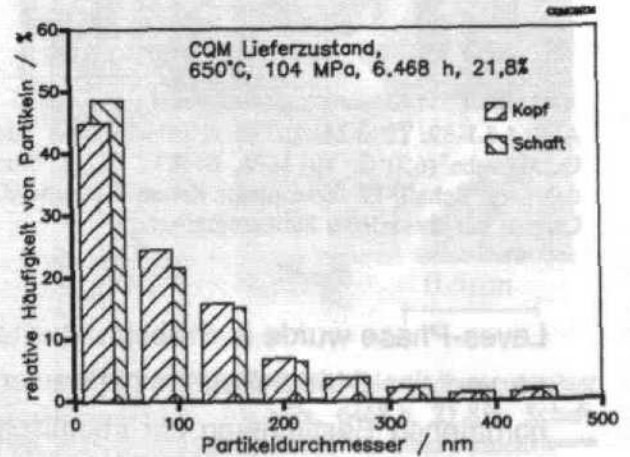


d) Schaft

Abb.4.4.1-61: Extraktionsreplika zur Bestimmung der statistischen Größenverteilung der ausgeschiedenen Partikel in zeitstandbeanspruchten CQM-Proben (Lieferzustand)



a) Probe: 650°C, 160 MPa, 23 h, 27,5%



b) Probe: 650°C, 104 MPa, 6468 h, 21,8%

Abb. 4.4.1-62: Relative Häufigkeit ausgeschiedener Partikel von zeitstandbeanspruchten CQM-Proben

In beiden Proben sind tendenziell die gleichen Veränderungen zu erkennen. Die Fraktion der Partikel < 50 nm (Partikel kleiner als 4,5 nm Durchmesser meßtechnisch nicht berücksichtigt) zeigt im Schaft im Vergleich zum Kopf eine geringfügige Zunahme in der relativen Häufigkeit der Teilchen; bei den erfaßten Fraktionen bis zu einem Partikeldurchmesser von $< 27,5$ nm kehrt sich dieses Verhalten um oder bleibt indifferent. An der Probe mit längerer Belastungsdauer (6468 h) ist gegenüber der 23 h-Probe eine leichte Vergrößerung der Partikel in den Fraktionen mit einem Teilchendurchmesser > 300 nm, hervorgerufen durch $M_{23}C_6$ -Carbide und durch die Bildung der groben Laves-Phase, zu erkennen. Kopf und Schaft unterscheiden sich dabei kaum. Dies entspricht auch dem visuellen Eindruck, den die Bilder der zugehörigen Extraktionsreplika vermitteln, Abb. 4.4.1-61a bis d.

In die TEM-Untersuchungen bei den mit 650°C beanspruchten Proben wurde zum Vergleich mit Lieferzustand eine Probe mit einer 835°C -Anlaßbehandlung (W2) miteinbezogen. Diese Probe (W2: 650°C , 120 MPa, 66 h, 35,4% Bruchdehnung) unterschied sich der von unter vergleichbaren Bedingungen geprüften Probe des Lieferzustandes (L) (L: 650°C , 120 MPa, 1088 h, 21,7% Bruchdehnung) insbesondere durch eine in etwa um den Faktor 20 niedrigere Laufzeit bis zum Bruch, Tabelle 4.4.1-3. Trotz dieser deutlich kürzeren Laufzeit zeichnet sich die 835°C -Probe bereits durch eine um rund 1 Drittel höhere Subkornbreite gegenüber der des Lieferzustandes aus ($1,35 \pm 0,18 \mu\text{m}$ im Verhältnis zu $0,86 \pm 0,13 \mu\text{m}$), Abb. 4.4.1-37. Im Gegensatz zu der Probe des Lieferzustandes, Abb. 4.4.1-63, ist bei der 835°C -Probe die Martensitlattenstruktur noch relativ deutlich sichtbar erhalten geblieben, Abb. 4.4.1-64.

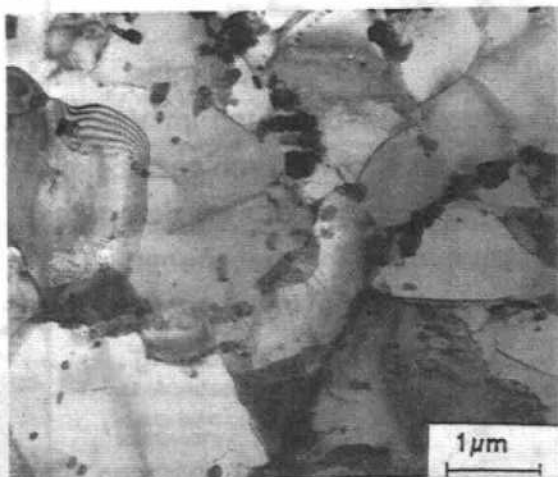


Abb. 4.4.1-63: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C , 120 MPa, 1088 h, 21,7%, Schaft, Lieferzustand): beginnende Polygonisation in der Subkornstruktur

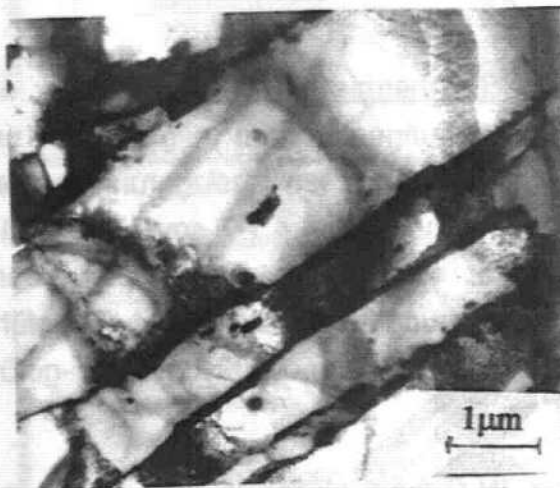


Abb. 4.4.1-64: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter Probe (650°C , 120 MPa, 66 h, 35,8%, Schaft, 835°C angelassen): starke Carbidbelegung auf den Subkorn Grenzen, Entstehung äquiaxialer Subkörner, geringe Versetzungsdichte

Auffällig ist jedoch die Bildung großer äquiaxialer Subkörner innerhalb der Martensitlatten. Diese Bereiche weisen eine sehr niedrige Versetzungsichte auf. Vereinzelt treten Versetzungen im Korninneren an $M_{23}C_6$ -Carbiden bzw. MX-Carbonitriden auf oder formieren sich an einer Subkorngrenze, Abb. 4.4.1-65. Bemerkenswert ist dabei auch die geringe Carbidbelegung der Korngrenzen. Erstaunlicherweise finden sich nach einer solch kurzen Beanspruchungsdauer von 66h schon große Laves-Phasen-Partikel auf den Korngrenzen, Abb. 4.4.1-66.



Abb. 4.4.1-65: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C, 120 MPa, 66 h, 35,4%, Schaft, 835°C angelassen): vereinzelte Versetzungen an $M_{23}C_6$ o. MX, geringe Carbidbelegung auf Subkorngrenzen

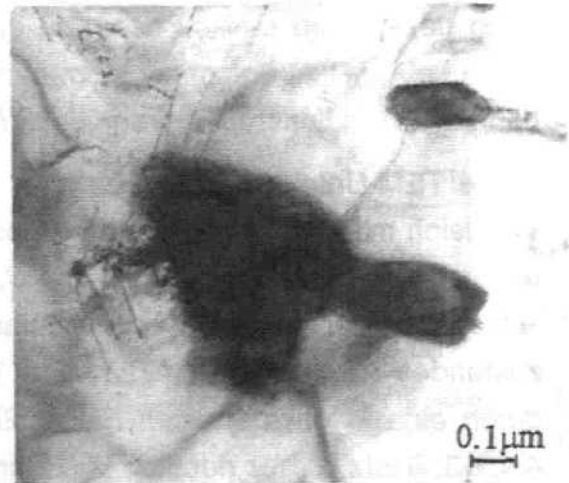


Abb. 4.4.1-66: TEM-Metallfolie zeitstandbeanspruchter CQM-Probe (650°C, 120 MPa, 66 h, 35,4% Bruchdehnung, Schaft, 835°C angelassen): grobe Laves-Phasen-Partikel auf Korngrenzen

- nach thermischer Alterung Die nach Tabelle 4.3.1-2 geplanten TEM-Untersuchungen wurden aufgrund der nach Zeitstandbeanspruchung im Vergleich zur rein thermischen Auslagerung festgestellten Härte- und Kerbschlagzähigkeitswerte, siehe Abb. 4.4.1-7 sowie 4.4.1-71 und -72, im Rahmen der an den gemäß Tabelle 4.3.1-3 an den Köpfen der Zeitstandproben vorgesehenen TEM-Untersuchungen ersatzweise durchgeführt, siehe auch Tabelle 4.4.1-3 bzw. Abschnitt 4.4.1.2 'Grundwerkstoff/Mikrogefüge(TEM)/ Zeitstandbeanspruchung'.

Der W-Gehalt nimmt in der Matrix nach thermischer Alterung bei 600 und 650°C/<10.000 h in etwa in gleichen Maße wie bei Zeitstandbeanspruchung ab, d.h. Verlust von rund 1 Drittel durch Anreicherung in der Laves-Phase und den $M_{23}C_6$ -Carbiden, siehe auch Abb. 4.4.1-46.

3 Kurzzeitfestigkeit (Lieferzustand und verschiedene Wärmebehandlungszustände)

Entsprechend der in Tabelle 4.3.1-1 für den Grundwerkstoff dargestellten Versuchsmatrix war am Rohr CQM nach unterschiedlichen Austenitisierungs- und Anlaßtemperaturen die Kurzzeitfestigkeit bei 20, 600 und 650°C zu ermitteln. Bei dem Schmiedestück CMS beschränkte sich diese Bestimmung auf den Lieferzustand. Die Ergebnisse sind graphisch in den Abb. 4.4.1-67 wiedergegeben.

Die 0,2%-Dehngrenze und die Zugfestigkeit nehmen unter dem Einfluß einer steigenden Anlaßtemperatur deutlich ab, wobei eine Zunahme in der Austenitisierungstemperatur in der Regel nur zu einem schwachen Anstieg führt. Die Bruchdehnung und die Brucheinschnürung verhalten sich entsprechend umgekehrt. Die Schmelze CMS zeigt gegenüber der von CQM geringfügig verbesserte Festigkeits- und Verformungseigenschaften.

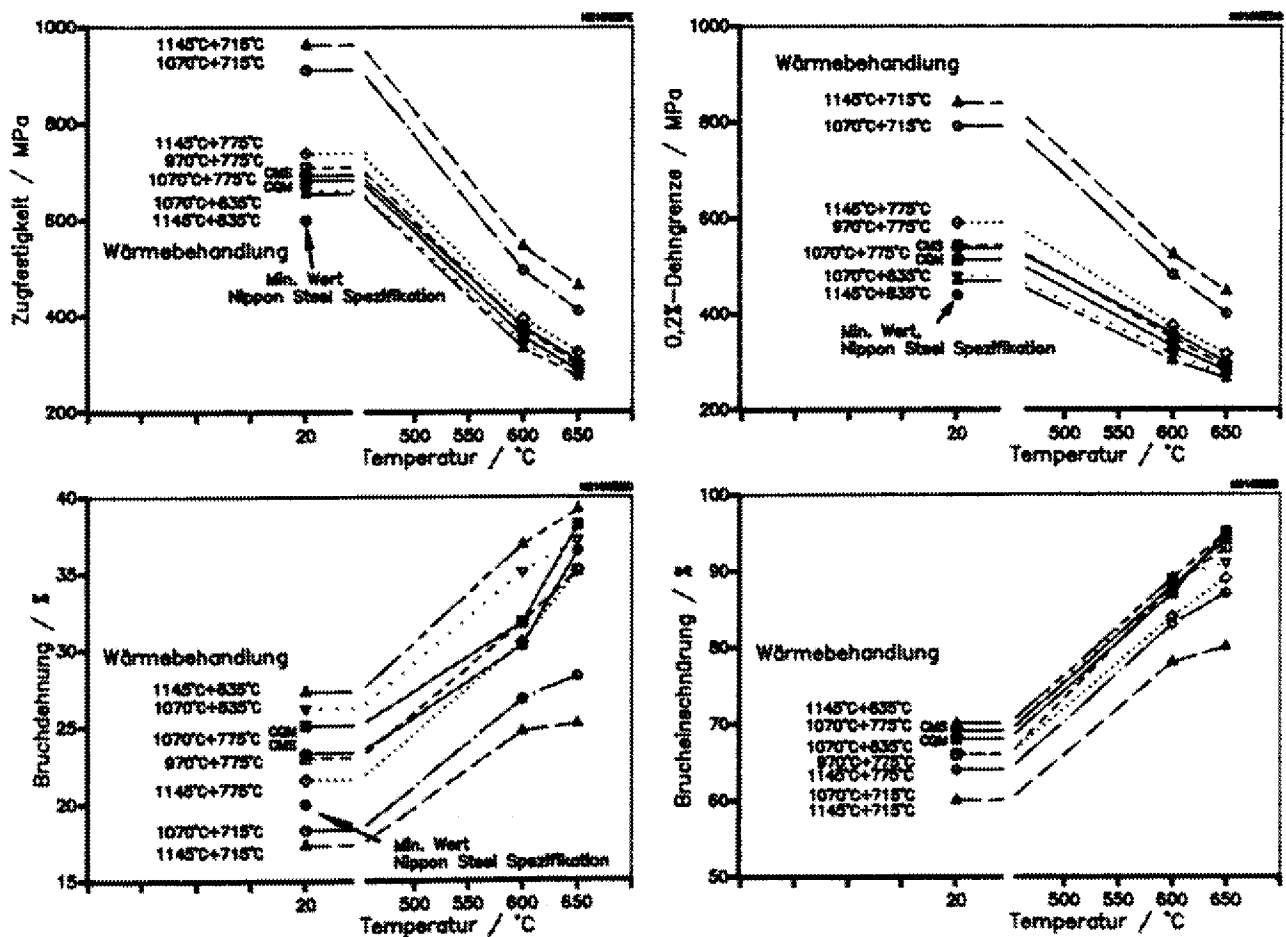


Abb. 4.4.1-67: 0,2% Dehngrenze, Zugfestigkeit, Bruchdehnung und -einschnürung bei Rt, 600 und 650°C in Abhängigkeit von der Austenitisierungs- und Anlaßtemperatur für die Schmelzen CQM und CMS

4 Kerbschlagzähigkeit (Lieferzustand und verschiedene Wärmebehandlungszustände)

Die Zähigkeitseigenschaften, gemessen an ISO-V-Proben im Kerbschlagbiegeversuch, wurden gemäß Tabelle 4.3.1-1 schwerpunktmäßig an der Rohrschmelze CQM in verschiedenen Wärmebehandlungszuständen ermittelt. Bei der Schmiedestückschmelze CMS beschränkte sich die Prüfung auf den Lieferzustand. Neben dem Parameter Austenitisierungs- und Anlaßtemperatur wurde auch noch die Abhängigkeit der Kerbschlagzähigkeit von der Wanddicke und der Hauptverformungsrichtung untersucht. Im Hinblick auf den Einfluß des Kriechprozesses auf die Zähigkeitseigenschaften wurde noch ein Vergleich zwischen ISO-V-Kleinstproben und normalen ISO-V-Proben angestellt.

Bei der Betrachtung der Kerbschlagarbeitswerte A_V der Schmelze CQM (Lieferzustand) an aus Wanddickenmitte in axialer Richtung entnommenen ISO-V-Proben ist eine ausgeprägte Streuung in der A_V -T-Kurve festzustellen (maximale Spreizung von ΔT mit ca. 60°C und von ΔA_V mit ca. 130 J , Abb. 4.4.1-68a. Die knapp unterhalb der äußeren und inneren Oberfläche entnommenen Proben (Einzelwerte) liegen in der unteren Hälfte des Streubandes und nähern sich der Mittelwertkurve der Mitte Wand-Proben an, Abb. 4.4.1-68a. Bei der Schmelze CMS (Lieferzustand) liegen die Einzelwertkurven für außen, Mitte Wand und innen, gemessen an Tangentialproben, relativ dicht beieinander, Abb. 4.4.1-68b.

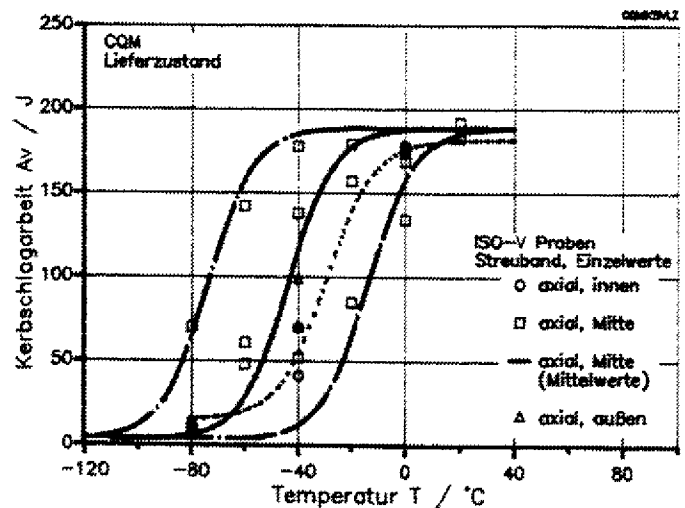


Abb. 4.4.1-68a: Kerbschlagarbeit in axialer Richtung in Abhängigkeit der Probenentnahmetiefe und Temperatur für die Schmelze CQM

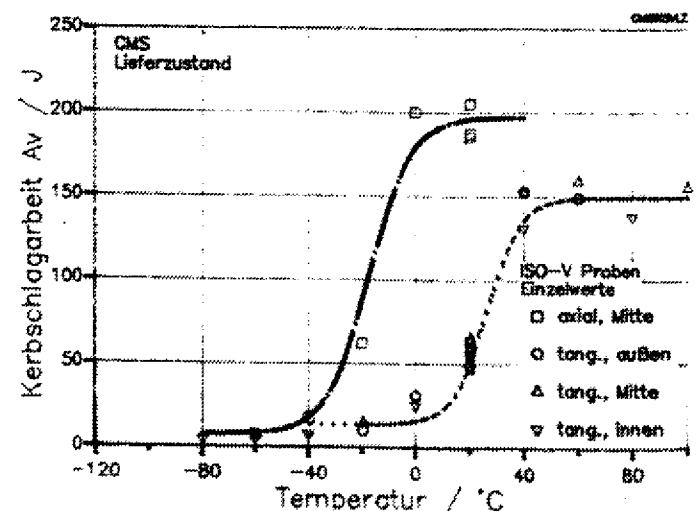


Abb. 4.4.1-68b: Kerbschlagarbeit in tangentialer Richtung in Abhängigkeit der Probenentnahmetiefe und Temperatur für die Schmelze CMS

Die Hochlagenwerte liegen im Lieferzustand für CQM-axial oberhalb von 180 J und für CMS-tangential bei größer 150 J, wobei diese Werte in etwa bei Raumtemperatur bzw. bei 40°C erreicht werden. Die hieran erkennbare Abhängigkeit von der Hauptverformungsrichtung ist deutlich in Abb. 4.4.1-68b herausgestellt. Für CMS-axial ergeben sich in der Hochlage der Kerbschlagarbeitswerte ähnliche Verhältnisse wie für CQM-axial, Abb. 4.4.1-68c.

Die Wirkung des Anlassens (715, 775 und 835°C/2 h) auf die Kerbschlagarbeit der Schmelze CQM bei unterschiedlich hoher Austenitisierungstemperatur (1070 und 1145°C) ist aus den Abb. 4.4.1-69a und b zu entnehmen. Sowohl nach einem Austenitisieren bei 1070°C (Lieferzustand) als auch bei 1145°C zeigen sich für die Anlaßtemperatur von 835°C die höchsten Kerbschlagarbeitswerte (> 200 J). Bei einem Anlassen von 775°C (Lieferzustand) ergeben sich in der Hochlage nur unwesentlich schlechtere Kerbschlagarbeitswerte. Während nach einem Austenitisieren bei 1070°C die 835°C-Werte im Streuband der 775°C-Werte liegen, ist bei 1145°C Austenitisierungstemperatur keine Differenzierung zu erkennen, Abb. 4.4.1-69b. Ein Anlassen bei nur 715°C führt bei beiden Austenitisierungstemperaturen

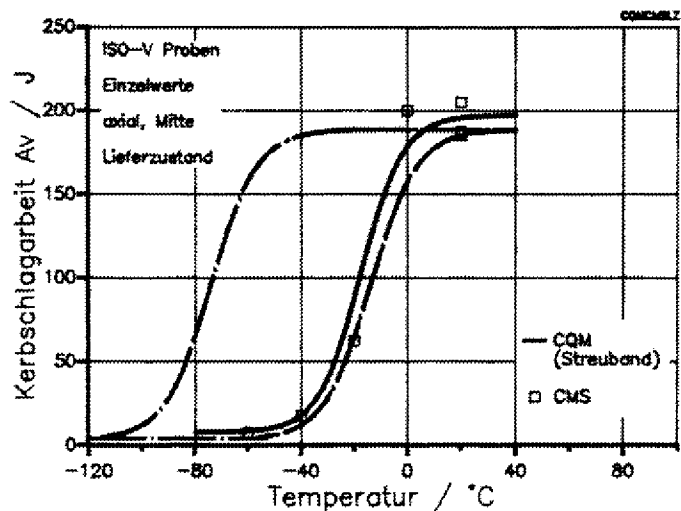


Abb. 4.4.1-68c: Kerbschlagarbeits-Temperaturkurve im Vergleich der beiden Schmelzen CQM und CMS

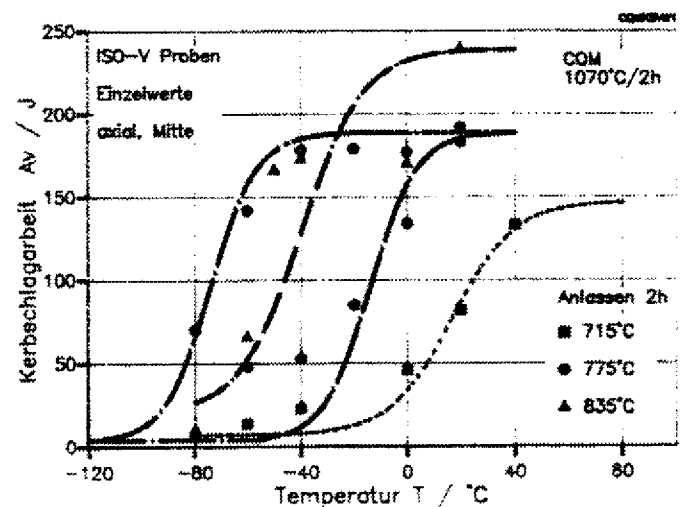


Abb. 4.4.1-69a: Einfluß des Anlassens bei 1070°C Austenitisierung auf die Kerbschlagarbeit der Charge CQM

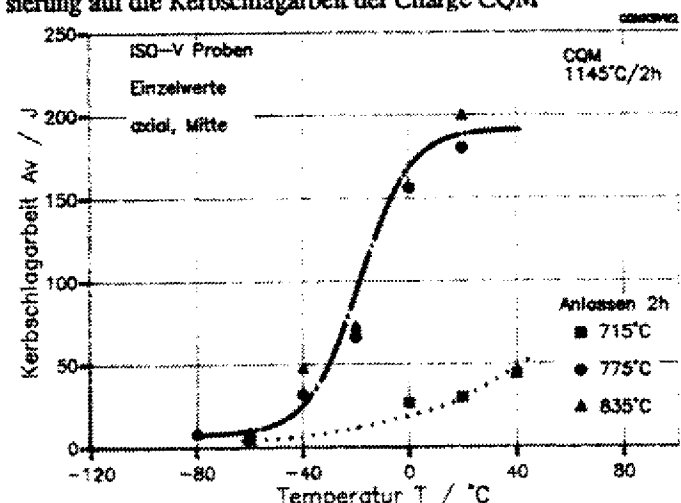


Abb. 4.4.1-69b: Einfluß des Anlassens bei 1145°C Austenitisierung auf die Kerbschlagarbeit der Charge CQM

zu vergleichsweise niedrigen Kerbschlagarbeitswerten, was sich in einer signifikanten Verschiebung der A_V -T-Kurve zu höheren Temperaturen (ΔT ca. 40 bis 80°C) äußert, Abb. 4.4.1-69a und b).

Der Einfluß des Austenitisierens (970, 1070 (Lieferzustand) und 1145°C) auf die Kerbschlagarbeit bei einer bestimmten Anlaßtemperatur (715, 775 (Lieferzustand) und 835°C) ergibt sich aus den Abb. 4.4.1-70a-c. Deutlicher Unterschiede in der Hochlage und der Lage der A_V -T-Kurve machen sich bei einer Anlaßtemperatur von 715°C dergestalt bemerkbar, daß 1145°C Austenitisierungstemperatur die ungünstigsten Werte aufweist, Abb. 4.4.1-70a. Mit steigender Anlaßtemperatur auf 775°C bzw. 835°C verschwindet der Einfluß der Austenitisierungstemperatur; die Hochlagenwerte und die A_V -T-Kurven (kleinste Einzelwerte) gleichen sich immer mehr an, Abb. 4.4.1-70b und c.

ISO-V-Kleinstproben haben in der Hochlage, gemessen bei Raumtemperatur, infolge des deutlich geringeren Widerstandsmomentes (kleineres Ligament) auch bei einem kürzeren Hebelarm (kleinere Probenlänge), siehe Abb. 4.2.2-4, in etwa einen um den Faktor 2,7 geringeren Verbrauch an Kerbschlagarbeit, Tabelle 4.4.1-4. Dies gilt unabhängig von der Probenentnahmetiefe und -richtung. Die Streuung der Kerbschlagarbeitswerte ist relativ gering.

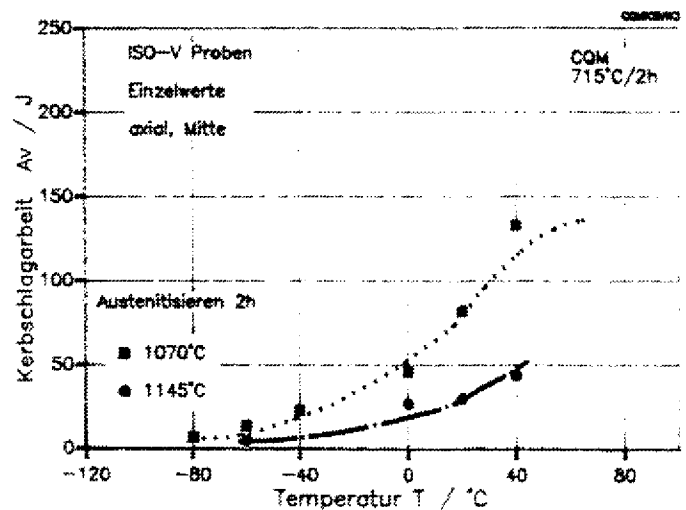


Abb. 4.4.1-70a: Einfluß des Austenitisierens auf die Kerbschlagarbeit der Schmelze CQM bei 715°C Anlassen

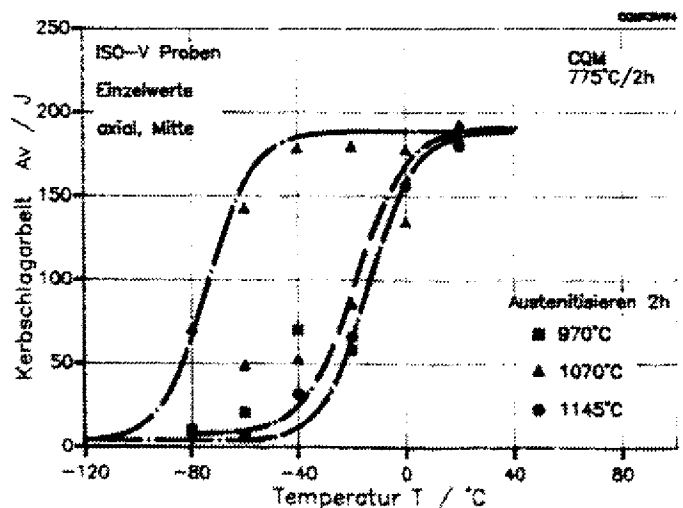


Abb. 4.4.1-70b: Einfluß des Austenitisierens auf die Kerbschlagarbeit der Schmelze CQM bei 775°C Anlassen

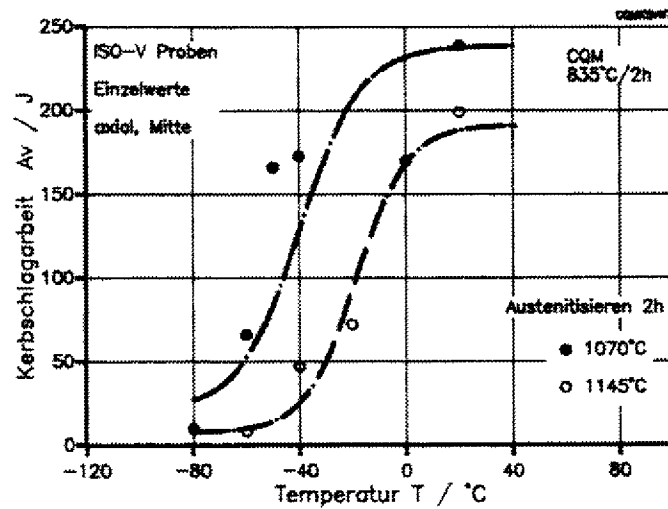


Abb. 4.4.1-70c: Einfluß des Austenitisierens auf die Kerbschlagarbeit der Schmelze CQM bei 835°C Anlassen

Probenentnahme		Kerbschlagzähigkeit a _K in J/cm ² bei Raumtemperatur		Verhältnis von a _K (ISO-V) zu a _K (Kl.pr.) *
Richtung	Tiefe	ISO-V-Kleinst- probe (Kl.pr.)	ISO-V-Probe	
axial	außen	81	216	2,6
		82		
	Mitte	81	231	2,85
		83	240	2,89
		80	228	2,85
	innen	85	218	2,56
86		222	2,58	
87				
tangential	außen	77		
		81		
	Mitte	78		
		76		
		81		
	innen	84		
76				
84				

* Mittelwert aus a_K (ISO-V) / a_K (Kl.pr.) = 2,7

Tabelle 4.4.1-4: Vergleich der Kerbschlagzähigkeit bei Raumtemperatur (Rt) von ISO-V-Proben mit ISO-V-Kleinstproben entnommen aus dem Grundwerkstoff im Lieferzustand der Rohrcharge CQM

5 Thermische Alterung ohne und mit Spannung

Zur Klärung der Frage, wie sich die Zähigkeit des Werkstoffes NF616 nach thermischer Auslagerung bzw. nach Zeitstandsbeanspruchung verhält, wurden in dem in Tabelle 4.3.1-2 sowie -3 und 4.3.2-1 und -2 angegebenen Umfang (in Überwiegender Zahl im Lieferzustand (L); in einem Einzelfall (CQM) im Wärmebehandlungszustand $970^{\circ}\text{C}/2\text{ h} + 775^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$) Kerbschlagbiegeprüfungen an Proben der Schmelzen CQM und CMS durchgeführt, die langfristig (1.000 bis knapp 11.000 h) einer Temperatur von 600 und 650°C ohne und mit Spannung ausgesetzt waren.

Die Minderung der Kerbschlagarbeit nach thermischer Auslagerung von Proben der Schmelze CQM ist für 600°C nach 1.000 h innerhalb des Betrachtungszeitraumes von 9.000 h weitestgehend abgeschlossen; für 650°C zeichnet sich dies erst nach mehr als 9.000 h ab, Abb. 4.4.1-71). Die Minderung beträgt bei 600°C ca. 30% des Ausgangswertes, bei 650°C rund 80%, was Kerbschlagarbeitswerten von größer 140 J bzw. 35 J entspricht.

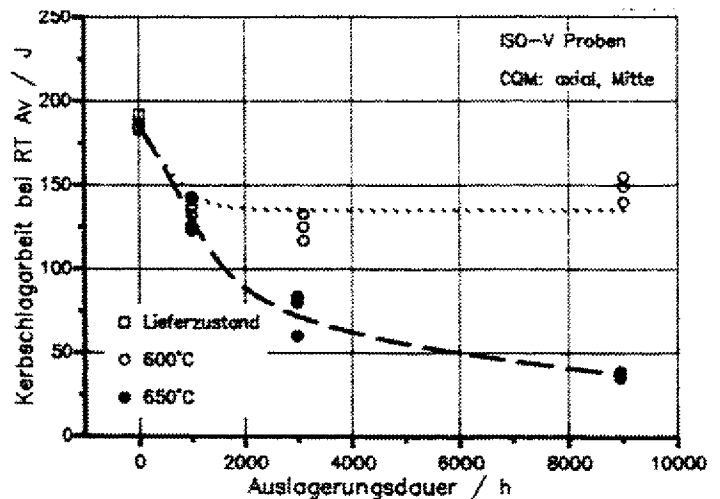


Abb. 4.4.1-71: Einfluß der thermischen Auslagerung (600°C und 650°C) auf die Kerbschlagarbeit bei Raumtemperatur der Schmelze CQM

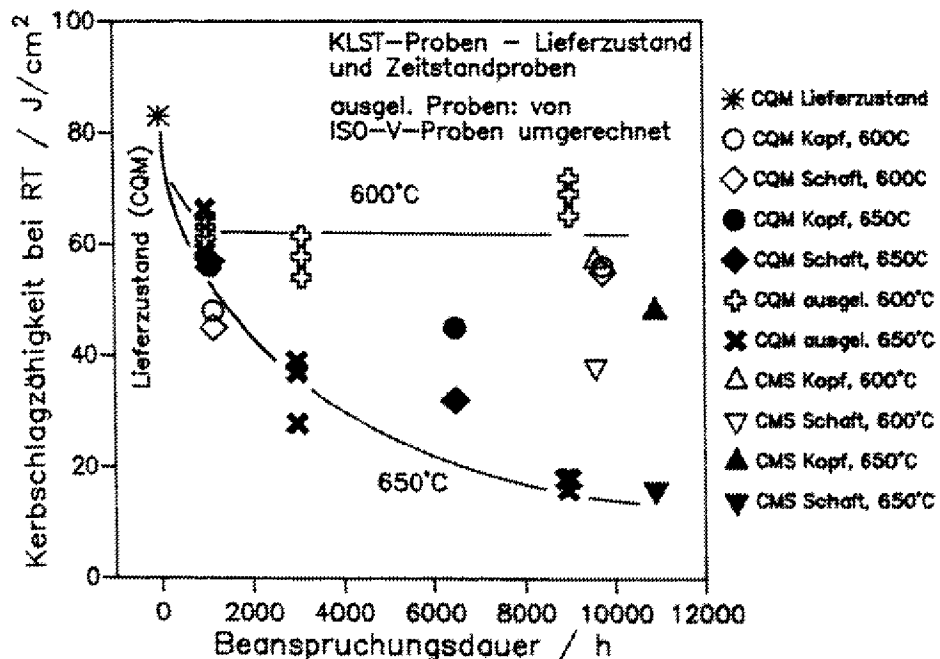


Abb. 4.4.1-72: Einfluß der Zeitstandsbeanspruchung auf die Kerbschlagarbeit bei Rt der Chargen CQM und CMS im Vergleich zur thermischen Auslagerung

Erfäßt man die Kerbschlagzähigkeit zeitstandbeanspruchter Proben mittels ISO-V-ähnlicher Kleinstproben, ist sowohl für 600°C als auch für 650°C unabhängig von der angelegten Prüfspannung im Probenschaft ein stärkerer Abfall in der Kerbschlagzähigkeit als im Kopf der Probe festzustellen, Abb. 4.4.1-72. In der Regel verstärkt sich dieser Effekt mit zunehmender Beanspruchungsdauer und kann rund ein Drittel bei 600°C bzw. die Hälfte bei 650°C ausmachen.

Bezieht man in diese Betrachtung die an ISO-V-Proben gemäß Abb. 4.4.1-71 nach rein thermischer Auslagerung gewonnenen Kerbschlagzähigkeitswerte (umgerechnet von ISO-V-Proben auf ISO-V-ähnliche Kleinstproben mit dem Divisor 2,7 gemäß Tabelle 4.4.1-4) mit ein, ergibt sich für den Vergleich zwischen thermisch ausgelagerten ISO-V-Proben und ISO-V-ähnlichen Kleinstproben aus dem Kopf zeitstandbeanspruchter Proben wegen der relativ starken Streuungen kein so einheitliches Bild mehr. Bei dieser Betrachtungsweise scheint der Einfluß der Temperatur den der Spannung zu überwiegen. So gesehen ist der Prozeß der Zähigkeitsminderung innerhalb des Beobachtungszeitraumes bei 600°C im wesentlichen nach rund 1.000 h abgeschlossen; für 650°C scheint dies erst nach ca. 10.000 h der Fall zu sein.

6 Zeitstandfestigkeit

Die Untersuchung der Zeitstandfestigkeit an der Rohrschmelze CQM und der Schmiedestückschmelze CMS erfolgte gemäß Tabelle 4.3.1-3 bzw. 4.3.2-1 mittels Versuchen zum Zeitdehnverhalten und durch Iso-Stressversuche. Bei der Schmelze CMS beschränkte sich dies auf den Lieferzustand; bei der Schmelze CQM wurden in den Iso-Stress-Versuchen noch 2 weitere Wärmebehandlungszustände (W1: 970°C/2 h+775°C/2 h und W2: 1070°C/2 h+835°C/2 h) mit erfaßt. Sämtliche Ergebnisse sind tabellarisch im Anhang zusammengefaßt; die graphische Darstellung ergibt folgendes Bild.

-Lieferzustand Die Zeitbruchkurven des Lieferzustandes der beiden Chargen CQM und CMS sind in Abb. 4.3.1-1 mit eingetragen. Die Zeitstandfe-

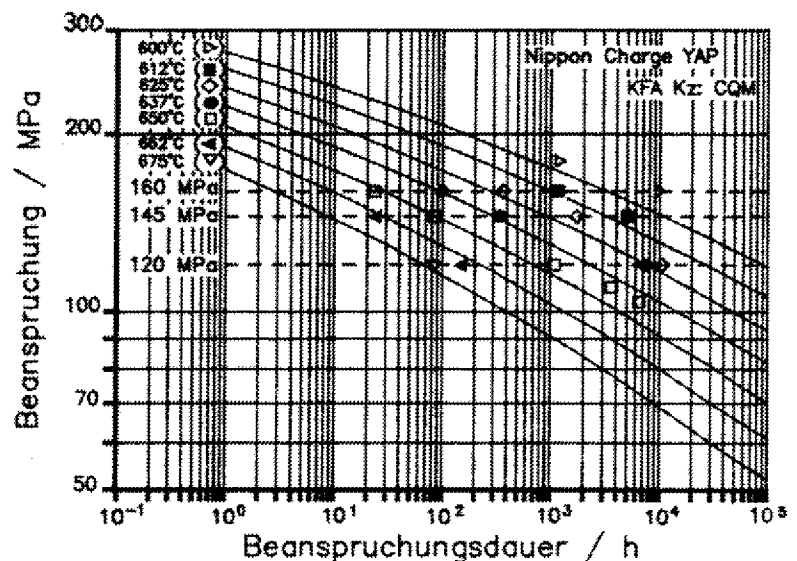


Abb. 4.4.1-73: Zeitbruchkurve aus Iso-Stress-Versuch der Charge CQM im Vergleich mit MCM-Extrapolation anhand von Herstellerangaben /80,123/

stigkeitwerte liegen auf oder oberhalb der nach der MCM-Methode (siehe Abschnitt 2.5.1.1 *Zeitstandfestigkeit*) aus Nippon-Steel -Daten /80/ extrapolierten Zeitbruchkurve. Dies gilt bis auf eine Ausnahme (120 MPa/662°C) auch für die Zeitbruchwerte aus dem Iso-Stress-Versuch, Abb. 4.4.1-73.

Die Zeitdehnlinsen sind beispielhaft für die Schmelze CQM im Lieferzustand bei der Prüftemperatur 600°C in linearer Darstellung in Abb. 4.4.1-74a wiedergegeben; für 650°C ist dies der Abb. 4.4.1-74b zu entnehmen. Bei einer angelegten Spannung von 120 MPa wird eine Kriechdehnung von 1% bei 600°C bereits nach 8.505 h erreicht; bei 132 MPa bereits schon nach 4.579 h. Für die Schmelze CMS wird der 1%-Wert entsprechend der nach Abb. 4.4.1-75 vorgenommenen Extrapolation zwar später erreicht, dennoch sind Zeiten zu erwarten, die für dieselben Spannungen deutlich unterhalb 10^5 h liegen werden.

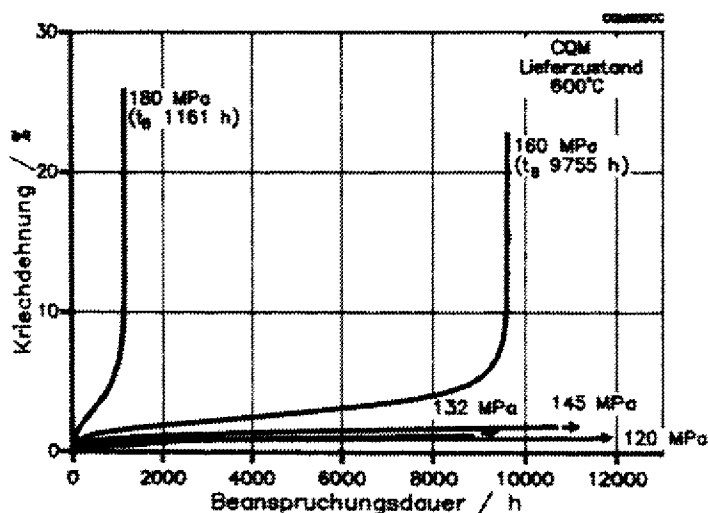


Abb. 4.4.1-74a: Zeitdehnlinsen der Schmelze CQM (Lieferzustand) für 600°C

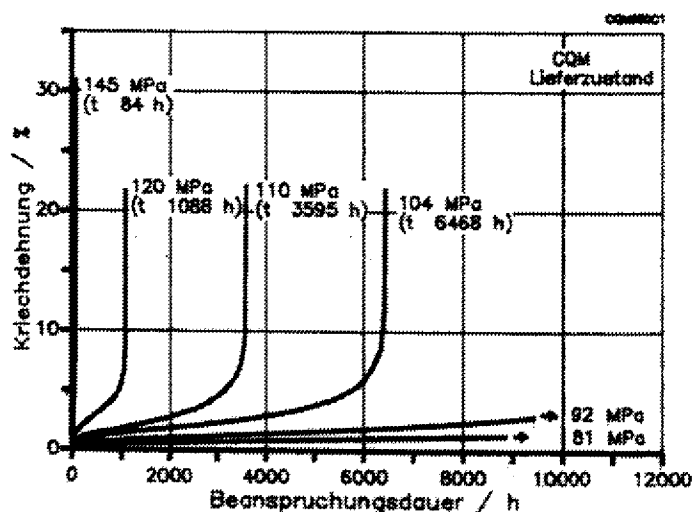


Abb. 4.4.1-74b: Zeitdehnlinsen der Schmelze CQM (Lieferzustand) für 650°C

Die Auftragung der Kriechdehnrate gegen die Kriechdehnung ist in Abb. 4.4.1-76a und b für die Prüftemperaturen 600 und 650°C als Funktion der Prüfspannung und in Abb. 4.4.1-77 für die Prüfspannung 120 MPa als Funktion der Prüftemperatur wiedergegeben.

Wird die vom sekundären Kriechbereich der Zeitdehnlinien, Abb. 4.4.1-74, abgeleitete sekundäre Kriechdehnraten entspricht der Steigung des linearen Kurvenverlaufes -, in Abhängigkeit der Prüfspannung aufgetragen, so erhält man für die Schmelzen CQM und CMS die in Abb. 4.4.1-78 in doppellogarithmischer Darstellung gezeigten Kurven. Die Auftragung läßt zwei Bereiche unterschiedlicher Kriechmechanismen erkennen. Die sekundäre Kriechdehnraten nimmt bei 120 MPa/600°C einen Wert oberhalb von 10^{-5} %/h an.

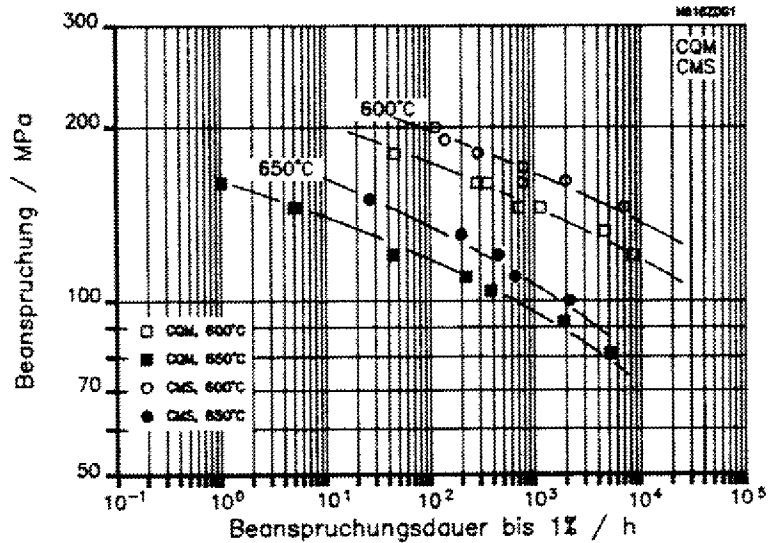
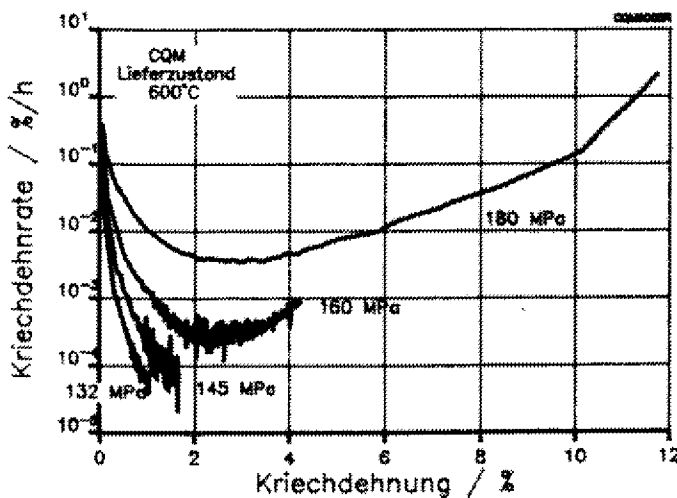
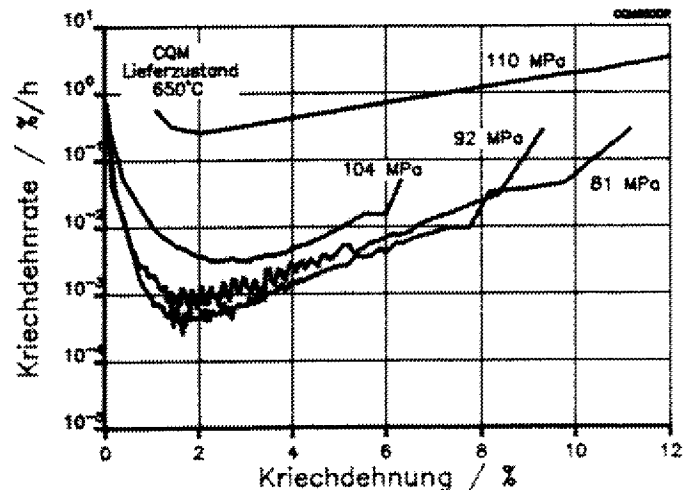


Abb. 4.4.1-75: 1%-Zeitdehngrenze der Schmelzen CQM und CMS (Lieferzustand) bei 600 und 650°C

Die Auftragung läßt zwei Bereiche unterschiedlicher Kriechmechanismen erkennen. Die sekundäre Kriechdehnraten nimmt bei 120 MPa/600°C einen Wert oberhalb von 10^{-5} %/h an.



a) Prüftemperatur 600°C



b) Prüftemperatur 650°C

Abb. 4.4.1-76: Kriechdehnraten in Abhängigkeit der Kriechdehnung für die Schmelze CQM (Lieferzustand), -Variable: Prüfspannung-

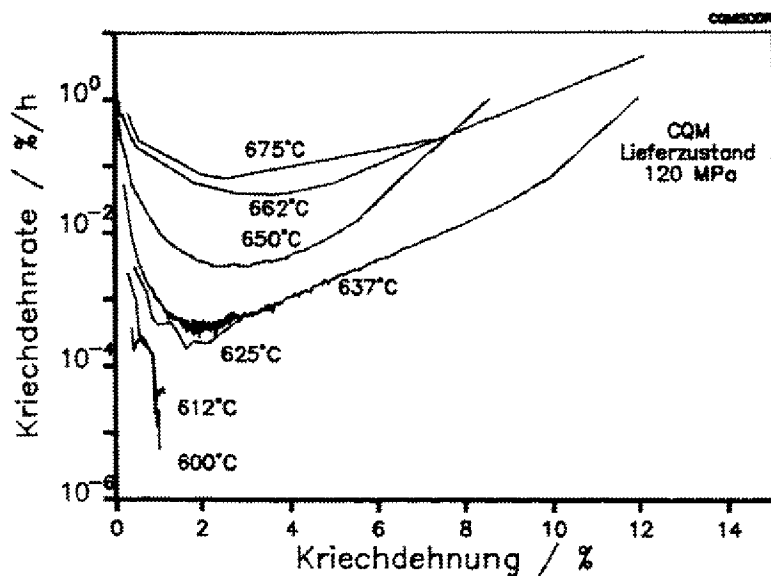


Abb. 4.4.1-77: Kriechdehnrate in Abhängigkeit der Kriechdehnung für CQM (Lieferzustand) bei einer Prüfspannung von 120 MPa (Variable: Temperatur)

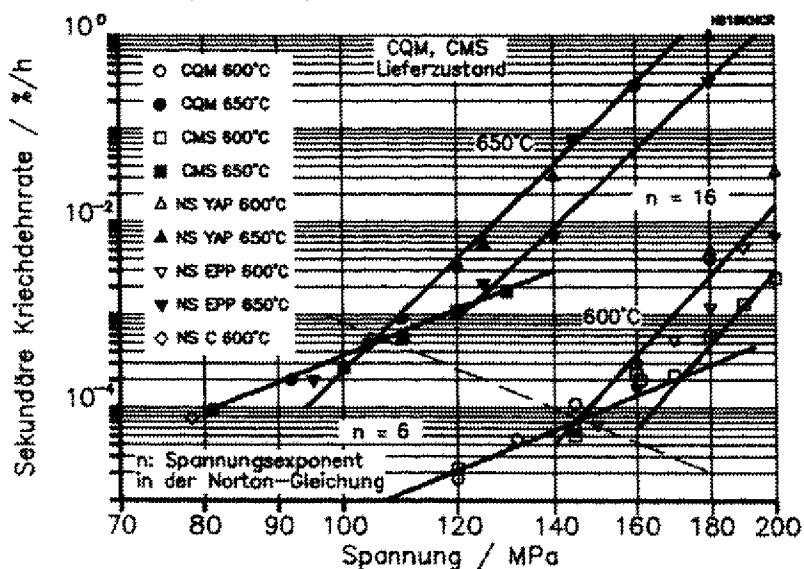


Abb. 4.4.1-78: Sekundäre Kriechdehnrate in Abhängigkeit der Prüfspannung (Variable: Temperatur) für die Schmelzen CQM und CMS (Lieferzustand) unter Einbeziehung von Herstellerangaben /80,123/

- unterschiedliche Wärmebehandlungszustände Der Einfluß der Wärmebehandlung auf die Zeitstandfestigkeit der Schmelze CQM ist aus den Abb. 4.4.1-79 und -80 ersichtlich. Die Zeitstandfestigkeiten und die sekundären Kriechdehnraten sind aus Iso-Stress-Versuchen abgeleitet.

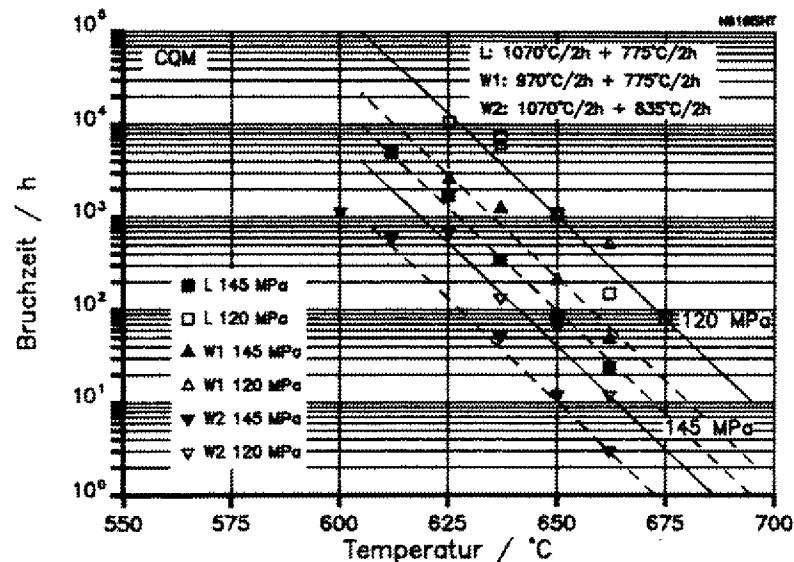


Abb. 4.4.1-79: Iso-Stress-Versuche (Bruchzeit als Funktion der Temperatur) an unterschiedlich wärmebehandelten Zeitstandproben der Schmelze CQM bei den Prüfspannungen 120 und 145 MPa

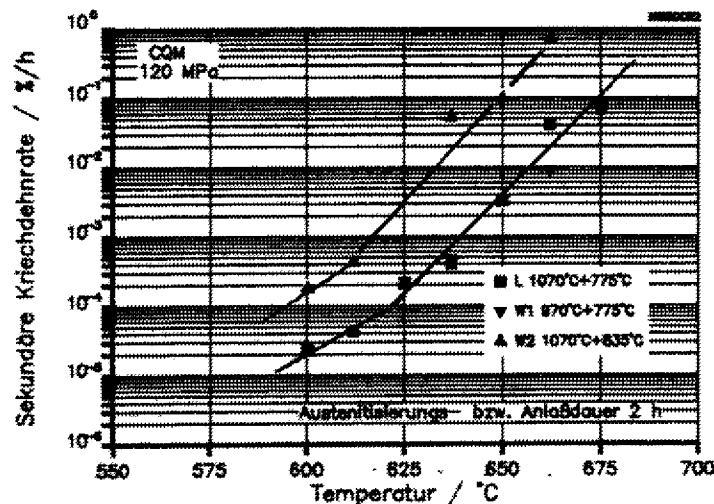


Abb. 4.4.1-80: Iso-Stress-Versuche (Kriechdehnrate als Funktion der Temperatur) an unterschiedlich wärmebehandelten Zeitstandproben der Schmelze CQM bei der Prüfspannung 120 MPa

Während die Proben nach einer Austenitisierung bei 970°C/2 h gegenüber einer bei 1070°C/2 h (entspricht Lieferzustand) und jeweils nachfolgender Anlaßglühung von 775°C nur geringfügig günstigere Werte aufweisen, zeigt sich der schädigende Einfluß der Anlaßtemperatur von 835°C deutlich im Vergleich zu 775°C und vorangegangener Austenitisierung bei 1070°C (entsprechend Lieferzustand). Die beschleunigte

nigende Wirkung einer steigenden Prüfspannung auf die Kriechneigung kommt in Abb.4.4.1-81 zum Ausdruck, wenn man die Bruchzeiten von 160 und 145 MPa einerseits mit 120 MPa andererseits in Abhängigkeit der Temperatur vergleicht.

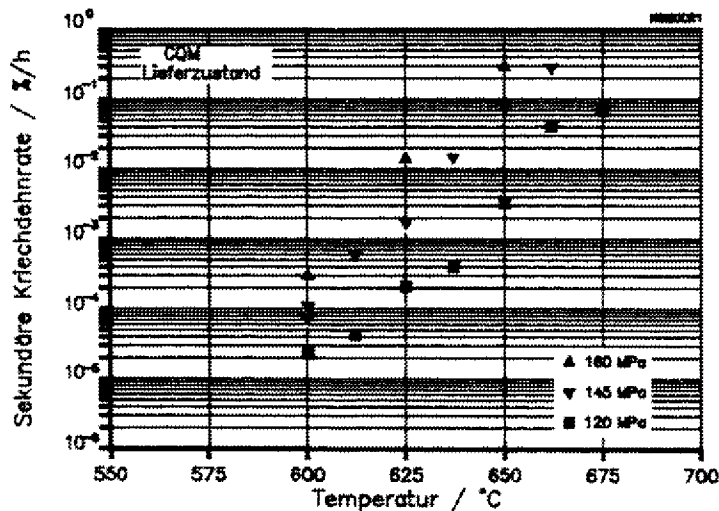


Abb. 4.4.1-81: Iso-Stress-Versuche (sekundäre Kriechrate als Funktion der Temperatur) an Zeitstandproben der Schmelze CQM (Lieferzustand) bei den Prüfspannungen 120, 145 und 160 MPa

Die im Rahmen dieser Arbeit in Zeitstandversuchen erreichten Laufzeiten von ca. 10.000 h lassen bei der Schmelze CQM -bis auf 1 Ausnahme- im Gegensatz zur Schmelze CMS noch keinen signifikanten Abfall in den Bruchdehnungs- und Brucheinschnürungswerten (A_U bzw. Z_{U1} bestimmt nach DIN 50118) erkennen, Abb. 4.4.1-82a und b; hierzu bedarf es offensichtlich längerer Prüfzeiten. Diese Aussage deckt sich mit dem Erscheinungsbild der festgestellten Bruchtypen. Ohne Ausnahme wurde bislang nur der Bruchtyp 3 nach DIN 50118, Abb.4.4.1-83, mit transkristalliner Bruchstruktur gefunden.

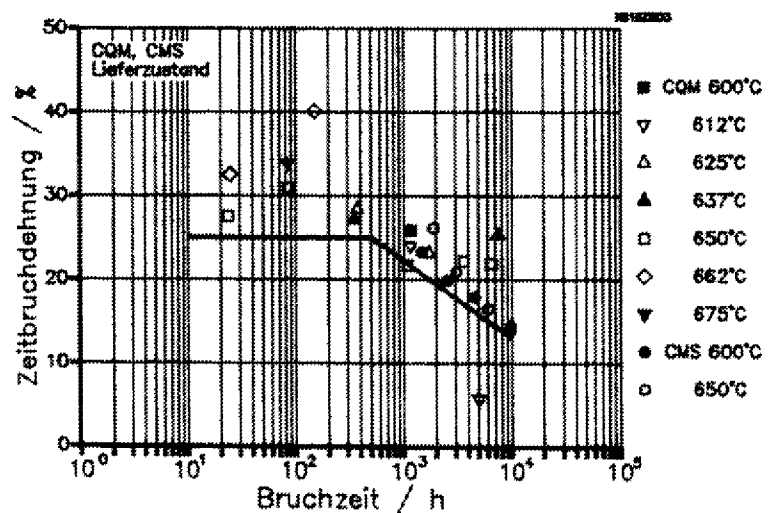


Abb.4.4.1-82a: Zeitbruchdehnung in Abhängigkeit von der Bruchzeit für die Schmelzen CQM und CMS (Lieferzustand), -Variable: Temperatur

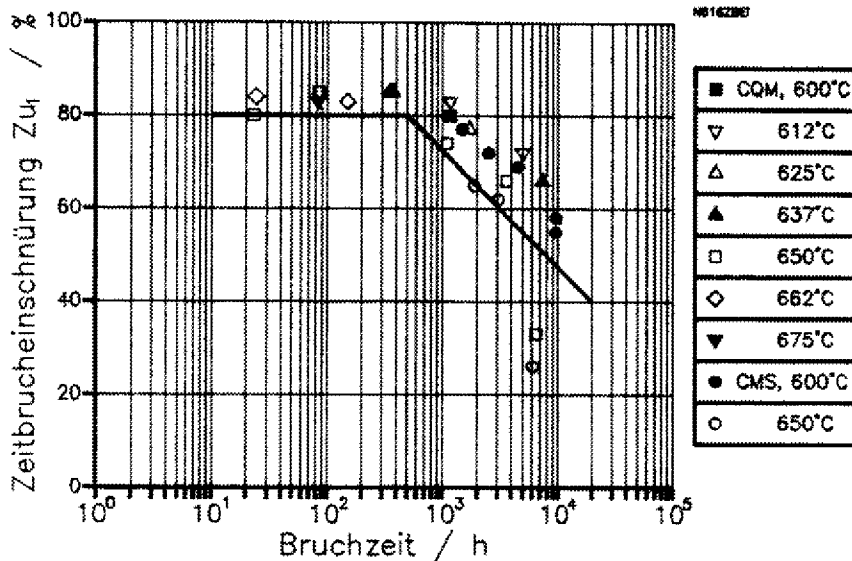


Abb. 4.41-82b: Zeitbrucheinschnürung in Abhängigkeit von der Bruchzeit für die Schmelzen CQM und CMS (Lieferzustand), -Variable: Temperatur

Bruchtyp 3

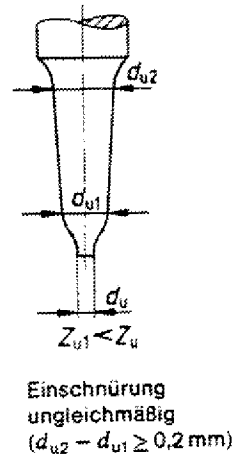


Abb. 4.4.1-83: Bruchtyp der Zeitstandproben

4.4.2 Schweißverbindung (Rohr CSJ/CSK und Schmiedestück CSS)

1 Chemische Zusammensetzung des Schweißgutes

In Tabelle 4.4.2-1 ist die chemische Zusammensetzung des Schweißgutes der Schweißnähte CSJ und CSK mit der Rohrcharge CQM und der Schweißnaht CSS mit der Schmiedestückcharge CMS im Vergleich zu Nippon-Angaben für NF616 (artgleiches Schweißgut und Grundwerkstoff) wiedergegeben. Bei den Schweißnähten CSJ und CSK, geschweißt mit NF616-ähnlichem Schweißzusatz (siehe Tabelle 4.1.2-1) fällt auf, sowohl der Mn-Gehalt (1.6 statt <0.60%) als auch der Ni-Gehalt (0.63 statt <0.40%) deutlich oberhalb des Spezifikationsgrenzwertes für den Grundwerkstoff von NF616 liegen /80,123/. Dies gilt gleichermaßen auch für die mit E911-ähnlichem Schweißzusatz hergestellte Schweißnaht CSS, wobei dort der Ni-Gehalt in etwa gleich groß, der Mn-Gehalt nur halb so hoch ist wie bei den beiden anderen Nähten. Der Mo-Gehalt liegt mit 0.87% etwas knapp, der W-Anteil mit 1.05% wie erwartet, bezogen auf den jeweiligen Vorgabewert von 1%.

Bemerkenswert ist auch der bei beiden Schweißzusätzen anzutreffende niedrige S-Gehalt von <0.004%.

Element	Rohr-Schweißnähte		Schmiedestück-Schweißgut	Nippon-Schweißgut ***	Spezifikationsvorgabe ***
Gew. %	CSJ	CSK	CSS *	SAW **	Grundwerkstoff NF616
C	0.085	0.082	0.104	0.086	0.06 - 0.13
Si	0.33	0.17	0.19	0.36	<0.50
Mn	1.60	1.60	0.72	1.53	0.30 - 0.60
P	n.b.	n.b.	n.b.	0.006	<0.020
S	0.001	0.002	0.004	0.003	<0.010
Cr	8.5	8.55	8.50	8.85	8.00 - 9.00
Mo	0.54	0.54	0.87	0.49	0.30 - 0.60
W	1.60	1.65	1.05	1.62	1.50 - 2.20
V	0.24	0.25	0.22	0.30	0.15 - 0.25
Nb	0.086	0.085	0.054	0.050	0.03 - 0.10
B	<0.008	<0.008	<0.008	n.b.	<0.006
N	0.038	0.037	0.042	0.041	0.030 - 0.070
Ni	0.63	0.62	0.63	0.58	<0.40
Al	<0.03	<0.03	<0.03	n.b.	<0.04

* Böhler-Schweißgut ähnlich E911

** SAW (Shielded Arc Welding): für NF616-artgleiche E-Hand-Schweißung mit Stabelektrode

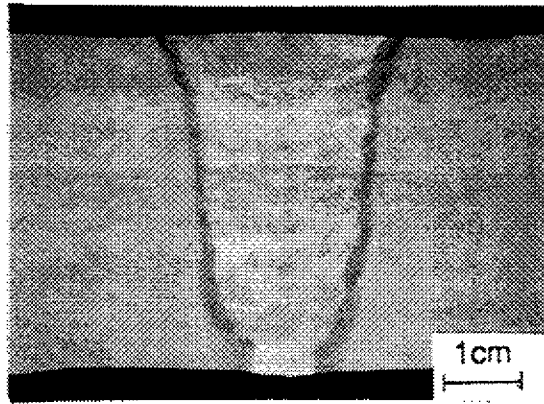
*** Angaben von Nippon nach /80, 123/

Tabelle 4.4.2-1: Chemische Zusammensetzung der Rohrschweißnähte CSJ und CSK, ähnlich NF616, und der Schmiedestückschweißnaht CSS, ähnlich E 9 1 1

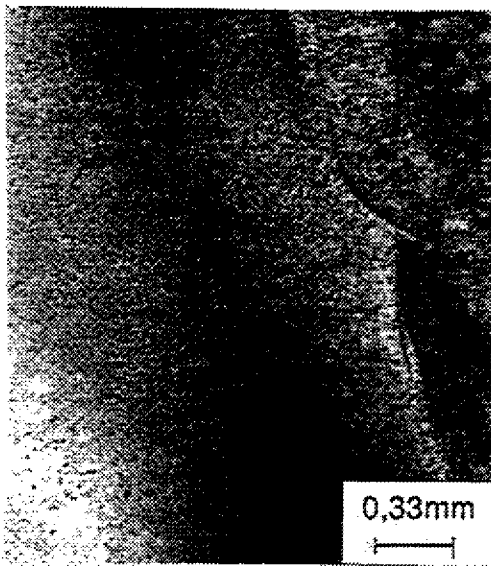
.2 Makro- und Mikrogefüge

- im geschweißten und angelassenen Zustand Von den 3 gemäß Tabelle 4.3.1-4 und 4.3.2-3 hergestellten Schweißnähten CSJ, CSK und CSS wurde beispielhaft von der Schweißnaht CSJ ein Makrobild der gesamten Schweißverbindung im Querschliff mit ausschnittsweiser Wiedergabe des Mikrogefüges aus dem Schweißgut und der Wärmeeinflußzone (WEZ) für den mit 740°C/4 h angelassenen Zustand in Abb. 4.4.2-1 ausgewählt.

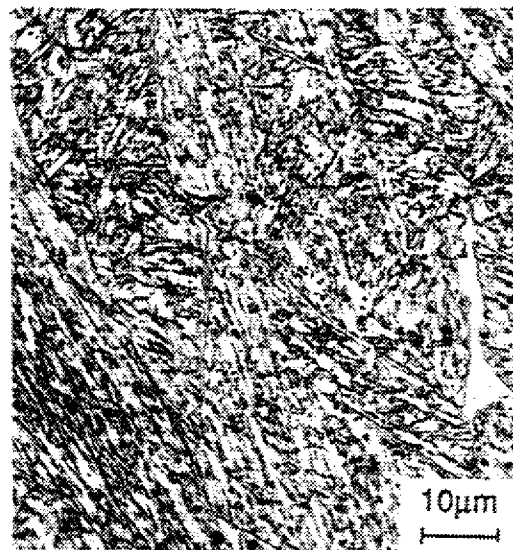
Der Nahtaufbau ist makroskopisch von einer sehr gleichmäßigen, viellagigen Raupenführung mit einer über den gesamten Querschnitt ziemlich homogen angelassenen WEZ (erkennbar an ca. 2-3 mm breitem Saum (Wärmehof)) geprägt.



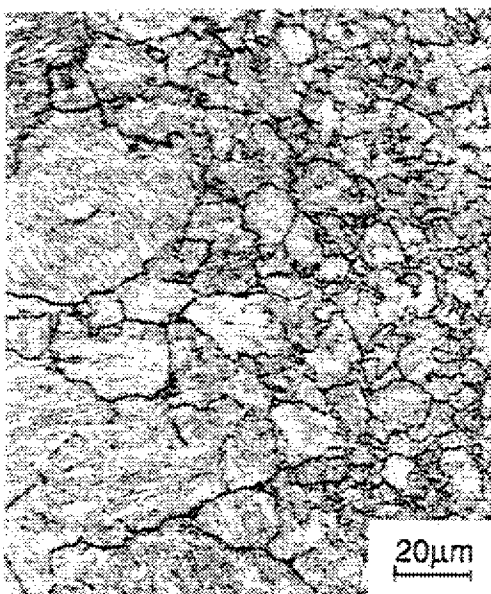
Schweißnahtübersicht 1:1



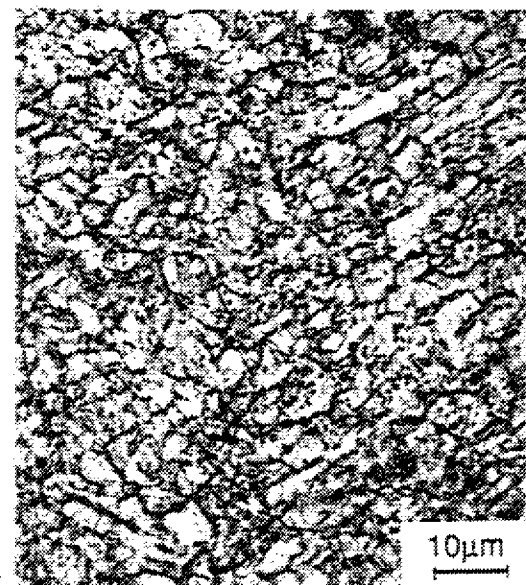
WEZ-Übersicht 30:1



Schweißgut 1000:1



Grobkorn - WEZ - Feinkorn 500:1



Feinkorn-WEZ 1000:1

Abb. 4.4.2-1: Querschliff aus der Schweißnaht CSJ mit Rohr CQM: Übersicht und ausschnittsweise Vergrößerung des Schweißgutes und der Wärmeinflußzone

Das Mikrogefüge des Schweißgutes der Schweißnaht CSJ (Rohrnaht, NF616-artgleich geschweißt) zeigt im geschweißten Zustand in den TEM-Untersuchungen (Probenentnahmeorte siehe Abb. 4.4.2-7) schwach angelassenen Martensit mit der typischen Lattenstruktur und zahlreichen $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen auf den ehemaligen Austenitkorgrenzen sowie Subkorgrenzen. Gelegentlich finden sich auch δ -Ferritinsele, die gleichfalls von $M_{23}C_6$ -Carbiden umsäumt sind, Abb. 4.4.2-2a. Durch den Anlaßvorgang bei $740^\circ\text{C}/4\text{ h}$ ist ein starker Erholungsprozeß des Mikrogefüges eingetreten, wobei die martensitische Grundstruktur mit $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen auf den Korgrenzen erhalten blieb, Abb. 4.4.2-2b. Vereinzelt sind auch nichtmetallische Einschlüsse bis zu einem Durchmesser von $1\text{ }\mu\text{m}$ anzutreffen.

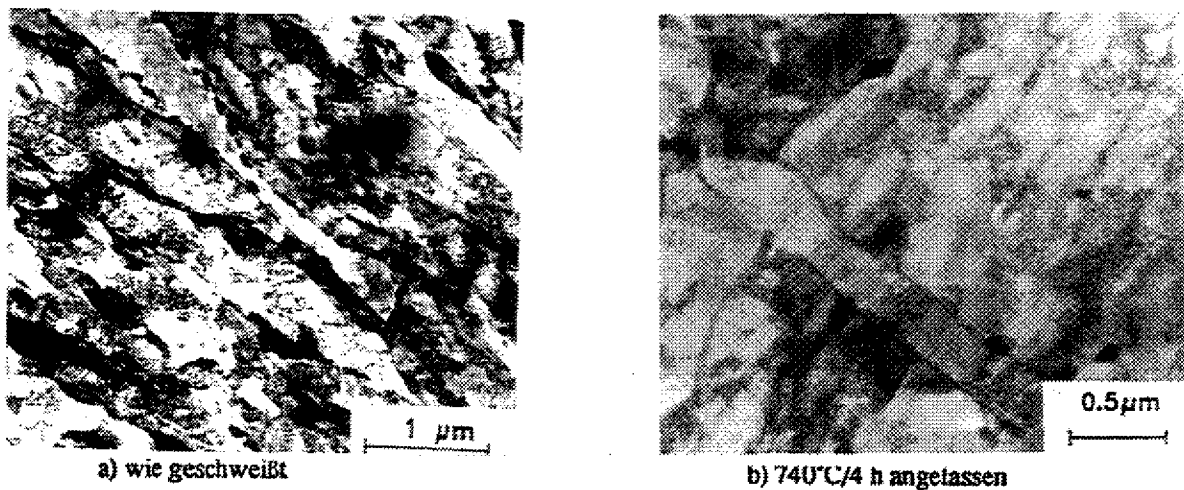
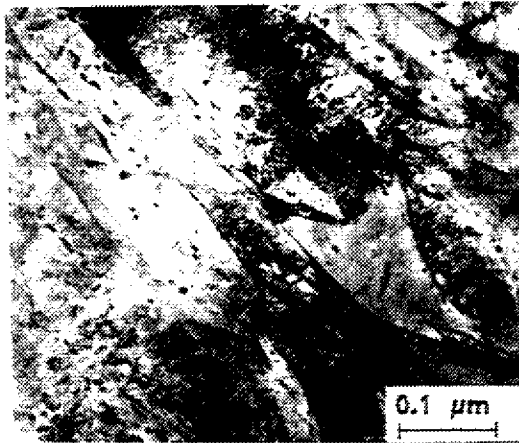


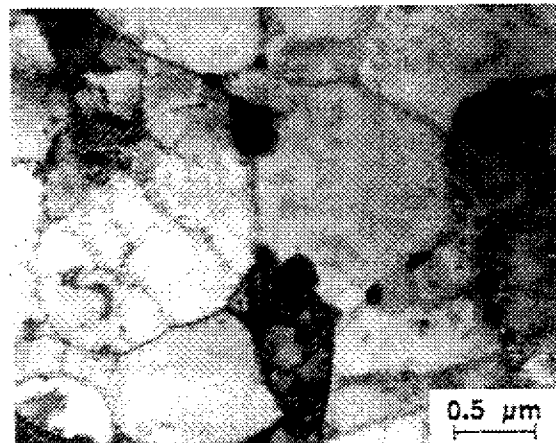
Abb. 4.4.2-2: TEM-Metallfolie aus dem Schweißgut (NF616-ähnlich) der Naht CSJ vor und nach der Wärmebehandlung $740/4\text{ h}$

In der Erweichungszone der WEZ der Schweißnaht CSJ ist im Mikrogefüge des nur geschweißten Zustandes ebenfalls schwach angelassener Martensit zu erkennen; allerdings sind die Martensitlatten nicht so ausgeprägt und die $M_{23}C_6$ -Carbide sehr uneinheitlich verteilt, Abb. 4.4.2-3a. Dementsprechend enthüllt sich im angelassenen Zustand eine Subkornstruktur mit polygonalem Charakter und geringer Versetzungsdichte, Abb. 4.4.2-3b.

Das Schweißgut der Schweißnaht CSS (E 911-artgleich geschweißt) weist im angelassenen Zustand ($740^\circ\text{C}/4\text{ h}$) eine Martensitlattenstruktur mit variierender Versetzungsdichte auf, Abb. 4.4.2-4a. Die $M_{23}C_6$ -Carbide scheinen nicht sehr zahlreich auf den Korgrenzen vertreten zu sein. δ -Ferrit wurde nicht gefunden. Auffällig waren vermehrt anzutreffende nichtmetallische Einschlüsse im bis zu $1\text{ }\mu\text{m}$ -Bereich. Die Erweichungszone in der WEZ zeigt gegenüber dem Schweißgut eine wesentlich gröbere Subkornstruktur mit polygonalen Effekten, Abb. 4.4.2-4b.

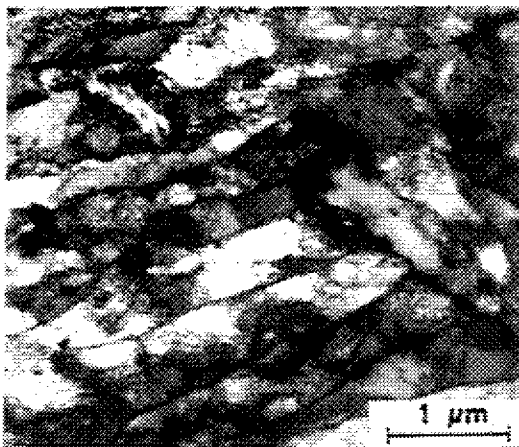


a) wie geschweißt

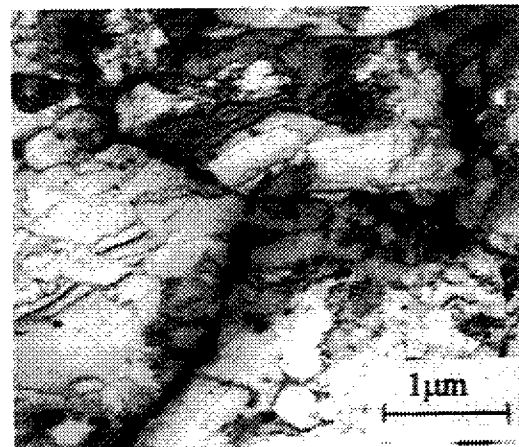


b) 740°C angelassen

Abb. 4.4.2-3: TEM-Metallfolie aus der Erweichungszone der Naht CSJ vor und nach der Wärmebehandlung 740/4 h



a) Schweißgut



b) Erweichungszone

Abb. 4.4.2-4: TEM-Metallfolie vom Schweißgut (E 911-ähnlich) und von der Erweichungszone der Naht CSS nach dem Anlassen bei 740°C/4 h

3 Härte

Quer zur Naht wurden entsprechend den Tabellen 4.3.1-4 und 4.3.2-3 Härteprofile HV5 von den Schweißnähten CSJ, CSK (NF616-artgleiches Schweißgut) und CSS (E 911-artgleiches Schweißgut) aufgenommen. Abb. 4.4.2-5 zeigt diese nach einem Anlassen bei 740°C/4 h für die Nähte CSJ und CSK aus verschiedenen Entnahmetiefen (innen, Mitte, außen), Abb. 4.4.2-6 für die Naht CSS.

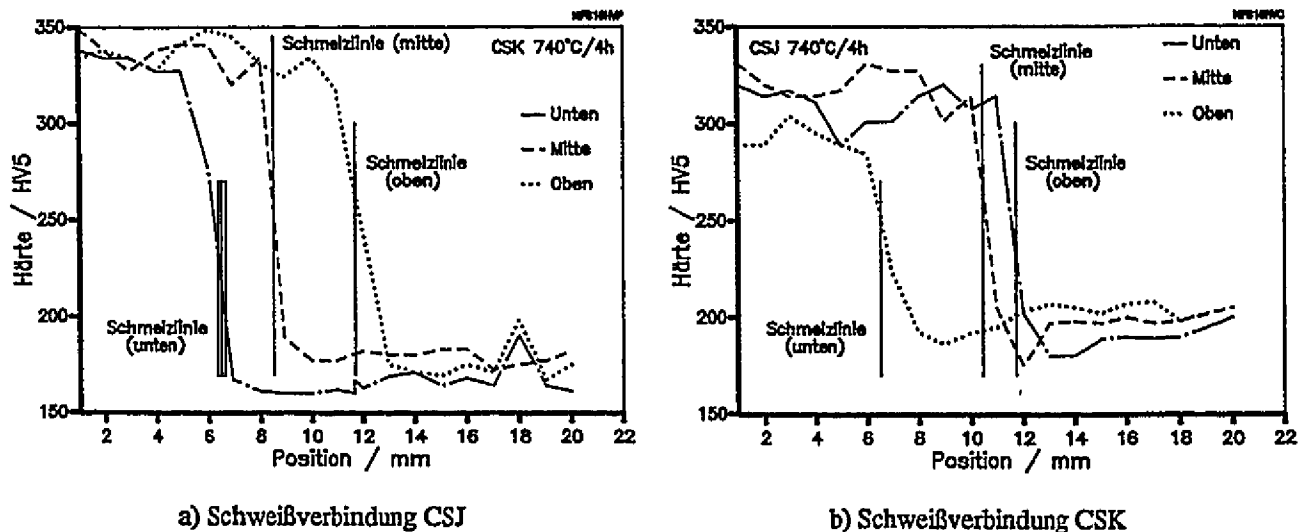


Abb. 4.4.2-5: Härteprofile quer zur Rohrrundnaht (außen, Mitte, innen) von den Schweißverbindungen CSJ und CSK (NF616-ähnlich geschweißt) nach einer Anlaßbehandlung (740°C/4 h)

Den Härteprofilen über den Querschnitt (Wanddicke) ist gemein, daß sie prinzipiell einen ähnlichen Verlauf haben (Maximum im Schweißgut, Steilabfall in der WEZ mit 'Härtesack'). Unterschiede bestehen aber in der Höhe des Maximums im Schweißgut und in der Ausbildung des 'Härtesacks' in Abhängigkeit der Entnahmetiefe.

Im Wurzelbereich (innen), der Zone stärkster Anlaßwirkung, siehe Abb.4.4.2-1, ist der 'Härtesack' (Erweichungszone) nur schwach bis gar nicht erkennbar (Einbruch der Härte gegenüber Grundwerkstoffniveau <20 HV5-Punkten). In Wanddickenmitte und im Decklagenbereich (oben) liegt das Härteminimum dagegen deutlich feststellbar ca. 20 bis 30 HV5-Punkten unterhalb der Grundwerkstoffhärte, siehe Abb.4.4.2-5 und -6. In einem Härteprofil, aufgenommen unter einer Neigung von 70° zur Schmelzlinie, um eine

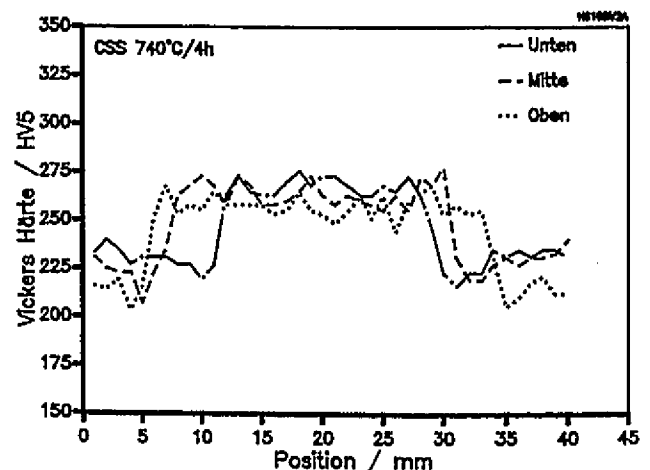


Abb. 4.4.2-6: Härteprofile quer zur Rohrrundnaht (außen, Mitte, innen) von der Schweißverbindung CSS (E 911-ähnlich geschweißt) nach einer Anlaßbehandlung (740°C/4 h)

größere Spreizwirkung in den Härtewerten zu erzielen, ist sogar ein Härteeinbruch von mehr als 40 HV5-Punkten, mit Minima von ca. 180 HV5 auf einer Breite von knapp 2mm meßbar, Abb. 4.4.2-7. Ein solcher 'Härtesack' stellt sich bereits nach dem Schweißen ein und wird im Verhältnis auch durch eine Wärmebehandlung zwischen 710 und 770°C nicht wesentlich verändert.

In CSJ liegt das Maximum im Schweißgut nach dem Anlassen bei 740°C/4 h zwischen 290 und 330 HV5, in CSK zwischen 330 und 350 HV5 und in CSS dagegen nur zwischen 250 und 275 HV5, Abb.4.4.2-5 und -6.

Die an der Schweißnaht CSJ nach verschiedenen Wärmebehandlungen (wie geschweißt, angelassen nach 710°C (niedrig), 740°C (normal) und 770°C (hoch), jeweils 4 h) in 'Mitte Wand' durchgeführten

Härteprüfungen ergaben keine allzu großen Unterschiede zwischen den verschiedenen Anlaßbehandlungen. Auf eine Wiedergabe dieser Ergebnisse wurde daher verzichtet. Im geschweißten Zustand wies das Schweißgut und die WEZ von CSJ Härtewerte von 440 bis 470 HV5 auf.

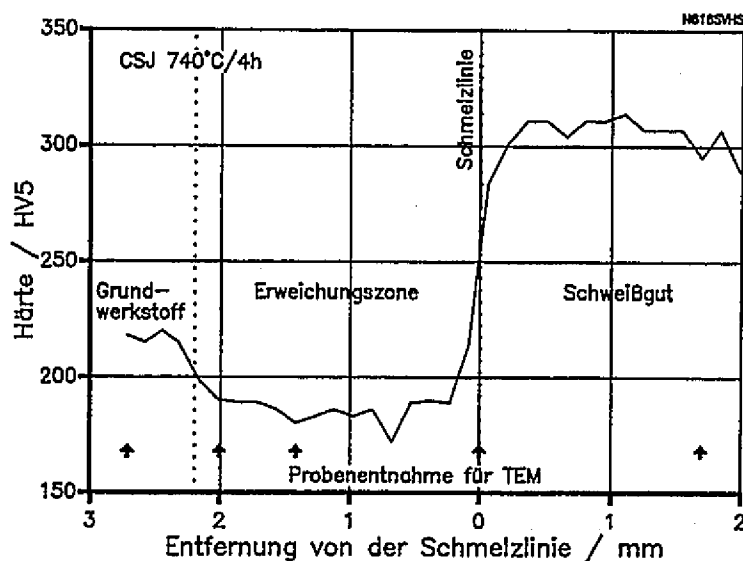


Abb. 4.4.2-7: Härteprofil schräg (70°) zur Schmelzlinie geneigt zur Rohrundnaht (Mitte Wand) von der Schweißverbindung CSJ (NF616-ähnlich geschweißt) nach einer Anlaßbehandlung (740°C/4 h)

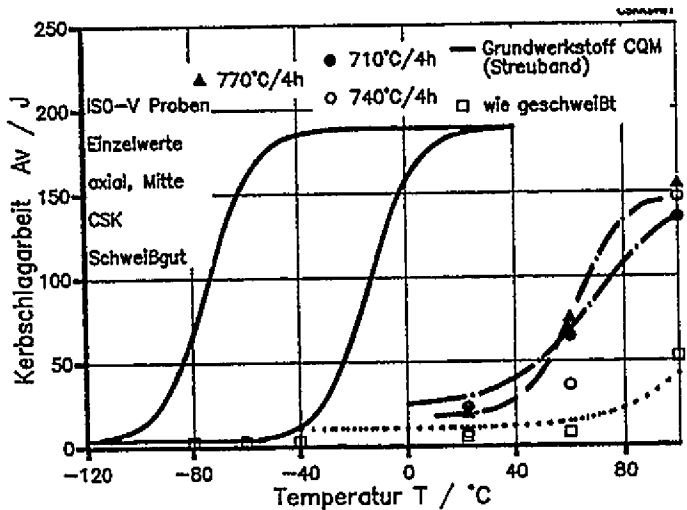
4 Kerbschlagzähigkeit

Von den Schweißnähten CSK des Rohres CQM und CSS des Schmiedestückes CMS war gemäß den Tabellen 4.3.1-4 und 4.3.2-3 die Kerbschlagarbeit des Schweißgutes und der WEZ zu bestimmen. Bei der Naht CSK wurde dies in Abhängigkeit des Zustandes 'wie geschweißt' sowie '4 h geglüht bei 710, 740 und 770°C' untersucht, Abb. 4.4.2-8; bei der Naht CSS beschränkte sich dieses auf den normalen Anlaßzustand von 740°C/4 h, Abb. 4.4.2-9.

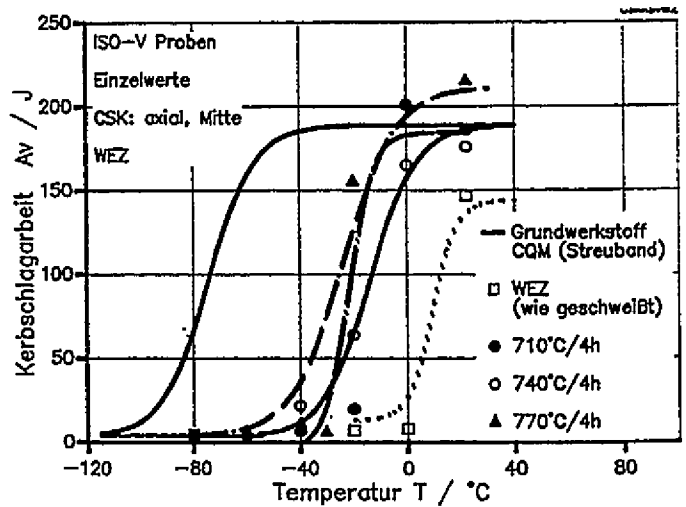
Das NF616-ähnliche Schweißgut der Schweißnaht CSK gewinnt durch das Anlassen deutlich an Kerbschlagarbeit gegenüber dem nur geschweißten Zustand, Abb. 4.4.2-8a, wobei zwischen den Glühungen bei 710, 740 und 770°C kein großer Unterschied besteht. Die Hochlage wird erst bei ca. 100°C erreicht; beim Grundwerkstoff CQM geschieht dies bereits bei Raumtemperatur. Die Höhe der Kerbschlagarbeit im

Schweißgut liegt mit rund 150 J etwas niedriger als im Grundwerkstoff mit ca. 190 J. Bei der Schweißnaht CSS mit dem E911-ähnlichem Schweißgut ergeben sich für die Raumtemperaturwerte nach einer Glühung bei 740°C/4 h günstigere Verhältnisse als bei der Naht CSK. Der Schweißgutwert liegt in der Hochlage mit etwas mehr als 90 J deutlich unterhalb dem des CSK-Wertes, Abb. 4.4.2-10, und um den Faktor 2 niedriger als der Grundwerkstoffwert von CMS, Abb. 4.4.2-9.

Die WEZ der Naht CSK zeigt wie das Schweißgut einen Anstieg der Kerbschlagarbeit durch die Wärmebehandlung nach dem Schweißen, Abb. 4.4.2-8b. Unter Berücksichtigung der starken Streuung der Zähigkeitswerte des Grundwerkstoffes CQM ist der Einfluß der Anlaßglühung als gering zu bezeichnen. Die WEZ-Werte bewegen sich am unteren Streuband der A_V -T-Kurve des Grundwerkstoffes und zeigen in der Hochlage z. T. noch darüberliegende Werte. Die Werte der WEZ der Naht CSS fallen hier aus dem Rahmen, verläuft doch die A_V -T-Kurve im angelassenen Zustand (740°C/4 h) teilweise noch unterhalb der des Schweißgutes, Abb. 4.4.2-9. Außerdem verhält sich die WEZ der Naht CSS signifikant schlechter als die der Naht CSK, Abb. 4.4.2-10.



a) Schweißgut



b) Wärmebeeinflusste Zone (WEZ)

Abb. 4.4.2-8: Einfluß der Anlaßbehandlung auf die Kerbschlagarbeit des Schweißgutes (NF616-artgl.) und der WEZ der Schweißverbindung CSK im Vergleich zum Grundwerkstoff

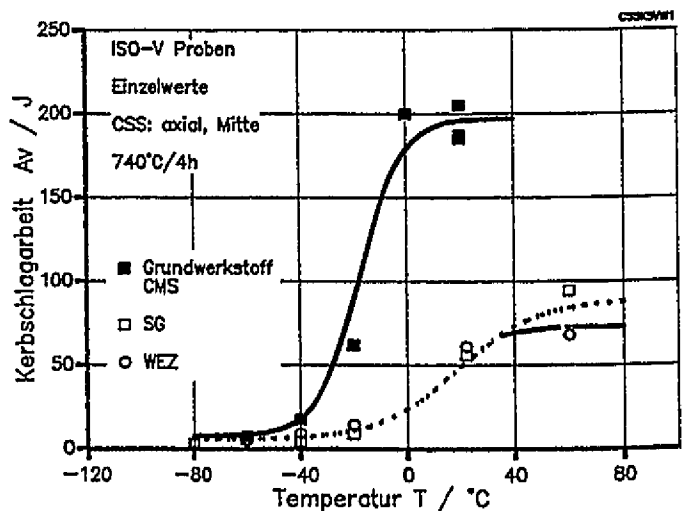


Abb. 4.4.2-9: Kerbschlagarbeit des Schweißgutes (E 911-artgl.) und der WEZ der Schweißverbindung CSS im Vergleich zum Grundwerkstoff CMS

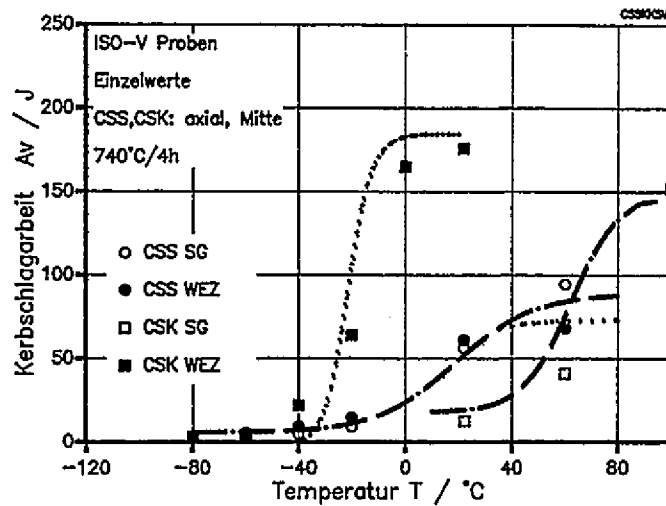


Abb. 4.4.2-10: Vergleich der Kerbschlagarbeit zwischen Schweißgut und WEZ der beiden Schweißnähte CSK (NF616-artgl.) und CSS (E 911-artgl.) nach der Anlaßbehandlung (740°C/4 h)

.5 Zeitstandfestigkeit

Die Ergebnisse der nach Tabelle 4.3.1-4 an der mit NF616-ähnlichem Schweißzusatz hergestellten Schweißnaht CSJ (Rohr CQM) zwischen 600 und 675°C durchgeführten Iso-Stress-Versuche sind in Abb. 4.4.2-11 für 120 MPa und in Abb. 4.4.2-12 für 145 MPa in Form eines Bruchzeit-Temperatur-Diagramms wiedergegeben. In der Regel zeigen sich für die Schweißverbindung, unabhängig davon, ob die Proben im nur geschweißten oder zusätzlich bei 710, 740 oder 770°C/4 h angelassenen Zustand geprüft wurden, Bruchzeiten, die unterhalb denjenigen des Grundwerkstoffes liegen. Tendenzmäßig scheinen sich die bei 740°C/4 h wärmebehandelten Proben am ungünstigsten zu verhalten. Auffällig dabei sind 2 bei 120 MPa getestete Proben, die frühzeitig im Schweißgut mit einem Faktor 6 (612°C) bzw. 4 (625°C) gegenüber den korrespondierenden Grundwerkstoffwerten gebrochen sind. Alle übrigen

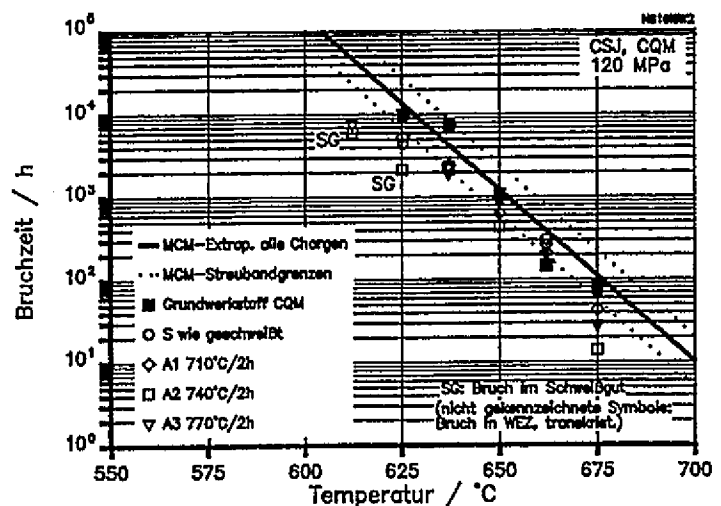


Abb. 4.4.2-11: Iso-Stress-Versuche (120 MPa) an Proben quer zur Schweißverbindung der Naht CSJ (NF616-ähnlich geschweißt) im Schweißzustand und nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen

Proben am ungünstigsten zu verhalten. Auffällig dabei sind 2 bei 120 MPa getestete Proben, die frühzeitig im Schweißgut mit einem Faktor 6 (612°C) bzw. 4 (625°C) gegenüber den korrespondierenden Grundwerkstoffwerten gebrochen sind. Alle übrigen

gen Schweißverbindungsproben wiesen Brüche in der Wärmeeinflußzone mit transkristallinem Verlauf auf.

Alle CSJ-Schweißverbindungswerte liegen aber noch oberhalb der unteren Streubandgrenze (Mittelwertkurve aller von Nippon Steel geprüften Chargen /80,123/ abzüglich 20%), Abb. 4.4.2-13.

Das Zeitstandverhalten der mit E911-ähnlichem Schweißzusatz geschweißten Naht CSS (Schmiedestück CMS), geprüft entsprechend der in Tabelle 4.3.2-3 aufgeführten Versuchs-matrix, ergibt sich aus Abb.4.4.2-13. Soweit die Versuche bislang beendet sind, blieben die Bruchzeiten sowohl bei 600°C als auch bei 650°C -bei dieser Temperatur verstärkt- hinter den erwarteten, vom Grundwerkstoff CMS abgeleiteten zurück. Alle Proben waren im Schweißgut gebrochen.

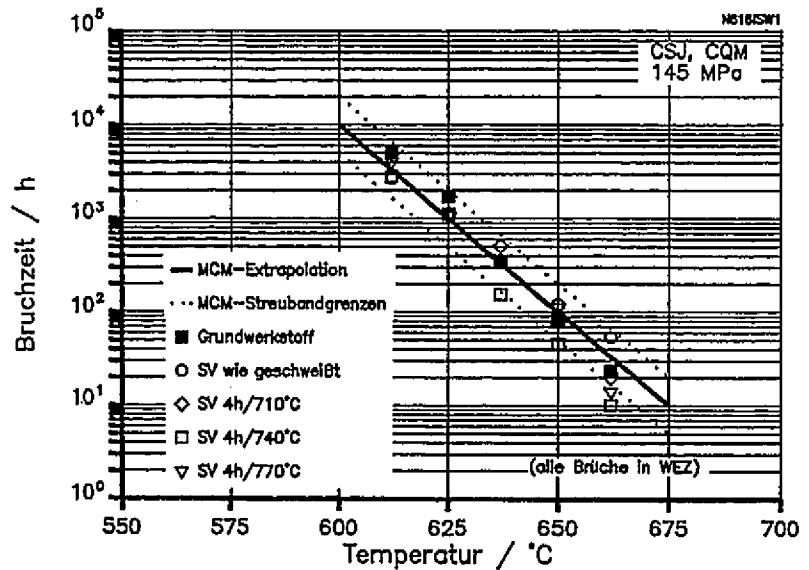


Abb. 4.4.2-12: Iso-Stress-Versuche (145 MPa) an Proben quer zur Schweißverbindung der Naht CSJ (NF616 ähnlich geschweißt) im Schweißzustand und nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen

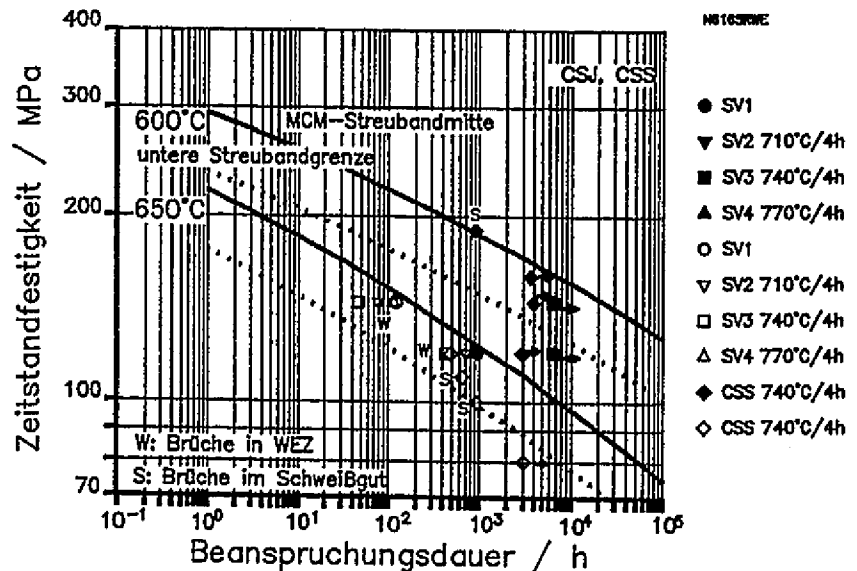


Abb. 4.4.2-13: Zeitstandfestigkeitsschaubild von den Schweißverbindungen der Nähte CSJ (NF616-artgleich) und CSS (E 911-artgleich) im angelassenen Zustand (740°C/4 h) im Vergleich zum Grundwerkstoff NF616 mit den nach der MCM-Methode extrapolierten Daten des Herstellers /80,123/

4.4.3 Schweißsimulation (Rohr CQM)

.1 Erweichungszone

- Erweichungstemperatur

Die Bestimmung der für die Erweichung in der WEZ maßgeblichen Temperatur erfolgte an der Rohrschmelze CQM gemäß Tabelle 4.3.1-5. Hiernach wurde nach Variation der Spitzentemperatur von 800 bis 950°C im Gleeble-WEZ-Zyklus die Härte HV10 mit und ohne nachfolgender Wärmebehandlung bei 740°C/2 h (Zustände SA1 bis SA5) gemessen. Der Warmzugversuch (600°C) mit niedriger Dehnrates (10^{-5} s^{-1}) beschränkte sich auf den nur angelassenen Zustand.

Im nur schweißsimulierten, nicht wärmebehandelten Zustand zeigt sich bei einer Spitzentemperatur von 850°C ein schwach ausgeprägtes Minimum in der Härte mit 245 HV10. Oberhalb einer Spitzentemperatur von 875°C schnellte die Härte auf die für martensitisches Gefüge typischen Werte von mehr als 410 HV10 hoch, Abb. 4.4.3-1. Im angelassenen Zustand bleibt die Lage des Härteminimums bei einer um ca. 40 bis 50 HV10-Punkten absenkten

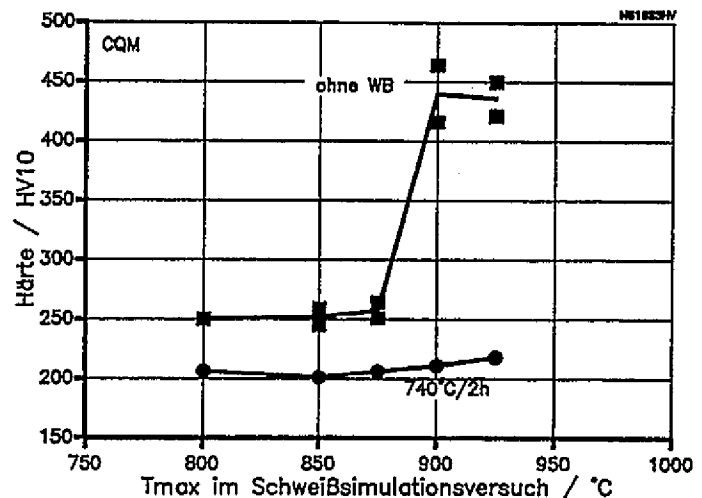


Abb. 4.4.3-1: Härteverlauf in Abhängigkeit der Spitzentemperatur im Schweißsimulationsversuch (mit und ohne Wärmebehandlung)

Härte erhalten. Die hohen Härtewerte oberhalb 875°C Spitzentemperatur werden durch den Anlaßvorgang (740°C/2 h) auf die für angelassenen Martensit bekannten Werte wieder erniedrigt.

Der Warmzugversuch mit einer relativ niedrigen Dehnrates von 10^{-5} s^{-1} , was quasi einem Kurzzeitkriechversuch gleichkommt, zeigt bei 600°C gleichfalls ein Festigkeitsminimum für das mit einer Spitzentemperatur von 850°C im Schweißsimulationsversuch behandelte und hinterher bei 740°C/2 h angelassene Gefüge, Abb. 4.4.3-2.

Betrachtet man die in Iso-Stress-Versuchen bei 625 und 612°C/145 MPa an mit verschiedenen Spitzentemperaturen schweißsimulierten und anschließend bei 740°C/2 h ge-
glühten Proben ermittelten Bruchzeiten, so ergibt sich auch hier ein Minimum für die Spitzentemperatur von 850°C, Abb. 4.4.3-3a und b. Im Vergleich zum Lieferzustand der Schmelze CQM stellt man für die schweißsimulierten Proben einen erheblichen Abfall in den Bruchzeiten fest. Bemerkenswerterweise weist der mit 835°C/2 h angelassene Grundwerkstoff gleichfalls Bruchzeiten auf, die sich bei den niedrigen Werten der schweißsimulierten Proben einordnen lassen.

- Zeitstandfestigkeit

Für die Iso-Stress-Versuche wurde entsprechend der bei den WEZ-Erweichungs-Untersuchungen gewonnenen Ergebnisse der Schweißsimulationszyklus mit 850°C Spitzentemperatur ausgewählt. Die solchermaßen wärmebehandelten Proben wurden anschließend bei 740°C/2 h angelassen.

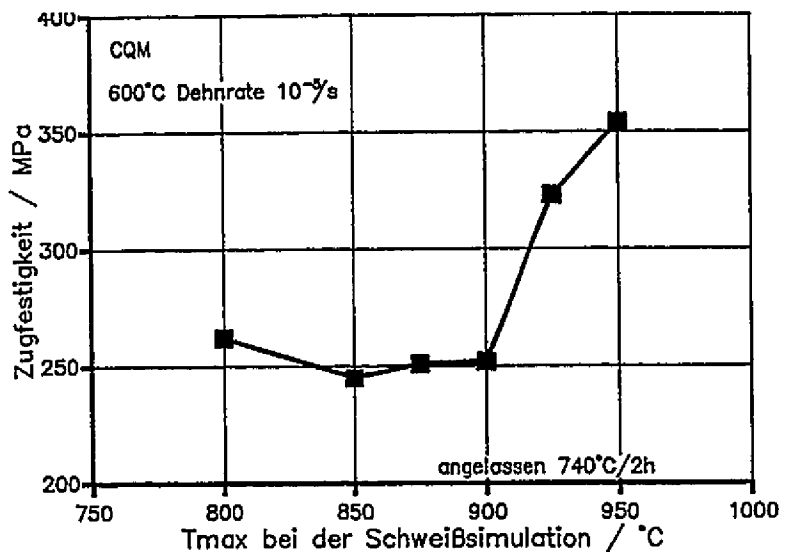
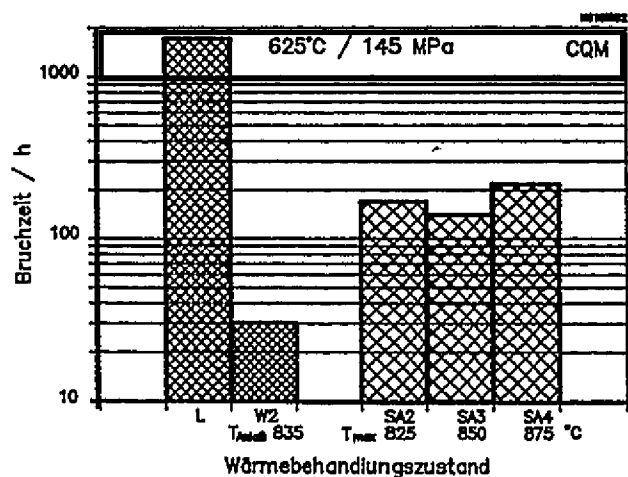
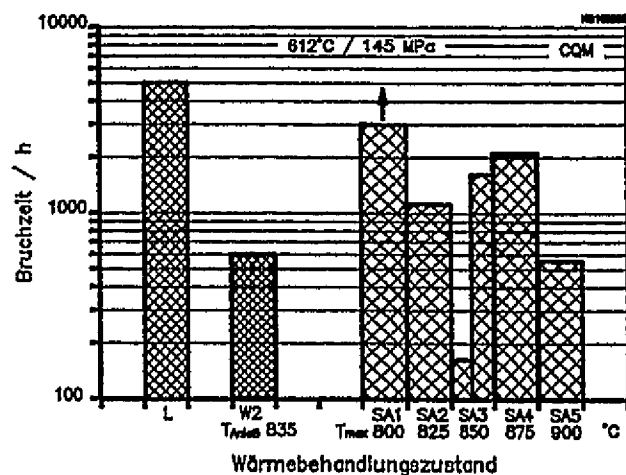


Abb. 4.4.3-2: Zugfestigkeit im Warmzugversuch mit niedriger Dehnrage in Abhängigkeit der Spitzentemperatur im Schweißsimulationsversuch (angelassener Zustand, CQM)



b) 625°C, 145 MPa



a) 612°C, 145 MPa

Abb. 4.4.3-3: Bruchzeit im Iso-Stress-Versuch von schweißsimulierten und angelassenen Proben (CQM) im Vergleich zum Grundwerkstoff (Lieferzustand und 835°C angelassen)

Das Ergebnis der Iso-Stress-Versuche ist in Abb. 4.4.3-4 in Form eines Bruchzeit-Temperatur-Diagramms aufgetragen. Aus den Kurvenverläufen ist zu entnehmen, daß das mit 850°C schweißsimulierte Gefüge und der bei 835°C/2 h wärmebehandelte Grundwerkstoff bei beiden geprüften Spannungshorizonten (120 und 145 MPa) ein gleich ungünstiges Verhalten im Vergleich zum Lieferzustand des Grundwerkstoffes aufweisen. Bemerkenswert ist die an einer der schweißsimulierten Proben (637°C, 120 MPa, 725 h, 52,3%) festgestellte relativ hohe Zeitbruchdehnung um 50%.

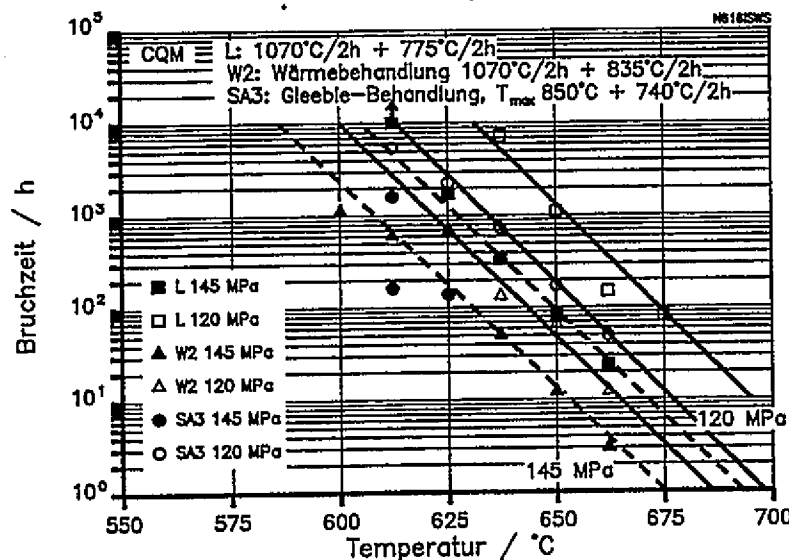


Abb. 4.4.3-4: Bruchzeit-Temperatur-Kurve aus Iso-Stress-Versuch: CQM im Vergleich mit Lieferzustand, 835°C angelassen sowie 850°C Schweiß-simulation + 740°C/2 h

- Mikrogefüge

Das Mikrogefüge schweißsimulierter Proben der Rohrschmelze CQM wurde gemäß Tabelle 4.3.1-5 beispielhaft an 2 Proben untersucht, die zunächst im Schweißsimulationszyklus einer Spitzentemperatur von 850°C unterworfen und dann bei 740°C/2 h angelassen worden waren, davon eine der Proben im nur simulierten Zustand und eine nach Zeitstandbeanspruchung (637°C, 120 MPa, 725 h, 52,3% Bruchdehnung), Tabelle 4.4.1-3.

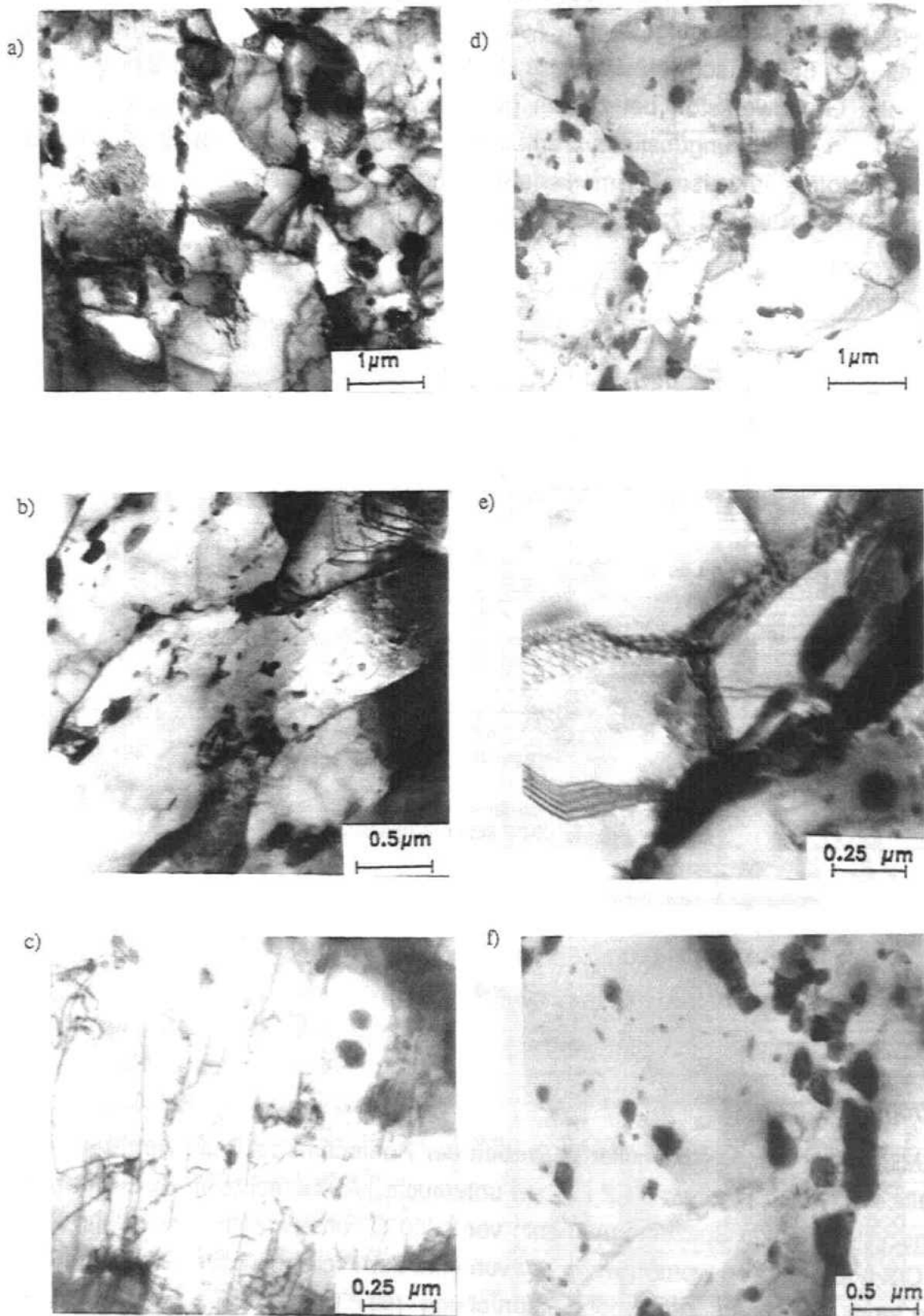


Abb.4.4.3-5: TEM-Metallfolie von Schmelze CQM im Zustand 'schweißsimuliert (850°C) und angelassen (740°C/2 h)' -links- sowie nach Zeitstandbeanspruchung (637°C, 120 MPa, 725 h, 52,3%; Probenschaft) -rechts-

Bereits das Mikrogefüge der nur schweißsimulierten Probe zeigt im Vergleich zum Lieferzustand deutliche Anzeichen der Polygonisation in der martensitischen Grundstruktur, Abb. 4.4.3-5a. Die Subkorn Grenzen sind relativ stark mit $M_{23}C_6$ -Carbiden belegt. Die Versetzungsdichte ist schwach und uneinheitlich ausgeprägt, Abb. 4.4.3-5b; sie liegt im Korninneren bei nur $3,28 \pm 0,71 \times 10^{14} m^{-2}$, Abb. 4.4.1-36. Die Versetzungen sind meist mit MX-Partikel verknüpft, Abb. 4.4.3-5c. Nach einer Zeitstandbeanpruchung von nur 725 h bei $637^\circ C$ ist keine Martensitlattenstruktur mehr zu erkennen; das Mikrogefüge ist infolge Polygonisation durch große äquiaxiale Subkörner gekennzeichnet, Abb. 4.4.3-5d. Die Versetzungsdichte hat sich weiter verringert, Abb. 4.4.3-5e. $M_{23}C_6$ -Carbide finden sich als langgestreckte Partikel vergesellschaftet mit Laves-Phase auf den Subkorn Grenzen, Abb. 4.4.3-5f.

2 Grobkomzone

- Temperaturinduzierte Versprödung (TIV)

Die gemäß Tabelle 4.3.1-5 vorgenommene Überprüfung der Veränderung der Kerbschlagarbeit des schweißsimulierten Zustandes im Vergleich zum angelassenen belegt, wie in Abb. 4.4.3-6 dargestellt, daß durch den Anlaßvorgang von $740^\circ C/2\ h$ eine Verbesserung der Zähigkeit von anfänglich 20 bis 30 J (schweißsimuliert) auf mehr als 130 J (angelassen) stattfindet. Diese fällt beim Einfachzyklus mit $1300^\circ C$ Spitzentemperatur deutlich geringer aus als beim Doppelzyklus mit zusätzlich aufgebrachter Stoßglühung bei $900^\circ C$.

Im nur schweißsimulierten Zustand bleibt aber die Kerbschlagarbeit für diesen Zyklus bis $120^\circ C$ auf einem relativ niedrigen Niveau von knapp 30 J. Der Einfachzyklus läßt hingegen einen leichten Anstieg der Werte von ca. 20 auf 60 J erkennen.

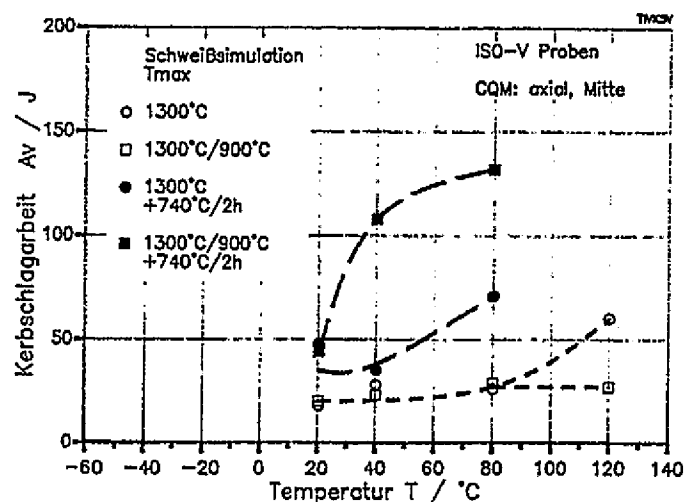


Abb. 4.4.3-6: Einfluß der Grobkornsimulation ($1300^\circ C$; $1300+900^\circ C$, CQM) auf die Kerbschlagarbeit im Hinblick auf die Neigung zur temperaturinduzierten Versprödung (TIV) der WEZ infolge einer Anlaßbehandlung ($740^\circ C/2\ h$) nach dem Schweißen

- Dehnungsinduzierte Versprödung (DIV)

Entsprechend Tabelle 4.3.1-5 war der Einfluß einer bei der Spannungsarmglühung bei 740°C der WEZ zum Abbau der Schweißeigenspannungen aufgezwungenen Dehnung auf die Kerbschlagarbeit zu ermitteln. Wie aus Abb. 4.4.3-7 ersichtlich, zeigt sich durch die im Warmzugversuch bei 740°C im Bereich von 0,3 bis 1,5% aufgebrachte Vordehnung keine schädigende Wirkung auf die Kerbschlagarbeit bei Raumtemperatur. Dies gilt auch, wenn man die gemäß Tabelle 4.4.1-5 auf ISO-V-Kleinstproben umgerechnete Kerbschlagzähigkeit der WEZ im nur geschweißten Zustand (Abb. 4.4.2-8b) und den Lieferzustand des Grundwerkstoffes mit heranzieht.

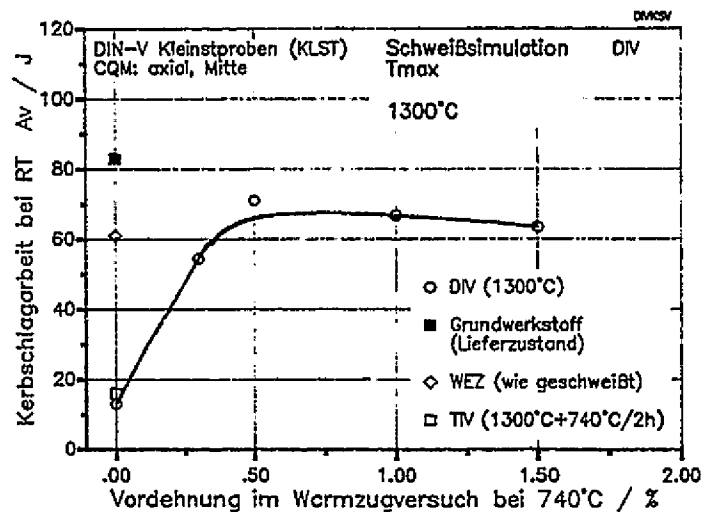


Abb.4.4.3-7: Einfluß einer im Warmzugversuch bei Anlaßtemperatur (740°C) aufgebrachten Vordehnung auf die Kerbschlagarbeit (Rt) grobkorn-schweißsimulierten Gefüges (1300°C, CQM) zur Klärung der Frage, ob eine Neigung zur dehnungsinduzierten Versprödung besteht (DIV)

- Relaxationsrißbildung (SRC)

Die gemäß Tabelle 4.3.1-5 zur Ermittlung der Empfindlichkeit gegenüber Relaxationsrißbildung (stress relief cracking (SRC)) vorgesehenen Versuche führten nicht zum gewünschten Erfolg. Es konnte keine temperaturabhängige Bruchdehnungskurve mit Hilfe des Warmzugversuches niedriger Dehnrates bestimmt werden. Die Proben brachen außerhalb des mit 1300°C grobkornsimulierten Gefüges, der eigentlichen Meßlänge. Auffällig bei den Brüchen war eine sehr starke Brucheinschnürung. Auch der Versuch, Proben mit um die Hälfte reduzierter Querschnittsfläche ordnungsgemäß zu prüfen, scheiterte mit demselben Ergebnis. Diese Versuchsreihe wurde unter Berücksichtigung der Ergebnisse zu den oben beschriebenen DIV-Versuchen nicht weiter verfolgt, siehe Diskussion in Abschnitt 5.3.2.

5. Diskussion

5.1 Grundwerkstoff

Für die beiden in Kurz- und Langzeitversuchen (Tabellen 4.3.1-1 bis -5, 4.3.2.-1 bis -3) untersuchten NF616-Schmelzen CQM und CMS liefern vor allen Dingen die metallografischen und metallkundlichen Betrachtungen des Mikrogefüges den Schlüssel zum Verständnis für das festgestellte Verformungs- und Festigkeitsverhalten.

5.1.1 Chemische Zusammensetzung

Vergleicht man zunächst die chemische Zusammensetzung der beiden Schmelzen, fällt in Verbindung mit den TEM-Ergebnissen, Abschnitt 4.4.1, der unterschiedliche N-Gehalt von 0,42% (CQM) zu 0,49% (CMS), Tabelle 4.4.1-1, auf. Hierin besteht ein unmittelbarer Zusammenhang mit Ausscheidungsverhalten der im Subkorninneren liegenden Carbonitride. Deren relativer Anteil ist in CMS (Lieferzustand) höher. Gleichzeitig sind was die sphärischen MX-Teilchen anbelangt, die Carbonitride feiner ausgeschieden als bei CQM (Lieferzustand), Abb. 4.4.1-34. Zusätzlich ist bei den komplexen MX-Partikeln (kugelförmige Nb(C,N) mit plattenartig angehängten 'Flügeln' aus VN) eine Abhängigkeit in der Ausbildung der größten mittleren Hauptachse (längster Abstand zwischen 2 Flügelspitzen) vom N-Gehalt zu erkennen. Bei CMS ist diese deutlich länger ausgeprägt als bei CQM, Abb. 4.4.1-14, -17 und 4.4.1-32. In /87, 130/ wird für einen 9% Cr-Stahl berichtet, daß bei nahezu unveränderter chemischer Zusammensetzung (C= 0,09%, Mo=1%, V= 0,02%, Nb=0,08%) sich in dem Stahl mit 0,06% N Hauptachsenlängen von ca. 180nm eingestellt haben gegenüber ca. 118 nm in dem Stahl mit

0,03%N. Der Stahl mit dem höheren N-Gehalt zeichnete sich durch die bessere Kriechfestigkeit aus. Dieses Verhalten ist auch bei der Schmelze CMS für Kriechdehnraten $>10^{-4}\%/h$ zu erkennen, Abb. 4.3.1-1, 4.4.1-75, 4.4.1-78. Der positive Einfluß des N-Gehalt auf die Zeitstandfestigkeit ergibt sich auch aus Abb. 5.5.1-1 anhand einer an einigen Nippon-Steel-Chargen aus /80,123/ vorgenommenen Auswertung. Über die zeit-

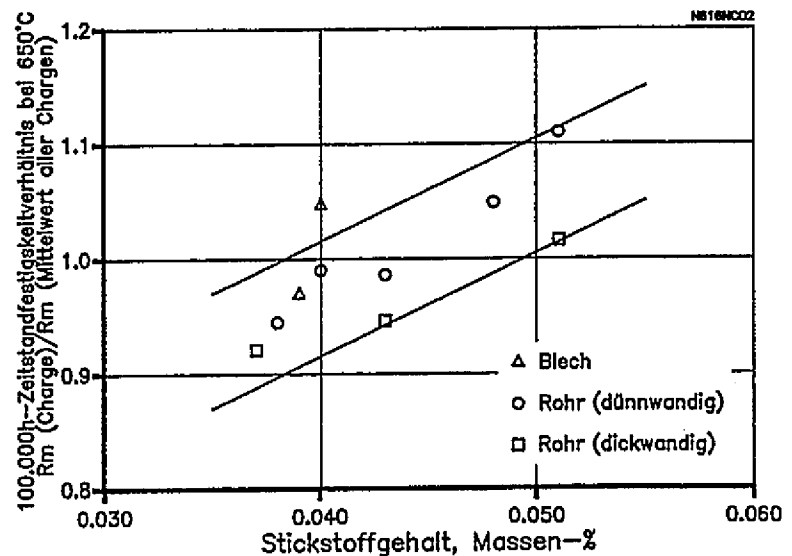


Abb. 5.5.1-1: Wirkung des N-Gehaltes auf die Zeitstandfestigkeit, dargestellt anhand der Auswertung einiger NF616-Schmelzen nach Angaben des Herstellers /80,123/

festigkeitsteigernde Wirkung des Stickstoffes infolge Bildung von VN-Ausscheidungen wird auch für andere Stähle des Typs 9-12Cr-Mo-V-Nb berichtet /87,130,146,147/.

Das erwartete günstigere Zeitstandverhalten der Schmelze CMS erklärt sich nicht nur über den N-Gehalt und der damit zusammenhängenden Ausscheidungen der kleineren MX-Teilchen, sondern auch über die günstigere Ausscheidungscharakteristik der größeren $M_{23}C_6$ -Teilchen auf den ehemaligen Austenit- und den Subkorn-grenzen (Martensitlatten). Auch diese größeren Partikel sind gegenüber CQM in CMS häufiger und in feinerer Struktur vertreten, Abb.4.4.1-34.

Aufgrund der in der Schmelze CMS im Lieferzustand im Vergleich zu CQM um 20% vorhandenen größeren Subkorngröße wäre nach /128,141/, wo über eine umgekehrt mit der Martensitlattenbreite korrelierte Kriechfestigkeit berichtet wird, ein sich deutlicher äußernder negativer Effekt zu erwarten gewesen. Da dies nicht der Fall ist, dominiert offensichtlich der Gefügeparameter 'Ausscheidungszustand' die Zeitstandfestigkeit vor dem Einfluß der Martensitlattenbreite. Unterstützend kommt hinzu, daß eine feinere Ausscheidungsstruktur der MX-Teilchen aufgrund des Cottrell-Effektes /25/, siehe Abschnitt 2.4, zu einer stärkeren Behinderung der Versetzungsbewegungen führt. Insoweit ist der Martensitlattenbreite im Lieferzustand der beiden Schmelzen eine wohl eher untergeordnete Bedeutung zu zumessen. Diese Einschätzung wird auch in /81/ vertreten.

Ob die Schmelze CMS auch langfristig sich durch ein besseres Zeitstandverhalten auszeichnen wird, muß abgewartet werden. Wie in Abschnitt 5.1.3 'Zeitdehnverhalten im Lieferzustand im Hinblick auf die Extrapolation der Langzeit-Festigkeitskennwerte' ausgeführt, gibt es Anzeichen, dafür, daß sich die Charge CMS im Langzeitverhalten der Charge CQM anpaßt und von ihrer anfänglich höheren Zeitstandfestigkeit wieder etwas einbüßt.

5.1.2 Einfluß der Wärmebehandlung auf die Verformungs- und Festigkeitseigenschaften unter Berücksichtigung der Mikrostruktur

Bei der Beurteilung des Einflusses der Wärmebehandlung auf die Verformungs- und Festigkeitseigenschaften des Werkstoffes NF616, untersucht am Beispiel der Rohrschmelze CQM, ist zwischen der Wirkung der Austenitisierungs- und der Anlaßtemperatur zu unterscheiden.

Im nur austenitisierten Zustand unterscheidet sich das Mikrogefüge weniger in seiner Struktur als vielmehr in der ehemaligen Austenitkorngrenze. Wie repräsentativ für 970°C gezeigt, besteht das Grundgefüge nach einer Austenitisierung bei 970, 1070, 1125 oder 1145°C ziemlich einheitlich vollständig aus Martensit mit hoher Verset-

zungsdichte und mit Ausscheidungen in Form von M_3C -Carbiden und Carbonitriden im Korninnern (Martensitlatten), Abb.4.4.1-18 bis Abb.4.4.1-20. Letztere nehmen mit steigender Austenitisierungstemperatur an Partikelgröße zu, Abb.4.4.1-21, und im Volumenanteil ab, Abb.4.4.1-22, d.h. ein Teil der kleineren Carbonitride ist bereits in der Matrix in Lösung gegangen. Die ehemalige Austenitkorngrenze nimmt deutlich in der lichtoptischen Metallografie sichtbar mit steigender Austenitisierungstemperatur zu, Abb. 4.4.1-3 und -4.

.1 Härte

- nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen

Da die Härte hauptsächlich von der martensitischen Struktur und den Ausscheidungen beeinflusst wird, stellt sich für alle 4 Austenitisierungszustände im Ausgangszustand in etwa ein Härtewert von ca. 440 HV5 ein, Abb.4.4.1-6. Dieser Wert stimmt unter Berücksichtigung mit den gemäß Abschnitt 4.2.1.1 gewählten Abkühlungsbedingungen relativ gut mit den nach dem KTU-Schaubild der Schmelze CMS, Abb.4.4.1-1, zu erwartenden Härtewerten überein.

Eine Anlaßbehandlung weist unabhängig von der Austenitisierungs- und Anlaßtemperatur eine gleichmäßige Härteminderung auf, Abb. 4.4.1-6, worin nur bei einer niedrigen Anlaßtemperatur eine eindeutige Differenzierung nach der Austenitisierungstemperatur erkennbar wird. Die Anlaßbehandlung (715 bis 835°C) ist jedoch die stärker beeinflussende Größe. An dieser Stelle ist zu vermerken, daß oberhalb 775°C (Lieferzustand) die Möglichkeiten, einen Fehler beim Anlassen zu erkennen, nicht mehr stark ausgeprägt sind, liegen doch die Härtewerte alle unterhalb des vom Hersteller geforderten Härtewertes von 265 hV, Tabelle 2.5-1. Die Härtewerte nach einem Anlassen bei 835°C liegen zwar signifikant unterhalb denen, die einer Anlaßtemperatur von 775°C entsprechen, weisen aber mit 210 bis 220 HV5 noch Härtewerte auf, die knapp dem liefergerechten Wärmebehandlungszustand mit etwa 220 HV5 entsprechen, /48, 80, 123/, (bezüglich der Bedeutung der niedrigen Härtewerte bei 835°C Anlaßtemperatur siehe metallkundliche Betrachtungen im Hinblick auf die Zeitstandfestigkeit, Abschnitt 5.1.2.3).

- nach Zeitstandbeanspruchung bzw. thermischer Auslagerung

Die sich während der Zeitstandbeanspruchung im Mikrogefüge abspielenden Vorgänge (Abnahme der Versetzungsdichte, Zunahme der Subkornbreite, Reduktion des Anteiles gelöster Elemente wie W und Mo als Garanten für die Mischkristallhärtung; Näheres siehe Abschnitt 5.1.2.3), die einen temperatur -und spannungsgeordneten Erholungsprozeß darstellen, lassen sich auch durch Härtemessungen be-

legen. Aus Abb. 4.4.1-7 ist anschaulich wiedergegeben, daß die Härte in Abhängigkeit von der Beanspruchungsdauer zum einen infolge höherer Temperatur und zum anderen durch den Spannungseinfluß (Probenschaft im Vergleich zum Kopf) zum Teil sehr deutlich (650°C gegenüber 600°C) abnimmt.

Der zeit- und temperaturabhängige Härteverlauf im Kopf der untersuchten Zeitstandproben unterscheidet sich von dem in nur thermisch ausgelagerten Proben, Abb. 4.4.1-7 dadurch, daß in letzteren bis zu 1.000 h zunächst sogar ein deutlicher Anstieg in der Härte (ca. 20 bis 40 Einheiten) zu verzeichnen ist. Dies wird auf die Entstehung von Laves-Phase, siehe Abb. 2.4-1, zurückgeführt. Der Grund, warum dieser Effekt nicht auch im Probenkopf auftritt, wird darin gesucht, daß dieser zwar keinen den Erholungsprozeß des Mikrogefüges beschleunigenden Zugspannungen unterworfen ist, dennoch aber nicht als spannungsfrei angesehen werden kann. Offensichtlich reichen die im Kopf vorherrschenden Druckspannungen aus, um bei rein thermischer Auslagerung anfänglich eintretende Verfestigungen wieder zu kompensieren.

.2 Kurzzeitfestigkeit und Kerbschlagzähigkeit - nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen

Auch bei den Kurzzeitversuchen wurden wie bei den Härtewerten unabhängig von der Austenitisierung nach einem Anlassen bei einer Temperatur zwischen 775 und 835°C sowohl für die Zugfestigkeit, die Streckgrenze, die Bruchdehnung als auch die Brucheinschnürung bei Raumtemperatur oder 600 bzw. 650°C spezifikationsgerechte Werte gemessen, vergleiche Abb.4.4.1-67 mit Tabelle 2.5-1 sowie Abb. 2.5.1-6. Aus den Spezifikationswerten fällt nur eine zu niedrige Anlaßbehandlung von 715°C, bei der sich eine höhere Austenitisierungstemperatur (z.B. 1145 statt 1070°C) in einem Festigkeitsanstieg bemerkbar macht.

Grundsätzlich ist jedoch festzustellen, daß die Festigkeitseigenschaften eindeutig mit den Verformungskennwerten korrelieren, d.h. hohe Zugfestigkeiten führen zu niedrigen Bruchdehnungen und umgekehrt. Für eine gewählte Anlaßtemperatur wirkt sich die höchste Austenitisierungstemperatur (1145°C) am stärksten festigkeitssteigernd bzw. verformungsmindernd aus, (Erläuterungen hierzu finden sich nachfolgend in den metallkundlichen Betrachtungen im Hinblick auf die Zeitstandfestigkeit). Dieses Prinzip ist bei 1070°C im Vergleich zu 970°C durchbrochen, wenngleich sich die Werte bei 970°C nicht allzu deutlich von denen bei 1070°C zu unterscheiden.

Dieses Verhalten stimmt qualitativ mit den gewonnenen *Kerbschlagzähigkeitskurven* überein, d.h. im Verhältnis beste Kerbschlagarbeitswerte bei maximaler Anlaßtempe-

ratur bzw. niedrigste Kerbschlagarbeitswerte bei höchster Austenitisierungstemperatur; je höher die Anlaßtemperatur desto geringer die Unterschiede in der Austenitisierungstemperatur, Abb. 4.4.4..1-69 und -70.

Der in /53/ beschriebene negative Einfluß der steigenden Austenitkorngröße auf die Zähigkeit in Verbindung mit einer zunehmenden Austenitisierungstemperatur und der damit zusammenhängenden Gefügeänderungen, siehe Abschnitt 2.3 und Abb. 2.3-2, konnte grundsätzlich bestätigt werden.

- nach Zeitstandbeanspruchung bzw. thermischer Auslagerung

Nach Zeitstandbeanspruchung wurde die Kerbschlagzähigkeit (ermittelt anhand von ISO-V-Kleinstproben) überprüft, inwieweit sich im Vergleich zu den rein thermisch ausgelagerten Proben auch eine spannungsgesteuerte Veränderung der Kerbschlagzähigkeit nachweisen läßt. Aus Abb. 4.4.1-72 ist zu abzuleiten, daß aus dem Schaft entnommene Proben stets einen stärkeren Abfall in der Kerbschlagzähigkeit erleiden als die aus dem Kopf stammenden. Die Minderung ist gleichzeitig temperaturabhängig; sie fällt bei 650°C immer größer aus als bei 600°C. Insgesamt betrachtet, scheint jedoch der Temperatureinfluß zu überwiegen. Es stellt sich, nach Temperaturen geordnet, ein ähnlicher Kurvenverlauf ein, wie er für die rein thermisch ausgelagerten Proben festgestellt wurde, Abb.4.4.1-71. Dieser Kurvenverlauf unterscheidet sich allerdings von den Angaben des Herstellers, der für 650 und 600°C nahezu denselben Abfall bestimmt hat, Abb.2.5.1-7. Eine Erklärung für diese Verhalten wurde nicht gefunden.

.3 Zeitstandfestigkeit

- Einordnung des Gefüges im Ausgangszustand anhand der TEM-Untersuchungsergebnisse

Im Hinblick auf die zu erwartenden Zeitstandfestigkeitseigenschaften nach den an der Rohrschmelze gemäß Tabelle 4.3.1-1 durchgeführten Wärmebehandlungen läßt sich vom *metallkundlichen Standpunkt* über das Mikrogefüge folgendes sagen.

Die TEM-Aufnahmen belegen einen rasch mit zunehmender Anlaßtemperatur fortschreitenden Erholungsprozeß. Nach dem Austenitisieren noch vorhandene M_3C -Carbide sind den stabileren $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen gewichen. δ -Ferrit wurde nicht gefunden. Weiterhin wurde die ehemals hohe *Versetzungsdichte* durch die Bildung von Subkörnern und Versetzungsnetzwerken reduziert, vergleiche Abb.4.4.1-18 und -19 mit Abb.4.4.1-9, -11, -23, -25b, -26b und -28a. Die statistische Auswertung des Mikrogefüges zeigt quantitativ den negativ dominierenden Einfluß einer hohen Anlaßtemperatur (835°C) auf die Versetzungsdichte, Abb.4.4.1-33, und zwar unabhängig von der Austenitisierungstemperatur.

Bei der Bildung der Subkornstrukturen liegt ein sich ungünstig auswirkender Einfluß einer steigenden Anlaßtemperatur auf die mittlere *Martensitlattenbreite* vor, wie die quantitative Analyse dieses Gefügeparameters belegt, Abb.4.4.1-29. Nach einem Anlaßvorgang bei 835°C scheinen die Martensitlatten ihre deutlich langgestreckte Form infolge weiterer Subkornbildung etwas zu verlieren, vergleiche Abb.4.4.1-9 mit -26b, -12 mit -23, -24a und -26a sowie -25b mit -26d, was als Nachteil für die Zeitstandfestigkeit anzusehen ist. Wenngleich nach [81], siehe auch Ausführungen weiter oben, der Martensitlattenbreite nicht die überragende Rolle auf die Zeitstandfestigkeit beigemessen wird, so muß der Effekt dennoch als ein Beitrag zusammen mit anderen sich schädlich auf die Kriechfestigkeit auswirkenden Gefügeparametern bewertet werden.

Die quantitative Analyse der im Mikrogefüge der Schmelze CQM in Abhängigkeit der Wärmebehandlung ausgeschiedenen Carbide ($M_{23}C_6$) und Carbonitride (MX) gibt weiteren Aufschluß über das zu erwartende Zeitstandfestigkeitsverhalten:

Der Vergleich der *Häufigkeits- und Größenverteilung* der nach einer 1070 und 1145°C Austenitisierung und anschließendem Anlassen bei jeweils 715, 775 und 835°C vorliegenden *größeren $M_{23}C_6$ - und der kleineren, nicht komplex zusammengesetzten MX- Partikel* belegt im wesentlichen eine Beeinflussung des Ausscheidungszustandes im Mikrogefüge durch die verschiedenen Anlaßvorgänge. Eine Differenzierung ergibt sich, wenn man die Häufigkeitsverteilung der nach Klassen gestuften Teilchengrößen und den hieraus gemittelten Durchmessern betrachtet, Abb.4.4.1-30 und Abb.4.4.1-31 sowie Tabelle 4.4.1-2.

Eine Vergrößerung der Teilchen ist bei einer Austenitisierung von 1070°C nach einem Anlassen bei 775°C gegenüber 715°C sowohl in deren Häufigkeitsverteilung, Abb.4.4.1-30, als auch beim mittleren Teilchendurchmesser, Tabelle 4.4.1-2, zu erkennen. Diese Vergrößerung wird für das Austenitisieren bei 1145°C nur beim mittleren Teilchendurchmesser augenfällig, Tabelle 4.4.1-2. Für die größeren $M_{23}C_6$ -Carbide setzt sich für 1145°C diese Tendenz auch nach einem Anlaßvorgang bei 835°C fort, wohingegen sich nach dem Austenitisieren bei 1070°C und dieser hohen Anlaßtemperatur für den mittleren Teilchendurchmesser der erfaßten größeren Teilchen (vornehmlich $M_{23}C_6$) eine leichte Rückläufigkeit zeigt, Tabelle 4.4.1-2. Aus der Häufigkeitsverteilung der Ausscheidungen nach 1070°C-Austenitisierung, Abb.4.4.1-31, ist jedoch insbesondere eine Abnahme der kleineren und eine Zunahme der größeren Partikelklassen sowohl für $M_{23}C_6$ und MX festzustellen.

Diese Erscheinung ist für die MX-Teilchen von besonderer Bedeutung, da somit im Korninneren wesentliche Hindernisse für die Versetzungsbewegungen fehlen und die Versetzungsdichte abnimmt, Abb.4.4.1-33, was sich letztlich ungünstig auf den

Cottrell-Effekt auswirkt /25/, siehe Abschnitt 2.4. Eine relative Zunahme der Partikelgröße führt weiterhin dazu, daß der Matrix in Lösung befindliche, für die Mischkristallhärtung maßgebliche Elemente, wie W und Mo, teilweise entzogen werden, Abb. 4.4.1-46, mit der Folge einer Einbuße in der Zeitstandfestigkeit.

Unter diesem Blickwinkel, die mit steigenden Anlaßtemperaturen nach einer 1070°C-Austenitisierung gemessene Zunahme der mittleren Hauptachsenlängen der *komplexen, propellerartigen (Nb,V)(C,N)-Carbonitride* betrachtet, Abb. 4.4.1-32, ist eine konkurrierende Situation festzustellen, da unter diesen Randbedingungen nach /87,130/ eher von einer kriechfestigkeitssteigernden Wirkung auszugehen ist. Eine eindeutige Quantifizierung des Effektes war im Rahmen dieser Arbeit nicht möglich.

Positiv im Hinblick auf die Zeitstandfestigkeit ist grundsätzlich zu vermerken, daß insbesondere die relative Häufigkeit der nach einem Austenitisieren bei 1145°C unabhängig von der Anlaßtemperatur ausgeschiedenen MX-Teilchen höher liegt als bei 1070°C Austenitisierungstemperatur, vergleiche Abb.4.4.1-30 mit Abb.4.4.1-31. Dieser Effekt ist darauf zurückzuführen, daß bei 1145°C wesentlich mehr Carbide in Lösung gegangen sind, Abb.4.4.1-22, was beim nachfolgenden Anlassen zu einem verstärkten Ausscheidungsvorgang vornehmlich der MX-Teilchen geführt hat. Dies steht im Einklang mit den Ausführungen in /53/, worin hierfür speziell die verstärkte Auflösung der Carbonitride verantwortlich gemacht wird. Die dementsprechende Anhebung der Zeitfestigkeit wird mit Abb. 2.3-2 /53/ belegt.

Wertet man die für den Kriechwiderstand maßgeblichen, im Rahmen dieser Arbeit gemessenen Gefügeparameter, wie

- Versetzungsdichte,
- Martensitlattenbreite,
- Häufigkeits- und Größenverteilung der
 - größeren $M_{23}C_6$ - und kleineren MX-Ausscheidungen sowie der
 - komplexen MX-Ausscheidungen

in ihrer Gesamtheit, so ist nach einer Austenitisierung bei 1070°C und einem Anlassen bei 835°C mit einem ungünstigeren Zeitstandfestigkeitsverhalten zu rechnen als nach einer Anlaßtemperatur von 775°C, wofür hauptsächlich die um 75% reduzierte mittlere Versetzungsdichte, Abb.4.4.1-33, verantwortlich ist.

Die Bewertung der Auswirkungen einer Anlaßtemperatur von 835°C wird gestützt durch die Tatsache, daß bei dieser Temperatur der im Rahmen dieser Arbeit NF616 (Schmelze CMS, Gleiches für CQM angenommen) gemessene A_{C_1} -Punkt bereits um 10°C überschritten ist, vergleiche mit Abb. 4.4.1-1. Insoweit dürfte die Schmelze CQM auf A_{C_1} -Überschreitungen empfindlicher reagieren als dies aufgrund des vom Stahlhersteller für NF616 angegebenen A_{C_1} -Punktes in der Höhe von 863°C, Abb.2.3-

1 /54, 142/ zu erwarten wäre. Nach /45/ bedeuten Anlaßvorgänge oberhalb des A_{c1} -Punktes stets einen Verlust an Gefügestabilität.

Nach /18/ wird unter Rückgriff auf in /89/ an dem Werkstoff X20 CrMoV 12 1 geführte Untersuchungen für P91 abgeschätzt, daß der zu Beginn der α/γ -Umwandlung knapp oberhalb des A_{c1} -Punktes neu gebildete Austenit wegen der bei diesen Temperaturen noch geringen Löslichkeit des Kohlenstoffs, siehe Abb. 5.1.2-1 /18/, auch nur relativ niedrige C-Gehalte enthalten kann, was zu einer zusätzlichen Er-

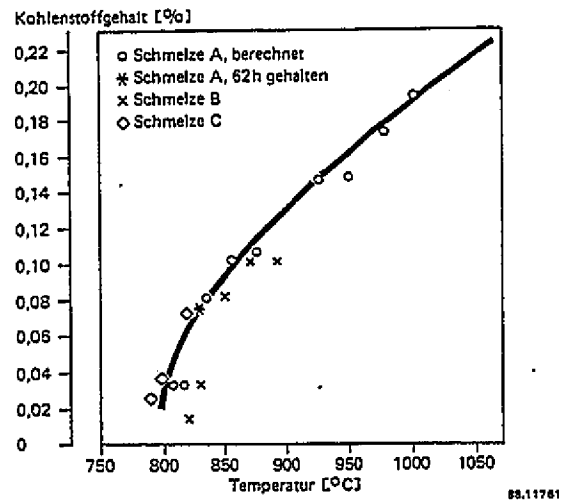


Abb. 5.1.2-1: Kohlenstofflöslichkeit im Austenit des Stahles X20 CrMoV 12 1 /89/

weichung des Grundwerkstoffes mit einer entsprechenden Abnahme der Zeitstandfestigkeit führe. Die zu P91 in /18/ angestellten Überlegungen sind vom Grundsatz her auch auf NF616 als einem ähnlichen 9% Cr-Stahl übertragbar. Betrachtet man die nach einem Anlassen bei 835°C im Vergleich zu 775°C auftretende Härteminderung, so findet man im Falle von CQM nach Abb.4.4.1-6 in etwa eine Minderung 20 bis 30 HV5-Härteeinheiten, die im Hinblick auf die Kriechfestigkeit als nicht mehr unerheblich einzustufen ist.

Das in Iso-Stress-Versuchen gemäß Tabelle 4.3.1-3 für 2 Spannungshorizonte (120 und 145 MPa) in einem Temperaturbereich zwischen 600 und 675 °C gefundene Kriechverhalten entspricht den aufgrund der metallkundlichen Betrachtungen abgeleiteten Erwartungen, wie aus der Bruchzeit-Temperatur-Darstellung in Abb.4.4.1-79 zu entnehmen ist. Die Proben mit dem Wärmebehandlungszustand '1070°C/2 h und 835°C/2 h' zeigen gegenüber dem Lieferzustand '1070°C/2 h und 775°C/2 h' bei einer Prüfspannung von 120 MPa mehr als um eine Größenordnung verkürzte Bruchzeiten auf, bei 145 MPa ist es fast eine Größenordnung. Insoweit wird die auf die Zeitstandfestigkeit stark beeinträchtigende Wirkung der 835°C-Anlaßglühung voll bestätigt. Bei einer 970°C-Austenitisierung ist im Vergleich zum Lieferzustand keine schädigende Wirkung festzustellen. Dieses Ergebnis befindet sich leicht im Widerspruch zu den vom Hersteller in /53/ veröffentlichten Daten, wonach bei dieser Austenitisierungstemperatur ein geringfügiger Abfall der Zeitstandfestigkeit ausgewiesen wird, Abb. 2.3-2. Aufgrund der Geringfügigkeit der ermittelten Unterschiede sollte diese Tatsache nicht überwertet werden.

Etwas abweichend von der Erwartung aus metallkundlicher Sicht verhält sich die Schmelze CMS, die trotz einer größeren relativen Häufigkeit feinerer Partikel als in

der Charge CQM, Abb.4.4.1-34, bei langzeitiger Beanspruchung eine stärkere Einbuße im Kriechwiderstand erleidet als vorher angenommen.

- Bewertung des Gefügezustandes nach Zeitstandbeanspruchung mittels TEM-Untersuchungen

- Lieferzustand

Für die Bewertung des Mikrogefüges nach einer Zeitstandbeanspruchung mit variierender Temperatur (600 bis 650°C), Spannung (104 bis 160 MPa) und Zeit (23 bis 9755 h) unterschiedlich wärmebehandelter Ausgangszustände (1070°C/2 h + 775°C/2 h -Lieferzustand- und 1070°C/2 h + 835°C/2 h), siehe Tabelle 4.4.1-3, kristallisierten sich im wesentlichen folgende Gefügeparameter bzw. Eigenschaften als bedeutsam für das Zeitstandfestigkeitsverhalten heraus:

- mittlere Versetzungsdichte im Subkorninneren
- mittlere Subkornbreite
- Polygonisationszustand der Subkörner
- W- und Mo-Haushalt unter Berücksichtigung des Ausscheidungszustandes der $M_{23}C_6$ -Carbide und der Laves-Phase $(Fe,Cr)_2(W,Mo)$

Hierzu ist anhand der Ergebnisse der TEM-Untersuchungen folgendes zu sagen. Betrachtet man die nach abnehmender Versetzungsdichte und steigender Subkornbreite geordneten Histogramme gemäß Abb.4.4.1-36 und -37, stellt man bei einer konstanten Temperatur einen beschleunigenden Einfluß der Spannung auf die die Kriechfestigkeit mindernden Gefügeveränderungen zwischen Kopf und Schaft einer zeitstandbeanspruchten Probe fest. Die Spannungen korrespondieren mit der Beanspruchungsdauer; d.h. nimmt die Spannung ab, wird eine längere Standzeit erreicht, was sich wiederum in einer Abnahme der Versetzungsdichte bzw. in einem Anstieg der Subkornbreite und somit in einer stärkeren Erschöpfung des Mikrogefüges ausdrückt.

Die Temperatur ist von entscheidender Bedeutung für die Beeinflussung des Gefüges, wie die bei 650°C mit einer Spannung von 160 MPa getestete Probe belegt. Nach nur 23 h hat sich die mittlere Versetzungsdichte im Kopf der Probe bereits um 25% gegenüber dem Ausgangszustand verringert; bei der Subkornbreite ist Vergrößerung mit ca. 15% nicht so ausgeprägt. Während im Schaft die Versetzungsdichte im Vergleich zum Kopf nur unwesentlich abnahm, erhöhte sich die Subkornbreite beträchtlich (75% bezogen auf den Ausgangszustand). Dieser Prozeß geht einher mit einer deutlichen Polygonisation in der Subkornstruktur, vergleiche Abb. 4.4.1-54 mit -57.

Selbst bei einer mit derselben Spannung von 160 MPa bei 600°C und nicht bis zum Bruch beanspruchten Probe (ausgebaut nach 1502 h bei einer bleibenden Kriechdehnung von 1,8%) verringert sich die Versetzungsdichte im Kopf um etwas mehr als 20%. Während sich die Subkornbreite im Kopf mit <10% kaum verändert hat, ist im Schaft eine Vergrößerung um 65% festzustellen. Diese macht sich bereits in einer Polygonisation bemerkbar, vergleiche Abb. 4.4.1-35a mit -42. Diese belegt außerdem anschaulich den starken Spannungseinfluß, zieht man einen Vergleich zu der unter gleichen Bedingungen (600°C/160 MPa) jedoch bis zum Bruch (9.755 h) geprüfte Probe. In dieser Probe zeigt sich ein günstigerer Subkornzustand (Zunahme der Subkornbreite um nur 40%) als im Schaft der nach 1502 h vorzeitig ausgebauten Probe. Dies steht im Einklang mit der Mikrostruktur entsprechend der Abb. 4.4.1-38 (Kopf, 9755 h: thermisch aktiviertes Gefüge in Form intensivierter $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen auf den noch deutlich vorhandenen Martensitlattengrenzen) im Vergleich zu Abb. 4.4.1-42 (Schaft, 1502 h: deutlich einsetzende Polygonisation in der ehemaligen Martensitlattenstruktur).

Temperatur und Spannung wirken sich auch auf den Ausscheidungszustand der Carbide aus, wie die beispielhaft an 2 Proben bei 650°C und unterschiedlicher Spannung (160 MPa bzw. 104 MPa) durchgeführte Analyse der statistischen Größenverteilung der Partikel zeigt, Abb. 4.4.1-62a und b. Dabei zeigt sich der Spannungseinfluß in doppelter Weise im Häufigkeitsanstieg der kleineren Partikel (50 µm und kleiner) : zum einen im Vergleich zwischen Kopf und Schaft und zum anderen in einer stärkeren Zunahme bei der höher belasteten Probe, obgleich diese nur 23 h gegenüber der anderen mit 6.468 h bis zum Bruch beansprucht wurde. Der Temperatur-Zeiteinfluß drückt sich bei der 6.468 h-Probe in einem leicht vermehrten Auftreten der gröberen Partikel (300 µm und größer) aus. Bei der 23 h-Probe macht sich aufgrund der Kürze der Beanspruchungsdauer ein solcher Effekt noch nicht bemerkbar.

Ein weiterer die Kriechfestigkeit maßgeblich beeinflussender Faktor ist die Entstehung der Laves-Phase, Beispiele hierfür sind in den Abb. 4.4.1-40, -41, -52, -53, 56, -61 und -66 gegeben. Eine Zuordnung zu den Prüfbedingungen ist der Tabelle 4.4.1-3 zu entnehmen. Das Auffinden der Laves-Phase deckt sich weitestgehend mit den vom Hersteller für thermische Auslagerung, vergleiche Abb. 2.4-1 /47,54/, gemachten Angaben. Für im Lieferzustand getestete Proben bestehen allerdings Abweichungen bei 600°C/1502 h/1,8% -vor Bruch ausgebaut- /Kopf und Schaft und bei 650°C/ 1088 h/21,7% Bruchdehnung/Kopf, indem keine Laves-Phase gefunden wurde. Ob hierin ein systematischer Einfluß der Verformung oder der Spannung zu sehen ist, kann nicht zweifelsfrei gesagt werden.

Soweit Laves-Phase auftritt, ist sie mit einem signifikanten Anstieg der für die Mischkristallhärtung maßgeblichen Elemente Mo und vor allen Dingen W in der intermetallischen Verbindung verbunden, Abb. 4.4.1-46. Mit zunehmender Beanspruchungsdauer werden diese Elemente auch zu einem gewissen Teil in den $M_{23}C_6$ -Carbiden angereichert. Dadurch werden diese Elemente der Matrix entzogen. In den Ausscheidungen können sie nicht mehr die Wirkung entfalten, als wenn sie sich noch in der Matrix in Lösung befänden.

Nach einer Beanspruchungsdauer von 9755 h bei 600°C/160 MPa ist der W-Gehalt um rund 1/3 gegenüber dem Ausgangszustand zurückgegangen, vergleiche Tabelle 4.4.1-1 mit Abb. 4.4.1-46. Aufgrund des nur geringfügig niedrigeren W-Gehaltes nach 6468 h bei 650°C/104 MPa ist für diese Probe von ähnlichen Verhältnissen in der Matrix auszugehen. Dieses Ergebnis, siehe auch die W-Messung in der Matrix nach thermischer Auslagerung

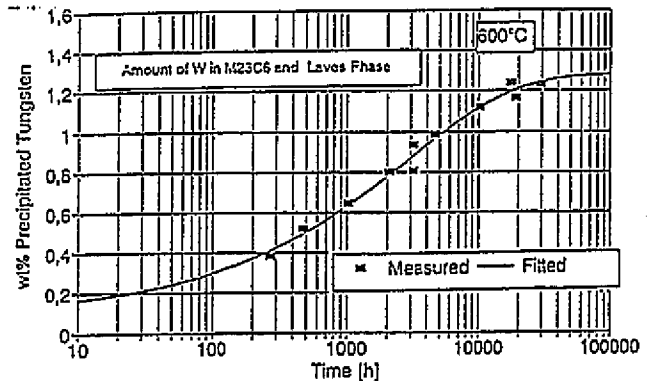


Abb. 5.1.2-2: Gehalt (Gew.%) an in $M_{23}C_6$ und Laves-Phase ausgeschiedenem Wolfram des Stahles NF616 nach thermischer Auslagerung bei 600°C /147/

entsprechend Abb. 4.4.1-46, deckt sich relativ gut mit der Literatur. Dort wird von einem Verbrauch an W in der Matrix von 30% (siehe Abb 2.4-3 /86/) bis 50% (siehe Abb. 5.1.2-2 /147/) nach thermischer Auslagerung bei 600°C/3000 h berichtet. Ein Wert von 50% für 600°C/10.000 h bzw. 60% für 650°C/10.000 h wird in /148/ genannt, ermittelt an einem 8Cr-2W-0.2V-Ta-Stahl.

Aus Abb. 5.1.2-2 /147/ ist weiter zu erkennen, daß nach 20.000 h/600°C davon auszugehen ist, daß nur noch 1/3 des W in der Matrix des NF616 gelöst verbleibt und zur Mischkristallhärtung zur Verfügung steht. Dies bedeutet, daß W und Mo zusammen nur noch mit rund 1% in Lösung bleiben. Dieser Summengehalt wurde nach /147/ auch in einem 10.2%Cr-1.1%Mo-0.9%W-Stahl nach 20.000 h thermischer Auslagerung in der Matrix ermittelt. Der 1%-Wert scheint nach /147/ eine Art Grenze darzustellen, über die hinaus keine Verbesserung der 10^{-5} h Zeitstandfestigkeit zu erzielen ist. Dieser Aspekt muß in der weiteren Zukunft sorgfältig verfolgt werden, um bewerten zu können, welche Konsequenzen sich hieraus für die Zeitstandfestigkeit und die Auslegung des Stahles NF616 ergeben.

- 835°C angelassen

Von besonderer Bedeutung für die Beurteilung des Langzeitverhaltens des Stahles NF616 ist seine auffällig niedrigere Kriechfestigkeit, Abb.4.4.1-79 und -80, nach einer Anlaßbehandlung bei 835°C (Wärmebehandlungszustand W2 gemäß Tabelle 4.3.1-3). Wie bereits weiter oben ausgeführt, ist die in diesem Zusammenhang festgestellte Empfindlichkeit mit der nur knapp oberhalb des A_{C_1} -Punktes in der Höhe von 825°C, Abb. 4.4.1-1, liegenden Wärmebehandlung in Verbindung zu bringen. Der sich hiernach einstellende Gefügestand bietet vor allen Dingen aufgrund der sehr niedrigen Versetzungsdichte von etwas mehr als $2 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, Abb.4.4.1-33, und der beginnenden Polygonisation in der Martensitlattenstruktur; Abb.4.4.1-26, keine guten Voraussetzungen für gute Langzeiteigenschaften.

Es ist somit nicht verwunderlich, wenn dieser Wärmehandlungszustand durch mehr als eine Größenordnung kürzere Laufzeiten auffällt, liegt doch die Versetzungsdichte schon im Ausgangszustand unterhalb derjenigen, die für die Probe (600°C, 160 MPa, 9755 h, 22,8% Bruchdehnung) mit der längsten im Rahmen dieser Arbeit erfaßten Laufzeit gemessen wurde ($2,5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$), Abb.4.4.1-36. Ähnlich ungünstig verhält es sich mit der Subkornstruktur. Der Ausgangszustand, Abb. 4.4.1-26, entspricht bereits einem thermisch belasteten Gefüge wie es die Proben (650°C, 120 MPa, 1088 h, 21,7% Bruchdehnung bzw. 650°C, 110 MPa, 3595 h, 22,2% Bruchdehnung), vergleiche Abb.4.4.1-29 mit 4.4.1-37 bezüglich der Subkornbreite, im Kopf repräsentieren. Im Bruchzustand weisen die 835°C angelassenen Proben im Schaft im Vergleich zu den im Lieferzustand unter gleichen Bedingungen geprüften Proben um ca. 60% höhere Subkornbreiten auf, Abb. 4.4.1-37.

Bemerkenswert ist auch die Tatsache, daß der Wärmebehandlungszustand '835°C angelassen' bei 650°C/120 MPa bereits nach 66 h im Schaft der Probe zur Laves-Phasen-Ausscheidung führt, Abb. 4.4.1-66, was bei Zugrundelegung der für thermische Auslagerung vom Hersteller ermittelten Ausscheidungscharakteristik nicht zu erwarten gewesen wäre, Abb. 2.4-1.

Vor diesem Hintergrund scheint es gerechtfertigt darüber nachzudenken, ob in Anbetracht der im Rahmen dieser Arbeit festgestellten A_{C_1} -Temperatur von 825°C, Abb. 4.4.1-1, eine Absenkung der maximal zugelassenen Anlaßtemperatur von 810°C, siehe Tabelle 2.5-1, auf 800°C sinnvoll wäre. Mit der in /45/ ausgesprochenen Empfehlung 'Betriebtemperatur ca. 180°C unterhalb der max. Anlaßtemperatur' (siehe auch Abschnitt 2.3) ergäbe sich dann sinnvollerweise eine max. Betriebstemperatur von ca. 620°C.

5.1.3 Zeitdehnverhalten im Lieferzustand im Hinblick auf die Extrapolation der Langzeit-Festigkeitskennwerte

Von Nippon Steel, dem Hersteller des Werkstoffes NF616 werden in /80 und 123/ Ausführungen zum Kriechdehnverhalten in Abhängigkeit der Spannung anhand von Larson-Miller-Parameter-Studien gemacht. Die grafische Darstellung hierzu unter Einbeziehung aller vom Hersteller geprüften Schmelzen ist Abb. 5.1.3-1 zu entnehmen. Bei doppellogarithmischer Auftragung der Spannung gegenüber der minimalen Kriechdehnung (hier ist die sekundäre Kriechrate gemeint), siehe Abb. 2.5.1-2, ergibt sich durch Extrapolation ein Spannungswert von 127 MPa bei dem bei einer Prüftemperatur von 600°C eine sekundäre Kriechrate von 10^{-5} %/h erreicht wird. Dieser Spannung und Temperatur werden dann der korrespondierende Wert von 0,01%/1.000 h als Kriechrate zugeordnet. Obgleich nicht ausdrücklich in /80,123/ angegeben, kann hieraus abgeleitet werden, daß bei 600°C 1% Kriechdehnung bei einer angelegten Spannung von 127 MPa nach 10^5 h erlangt wird.

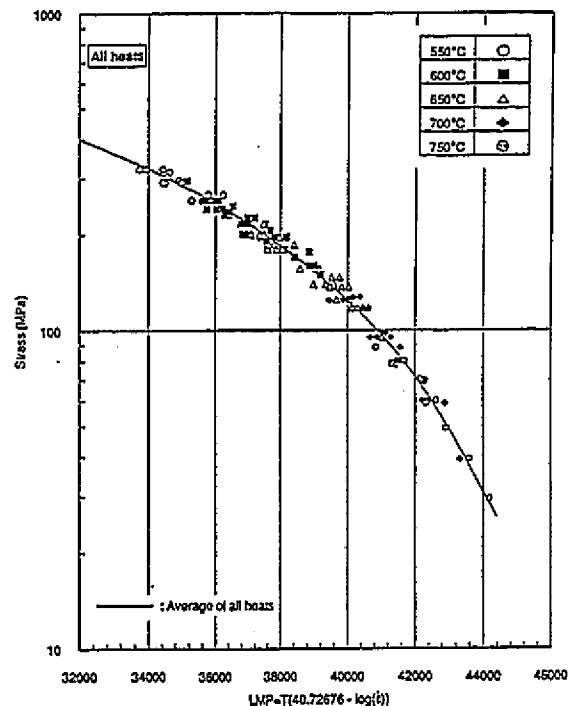


Abb. 5.1.3-1: Larson-Miller-Parameter-Darstellung für die sekundäre Kriechdehnrate in Abhängigkeit von der Spannung des Stahles NF616 nach Herstellerangaben
ON 1231

Im Rahmen dieser Arbeit wurden für die Auswertung des Zeitdehnverhaltens andere Wege beschritten. Die Überlegungen umfassen die beiden hier untersuchten Schmelzen CQM (schwerpunktmäßig) und CMS, wobei an dieser Stelle darauf hingewiesen wird, daß sich diese beiden Schmelzen bezüglich ihres Zeitstandverhaltens in der Mitte (CMS) bzw. im unteren Viertel (CQM) des Streubandes aller vom Hersteller untersuchten Schmelzen liegen, Abb. 2.5.1-4.

Ausgehend von den Auftragungen der Kriechdehnung in Abhängigkeit der Beanspruchungsdauer (Prüfspannung als Parameter) gemäß Abb. 4.4.1-74a und -74b (beispielhaft für die Charge CQM) wurde aus der Steigung des Geradenanteils dieser Kurven die Kriechrate für den sekundären Kriechbereich (stabiles Kriechen) bestimmt und gegenüber der Spannung in einem doppellogarithmischen Diagramm aufgetragen, Abb. 4.4.1-78. Dabei zeigt sich bei beiden Schmelzen (CQM und CMS) sowohl für 650°C als auch für 600°C ab einer bestimmten Spannung (ca. 110 bzw. 150 MPa) eine signifikante Veränderung im Kriechverhalten. Die Steigung der se-

kundäre Kriechdehnrate, gegenüber der Prüfspannung aufgetragen, nimmt von anfänglich hohen Werten zu niedrigeren hin ab. Entsprechend der Norton'schen Kriechbeziehung

$$d\epsilon/dt = C \cdot \sigma^n$$

bzw. in logarithmierter Form

$$\log(d\epsilon/dt) = \log C + n \log \sigma,$$

wobei

$d\epsilon/dt$ die sekundäre Kriechrate bei konstanter Temperatur ,

C und n Werkstoffkonstanten und

σ die Prüfspannung

darstellen, lassen sich für 600 bzw. 650°C Exponentenwerte

$$n = 16 \text{ für } >150 \text{ MPa bzw. } >110 \text{ MPa}$$

und

$$n = 6 \text{ für } <150 \text{ MPa bzw. } <110 \text{ MPa}$$

aus Abb. 4.4.1-78 ableiten.

Die vom Hersteller Nippon Steel Corporation für dieselben Schmelzen, Zuordnung siehe Tabelle 4.1.1-1, über die sekundäre Kriechrate veröffentlichten Daten /80,123/ ordnen sich für beide Temperaturen hauptsächlich im Bereich des jeweilig höheren Kriechexponenten n ein. Die Werte des Herstellers fügen sich gut in die eigenen Messergebnisse ein; Abb. 4.4.1-78.

Das temperatur- und spannungsabhängig unterschiedliche Kriechverhalten mit verschiedenen Norton'schen Kriechexponenten n , siehe Abb. 4.4.1-78, kann als Reaktion der Kriechdehnrate auf Gefügeveränderungen angesehen werden. Über einen ähnlichen Wechsel im Kriechverhalten in Abhängigkeit der Spannung wird von dem Werkstoff HCM12 (δ -ferrit-haltiger 12%Cr-Stahl mit je 1% Mo und W (chemische Zusammensetzung siehe Tabelle 1-1) in /144/ berichtet. Als Exponentenwerte werden $n = 17$ für höhere Spannungen und $n = 7$ für niedrigere in dem untersuchten Temperaturbereich von 500 bis 700°C genannt.

Die sich für 600°C einstellende sekundäre Kriechrate zeigt, daß ein Wert von $10^{-5} \%$ /h erst bei einer Spannung von 105 bis 110 MPa (extrapoliert) zu erwarten ist, Abb. 4.4.1-78. Je mehr sich die Kriechdehnrate diesem Wert nähert, scheinen sich die anfänglich zwischen den beiden Schmelzen CQM und CMS vorhandenen Unterschiede (CMS zeichnet sich durch eine geringere Kriechrate als CQM aus) aufzuheben. Auch für die sich im mittleren Streubandbereich der Zeitstandfestig-

keitswerte befindende Charge CMS ist eine sekundäre Kriechrate von 10^{-5} %/h bei 127 MPa und 600°C nicht zu erreichen. D.h. die Angaben des Herstellers in /80,123/ von $0,01\%/1.000 \text{ h}$ als Kriechrate bei 600°C und 127 MPa dürfen nicht linear für eine Beanspruchungsdauer von 10^5 h umgerechnet werden.

Diese Aussage wird auch durch die Auftragungen der Kriechdehnrate gegen über der absoluten Kriechdehnung mit der Temperatur, Abb. 4.4.1-77, bzw. der Spannung, Abb. 4.4.1-76a), als Parameter bestätigt. Bei 600°C und 120 MPa ist für eine sekundäre Kriechrate von 10^{-5} %/h der 1% Kriechdehnungswert bereits überschritten, obgleich hier nur Versuchsdauern im Bereich von 10.000 h zugrunde liegen, siehe Abb.4.4.1-74.

Eine weitere Bestätigung des zur Erlangung der 1% Zeitdehngrenze bei 600°C niedriger anzusetzenden Spannungswertes ergibt sich aus der doppellogarithmischen Darstellung $\log(1\% \text{ Zeitdehngrenze})$ über $\log(\text{Beanspruchungsdauer})$, Abb. 4.4.1-75. Die auf 10^5 h extrapolierten 600°C -Kurven der Chargen CQM und CMS scheinen einem gemeinsamen Spannungsgrenzwert von etwas kleiner als 110 MPa zu zustreben, was bedeuten würde, die Schmelze CMS würde ihren anfangs gezeigten höheren Kriechwiderstand im Vergleich zu CQM nicht aufrecht erhalten können. Zur Extrapolation der CMS-Werte ist jedoch kritisch anzumerken, daß sie über 2 Dekaden hinweg geht, was durchaus mit Fehleinschätzungen behaftet sein kann.

Bei der Auswertung des sekundären Kriechverhaltens wurde zusätzlich auf eine bereits 1956 von Monkman und Grant aufgestellte, experimentell abgeleitete Beziehung zwischen der sekundären Kriechrate und der Bruchzeit zurückgegriffen /143/. Diese Beziehung geht davon aus, daß es bei Werkstoffen, die bei Zeitstandbeanspruchung eine ausgeprägte sekundäre Kriechphase aufweisen (d.h. die tertiäre Kriechphase bis zum Bruch ist im Verhältnis dazu relativ kurz), eine Verknüpfung zwischen einem Potenzansatz m für die sekundäre Kriechdehnrate $d\varepsilon/dt$ und der Bruchzeit t_{Bruch} gibt, die sich in folgender Formel ausdrücken läßt:

$$(d\varepsilon/dt)^m \cdot t_{\text{Bruch}} = \text{konst.} \quad (1)$$

In logarithmierter Form lautet dieser Ansatz:

$$m \log(d\varepsilon/dt) + \log t_{\text{Bruch}} = C \quad (2)$$

worin

m und C werkstoffabhängige Konstanten,

$d\varepsilon/dt$ die sekundäre Kriechdehnrate

und

t_{Bruch} die Bruchzeit

darstellen.

Das Verblüffende dieser rein empirisch aufgestellten Gleichung liegt nun daran, daß sie in zahlreichen Tests für eine Vielzahl von Werkstoffen (z.B. Ferrite, Austenite, Nickelbasislegierungen, Aluminium und Titanium) bestätigt wurde. Die Meßpunkte ordnen sich dabei mit einem Streuband in weiten Bereichen unabhängig von Temperatur und Spannung um eine Gerade mit der Steigung $m = 0,77$ bis $0,93$ und dem Ordinatenachsenabschnitt $C = 0,48$ bis $1,3$ in einem $\log t_{\text{Bruch}} / \log (de/dt)$ -Diagramm an. Für Ferrite beträgt $m = 0,85$ und $C = 0,56$.

In Diskussionsbeiträgen zu /143/ wird auch der Versuch eines theoretischen Gleichungsansatzes unternommen. Ausgehend von der Überlegung, daß es sich bei Kriechprozessen um zeitlich veränderliche Vorgänge handelt, deren Raten r sich mit der Arrhenius-Gleichung

$$r = A e^{-Q/RT} \quad (3)$$

ausdrücken lassen, worin A und Q Konstanten, R die Gaskonstante und T die Temperatur bedeuten.

Legt man diese Gleichung KriechVorgängen zugrunde und setzt für r ' de/dt ' als Kriechrate und ' $1/t_{\text{Bruch}}$ ' als Bruchrate ein, erhält man die Larson-Miller-Parameter-Darstellung

$$P = T (C_1 - \log (de/dt)) \quad (4)$$

und

$$P = T (C_2 + \log (t_{\text{Bruch}})) \quad (5)$$

Bei konstanter Temperatur kann man die Gleichungen (4) und (5) gleichsetzen und erhält die Beziehung

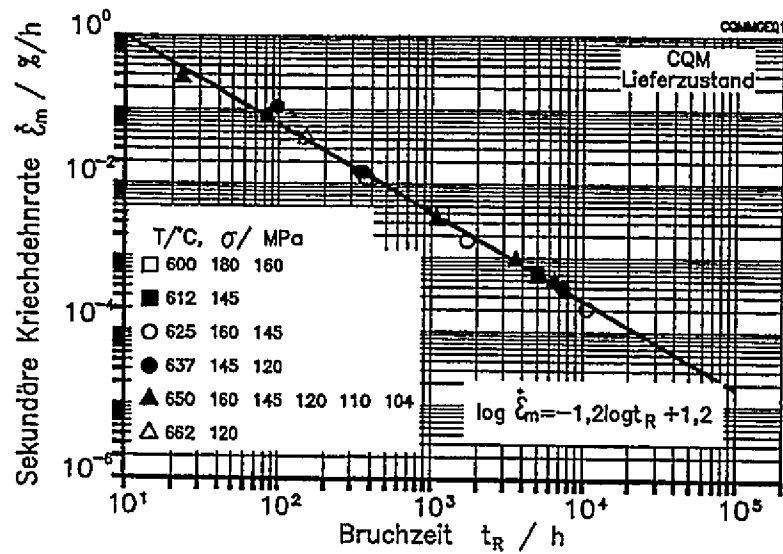
$$\log (de/dt) + \log t_{\text{Bruch}} = C \quad (6),$$

die sich von der Gleichung (2) nur durch fehlenden Potenzansatz m für die Kriechdehnrate unterscheidet. Geht man aber so bei der Weiterentwicklung der Arrhenius-Gleichung (3) vor, gelangt man letztlich über die modifizierte Gleichung (4) nach Gleichsetzung mit (5) zur eigentlichen Monkman-Grant-Beziehung (2).

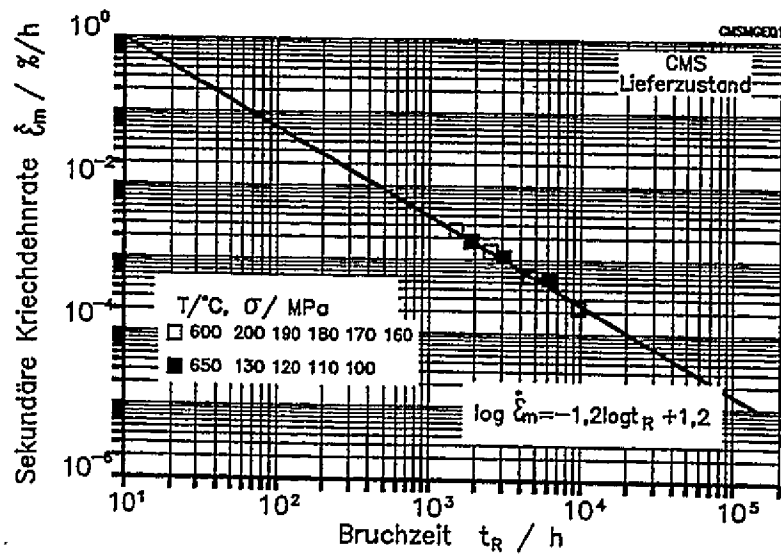
Während der Hersteller in /80,123/ bei seinen Betrachtungen zur sekundären Kriechrate und der Bruchzeit von der Larson-Miller-Parameter-Darstellung mit $C_1 = 40,7$ bzw. $C_2 = 36,1$ gemäß Gleichung (4) bzw. (5) ausgeht, die letztlich eine relativ

stark gekrümmte Kurve liefert (siehe Abb. 5.1.3-1), führt die Monkman-Grant-Beziehung in doppellogarithmischer Darstellung für beide Schmelzen (CQM und CMS) eindeutig zu einem linearen Zusammenhang zwischen der sekundären Kriechdehnrate und der Bruchzeit, Abb.5.1.3-2a bis c). Exakt, wie in /143/ beschrieben, zeigt sich auch der Stahl NF616 im untersuchten Temperatur- und Spannungsbereich unabhängig von den beiden Diagramm-Variablen. Die Steigung der Geraden im Sinne der Gleichung (2) beträgt $m = 0,83$ und die zugehörige Konstante $C = 1$, siehe Abb. 91a bis c), womit sich für NF616 die Werkstoff-konstante m gut in die von Monkman-Grant empirisch gemachten Erfahrungen einfügt. Die Konstante C weicht etwas mehr als von Monkman-Grant angegeben ab. Dennoch gibt die ermittelte Beziehung einen Sinn.

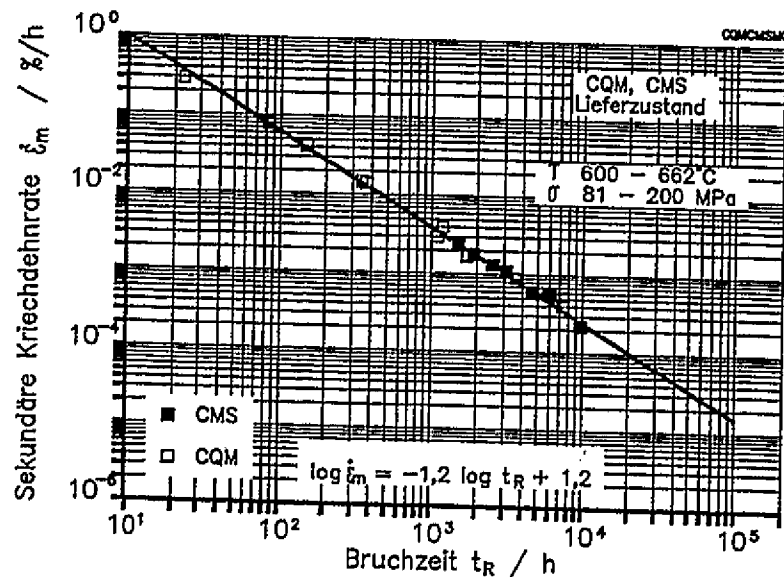
Nimmt man nun anhand der Abb. 5.1.3-2a bis c) eine Extrapolation vor, welche sekundäre Kriechrate zu einem Bruch der Proben nach 10^5 h führt, so läßt sich für beide Schmelzen (CQM und CMS) ein Wert von ca. $1,8 \times 10^{-5} \%$ /h ablesen. Dieser Wert korrespondiert gemäß Abb. 4.4.1-78 bei 600°C mit einer Spannung von ca. 115 MPa, welche 5 MPa unterhalb des für die Schmelze CQM mit der eigenen MCM-Extrapolation für die Bruchzeit von 10^5 h extrapolierten Spannungswertes von 120 MPa entsprechend Abb. 4.4.1-73 liegt. Ausgehend von den Betrachtungen zur tendentiellen Angleichung der 1% Zeitdehngrenze der Schmelze CMS an die von CQM, Abb. 4.4.1-75, muß auch bei der Zeitstandfestigkeit mit einem stärkeren Abfall der vom Hersteller höher eingestuft Charge CMS, siehe Abb.2.5.1-4, gerechnet werden. Dies deutet sich in den eigenen Zeitstandversuchen bereits an. In Abb.4.3.1-1 ist zu erkennen, daß die Charge CMS nur zu Beginn der Belastungsversuche ein besseres Zeitstandverhalten als die Schmelze CQM zeigt.



a) Schmelze CQM



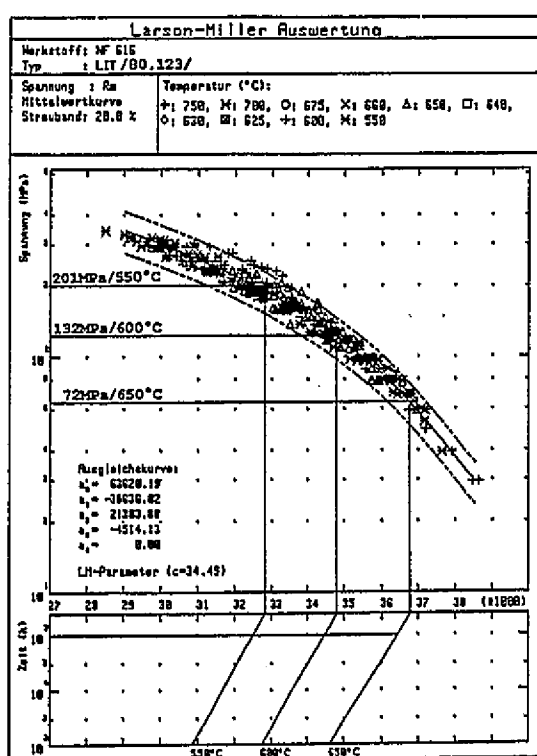
b) Schmelze CMS



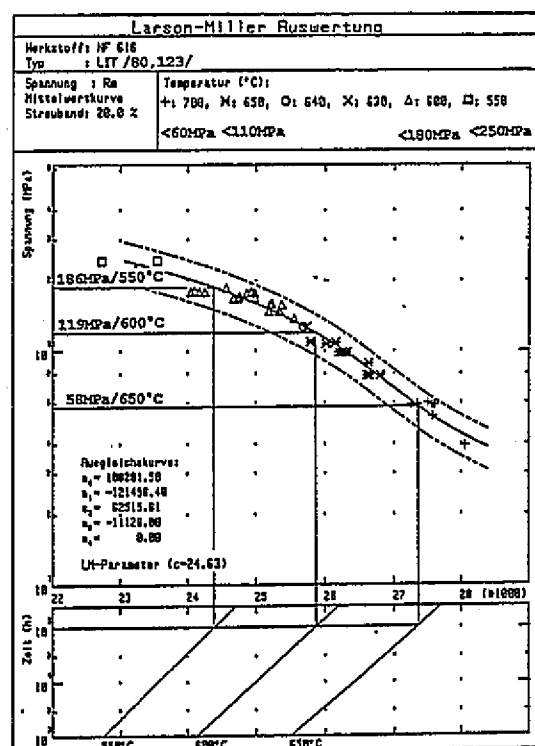
c) Schmelzen CQM und CMS

Abb. 5.1.3-2: Sekundäre Kriechrate als Funktion der Bruchzeit, dargestellt nach der Monkman-Grant-Beziehung /143/, für die Schmelzen CQM und CMS (Lieferzustand)

Eine Analyse der vom Hersteller auf der Grundlage einer Larson-Miller-Parameter-(LMP)-Auswertung unter Einbeziehung aller ermittelten Zeitstandfestigkeitswerte veröffentlichten Langzeitextrapolation der bei 10^5 h anzuwendenden Zeitstandfestigkeitskennwerte, /80,123/, bringt in Verbindung mit dem festgestellten unterschiedlichen Kriechverhalten, siehe Abb. 4.4.1-78, Interessantes hervor. Eine in /145/ von anderer Stelle vorgenommene LMP-Auswertung kommt grundsätzlich zu einem ähnlichen Verlauf der Ausgleichskurve in der σ -LMP-Darstellung, Abb. 5.1.3-3a, wie der Hersteller in /80,123/.



a) alle Werte nach /80,123/



b) spannungsmäßige Einschränkung der Werte nach /80,123/

Abb. 5.1.3-3: Larson-Miller-Parameter-Darstellung der Zeitstandfestigkeitswerte auf der Grundlage von Herstellerangaben /80,123/ nach Auswertungen von /145/

Die Koeffizienten des in /145/ verwendeten Polynomansatzes 4. Ordnung der Gestalt

$$PLM = a_0 + a_1 \log \sigma + a_2 (\log \sigma)^2 + a_3 (\log \sigma)^3 + a_4 (\log \sigma)^4$$

sowie der LM-Parameter C unterscheiden zwar geringfügig von denen des Herstellers. Dennoch ergeben sich für 550 und 600 °C identische 10^5 h-Zeitstandfestigkeitswerte von 201 bzw. 132 MPa; bei 650 °C liegt der Wert mit 72 MPa lediglich um 2 MPa niedriger /80,123/. Nimmt man nun eine Beschränkung in der Auswahl der in der LPM-Darstellung zu berücksichtigenden Spannungswerte vor und zwar so, daß hohe Spannungswerte, die einem höheren Norton'schen

Kriechexponenten zuzuordnen sind, ausgeblendet werden (bei 600°C wurde die Spannungsgrenze mit 180 MPa mangels Versuchswerte <150 MPa - nur 2 verfügbar - höher gelegt; bei 550°C und 700°C wurden die Spannungsgrenzen geschätzt mit <250 bzw. <60 MPa), ergeben sich sowohl eine bei weitem nicht mehr so stark gekrümmte Ausgleichskurve (LM-Parameter $C = 24,6$ statt 34,5) als auch für alle 3 Temperaturen niedrigere 10^5 h-Zeitstandfestigkeitswerte, Abb. 5.1.3-3b:

550°C:	186 MPa
600°C:	119 MPa
650°C:	58 MPa

Der vordere Ast der 10^5 h-Zeitstandfestigkeits-LMP-Darstellung gemäß Abb.5.1.3-3a wird durch zahlreiche bei 550°C und 600°C getestete Proben kürzerer Laufzeit (<2.000 bzw. 800 h) geprägt, siehe Abb.2.5.1-1. Diese Proben weisen einen relativ hohen Zeitstandfestigkeitwert auf, da sie einen Gefügezustand repräsentieren, in dem noch keine nennenswerte Ausscheidung der Laves-Phase stattgefunden hat, Abb. 2.4-1. Dies bedeutet, daß Mo und insbesondere W noch voll zur Mischkristallhärtung, welches einen großen Beitrag zur Zeitstandfestigkeit liefert, zur Verfügung gestanden haben und noch nicht durch Anreicherung in der Laves-Phase und den $M_{23}C_6$ -Carbiden der Matrix entzogen wurden, siehe Abb. 2.4-2a, 2.4-3 und 4.4.1-46 sowie Abschnitt 2.4 'Ausscheidungsverhalten unter Temperatur und Spannung'. Bezieht man nun hauptsächlich nur solche Proben in die LMP-Auswertung mit ein, bei denen von einem gewissen Ausgleich des Mo- und W-Gehaltes zwischen Matrix und Carbiden ausgegangen werden kann, so führt die zu der oben beschriebenen Absenkung der Langzeitextrapolationswerte für die 10^5 h- Zeitstandfestigkeit.

5.2 Schweißverbindung

5.2.1 Kerbschlagzähigkeit

Bei den in Abb. 4.4.2-8 bis -10 für die WEZ und das Schweißgut der Schweißnähte CSK (NF616-artgleicher Schweißzusatz in Naht mit Rohrschmelze CQM) und CSS (E911-ähnlicher Schweißzusatz in Naht mit Schmiedestückcharge CMS) wiedergegebenen Kerbschlagarbeits-Temperatur-Kurven sind zwei Besonderheiten hervorzuheben. Dies sind zum einen das Zähigkeitsverhalten des Schweißgutes von CSK im Vergleich zu CSS und zum anderen die Zähigkeitswerte der WEZ von CSS gegenüber CSK.

Während das Schweißgut von CSS die Anforderungen des konventionellen Regelwerkes nach TRD 201 /151/ an die Kerbschlagzähigkeit erfüllt, liegt das der Naht CSK mit 8 J bei Raumtemperatur deutlich unterhalb der Mindestanforderung von 27 J entsprechend dem Querwert für den Grundwerkstoff, siehe Tabelle 2.5-1. Dieser Wert wird in etwa bei 50°C erreicht. Bei Temperaturen oberhalb 100°C liegen die Werte oberhalb von 150 J. Bedenkt man, daß infolge Zeitstandbeanspruchung die Zähigkeit wieder abnimmt, Abb. 2.5.2-7 (Schweißgut) und Abb.2.5.1-7 und 4.4.1-71 und -72 (Grundwerkstoff), sind hier Einschränkungen bezüglich der niedrigsten Temperatur bei Druckproben wegen der Spröbruchgefahr gegeben. Wie in den Anfängen des P91-Schweißgutes, siehe Abschnitt 2.5.2.4 'Schweißverbindung / Kerbschlagzähigkeit' wird noch weiterer Entwicklungsbedarf in Richtung Zähigkeitsverbesserung des NF616-Schweißgutes gesehen; es sei denn eine Kompensation über eine Anpassung an die Druckprobentemperatur wird als regelwerkskonform betrachtet.

Die im Vergleich zur Naht CSK auffällig niedrigen Kerbschlagarbeitswerte in der WEZ der CSS konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht plausibel geklärt werden. Von den absoluten Werten her betrachtet, sind auch bei Raumtemperatur ausreichende Zähigkeitswerte vorhanden.

5.2.2 Zeitstandfestigkeit

Die gemäß Tabelle 4.3.1-4 getesteten Zeitstandproben aus der mit NF616 artgleichen Schweißzusatz hergestellten *Rohr-Schweißnaht CSJ* verhielten sich bis auf 2 im Schweißgut statt in der WEZ gebrochene Proben (120 MPa, 612 und 625 MPa) im Temperaturbereich von 637 bis 662°C bei 120 bzw. 145 MPa erwartungsgemäß, Abb. 4.4.2-11 und -12; d.h., sie lagen auf die Bruchzeit bezogen in etwa innerhalb des für den Grundwerkstoff CQM erwarteten Streubandes. Der Bruch der WEZ-Proben erfolgte noch transkristallin. Der Ausfall der beiden Schweißgutproben wurde im Rahmen dieser Arbeit nicht näher untersucht. Aus den TEM-Untersuchungen des

Schweißgutes, Abb.4.4.2-2b, bzw. aus den zugehörigen Härtemessungen, Abb. 4.4.2-5, ergeben sich keine direkten Hinweise.

Eine vergleichende Betrachtung des Zustandverhaltens zwischen dem Lieferzustand, der Schweißverbindung (Bruch in der WEZ), der Schweißsimulation mit Erweichungszyklus SA3 (850°C Spitzentemperatur und Anlassen bei 740°C/2 h) und der Wärmebehandlung W2 bei 835°C/2 h zeigt, daß genau in dieser Reihenfolge abgestuft, sich das Zeitstandverhalten im bei 120 MPa durchgeführten Iso-Stress-Versuch verschlechtert, Abb. 5.2.2-1. Dies steht im Einklang mit den Ergebnissen der TEM-Untersuchungen des Mikrogefüges in der WEZ der Schweißnaht CSJ, die eine zunehmende Erholung des Gefüges (vergleiche Abb. 4.4.2-3b, 4.4.3-5a und 5b für den Zustand SA3 und Abb.4.4.1-26 für den Zustand W2) und eine kontinuierliche Abnahme der mittleren Versetzungsdichten erkennen lassen, Abb.4.4.1-33.

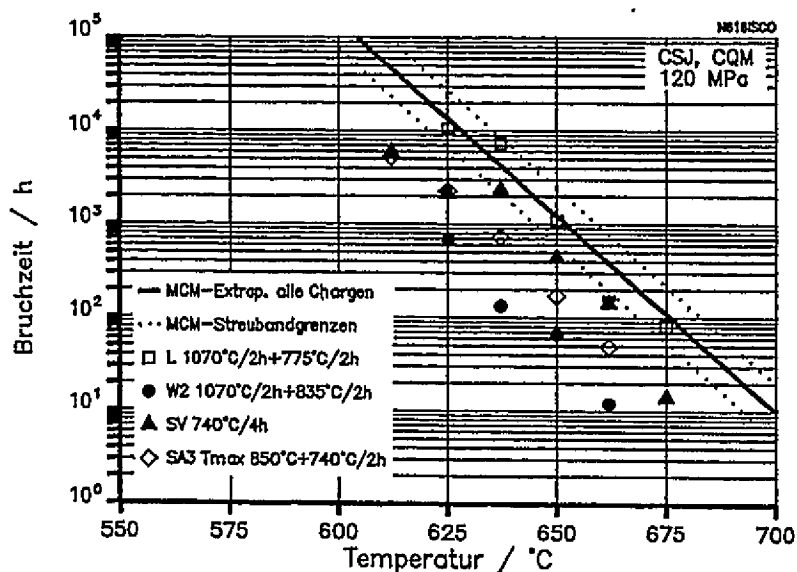


Abb. 5.2.2-1: Bruchzeit-Temperatur-Kurven aus Iso-Stress-Versuchen bei 120 MPa im Vergleich zwischen Grundwerkstoff (CQM, Lieferzustand und 835°C/2 h), Schweißverbindung (CSJ, 740°C/4 h), Schweißsimulation (850°C + 740°C/2 h)

Ogleich die Werte der Zeitstandproben der Schweißnaht CSJ noch innerhalb der unteren Streubandgrenze (20% unterhalb der Mittelwertskurve des Grundwerkstoffes) liegen, fällt das schlechtere Abschneiden der CSS-Schweißnaht auf. Für die CSS-Schweißnaht, deren Proben bislang alle im Schweißgut und nicht wie erwartet in der WEZ gebrochen sind, Abb. 4.4.2-13, ergibt sich dafür aus der Mikrostruktur auf Anhieb keine schlüssige metallkundliche Erklärung, Abb.4.4.2-4a. Ein plausibler technologischer Zusammenhang läßt sich mit den im Vergleich zur CSJ-Naht auffallend niedrigen Härtewerten herstellen, Abb. 4.4.2-5 und -6. Diese liegen um mehr als 40 Härteeinheiten niedriger. Sie befinden sich mit ca. 270 HV5 sogar noch unterhalb denen des P91-Schweißgutes mit rund 280 HV5 /18/.

Wenn das E911-ähnliche Schweißgut dem des artgleichen NF616 ebenbürtig werden soll, scheint noch weiterer Optimierungsbedarf geboten.

5.3 Schweißsimulation

5.3.1 Zeitstandverhalten

Die ausgehend von den Erkenntnissen zur Entstehung der Erweichungszone in der WEZ von Schweißverbindungen, siehe Abb. 2.6-1, angewandten Schweißsimulationszyklen, Tabelle 4.3.1-5, brachten in den Voruntersuchungen zur Bestimmung des kritischen Erweichungszyklus mit 850°C eine Spitzentemperatur zu Tage, bei der der NF616 sensitiv reagiert. Dies drückt sich, wenngleich auch nur schwach ausgeprägt, im Härteverlauf, Abb. 4.4.3-1, und in den bei 600°C mit langsamer Dehnrates durchgeführten Warmzugversuchen, Abb. 4.4.3-2, in Form von bei 850°C ausgebildeter Minima aus. Die Ursache für das Festigkeitsminimum bei 850°C und den Wiederanstieg der Festigkeit oberhalb 900°C ist bei denselben Gründen zu suchen, wie sie in Abschnitt 5.1.2.3 'Zeitstandfestigkeit' für die Härteeinbußen und den Verlust an Zeitstandfestigkeit bei einer 835°C-Anlaßbehandlung genannt wurden. Nach [18] ist die C-Löslichkeit im frisch, oberhalb des A_{C1} -Punktes (825°C, Abb.4.4.1-1) gebildeten Austenit noch so niedrig, siehe beispielhaft Abb. 5.1.2-1, daß sich dies in einer Minderung der Festigkeit äußert. Mit steigender Temperatur und zunehmender Löslichkeit des Kohlenstoffes im stärker gebildeten Austenit wächst die Festigkeit auch wieder an, um allmählich oberhalb des A_{C3} -Punktes (925°C, Abb.4.4.1-1) dann ihr Maximum entsprechend eines martensitischen Gefüges zu erlangen. Bemerkenswert dabei ist, daß solche Vorgänge bereits im Sekundenbereich ablaufen, wie die durchgeführten Iso-Stress-Versuche eindeutig belegen, Abb. 4.4.3-3 bis -4.

Liegt die Bruchzeit-Temperatur-Kurve des schweißsimulierten Zustandes ($T_{\max}=850^{\circ}\text{C} + 740^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$, entspricht Zustand SA3) bei einer angelegten Spannung von 120 MPa noch oberhalb der des Zustandes '835°C angelassen', so fällt sie bei 145 MPa nahezu mit dieser zusammen, was auf eine gewisse Spannungsempfindlichkeit eines solchermaßen schweißsimulierten Gefüges hindeutet.

Das Zeitstandverhalten des schweißsimulierten Gefüges im Verhältnis zu dem des bei 835°C angelassenen steht im Einklang mit der in den TEM-Untersuchungen bestimmten mittleren Versetzungsdichte. Im schweißsimulierten und angelassenen Zustand lag diese bei $3,28 \pm 0,7 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, nach der 835°C-Anlaßbehandlung nur bei $2,26 \pm 0,58 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$, Abb.4.4.1-33. Auch das Mikrogefüge nach Schweißsimulation, Abb.4.4.3-5a-c, zeigt wie das 835°C angelassene, Abb.4.4.1-26 bis -28, deutliche Anzeichen von Erholung in Form von Polygonisation in der martensitischen Grundstruktur. Die entsprechend Tabelle 4.4.1-3 nach Zeitstandsbeanspruchung im TEM untersuchte Probe (637°C, 120 MPa, 725 h, 52,3% Bruch-

dehnung / Zustand SA3) bestätigt den beschleunigten Zerfall des Mikrogefüges; weist es doch nach nur 725 h Belastungsdauer keine Martensitlattenstruktur mehr auf, Abb. 4.4.3-5d und e.

Hieraus ist für den NF616 eine gewisse Schwäche der Erweichungszone im Hinblick auf das Langzeitverhalten abzuleiten. Wie stark sie sich in der Praxis auswirkt, z.B. vergleichbar dem Verhalten des P91 - siehe Abb.2.5.2-5 und Erläuterungen zu Abschnitt 2.5.2.2 'Schweißverbindung / Zeitstandfestigkeit' - wird sich insbesondere in langfristig getesteten Schweißverbindungsproben erweisen müssen.

Auf einen Punkt sei aber bereits an dieser Stelle hingewiesen: Untersuchungen nach /150/ zur Empfindlichkeit von Schweißnähten gegenüber der sogenannten Typ-IV Rißbildung (Risse in der WEZ senkrecht zur höchsten Hauptspannung quer beanspruchter Schweißnähte) zeigen, daß diese vornehmlich und zwar frühzeitig auftritt, wenn mit einer ausgeprägten Erweichungszone, wie zum Beispiel beim Werkstoff P91 im Gegensatz zum X20 CrMoV 12 1, zu rechnen ist. Es wird daher vermerkt, obgleich in Europa üblicherweise keine Längsnähte in heißdampf-beaufschlagten Bauteilen mehr verwendet werden, bereits bei der Auslegung der Komponenten sorgfältigst darauf zu achten, daß es zu keiner hohen Mehrachsigkeit der Belastungsspannungen kommt. D.h.: Die bei Rundnähten gegenüber der Umfangsspannung nur halb so hohe Axialspannung darf nicht durch übermäßige Biegung zu einer hohen Mehrachsigkeit führen. Aufgrund der bisher aus den Schweißsimulationsversuchen vorliegenden Erkenntnissen gelten die vorgenannten Überlegungen in gleichen Maße auch für den NF616.

5.3.2 Versprödungsverhalten beim Schweißen und nachfolgendem Anlassen

Versprödungsverhalten beim Schweißen und nachfolgendem Anlassen wird kennzeichnend durch Schweißsimulation der Grobkornzone, Tabelle 4.3.1-5, beschrieben. Die charakteristischen Elemente der Untersuchungsmethode dabei sind die Überprüfung, ob eine Neigung zur

- temperaturinduzierten Versprödung (TIV),
- dehnungsinduzierten Versprödung (DIV) oder
- Relaxationsrißbildung (SRC)

vorliegt.

Sowohl die TIV- und DIV-Untersuchungen bestätigen eindeutig und übereinstimmend, daß in der Grobkornzone WEZ des Stahles NF616 keine Versprödungsneigung durch das Anlassen der Schweißverbindung auftritt.

Die Kerbschlagarbeits-Temperatur-Kurven, Abb. 4.4.3-6, zur *TIV-Untersuchung* belegen klar, daß mit der höchsten Zähigkeit dann zu rechnen ist, wenn eine dem

1300°C-Grobkornzyklus folgende 900°C-Stoßglühung zusammen mit der anschließenden Wärmebehandlung bei 740°C/2 h zu einem angelassenen Martensit führt. Läßt doch der nicht angelassene Zyklus 1300/900°C den Schluß zu, daß aufgrund der sehr hohen Härte von >470 HV5 sich bei der 900°C-Stoßglühung neuer Austenit mit entsprechender C-Aufnahme, siehe auch Abb. 5.1.2-1 und Ausführungen zu 5.3.1 'Schweißsimulation / Zeitstandverhalten', gebildet haben dürfte, der martensitische Gefüge mit den niedrigsten Zähigkeiten im nicht angelassenen Zustand hervorruft. Die unterschiedlichen Kerbschlagarbeits-ergebnisse zwischen reiner Grobkornglühung und zusätzlicher Stoßglühung lassen variierende Kerschlagarbeitswerte in einer realen WEZ erwarten.

Die *DIV-Untersuchungen* lassen kein dehnungsinduzierte Versprödung erkennen. Metallkundlich wird folgender Mechanismus angenommen: Bei niedriglegierten Feinkornbaustählen /111,112/ kann es beim Spannungsarmglühen in der Grobkornzone der WEZ temperatur- und dehnungsinduziert zu einer starken Verfestigung des Korninneren infolge feindisperser Ausscheidungen von Mikrolegierungselementen kommen, so daß Gleitvorgänge zum Abbau der Schweißeigenspannungen vorwiegend über die Korngrenzen ablaufen müssen. Dies äußert sich in einer Minderung der Verformungsfähigkeit und ist als Vorstufe zur SRC anzusehen. Beim NF616 kommt es offensichtlich nicht zu solch ungleichen Ausscheidungsvorgängen zwischen dem Korninneren und der Korngrenze. Insoweit wird die Neigung zur SRC als gering eingestuft. Dies steht in Einklang mit beim X20 CrMoV 12 1 gemachten Erfahrungen /89/.

Die Tatsache, daß die *SRC-Proben* immer außerhalb des 1300°C-schweißsimulierten Bereiches mit außergewöhnlich starker Brucheinschnürung gerissenen sind, berechtigt zu der Annahme, daß in dieser Zone ein sehr hohes Verformungsvermögen vorliegen muß. Zieht man nun die an Zeitstandproben ermittelten Bruchdehnungswerte in die Betrachtungen mit ein, einige Beispiele sind in Tabelle 4.4.1-3 aufgeführt, so fällt auf, daß an Simulationsproben ein sich deutlich von allen anderen Zuständen abhebender hoher Zeitbruchdehnungswert von >50% einstellen kann. Es wird daher z.Zt. vermutet, daß die Bruchlage der 1300°C-Simulationsproben mit der 850°C-Temperaturzone, die benachbart zu der Meßlänge liegt, übereinstimmt und so solch überraschend hohe Verformungen zustande kommen. Dies müßte noch näher untersucht werden.

Die Durchführung der *SRC-Versuche* in der geplanten Weise, erfordert in jedem Falle die Herstellung von Schweißsimulationsrohlingen, die es ermöglichen Probenkörper herauszuarbeiten, die über ihre gesamte Länge dem gewünschten 1300°C-Schweißsimulationszyklus unterworfen werden.

6. Zusammenfassung

Für die Erzielung höherer thermischer Wirkungsgrade fossil befeuerter Dampfkessel ist zukünftig der Einsatz höherfesterer Werkstoffe als der bislang in Frischdampf- und Zwischenüberhitzersystemen eingebaute 12%-ige Chromstahl X20 CrMoV 121 erforderlich. Neben dem zur Zeit hierfür international als qualifiziert geltenden 9% Chromstahl X10 CrMoVNb 9 1 (ASTM-Bezeichnung P91) wurden hierfür auch wolframhaltige 9 bis 12%Cr-Stähle mit gegenüber P91 abgesenktem Mo-Gehalt ins Gespräch gebracht. Hierin bestand nun der Ansatzpunkt, im Rahmen dieser Arbeit sich mit einem solchen Stahl näher zu befassen.

Ausgehend von einer Literaturschau über 9 bis 12%-Chromstähle wurde für den wolframhaltigen 9%-Chromstahl des Typs *9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb* mit der Nippon Steel Hersteller-Bezeichnung NF616 ein umfangreiches experimentelles Versuchsprogramm aufgestellt und durchgeführt mit dem Ziel, im wesentlichen vertiefte Kenntnisse zu erlangen über:

- Einfluß unterschiedlicher Wärmebehandlungen auf die das Zeitstandverhalten prägenden Gefügeparameter;
- Kriechdehnverhalten im Hinblick auf die Extrapolation von Langzeit-Festigkeitskennwerten;
- Zeitstandverhalten der WEZ-Erweichungszone;
- WEZ-Versprödungsverhalten (Gröbkornzone) im Zuge von Anlaßvorgängen.

Schwerpunktmäßig wurde ein Rohr (Schmelze CQM) der Abmessung 300 mm lichter Durchmesser mit 40 mm Wanddicke untersucht. Stichprobenweise wurde auch ein geschmiedetes Rohr (Schmelze CMS) identischen Innendurchmessers jedoch mit einer Wanddicke von 50 mm miteinbezogen. Von beiden Rohren wurden zusätzlich Rundschweißnähte hergestellt (Wurzel mit WIG-, Füll- und Decklagen mit Lichtbogen-Hand-Verfahren). Für das dünnere Rohr wurde als Schweißzusatz ein dem NF616-ähnlicher Schweißzusatz (Nähte CSJ und CSK) verwendet; bei dem dickeren ein dem E911-ähnlicher Typ 9Cr-1Mo-1W, (Naht CSS).

Zur metallkundlichen Ermittlung der Gefügeparameter wurde verstärkt die Transmissionselektronenmikroskopie eingesetzt. Die Zeitstandkennwerte wurden mittels Zeitdehn- und Iso-Stress-Versuchen in einer Prüfdauer bis zu knapp 10.000 h bestimmt.

Zur besseren Beschreibung der WEZ-Eigenschaften wurde die Methode der Schweißsimulation herangezogen.

Als wesentliche Ergebnisse sind zu nennen:

1. Der Werkstoff NF616 reagiert deutlich auf die den Kriechwiderstand am stärksten beeinflussenden Gefügeparameter bereits bei knapp oberhalb des A_{C1} -Punktes (825°C) liegenden Wärmebehandlungen ($835^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$) und zwar unabhängig von der Austenitisierungstemperatur. Neben den gröberen $M_{23}C_6$ -Ausscheidungen auf den Korngrenzen und den feineren MX-Partikeln (VN, Nb(C,N) und Kombinationen davon) im Korninneren macht sich dies durch eine signifikante Abnahme der mittleren Versetzungsdichte im Korninneren und eine verstärkt einsetzende Polygonisation in der martensitischen Lattenstruktur, verbunden mit einem Anstieg der mittleren Subkombbreite, bemerkbar. Eine signifikante Einbuße in der Zeitstandfestigkeit ist die Folge.

Vor diesem Hintergrund gilt es zu bedenken, ob die maximal zulässige Anlaßtemperatur von 810°C wegen ihrer unmittelbaren Nähe zur A_{C1} -Temperatur nicht um 10°C abgesenkt werden sollte.

2. Der bei der 835°C -Anlaßbehandlung im Mikrogefüge des Martensits festgestellte Erholungsprozeß ist auch, wenngleich etwas schwächer ausgeprägt, nach einer Schweißsimulationsbehandlung in einem Zyklus mit einer Spitzentemperatur von 850°C ohne Haltezeit und anschließender Abkühlung von 800 auf 500°C in 25 s, der die charakteristische Temperaturbeeinflussung der Erweichungszone repräsentiert, sowie einer nachfolgenden Anlaßbehandlung bei $740^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ anzutreffen.

In nochmals abgestufter Form ist der Erholungsprozeß in der Erweichungszone der realen Schweißverbindung, gekennzeichnet durch eine gegenüber dem Grundwerkstoff um rund 40 Einheiten abgesenkte Härte auf 170 bis 180 HV5, feststellbar.

3. Entsprechend des für die jeweilige Temperaturführung typischen Erholungszustandes des Mikrogefüges stellt sich auch die Rangfolge im Zeitstandverhalten ausgehend vom Lieferzustand des Grundwerkstoffes über die WEZ der Schweißverbindung, den schweißsimulierten und angelassenen Zustand bis hin zur 835°C Wärmebehandlung ein.

Wegen seines grundsätzlich zu unterstellenden Potentials bei Zeitstandbeanspruchung mit frühzeitiger Typ IV-Rißbildung in der WEZ zu reagieren, ist darauf zu achten, daß die Schweißverbindung nicht mit der maximalen Hauptspannung quer

zur Schweißnaht belastet wird oder sich in der WEZ eine hohe Mehrachsigkeit infolge ungeeigneter Konstruktionen ausbilden kann.

4. Der Erholungsprozeß läuft temperatur- und spannungsinduziert beschleunigt ab. Er ist begleitet von der Ausscheidung der intermetallischen Verbindung $(\text{Fe,Cr})_2(\text{Mo,W})$, der sogenannten Laves-Phase. Sie ist hauptsächlich dafür verantwortlich, daß der Matrix das für die Lösungshärtung maßgebliche Wolfram wieder entzogen wird (bis zu $\frac{1}{3}$ innerhalb von <10.000 h Beanspruchung). Dies führt zu einer Beeinträchtigung der Langzeitfestigkeitseigenschaften. Außerdem führt die vermehrte Carbid- und Laves-Phasen-Ausscheidung zu einer Abnahme der Zähigkeit, welche bei 600°C schwächer ausgefallen ist als bei 650°C .

5. Die Schweißverbindung (CSJ) mit dem NF616 ähnlichen Schweißzusatz liegt mit ihren Zeitstandfestigkeitswerten noch oberhalb der unteren Streubandgrenze des Grundwerkstoffes (Mittelwert abzüglich 20%). Der Bruch der Proben erfolgte in der Regel transkristallin in der WEZ.

Bei der Schweißverbindung (CSS) mit dem E911 ähnlichen Schweißzusatz traten bei allen bislang gebrochenen Proben die Brüche transkristallin im Schweißgut ein; die untere Streubandgrenze des Grundwerkstoffes wurde gerade erreicht. Das Schweißgut dieser Naht (CSS) weist gegenüber der anderen (CSJ) mit 270 HV um ca. 40 Einheiten niedrigere Härtewerte auf. Hier sind noch weitere Optimierungen geboten.

6. Im Lieferzustand des Grundwerkstoffes ist in den Zeitdehnversuchen spannungsabhängig ein Wechsel im Kriechverhalten nachweisbar. Oberhalb einer Spannung von ca. 150 MPa für 600°C und von ca. 110 MPa für 650°C wurde ein Norton'scher-Kriechexponent von $n = 16$ und unterhalb dieser Spannungen von $n = 6$ gemessen.

Werden für die Langzeitextrapolation im Verhältnis mehr Versuchswerte herangezogen, die dem höheren Kriechexponenten zuzuordnen sind als dem niedrigeren, so lieferte die Untersuchung Hinweise, daß es zu einer Überschätzung der mit dem Larson-Miller-Parameter auf 10^5 h extrapolierten 1%-Zeitdehngrenze und der Zeitstandfestigkeit kommen kann. Hierdurch wird die für 600°C gültige 1% Zeitdehngrenze bei ca. 110 MPa statt bei 127 MPa eingestuft. Bei der Zeitstandfestigkeit ergibt sich ein Spannungswert von ca. 120 MPa statt 132 MPa.

7. Die von Monkman-Grant aufgestellte Beziehung

$$\log t_{\text{Bruch}} + m \log \dot{\epsilon} = C$$

konnte mit den Werkstoffkonstanten $m = 0,83$ und $C = 1$ unabhängig von beiden Prüftemperaturen 600 und 650°C recht gut bestätigt werden. Mit dieser Beziehung scheint ein brauchbares Instrument zur Abschätzung der Bruchzeit t_{Bruch} mit Hilfe der sekundären Kriechdehnrate $\dot{\epsilon}$ zur Verfügung zu stehen. Für die beiden untersuchten Schmelzen ergibt sich hiernach ein Extrapolationswert für die 10^5 h-Zeitstandfestigkeit bei 600°C ein Wert von 115 MPa.

8. Die Kerbschlagzähigkeit des Schweißgutes der mit NF616-ähnlichem Schweißzusatz hergestellten Naht (CSJ) weist bei Raumtemperatur mit <10 J nur sehr geringe Kerbschlagarbeitswerte auf. Mit steigender Temperatur ist jedoch ein deutliche Zähigkeitsgewinn zu verzeichnen, der oberhalb 100°C Kerbschlagarbeitswerte von 150 J ausweist. Dennoch erscheint ein gewisser Optimierungsbedarf geboten. Das temperaturabhängige Zähigkeitsverhalten ist bei Druckproben zu beachten.

9. Weder in der WEZ einer realen Schweißverbindung noch in den die Grobkornzone der WEZ repräsentierenden Schweißsimulationszyklen (1.300°C bzw. 1.300 + 900°C Spitzentemperaturen ohne Haltezeit bei nachfolgender Abkühlung zwischen 800 und 500°C in 25 s) mit und ohne anschließender Anlaßbehandlung bei 740°C/2 h war eine Neigung zur temperatur- bzw. dehnungsinduzierten Versprödung festzustellen. Die Neigung zur Relaxationsrißbildung wird als gering eingestuft.

10. Mit dem Werkstoff NF616 steht ein Stahl zur Verfügung, der für den Einsatz im Hochtemperaturbereich bis ca. 620°C von nicht unmittelbar den Rauchgasen ausgesetzten Dampfkesselbauteilen bzw. von Frischdampf- oder Zwischenüberhitzerleitungen geeignet erscheint. Vor einer generellen Freigabe des Werkstoffes zur Verwendung in Dampfkesseln mit überkritischen Dampfparametern sind die Zeitstandversuche für den Grundwerkstoff und die Schweißverbindung fortzusetzen. Die Verwendung von NF616 als Kesselrohr kann erst nach Abschluß der zur Zeit noch laufenden Labor- und Betriebsversuche längerer Dauer abschließend beurteilt werden.

7. Literaturverzeichnis

- / 1 / Nickel, H., F.Schubert und H.Schuster
"Werkstoffe für hohe Temperaturen und ihre Bedeutung für die Energietechnik", Monographien der Forschungszentrum Jülich GmbH, Band 8 (1993), S. 495 bis 506
- / 2 / PreussenElektra
"Stromversorgung mit System: wirtschaftlich - zuverlässig - umweltgerecht"
Strom Fachbericht 9 (Februar 1994)
- / 3 / Kjaer, S.
"Die zukünftigen 400MW-ELSAM-Blöcke in Aalborg und Skaerbaek", Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen- Dänemark
- / 4 / Eichholtz, A., D.Hourfar, und D.Kübler
"Der 700MW-Steinkohleblock der VEBA-Kraftwerke Ruhr AG in Heßler", Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen- Dänemark
- / 5 / Kehr, M., H.Breuer und H.Schettler
"Die neuen 800MW-Braunkohleblöcke der VEAG Vereinigte Energiewerke AG in Boxberg und Schwarze Pumpe", Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen- Dänemark
- / 6 / Husemann, R.U., O.Wachter und K.Zabelt
"Verarbeitung und Betriebserfahrung von neuen Werkstoffen im Kraftwerksbau", Internationaler VGB-Kongreß "Kraftwerke 1994", (13.-16.09.1994), Den Haag
- / 7 / PreussenElektra AG
"Lübeck-Siems: Neues Kohlekraftwerk geht in die Genehmigung", Strom: Daten, Fakten, Kommentare (März 1993)
- / 8 / Rennert, K.-D. und R.Cossmann
"Stand der Dampferzeugertechnik für stein-und braunkohlegefeuerte Anlagen", BWK, Bd. 45 (Juli/August 1993) Nr.7/8
- / 9 / Husemann, R.U.
"Neue Werkstoffe für kritische Komponenten in kohlegefeuerten Dampferzeugern in Kraftwerken mit erhöhten Dampfparametern", 3. Aachener Schweißtechnik Kolloquium " Schweißen im Energieanlagenbau- und Chemieapparatbau", Eurogress Aachen (16./17. März 1993)
- /10/ Berger, C., K.H.Mayer und R.B.Scarlin
"Neue Turbinenstähle zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit von Kraftwerken"
VGB-Kraftwerkstechnik 71 (1991), Heft 7

- /11 / Bendick, W., K.Haarmann, G.Wellnitz und M.Zschau
"Eigenschaften der 9-12% Chromstähle und ihr Verhalten unter Zeitstandbeanspruchung", VGB-Kraftwerkstechnik 73 (1993) Heft 1
- /12 / Blum, R., J.Hald, W.Bendick, A.Rosselet and J.C.Vaillant
"Newly Developed High Temperature Ferritic-Martensitic Steels from USA, Japan and Europe", Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen- Dänemark; deutsche Fassung: "Neuentwicklungen hochwarmfester ferritisch-martensitischer Stähle aus den USA, Japan und Europa", VGB-Kraftwerkstechnik 74 (1994), Heft 8, Seite 641-652
- /13 / Bendick, W., K.Haarmann und H.Richter
"Die Anwendung austenitischer Rohrwerkstoffe im Kraftwerksbau", Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen- Dänemark
- /14 / Heiermann, G., R.U.Husemann, P.Hougaard, A.Kather und M.Knizia
"Dampferzeuger für fortgeschrittene Dampfparameter", Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen- Dänemark
- /15 / ASTM-A 335 - P91
Standard Specification for Seamless Ferritic Alloy Steel Pipe for High Temperature Service, (1986)
- /16 / ASTM SA 213 - T91
Standard Specification for Stainless Ferritic and Austenitic Alloy Steel Boiler, Superheater and Heat Exchanger Tubes, (1985)
- /17 / Arav, F. und J.C.van Wortel
"Einsatz des hochwarmfesten Chromstahles X20 CrMoVNb 91 (T91/P91) für Kraftwerksbauteile", VGB-Konferenz "Restlebensdauer 1992" (06./07.Juli 1992), Mannheim
- /18 / Brühl, F.
"Verhalten des 9% Chromstahles X10 CrMoVNb 91 und seiner Schweißverbindungen im Kurz- und Langzeitversuch", Dissertation (Mai 1989); Technische Universität Graz
- /19 / Guntz, G. , M.Julien, G.Kottmann, F.Pellicani, A.Pouilly und J.C.Vaillant
"Das T91 Buch - Ferritische hochwarmfeste Rohre für Einsatz in Kraftwerken" Vallourec Industries (1990)
- /20 / Commission of the European Communities
"The Manufacture and Properties of Steel 91 for the Power Plant and Process Industries", ECSC Information Day, (5th November 1992), VDEh-Düsseldorf
- /21 / Ambs, E., E.Tolksdorf, K.E.Leich, R.Schlieben und H.Schwarzwalder
"Werkstoff P91 (X10 CrMoVNb 9 1) - Einsatz im Heizkraftwerk Tiefstack der HEW in einer Frischdampfleitung aus dem Werkstoff X20 CrMoV 121", VGB-Kraftwerkstechnik 73 (1993) Heft 7

- /22/ Bendick, W., C.Rasche, K.Haarmann und M.Zschau
 "Eigenschaften und Möglichkeiten des Rohrstahles X10 CrMoVNb 9 1
 (T91/P91), 3R international 32 (September 1993) Heft 9
- /23/ Blum, R., J.Hald und E.Lund
 "Untersuchung von Grundwerkstoff und Schweißverbindung der neu entwickelten Stähle NF616 und P91 (9% Cr-Stähle), VGB-Konferenz "Werkstoffe und Schweißtechnik im Kraftwerk1991", (Januar 1991), Essen
- /24/ Ehrlich, K. und M.Schirra
 "Entwicklungsarbeiten an Nb-stabilisierten martensitischen 9-12% Chromstählen für Anwendungen in der Energietechnik", Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle und Arbeitsgemeinschaft für Hochtemperaturwerkstoffe: 15. Vortragsveranstaltung "Langzeitverhalten warmfester Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe" (6.Nov.1992), VDEh-Düsseldorf
- /25/ Fujita, T. and N.Takahashi
 "The Effects of Individual Addition of Alloying Elements on the Microstructure and Creep Rupture Strength of 12% Chromium Heat Resisting Steel", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.18 (1978), p.702-711
- /26/ Fujita, T., T.Sato and N.Takahashi
 "Effect of Mo and W on Long term Creep Rupture Strength of 12%Cr Heat-resisting Steel Containing V, Nb and B", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.18 (1978), p115-124
- /27/ Fujita, T.
 "Advanced High-Chromium Ferritic Steels for High Temperatures", Metal Progress Magazine (August 1986)
- /28/ Masumoto, H., M.Sakakibara, T.Takahashi, H.Sakurai and T.Fujita
 "Development of a 9%Cr-Mo-W Steel for Boiler Tubes", First International Conference on Improved Coal-Fired Power Plants, Palo Alto, California, (Nov. 19/21, 1986)
- /29/ Fujita, T.
 "Current Progress in Advanced Heat Resistant Steels for Ultra Super Critical Power Plants in Japan", Presentation at the Meeting of EPRI-Project 1403-50 (Oct. 1990) , Tokyo
- /30/ Fujita, T.
 "Current Progress in Advanced High Cr Ferritic Steels for High-temperature Applications", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.32 (1992), p175-181
- /31/ Fujita, T.
 "Heat-Resistant Steels for Advanced Power Plants", Advanced Materials & Progress (4/92)

- /32/ Berger, C., W.Bendick, K.H.Mayer und B.Scarlin
"Neue ferritische-martensitische Stähle für Temperaturen über 550°C für Rohrleitungen und Dampfturbinen", Jahrbuch der Dampferzeugertechnik, 7.Ausgabe (1992), Vulkan-Verlag, Essen
- /33/ Mayer, K.H. , C.Berger, P.New and M.Stäubli
"Ferritic 10% CrMoWVNbN - Cast Steel for Turbine Components of Advanced Steam Cycle Power Plants", Int. Joint Power Gneration Conf., (Oct. 18/22 1992) , Atlanta
- /34/ Berger, C. und R.B.Scarlin
"10%CrMo(W)VNbN-Stähle für geschmiedte und pulvermetallurgisch hergestellte Bauteile für den Einsatz bis zu 600°C Betriebstemperaturen", VDEh-AG "Warmfeste Stähle ", 14. Vortragsveranstaltung (29.11.1991) , Düsseldorf
- /35/ Berger, C., K.H.Mayer, R.B.Scarlin and D.Thornton
"New Ferritic 10%CrMo(W)V(B)NbN Rotor Steels for Advanced Power Plants", Int. Joint Power Generation Conf., Atlanta (Oct. 18/22,1992)
- /36/ Mayer, K.H. , C.Berger und B.Scarlin
"Stand der Entwicklung verbesserter 9 bis 10%CrMoVNb-Stähle für Turbinen mit 600°C Dampfparameter", VDEh-AG "Warmfeste Stähle ", 16. Vortragsveranstaltung (26.11.1993) , Düsseldorf
- 37/ COST 501 Round III
"Vorschlag für ein Untersuchungsprogramm an Werkstoffen für hochbeanspruchte Komponenten von fossil befeuerten Kraftwerken mit hohem thermischen Wirkungsgrad und geringer Umweltbelastung" (24.02.1993)
- /38/ Yoshikawa, K., A.Iseda, H.Teranishi, F.Masuyama, T.Daikoku and H.Haneda
"Development of 12Cr-1Mo-1W-V-Nb Steel for Elevated Temperature Applications", Int.Conf. on High Temperature Alloys, Petten (Oct.15/17,1985)
- /39/ Iseda, A., Y.Sawaragi, S.Kato, and F.Masuyama
"Development of a New 0.1C-11Cr-2W-0.4Mo-1Cu Steel for Large Diameter and Thick Wall Pipe for Boilers", Fifth International Conference on Creep of Materials (May18/21,1992), Lake Buena Vista, Florida,USA
- /40/ Berger, C., K.H.Mayer, R.B.Scarlin, W.Engelke, J.C.Franc und L.Busse
"Turbinenkonstruktionen mit den neuen Stählen für hohe Dampftemperaturen
Teil1: Ergebnisse der Werkstoffentwicklung
Teil2: Herstellerspezifische Konstruktionsmerkmale
Internationale VGB-Konferenz "Fossil befeuerte Dampfkraftwerke mit fortgeschrittenen Auslegungsparametern" (16./18.Juni 1993), Koldingen-Dänemark,
- /41 / Masuyama, F.
"Update Development of Heat Resisting Steel for Ultra Supercritical Pressure Power Plants", 123rd ISIJ; Annual Meeting; Chiba-Japan, (April 1, 1992), Vol.5, p.811
- /42 / Nippon Steel Corporation
"Creep Rupture Properties of NF 12 , 11Cr-Mo-Co-Nb-V-Steel", (Nov. 1993)

- /43/ Iseda, A., Y.Sawaragi, H.Teranishi, M.Kubota and Y.Hayase
"Development of New 12%Cr Steel Tubing (HCM12) for Boiler Application",
The Sumitomo Search No. 40, (1989)
- /44/ Patriarca, P., S.D.Harkness, J.M.Duke and L.R.Cooper
"U.S Advanced Materials Development Program for Steam Generator".
Nuclear Tech., 28, (1976) p. 516-535
- /45/ Hald, J.
"TEM-Investigations in New 9-12%Cr-Steels for High Temperature Applications", ELSAM/ELKRAFT; Department of Metallurgy, The Technical University of Denmark, (April 1988)
- /46/ Schinn, R., E.O.Müller und U.Schieferstein
"Warmfeste 12% ige Chromstähle unter besonderer Berücksichtigung von großen Guß- und Schmiedestücken", VGB-Werkstofftagung, Essen (1969)
- /47/ Mimura, H., M.Ohgami, Y.Sogo, T.Ogawa and T.Fujita
"Properties of Large Diameter Thick Wall 9Cr-0.5Mo-1.8W Steel Pipe", 3rd Int. Conf. Improved Coal-Fired Power Plants, San Francisco, USA (April 1991)
- /48/ Brühl, F., K.Haarmann, G.Kalwa, H.Weber und M.Zschau
"Verhalten des 9%-igen Chromstahles X 10 CrMoVNb 9 1 im Kurz- und Langzeitversuch", Teil 1: Grundwerkstoff, VGB-Kraftwerkstechnik 69 (1989), H. 12, S. 1214-1224
Brühl, F., H.Cerjak, H.Müsch, K.Niederhoff und M.Zschau
Teil 2: Schweißverbindungen, VGB-Kraftwerkstechnik 69 (1989), H. 12, S. 12-1231
- /49/ Fujita, T. and K.Asakura
"Effects of Carbon on Creep Rupture Strength and Toughness of High Cr-Mo Heat Resisting Steels Containing V and Nb", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.26 (1986), p.1073-1079
- /50/ Masuyama, F., H.Haneda, K.Yoshikawa and A.Iseda
"Three Years of Experience With a New 12%Cr Steel in Superheater", Int. Conf. on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants, EPRI; Illinois, USA (1987)
- /51/ Mimura, H., M.Ohgami, H.Naoi and T.Fujita
"Development of 9Cr-0.5Mo-1.8W-V-Nb Steel for Boiler Tube and Pipe", High Temperature Materials for Power Engineering, Liège, (Sept. 1990)
- /52/ Sumitomo Metal Industries
"Property Changes after Long Term Service", Technical Report, (August 1993)
- /53/ Naoi, H., S.Araki, H.Yasuda, M.Ohgami, T.Ogawa, H.Masumoto and T.Fujita
"Development of High Strength Ferritic Steel NF616 for Boiler Tubes", Nippon Steel Technical Report, No. 50 (July, 1991)

- /54 / Mimura, H., M.Ohgami, H.Naoi and T.Fujita
 "Physical and Mechanical Properties of Newly Developed 9Cr-1.8W Ferritic Steel (ASTM A213/A335 T92/P92), Presentation at TMS Fall Meeting, Pittsburgh, (Oct. 17/21, 1993)
- /55 / Mannesmannröhren-Werke AG
 "Warmfester CrMoVNB-Stahl mit 9%Cr für Rohre: X10 CrMoVNB 91 (1.4903)", Werkstoffblatt 435 R (März 1993)
- /56 / Liu, X.Y. and T.Fujita
 "Effect on Chromium Content on Creep Rupture Properties of a High Chromium Ferritic Heat resisting Steel", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.29 (1989), No. 8 pp 680-686
- /57 / Fujita, T., K.Asakura and T. Sato
 "Development and Properties of New 10Cr-2Mo-V-Nb Heat Resisting Steel", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.19 (1979), pp 605-613
- /58 / Fujita, T., K.Asakura and H.Miyake
 "Effect of Chromium on Creep Rupture Strength and Microstructure of 10Cr-2Mo-V-Nb Heat Resisting Steels", Transactions Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), Vol.22 (1982), pp 13-21
- /59 / Iseda, A., Y.Sawaragi, K.Ogawa, Kubota,M. and Y.Hayase
 "High Temperature Properties of 12% Cr Steel Tube (HCM12) for Boilers", The Sumitomo Search, No.48, (Jan. 1992)
- /60 / Bungardt, K., E.Kunze und E.Horn
 "Untersuchungen über den Aufbau des Systems Eisen-Chrom-Kohlenstoff", Archiv für Eisenhüttenwesen, 29. Jg., Heft 3, (März 1958)
- /61 / Andrews, K.W.
 "The Calculation of Transformation Temperatures and Austenite-Ferrite Equilibria in Steels", Journal of the Iron and Steel Institute (Dec. 1956), pp 414-427
- /62 / Effertz, P.H., P.Forchhammer und J.Hickling
 "Spannungsrißkorrosionsschäden an Bauteilen in Kraftwerken - Mechanismen und Beispiele", VGB-Kraftwerkstechnik 62, H.5, (Mai 1982)
- /63 / AD-Merkblatt HP 2/1
 "Verfahrensprüfungen für Schweißverbindungen", (Juli 1989)
- /64 / Houdrement, E
 "Handbuch der Sonderstahlkunde", 3.Auflage, (1956), Verlag Stahleisen m.b.H., Düsseldorf
- /65 / Kalwa, G. und E.Schnabel
 "Umwandlungsverhalten und Wärmebehandlung der martensitischen Stähle mit 9 bis 12% Chrom". VGB-Konferenz "Werkstoffe und Schweißtechnik im Kraftwerk 1989", (01./02.März 1989), Essen

- /66 / Blum, R., H.Müsch, O. Wachter und E.Tolksdorf
 "Werkstoff X10 CrMoVNb 9 1 (P91) - Kenntnisstand aus VGB-Sicht", VGB-Konferenz "Werkstoffe und Schweißen im Kraftwerk 1994", (März 1994), Essen

- /67 / Irvine, K.J., D.J.Crowe and F.B.Pickering
 "The Physical Metallurgy of 12%Chromium Steels", Journal of the Iron and Steel Institute 195 (1960), No.8, pp 386-405

- /68 / Kappler, W., L.Kopp und H.Spähn
 "Ergebnisse von Zeitstandversuchen mit glatten und gekerbten Proben aus Stählen 20 CrMoV 13 5 und X20 CrMoWV 12 1", Zeitschrift für Werkstofftechnik, 10.Jg., Heft 1, (Jan. 1979), S. 1-14

- /69 / Kalwa, G.
 "Stand der Entwicklung und Anwendungstechnik des Werkstoffes X20 CrMoV 12 1", 9. MPA-Seminar, Universität Stuttgart (1983)

- /70 / Fujita, T.
 "Effect of Molybdenum, Vanadium, Niobium and Nitrogen on Creep Rupture Strength of TAF-Steel (12 Percent Chromium Heat Resisting Steel)", Trans. JIM; Vol. 9, Supplement, (1968)

- /71 / Masumoto, H., H.Naoi, T.Takahashi, S.Araki, T.Ogawa and T.Fujita
 "Development of a 9Cr-0.5Mo 1.8W Steel for Boiler Tubes and Piping"
 2nd Int. Conf. Improved Coal-Fired Power-Plants, Palo Alto, (1988), p.40-1 / 40-10

- /72 / Mannesmann Röhrenwerke
 "Warmfester CrMoWVNb-Stahl (Kurzname X 11CrMoWVNb 91)"
 vorläufiges Werkstoffblatt 436 R (Juli 1993)

- /73 / Abe, F., S.Nakazawa, H.Araki and T.Noda
 "The Role of Structural Instability on Creep Behavior of a Martensitic 9Cr-2W Steel"
 Metallurgical Transactions A, Volume 23A, (February 1992), p.469-477

- /74 / FDBR/VGB
 "Qualifizierung von Werkstoffen zum Einsatz in Dampferzeugeranlagen mit erhöhten Temperaturen"
 Forschungsvorhaben, (1993)

- /75 / Wittchow, Huschauer und Husemann
 "Entwicklungsbedarf kritischer Komponenten von kohlebefeuchten Dampferzeugern für Anlagen mit hohen Dampfzuständen"
 Jahrbuch der Dampferzeugertechnik, 7.Ausgabe, (1992), Vulkan Verlag-Essen

- /76 / Fujita, T. and N.Takahashi
 "The Effect of V and Nb on the Long Period Creep Rupture Strength of 12%Cr Heat Resisting Steel Containing Mo and B"
 Transactions ISIJ; Vol.18, (1978), p.269-278
- /77 / Fujita, T. and N.Takahashi
 "The Effects of Small Amounts of Vanadium and Niobium on the Micro-structure and the Creep Rupture Strength of 12%Cr Heat Resisting Steels"
 Transactions ISIJ; Vol.18, (1978), p.739-746
- /78 / Argent, B., M.N.Niekerk and G.A.Redfern
 "Creep of Ferritic Steels"
 Journal of the Iron and Steel Institute (September 1970), p.830-843
- /79 / Fujita, T., K.Asakura, T.Sawada, T.Takamatsu and Y.Otoguro
 "Creep Rupture Strength and Microstructure of Low Carbon 10Cr-2Mo Heat Resisting Steels with V and Nb"
 Metallurgical Transactions A, Vol. 12A, (June 1981), p.1071-1079
- /80 / Nippon Steel Corporation
 "Data Package for NF616 Ferritic Steel (9Cr-0.5Mo-1.8W-Nb-V)"
 (Jan. 1993)
- /81 / Schnabel, E., P.Schwaab und H.Weber
 "Metallkundliche Untersuchungen an warmfesten Stählen"
 Stahl und Eisen 107 , (1987), Nr. 14,15, S. 691-696
- /82 / Bendick, W., K.Haarmann and G.Wellnitz
 "Evaluation of Design Values for Steel 91"
 ECSC Information Day 'The Manufacture and Properties of Steel 91 for the Power Plant and Process Industries' (5th Nov. 1992), VDEh-Düsseldorf
- /83 / Honeycombe, R. W. K.
 "Steels - Microstructures and Properties"
 Edward Arnold Publishers Ltd., London, (1981)
- /84 / Park, I-M., T.Fujita and K.Asakura
 "Microstructure and Creep Rupture Properties of a Low Si-12Cr-Mo-V-Nb Steel"
 Transactions ISIJ, Vol.20, (1980), p.99-107
- /85 / Park, I-M. and T.Fujita
 "Long-term Creep Rupture Properties and Microstructure of 12%Cr Heat Resisting Steels"
 Transactions ISIJ, Vol.22, (1982), p.830-837
- /86 / Ohgami, M., H.Mimura, H.Naoi and T.Fujita
 "Creep Rupture Properties and Microstructures of a New Ferritic W-Containing Steel"
 5th Int.Conf. on "Creep of Materials", Lake Buen aVista, Florida , USA
 (18-21May 1992)

- /87 / Hamada, K., K.Tokuno and T.Takeda
 "Dispersion Hardening Effects of Nb-V Precipitates in Mod.9Cr-1Mo Steels"
 Nuclear Engineering and Design 139 (1993) p. 277-281, North Holland

- /88 / Fujita, T., K.Yamashita and H.Miyake
 "The Effect of Nickel and Cobalt on Elevated Temperature Properties and
 Microstructures of 10Cr-2Mo Heat Resisting Steels"
 Transactions ISIJ , Vol.20, (1980), p.384-391

- /89 / Kalwa, G. und E.Schnabel
 "Umwandlungsverhalten und Wärmebehandlung der martensitischen Stähle
 mit 9 bis 12 % Chrom"
 VGB-Konferenz "Werkstoffe und Schweißtechnik im Kraftwerk 1989", Essen

- /90 / Fabritius, H. und H.Weber
 "Zur Betriebssicherheit von Anlagen nach langer Betriebsbeanspruchung im
 Zeitstandbereich"
 VGB-Konferenz "Werkstoffe und Schweißtechnik im Kraftwerk 1976" Essen

- /91 / Wachter, O., W.Bendick und H.Müsch
 "Zeitstandschädigungen an Komponenten in FD-Leitungen aus
 X20 CrMoV 12 1"
 VGB-Konferenz "Werkstoffe und Schweißtechnik im Kraftwerk 1991"
 (9./10.Januar 1991), Essen

- 92 / Bendick, W., I.Zylla, O.Wachter und H.Müsch
 "Eigenschaften des Werkstoffes X20 CrMoV 12 1 nach Betriebs-
 beanspruchung und Zeitstandschädigung"
 VGB-Konferenz "Restlebensdauer 1992" (6./7.Juli 1992), Mannheim

- /93 / Mimura, H., M.Ohgami and H.Naoi
 "Creep Life Prediction of a 9Cr-0.5Mo-1.8W Steel by Modified Theta
 Projection Method"
 VGB-Conference "Residual Service Life 1992", (July 1992), Mannheim

- /94 / Brühl, F., G.Kalwa und H.Weber
 "Bruchverhalten von Bauteilen nach langer Zeitstandbeanspruchung"
 VGB-Kraftwerkstechnik 65 (1985)

- /95 / Penkalla, H-J. und M.Offermann
 "Auswertung von Zeitstanddaten mit dem MCM-Verfahren"
 Forschungszentrum Jülich GmbH - Institut für Reaktorwerkstoffe;
 IRW-IB-07/92; (Okt. 1992)

- /96 / Ohgami, M., H.Naoi, F.Masuyama, M.Katada and T.Fujita
 "Mechanical Properties of 9Cr-0.5Mo-1.8W Steel Tubes Exposed in a Fossil
 Power Plant"
 EPRI-Conf., (1993), Washington DC, USA

- /97 / Nippon Steel Corporation
 "Weldability of Nippon Steel NF616 (9Cr-1.8W-0.5Mo-Nb-V) Tubes and
 Pipes" Technical Report (Nov. 1989)

- /98 / Hald, J.
"Microstructural Assessment of Creep Strength in 12 CrMoV Steel Weldments"
Conf. "Rupture Ductility of Creep Resistant Steels", York, (4.-5.Dec.1990)
- /99 / Nippon Steel Corporation
"Quality and Mechanical Properties of NF616 for Power Plant Boilers"
Technical Report (Oct. 1989)
- /100/ Nippon Steel Welding Products & Engineering Co., Ltd.
"Nittetsu · YT-616 Gas Tungsten Arc Welding Filler Rod and Wire for Welding
of 9%Cr-Mo-W Ferritic Heat Resistant Steel"
Technical Report, (Nov. 1990)
- /101/ Nippon Steel Welding Products & Engineering Co., Ltd.
"Nittetsu · N-616 / Covered Arc Welding Electrode Welding Material for 9%Cr-
Mo-W Ferritic Heat Resistant Steel"
Technical Report, (Nov. 1990)
- /102/ Nippon Steel Welding Products & Engineering Co., Ltd.
"Nittetsu · NB-616 and Nittetsu · Y-616 / Flux and Wire for Submerged Arc
Welding -Welding Material for 9%Cr-Mo-W Ferritic Heat Resistant Steel"
Technical Report, (Nov. 1990)
- /103/ Lohrmann, G.R.
"Schweißzusatzwerkstoffe für den 9%Chromstahl P91"
3. Aachener Schweißtechnik Kolloquium " Schweißen im Energieanlagenbau-
und Chemieapparatebau" Eurogress Aachen (16./17. März 1993)
- /104/ Heuser, H. und S.Dittrich
"Schweißzusatzwerkstoffe für den 9%Chromstahl P91"
3. Aachener Schweißtechnik Kolloquium " Schweißen im Energieanlagenbau-
und Chemieapparatebau"
Eurogress Aachen (16./17. März 1993)
- /105/ Böhler Schweißtechnik
"Schweißzusatzwerkstoffe für den Stahl X10 CrMoVNb 91
Werkstoff-Nr. 1.4903 bzw. Grade P91 / T91 nach ASTM / ASME
Böhler FOX C9 MV, Böhler C9 MV- IG, Böhler C9 MV- UP"
Produkt-Information, (Jan 1993)
- /106/ Eggeler, G., A.Ramteke, M.Coleman, B.Chew, G.Peter, A.Burblies, J.Hald,
C.Jefferey, J.Rantala, M.de Witte und R.Mohrmann
"Creep Behaviour of a Welded 'P91' Pressure Vessel" VDEh-AG "Warmfeste
Stähle ", 16. Vortragsveranstaltung (26.11.1993) , Düsseldorf
- /107/ Cerjak, H.H.
"The Role of Welding in Component Integrity"
COST 505 Welding Group (1991), p.445-472, University of Technology Graz,
Dept. of Materials Science and Welding Technology, Austria

- /108/ Cerjak, H.H. und B.Buchmayr
 "Zur Anwendung metallkundlicher Prinzipien bei der Beschreibung von Verarbeitungsgefügen unter besonderer Berücksichtigung der Schweißbarkeit"
 Berghüttenmännische Monatshefte (BHM), 133.Jg., (1988), H.3, S147-156

- /109/ Kussmaul, K., J.Ewald und G.Maier
 "Verfahren zur Simulation der Wärmeeinflußzonen von Schmelzschweißverbindungen"
 Schweißen und Schneiden, Jg.28 (1976), Heft 7, S. 250-255

- /110/ Ewald, J., F.Beißwänger, J.Jansky und G.Maier
 "Einzelheiten zur Simulation des Überhitzungszyklus in Schmelzschweißverbindungen"
 Schweißen und Schneiden, Jg.29 (1977), Heft 10, S. 402-406

- /111/ Kussmaul, K. und J.Ewald
 "Assessing Heat Affected Zone Properties of Pressure Vessel Weldments Using Simulation Techniques"
 International Journal of Pressure Vessel and Piping, Volume 5, No. 2 (1977), p.85-101

- /112/ Kussmaul, K. und J.Ewald
 "Assessment of Toughness and Cracking in the Heat-Affected Zone of Light Water Reactor Components"
 Third International Conference on Pressure Vessel Technology- Part II: Materials and Fabrication (1977)
 published by The American Society of Mechanical Engineers

- /113/ Wachter, O.
 "Low Alloyed High Strength Steels for Class1 Components (20 MnMoNi 55)"
 TÜV Hannover / RWTÜV Seminar "Quality Assurance for Materials for Components of the Safety Classes 1 and 2", (Nov.1985), Shanghai-VR China

- /114/ Fauland, P.
 "Untersuchungen der Gefüge der mechanischen Eigenschaften in der Wärmeeinflußzone von Schweißverbindungen des warmfesten Stahlgusstyps GS-17CrMoV 5 11"
 Dissertation, Technische Universität Graz-Fakultät Maschinenbau (1989)

- /115/ Buchmayr, B., H.Cerjak and H.P.Fauland
 "The Effect of the Precipitation Behaviour on the HAZ-Properties of 1%Cr-Mo-V Steel"
 in 'Recent Trends in Welding Science and Technology TWR 89'
 ASM International, p. 715-720

- /116/ Cerjak, H.H.
 "Welding of Steam Turbine Components"
 Study Report of the COST 505 Welding Group (1992)
 Commission of the European Community, Directorate General: Science, Research and Development

- /117/ Theofel, H. und K.Maile
 "Investigation of the Structural Formation, Toughness and Strength of the Heat Affected Zone by Means of Weld Simulation Specimens of 1% CrMoV Steel"
 COST 505 Project D 17, Final Report, (1988)
 Staatliche Materialprüfungsanstalt Universität Stuttgart
- /118/ Blind, D., H.Kaes und H.Weber
 "Eigenschaften von betriebsbeanspruchten Schweißverbindungen zwischen den warmfesten Stählen X20 CrMoV 121 und 10 CrMo 910"
 VGB-Werkstofftagung, Essen (1985)
- /119/ Haarmann, K., W.Schwenk, J.Venkateswarlu und M.Zschau
 "Hochtemperaturkorrosionsbeständigkeit des warmfesten Stahles X10CrMoVNb 91 (P91/T91) im Vergleich zu höher- und niedriglegierten warmfesten Chromstählen in Wasserdampf"
 VGB-Kraftwerkstechnik 73 (1993), Heft 9, S.837-840
- /120/ Zabelt, K.
 "9%Cr-Stähle - Werkstoffe für Hochtemperaturkraftwerke
 (Erste Betriebserfahrungen)
 XXV. Kraftwerktechnisches Kolloquium, Universität Dresden, (Okt. 1993)
- /121/ VGB Arbeitsgruppe "Werkstoffprobleme" (30.11./01.12.1992)
- /122/ Manning, M.I., and I.Metcalle
 "Oxidation of Ferritic Steels in Steam"
 BNES, London (1978), P.378-382
- /123/ Nippon Steel Corporation
 "Data Package for NF616 Ferritic Steel (9Cr-0.5Mo-1.8W-Nb-V)"
 -Second Edition- (March 1994)
- /124/ Zabelt, K., O.Wachter, R.U.Husemann und C.Sterner
 "Eine neue Schweiß- und Glühtechnologie für Membranrohrwände aus T91"
 Technische Akademie Mannheim, 7.Fachtagung "Instandhaltung im Kraftwerk", Osterode, (16./17.Juni 1994)
- /125/ Nippon Steel Corporation
 "Steam Oxidation Behaviour of NF616 in Dependence on Pressure and Si-Content", persönliche Mitteilung, (Jan.1994)
- /126/ Mimura, H., M.Ohgami, H.Naoi and T.Fujita
 "Properties of 9Cr-1.8W Steel with Creep Strength for USC Boiler Piping and Tubing Applications"
 5th Conference on Materials for Advanced Power Engineering 1994, Liege-Belgien, (October 3-6, 1994)
- /127/ Arnswald, W., B.Kempkes, G.Wellnitz und M.Zschau
 "Gegenwärtiger und zukünftiger Einsatz des 9%Chromstahles X10 CrMoVNb 91 in Kraftwerken"
 VGB-Kraftwerkstechnik 74 (1994), H.3, S.230-235

- /128/ Abe, F., T.Noda, H.Araki and S.Nakazawa
 "Alloy Composition Selection for Improving Strength and Toughness of Reduced Activation 9Cr-W Steels"
 Journal of Nuclear Materials 179-181 (1991) 663-666, North Holland

- /129/ Kunimitsu, S., Y.You, N.Kasuya, Y.Sasaki and Y.Hosoi
 "Effect on Thermo-Mechanical Treatment on Toughness of 9Cr-W Ferritic-Martensitic Steels During Aging"
 Journal of Nuclear Materials 179-181 (1991) 689-692, North Holland

- /130/ Tokuno, K., K.Hamada, R.Uenmori, T.Takeda and K.Itoh
 "Role of Complex Carbonitride of Niobium and Vanadium in Creep Strength of 9%Cr Ferritic Steels"
 Metallurgica et Materialia, Vo. 25, No.8, pp.1763-1768, (1991), Pergamon Press, USA

- /131/ Baumanns, F., P.J.Ennis, T.Kaiser und H.Schuster
 "Prüffelder für Zeitstanduntersuchungen", Kernforschungsanlage Jülich GmbH, (KFA), Institut für Reaktorwerkstoffe (April 1988)

- /132/ Middleton, C.J. and I.Metcalf
 "Review of Laboratory Type IV Cracking Data in High Chromium Ferritic Steels "
 Conference 'Power Plants for the 1990s, IMechE, p.275-282 (1990)

- /133/ Schmidtman, E. und A.Otto
 "Simulation der Warmumformung mikrolegierter Feinkornbaustähle im Mehrstufen-Zugversuch"
 Archiv Eisenhüttenwesen 53,(1982), Heft 7, S275-282

- /134/ Aberer, R.
 "Schweißverhalten des 9% Chromstahles P91"
 Diplomarbeit, TU Graz, Institut für Werkstoffkunde, Festigkeitslehre und Materialprüfung, Abteilung Werkstoffe und Schweißtechnik, (Sept.1988)

- /135/ Buchmayer, B.
 "WEZ-Kalkulator, ein Softwarepaket zum Berechnen schweißtechnischer Kennwerte", Schweißen und Schneiden 41 (1989), H.2, Seite 69-75

- /136/ Stahl-Eisen-Werkstoffblatt (SEW) 088
 "Schweißgeeignete Feinkornbaustähle-Richtlinien für die Verarbeitung, besonders für das Schweißen / Temperatur-Zeit-Verlauf beim Schweißen"
 Beiblatt1, 1.Ausgabe (Oktober 1976)

- /137/ Czyrska-Filemonowicz, A., K.Spiradek und S.Gorczyca
 "Extraction Double Replica Technique for Electron Microscopy Studies of Precipitates"
 Praktische Metallografie 22 (1991)

- /138/ Klaar, H.-J., P.Schwaab und W.Oesterle
 "Ringversuch zur quantitativen Ermittlung der Versetzungsdichte im Elektronenmikroskop"
 Praktische Metallographie 29 (1992) , Heft 1, Seite 3-25

- /139/ Berger, C., R.B.Scarlin, K.H.Mayer, D.V.Thornton and S.M.Beech
 "Steam Turbine Materials: High Temperature Forgings"
 5th Internat. Conference 'Materials for Advanced Power Engineering 1994'
 Liege, Belgium (3-6 Oct.1994), Kluwer Academic Publishers

- /140/ Scarlin, R.B., C.Berger, K.H.Mayer, D.V.Thornton and S.M.Beech
 "Steam Turbine Materials: High Temperature Castings"
 5th Internat. Conference 'Materials for Advanced Power Engineering 1994'
 Liege, Belgium (3-6 Oct.1994), Kluwer Academic Publishers

- /141/ Greenfield, P.
 "A Review of the Properties of 9-12% Chromium Steels for Use as HP/IP Rotors in Advanced Steam Turbines"
 Commission of the European Communities, ECSC-EEC-EAEC, edited by J.B. Marriott and K.Pithan, Brussels, (1988)

- /142/ Mimura, H., M.Ohgami, H.Naoi and T.Fujita
 "Properties of 9Cr-1.8W Steel with High Creep Strength for USC Boiler Piping and Tubing Applications"
 Commission of the European Communities, ECSC-EEC-EAEC, edited by J.B. Marriott and K.Pithan, Brussels, (1988)

- /143/ Monkman, F.C. and N.J.Grant
 "An Empirical Relationship Between Rupture Life and Minimum Creep Rate in Creep Rupture Tests"
 American Society for Testing Materials, Proceedings, Volume 56, (1956)

- /144/ Nishimura, N. and F.Masuyama
 "Low Stress Creep Behaviour and Microstructural Change of 12Cr-1Mo-1W-V-Nb Steel"
 5th Internat. Conference 'Materials for Advanced Power Engineering 1994'
 Liege, Belgium (3-6 Oct.1994), Kluwer Academic Publishers

- /145/ Bendick, W.
 Persönliche Mitteilung zur Larson-Miller-Auswertung am Stahl NF616 auf der Grundlage der vom Hersteller Nippon Steel Cooperation in /88,123/ veröffentlichten Daten
 Mannesmann Forschungsinstitut, Schreiben vom 05.12.1994, Akt.z. W-Dr.Be/P

- /146/ Kubon, Z. and V.Foldyna
 "The Effect of Nb, V, N and Al on the Creep Rupture Strength of 9 - 12% Cr-Steels"
 Arbeitsgemeinschaft für warmfeste Stähle und Arbeitsgemeinschaft für Hochtemperaturwerkstoffe: 17. Vortragsveranstaltung "Langzeitverhalten warmfester Stähle und Hochtemperaturwerkstoffe"
 VDEh-Düsseldorf, (25.Nov.1994)

- /147/ Foldyna, V., A.Jakobova, V.Vodarek and Z.Kubon
 "Chromium Modified Steels - Metallurgical Understanding"
 5th Internat. Conference 'Materials for Advanced Power Engineering 1994'
 Liège, Belgium (3-6 Oct.1994), Kluwer Academic Publishers

- /148/ Tamura, M., H.Hayakawa, A.Yoshitake, A.Hishinuma and T.Kondo
 "Phase Stability of Reduced Activation Ferritic Steel: 8%Cr-2%W-0.2%V-
 0.04Ta-Fe"
 Journal of Nuclear Materials 155-157 (1988), p. 620-625, North-Holland, Am-
 sterdam

- /149/ Bendick, W., K.Haarmann, G.Wellnitz und M.Zschau
 "Eigenschaften und Entwicklungsstand neuer hochwertiger Kraftwerkrohr-
 stähle im Vergleich"
 3R international 33 (August 1994), Heft 8, S. 411 bis 417

- /150/ Coussement, C. and L.Verelst
 "Multiaxial Creep Behaviour of Welded Components in High Strength
 Ferritic/Martensitic Creep Resistant Steel"
 5th Internat. Conference 'Materials for Advanced Power Engineering 1994'
 Liege, Belgium (3-6 Oct.1994), Kluwer Academic Publishers

- /151/ Technische Regeln für Dampfkessel (TRD)
 TRD 201 (Herstellung): Schweißen von Bauteilen aus Stahl, Fertigung - Prü-
 fung, (Juni 1989)
 TRD 201, Anlage 1 (Herstellung):Schweißen von Bauteilen aus Stahl, Richt-
 linien für die Verfahrensprüfung (Juni 1989)
 Carl Heymanns Verlag KG und Beuth Verlag GmbH (1994)

A n h a n g

Tabellarische Auflistung der Ergebnisse der Zeitdehn- und Iso-Stress-Versuche

- Zeitdehnversuche, CQM, Lieferzustand - 2 h/1070°C + 2 h/775°C
- Iso-Stress-Versuche, CQM, Lieferzustand - 2 h/1070°C + 2 h/775°C
- Iso-Stress-Versuche, CQM, Wärmebehandlung 2 h/970°C + 2 h/775°C
- Iso-Stress-Versuche, CQM, Wärmebehandlung 2 h/1070°C + 2 h/835°C
- Iso-Stress-Versuche, CSJ, wie geschweißt
- Iso-Stress-Versuche, CSJ, Wärmebehandlung 4 h/710°C
- Iso-Stress-Versuche, CSJ, Wärmebehandlung 4 h/740°C
- Iso-Stress-Versuche, CSJ, Wärmebehandlung 4 h/770°C
- Zeitdehnversuche, CMS, Lieferzustand - 2 h/1065°C + 2 h/770°C
- Iso-Stress-Versuche, CMS, Lieferzustand - 2 h/1070°C + 2 h/775°C
- Iso-Stress-Versuche, CSS, Wärmebehandlung 4 h/740°C
- Iso-Stress-Versuche, CQM, WEZ-Schweißsimulation, $T_{\max}$ 800 -900°C + 740°C/2 h
- Iso-Stress-Versuche, CQM, WEZ-Schweißsimulation, $T_{\max}$ 850°C + 740°C/2 h

Zeitstandversuchsergebnisse: NF616, Charge CQM

Stand 15. Dezember 1994

Testtyp: EPM - Einzelprobenmaschine; MPM - Mehrprobenmaschine

$t_{1\%}$: 1% Zeitdehngrenze; t_B : Bruchzeit; ϵ_s : sekundäre Kriechdehnrate; A_u : Zeitbruchdehnung; Z_{ui} : Zeitbrucheinschnürung

Bruchtyp nach DIN 50 118; tg - transgranular, ig - intergranular C: Versuch läuft noch (Dauer und Dehnung in Klammern)

T: Versuch abgebrochen (Dauer und Dehnung in Klammern) TEM: Proben ausgewählt für Transmissionselektronenmikroskopie

Lieferzustand - 2 h / 1070°C + 2 h / 775°C

Probe	Testtyp	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit, h	$t_{1\%}$, h	t_B , h	ϵ_s , %/h	A_u , %	Z_{ui} , %	Bruchtyp	Bemerkungen
CQM209	EPM	600	180	1.000	45	1.161	$4 \cdot 10^{-3}$	25,9	80	3 tg	
CQM210	EPM	600	160	3.000	280	9.755	$3 \cdot 10^{-4}$	22,8	72		TEM
CQM211	EPM	600	145	10.000	1.145		$6 \cdot 10^{-5}$				C (10987h 1,9%)
CQM218	EPM	600	132	30.000	4.579		$4,6 \cdot 10^{-5}$				C (7271 h 1,1%)
CQM213	EPM	650	110	2.000	215	3.595	$9,1 \cdot 10^{-4}$	22,2	66	3 tg	TEM
CQM214	EPM	650	104	3.000	378	6.468	$4,9 \cdot 10^{-4}$	21,9	33	3 tg	TEM
CQM219	EPM	650	92	10.000	1.895		$2 \cdot 10^{-4}$				C (7104 h 2,1%)
CQM220	EPM	650	81	30.000	5.152		$9,5 \cdot 10^{-5}$				C (7271 h 1,2%)

Iso-Stress-Versuche - Lieferzustand 2 h / 1070°C + 2 h / 775°C

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit, h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _s , %/h	A _u , %	Z _{u1} , %	Bruchtyp	Bemerkungen
CQM302	MPM	600	160	3.000	350	-	-	-	-	-	T 1502h 1,8%; TEM
CQM304	MPM	612	160	1.000	-	1154	-	24,0	83	3 tg	
CQM201	EPM	625	160	300	16	365	1,4.10 ⁻²	28,4	85	3 tg	
CQM203	EPM	637	160	100	5		1,1.10 ⁻²				T 96 h, 31,7%
CQM205	EPM	650	160	30	1	23	2,9.10 ⁻¹	27,5	80	3 tg	TEM
CQM310	MPM	600	145	12.000			1,1.10 ⁻⁴				C (9993 h 2,4%)
CQM311	MPM	612	145	3.000	280	5.001	5,9.10 ⁻⁴	5,7	72	3 tg	TEM
CQM212	EPM	625	145	1.000	47	1.719	1,7.10 ⁻³	23,1	77	3 tg	
CQM215	EPM	637	145	300	12	344	1,5.10 ⁻²	27,2	85	3 tg	
CQM217	EPM	650	145	100	5	84	7,8.10 ⁻²	30,9	85	3 tg	
CQM216	EPM	662	145	30	1	24		32,5	84	3 tg	
CQM301	MPM	600	120	100.000	8.505		1,7.10 ⁻⁵				C (11497 h 1,0%)
CQM303	MPM	612	120	30.000	4497		4,3.10 ⁻⁵				C (9603 h 1,3%)
CQM305	MPM	625	120	8.000	990	10.553	2,1.10 ⁻⁴				
CQM202	EPM	637	120	2.500	354	7.348	4.10 ⁻⁴	25,3	66	3 tg	TEM
CQM204	EPM	650	120	700	44	1.088	3,3.10 ⁻³	21,7	74	3 tg	TEM
CQM206	EPM	662	120	250	10	150	4,1.10 ⁻²	40,1	83	3 tg	
CQM208	EPM	675	120	70	6	83	6,9.10 ⁻²	33,8	83	3 tg	

Iso-Stress-Versuche - Wärmebehandlung: 2 h / 970°C + 2 h / 775°C

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit (LZ), h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _S , %/h	A _u , %	Z _{u1} , %	Bruchtyp	Bemerkungen
CQM241	MPM	600	145	12.000	2.990						C (7980 h 0,7%)
CQM244	MPM	612	145	3.000	1.000	8.209		18,1			
CQM231	EPM	625	145	1.000	89	2.582	1,3·10 ⁻³	23,0		3 tg	
CQM233	EPM	637	145	300	70	1.233	3·10 ⁻³	26,0	78	3 tg	
CQM235	EPM	650	145	100	10	210	1,3·10 ⁻³	26,7	82	3 tg	
CQM237	EPM	662	145	30	3	48	1,3·10 ⁻¹	29,0	84	3 tg	
CQM242	MPM	600	120	100.000							C (7980h 1,5%)
CQM243	MPM	612	120	30.000							C (8120 h 0,8%)
CQM245	MPM	625	120	8.000	1.750		2,2·10 ⁻⁴				C (7984 h 2,8%)
CQM232	EPM	637	120	2.500	425	5.900	4,8·10 ⁻⁴	19,4	64	3 tg	TEM
CQM234	EPM	650	120	700	50	1.102	3,4·10 ⁻³	26,7	78	3 tg	TEM
CQM236	EPM	662	120	250	22	513	9,2·10 ⁻³	34,6	78	3 tg	
CQM238	EPM	675	120	70							

Iso-Stress-Versuche - Wärmebehandlung: 2 h / 1070°C + 2 h / 835°C

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit (LZ), h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _s , %/h	A _u , %	Z _{u1} , %	Bruchtyp	Bemerkungen
CQM262	MPM	600	145	12.000	-	1.138		33,4	75	3 tg	
CQM264	MPM	612	145	3.000	-	597	-	30,1	81	3 tg	TEM
CQM251	EPM	625	145	1.000	4	30	1,6·10 ⁻¹	31,8	88	3 tg	
CQM253	EPM	637	145	300	7	51	9,8·10 ⁻²	29,9	88	3 tg	
CQM255	EPM	650	145	100	1	12	9,7·10 ⁻²	40,0	87	3 tg	
CQM257	EPM	662	145	30	-	3	1,9·10 ⁰	38,1	87	3 tg	
CQM261	MPM	600	120	100.000	1.250		1,8·10 ⁻⁴				C (7980 h 2,6%)
CQM263	MPM	612	120	30.000	750	8.209	4,3·10 ⁻⁴	26,0			
CQM265	MPM	625	120	8.000	-	690	-	34,8	84	3 tg	
CQM252	EPM	637	120	2.500		133	5,2·10 ⁻²	30,7	87	3 tg	TEM
CQM254	EPM	650	120	700	7	66	9,9·10 ⁻²	35,4	89	3 tg	TEM
CQM256	EPM	662	120	250		12	6,8·10 ⁻¹	45,7	87	3 tg	
CQM258	EPM	675	120	60							

Schweißverbindung CSJ (Charge CQM geschweißt mit Nippon Zusatzwerkstoff)

Iso-Stress-Versuche - wie geschweißt

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit (WEZ), h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _s , %/h	A _u , %	Z _{u1} , %	Bruchlage	Bemerkungen
CSJ201	MPM	600	145	12.000							C (4641 h 1,0%)
CSJ203	MPM	612	145	3.000		2699		3,9	6	WEZ	
CSJ206	EPM	625	145	1.000				8,8	41	WEZ	
CSJ207	EPM	637	145	300		357		14,5	75	WEZ	
CSJ209	EPM	650	145	100		120		15,0	82	WEZ	
CSJ211	EPM	662	145	30		54		16,1	83	WEZ	
CSJ202	MPM	600	120	100.000							C (4641 h 0,4%)
CSJ204	MPM	612	120	30.000							C (5106 h 0,7%)
CSJ205	MPM	625	120	8.000		4.441		3,3	15	WEZ	
CSJ208	EPM	637	120	2.500		2.132		2,5		WEZ	
CSJ210	EPM	650	120	700		953		3,4	22	WEZ	
CSJ212	EPM	662	120	250		305		6,9	21	WEZ	
CSJ213	EPM	675	120	70		70		18,2	85	WEZ	

Iso-Stress-Versuche nach 4 h / 710°C

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit (WEZ), h	t _{1%} , h	t _B , h	ε_s , %/h	A _u , %	Z _{u1} , %	Bruchlage	Bemerkungen
CSJ301	MPM	600	145	12.000							C (4641 h, 1,1%)
CSJ303	MPM	612	145	3.000		4.966		10,1		WEZ	
CSJ306	EPM	625	145	1.000		1.128		12,1	57	WEZ	
CSJ307	EPM	637	145	300		509		14,1		WEZ	
CSJ309	EPM	650	145	100		78		16,3	81	WEZ	
CSJ311	EPM	662	145	30		19		17,8	83	WEZ	
CSJ302	MPM	600	120	100.000							C (4641 h, 0,5%)
CSJ304	MPM	612	120	30.000							C (5106 h, 0,8%)
CSJ305	MPM	625	120	8.000		5.381		4,0		WEZ	
CSJ308	EPM	637	120	2.500		2.423		6,2	23	WEZ	
CSJ310	EPM	650	120	700		624		9,3	46	WEZ	
CSJ312	EPM	662	120	250		208		8,7	46	WEZ	
CSJ313	EPM	675	120	70		43		7,3	44	WEZ	

Iso-Stress-Versuche nach 4 h / 740 °C

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit (WEZ), h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _s , %/h	A _u , %	Z _{u1} , %	Bruchlage	Bemerkungen
CSJ401	MPM	600	145	12.000							C (4641 h, 1,5%)
CSJ403	MPM	612	145	3.000		2.801		13,8	70	WEZ	
CSJ406	EPM	625	145	1.000		1.116		12,7	68	WEZ	
CSJ407	EPM	637	145	300		155		16,2		WEZ	
CSJ409	EPM	650	145	100		46		17,1	82	WEZ	
CSJ411	EPM	662	145	30		10		17,2	86	WEZ	
CSJ402	MPM	600	120	100.000							C (4641 h, 0,8%)
CSJ404	MPM	612	120	30.000		5.966				SG	
CSJ405	MPM	625	120	8.000		2.135		6,5	3	SG	
CSJ408	EPM	637	120	2.500		2.348		8,8	21	WEZ	
CSJ410	EPM	650	120	700		440		15,4	78	WEZ	
CSJ412	EPM	662	120	250		144		12,7	48	WEZ	
CSJ413	EPM	675	120	70		14		13,6	77	WEZ	

Iso-Stress-Versuche nach 4 h / 770 °C

Probe	Testtyp*	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit (WEZ), h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _s , %/h	A _u , %	Z _{ul} , %	Bruchlage	Bemerkungen
CSJ501	MPM	600	145	12.000							C (4641 h, 1,0%)
CSJ503	MPM	612	145	3.000		4.019		9,1	39	WEZ	
CSJ506	EPM	625	145	1.000		1.064		16,3	78	WEZ	
CSJ507	EPM	637	145	300		365		16,8	78	WEZ	
CSJ509	EPM	650	145	100		112		16,4	87	WEZ	
CSJ511	EPM	662	145	30		14		18,6	86	WEZ	
CSJ502	MPM	600	120	100.000							C (4641 h, 0,5%)
CSJ504	MPM	612	120	30.000							C (5106 h, 1,5%)
CSJ505	MPM	625	120	8.000							C (4973 h, 1,5%)
CSJ508	EPM	637	120	2.500		1.908		5,6	36	WEZ	
CSJ510	EPM	650	120	700		865		7,7	29	WEZ	
CSJ512	EPM	662	120	250		245		8,0	41	WEZ	
CSJ513	EPM	675	120	70		28		12,2	63	WEZ	

Zeitstandergebnisse - NF616, Charge CMS

Zeitdehnverhalten, Stand: 20. Dezember 1994

Probe	Testtyp	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit, h	t _{1%} , h	t _B , h	ϵ_s , %/h	A _u , %	Z _{ut} , %	Bruchtyp	Bemerkungen
CMS207	EPM	600	200	1.000	113	1.485	2,5·10 ⁻³	23,3	77	3 tg	
CMS201	EPM	600	190	1.000	139	2.508	1,3·10 ⁻³	19,9	72	3 tg	
CMS208	EPM	600	180	2.000	290	4.588	5,9·10 ⁻⁴	17,9	69	3 tg	
CMS202	EPM	600	170	4.000	788	9.693	2,2·10 ⁻⁴	14,5	58	3 tg	
CMS203	EPM	600	160	10.000	775	9.586	2,3·10 ⁻⁴	13,9	55	3 tg	
CMS210	EPM	650	150	300	26	237	1,7·10 ⁻²	63,4	77	3 tg	
CMS209	EPM	650	130	1.000	195	1.877	1,8·10 ⁻³	26,2	65	3 tg	
CMS204	EPM	650	120	2.000	448	3.064	1,1·10 ⁻³	20,9	62	3 tg	
CMS205	EPM	650	110	5.000	644	6.077	5,5·10 ⁻⁴	16,5	26	3 ig	
CMS206	EPM	650	100	10.000	2150	10.906	2,7·10 ⁻⁴	14,3		3 ig	

Iso-Stress- Versuche

Probe	Testtyp	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit, h	t _{1%} , h	t _B , h	ε _S , %/h	A _u , %	Z _{ut} , %	Bruchtyp	Bemerkungen
CMS211	MPM	600	120	>100.000			2,2.10 ⁻⁵				C (12958 h 0,65%)
CMS217	MPM	600	145	30.000	7000		5,0.10 ⁻⁵				C (10973 h 1,3%)
CMS212	MPM	600	161	10.000	1984		2,0.10 ⁻⁴				T (1984h 1%)
CMS213	MPM	612	120	50.000			2,8.10 ⁻⁵				C (11599 h 0,9%)
CMS218	MPM	612	145	8.000			1,5.10 ⁻⁴				C (10085 h 2,5%)
CMS214	MPM	612	160	2.000			-				T (1514h 1,8%)
CMS216	MPM	625	120	20.000			1,9.10 ⁻⁴				C (11993 h 2,9%)

Schweißverbindung CSS (Charge CMS mit Böhler Zusatzwerkstoff)

Probe	Testtyp	Temp °C	Spannung MPa	Erwartete Bruchzeit* h	t _R h	Au %	Bruchlage	Bemerkungen
CSS102	EPM	600	190	1.000	903	9,5	SG	
CSS103	EPM	600	160	10.000				C 3643 h, 1,8%
CSS101	MPM	600	145	4.000				C 3972 h, 1,3%
CSS109	MPM	600	120					C 2951 h, 0,5%
CSS106	MPM	650	120	2.000	479	7,8	SG	
CSS105	EPM	650	110	5.000	634	5,4	SG	
CSS104	MPM	650	100	10.000	911	5,7	SG	
CSS108	MPM	650	80	100.000				C 3012h, 1,2%

* Grundwerkstoff

Iso-Stress-Zeitstandversuchsergebnisse für T_{max} 850 °C + 2h/740 °C

Proben-Nr.	Spannung, MPa	Temperatur, °C	Bruchzeit h	Bruchzeit GW h	Bruchdehnung %	Bruchdehnung GW, %
CQM551	120	600	(5977 C)	(9.500 C)		
CQM552	120	612	5.240	(8.500 C)	16,2	
CQM553	120	625	2.245	(9.000 C)	19,8	
CQM554	120	637	725	7.348	52,3	25,4
CQM556	120	650	172	1.088	25,1	21,7
CQM555	120	662	49	150	24,7	40,1
CQM557	145	612	163	5.001	23,4	5,7
CQM558	145	625	140	1.719	22,5	23,1

Iso-Stress-Versuche nach verschiedenen Gleeble-Behandlungen + 2h/740 °C

Proben-Nr.	T _{max} , °C	Spannung, MPa	Temperatur, °C	Bruchzeit h	Bruchzeit GW h	Bruchdehnung %	Bruchdehnung GW, %
CQM561	800	145	612	(2.986C)			
CQM562	825	145	612	1.117		19,3	
CQM557	850	145	612	163	5.001	23,4	5,7
CQM564	850	145	612	1.614		21,3	
CQM566	875	145	612	2.107		22,4	
CQM568	900	145	612	555		19,1	
CQM563	825	145	625	169		25,1	
CQM558	850	145	625	140	1.719	22,5	23,1
CQM567	875	145	625	212		20,5	

Jül-3074
Juni 1995
ISSN 0944-2952