

HZDR-082

GEFÜGE UND EIGENSCHAFTEN DES WARMFESTEN CHROMSTAHLS P91

Stefanie Kohlar

Wissenschaftlich-Technische Berichte
HZDR-082 · ISSN 2191-8708

**WISSENSCHAFTLICH-
TECHNISCHE BERICHTE**

hZDR



**HELMHOLTZ
ZENTRUM DRESDEN
ROSSENDORF**

Wissenschaftlich-Technische Berichte
HZDR-082

Stefanie Kohlar

**GEFÜGE UND EIGENSCHAFTEN
DES WARMFESTEN CHROMSTAHLS P91**

HZDR

 **HELMHOLTZ**
| ZENTRUM DRESDEN
| ROSSENDORF

Druckausgabe: ISSN 2191-8708

Elektronische Ausgabe: ISSN 2191-8716

Die elektronische Ausgabe erscheint unter Creative Commons License (CC BY 4.0):

<https://www.hzdr.de/publications/Publ-26190>

<urn:nbn:de:bsz:d120-qucosa-229778>

2017

Herausgegeben vom

Helmholtz-Zentrum Dresden - Rossendorf

Bautzner Landstraße 400

01328 Dresden

Germany

Großer Beleg

Thema:

Gefüge und Eigenschaften des warmfesten Chromstahls P91

Aufgabenstellung:

Aus einem Rohrstück des Materials P91 soll nach der Erarbeitung eines Probenplans zunächst das Gefüge in allen 3 Orientierungen metallographisch charakterisiert werden. Anschließend wird das Material mechanisch - technologisch sowie bruchmechanisch und fraktographisch untersucht. Die daraus erhaltenen Werkstoffkennwerte sollen mit dem Gefüge und dem fraktographischen Befund in Beziehung gesetzt werden.

Bearbeiter:

Stefanie Kohlar

Betreuer:

Herr Dr. Frank Bergner

Forschungszentrum Dresden Rossendorf

Betreuender Hochschullehrer:

Frau Prof. Elke Simmchen

TU - Dresden

Erklärung

Ich erkläre, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe.

Ort, Abgabetermin

Unterschrift

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Zielstellung
 2. Warmfeste Chromstähle
 - 2.1 Eigenschaften und Anwendungen
 - 2.2 Der Stahl P91
 3. Experimente
 - 3.1 Probenplan und Probencharakterisierung
 - 3.2 Metallographie
 - 3.2.1 Elektrochemisches Ätzen mit Oxalsäure
 - 3.2.2 Quantitative Austenitkorngrößenbestimmung
 - 3.3 Mechanisch-technologische Untersuchungen
 - 3.3.1 Härteprüfung
 - 3.3.2 Zugversuch
 - 3.3.3 Kerbschlagbiegeversuch
 - 3.3.4 Ultraschalluntersuchung
 - 3.4 Ermittlung bruchmechanischer Werkstoffkennwerte
 - 3.4.1 Probengeometrie und Probenvorbereitung
 - 3.4.2 Ermittlung der Mastercurve
 - 3.4.3 Ermittlung der Risswiderstandskurven
 - 3.5 Fraktographie
 4. Ergebnisse und Diskussion
 - 4.1 Gefügebeurteilung
 - 4.2 Mechanisch technologische Untersuchungsergebnisse
 - 4.2.1 Härteprüfung
 - 4.2.2 Ultraschalluntersuchung
 - 4.2.3 Zugversuche bei Raumtemperatur
 - 4.2.4 Zugversuche bei 200 °C / -130 °C
 - 4.3 Bruchmechanische Ergebnisse
 - 4.3.1 Master-Curve
 - 4.3.2 Risswiderstandskurve
 - 4.4 Fraktographische Ergebnisse
 - 4.5 Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen
 5. Zusammenfassung
- Literatur
Anhang

Abkürzungsverzeichnis

A_e	Fläche des elastischen Anteils
A_g	Gleichmaßdehnung
A_p	Fläche des plastischen Anteils
A_{40}	Bruchdehnung (40mm Messlänge)
a_0	mittlere Risslänge
Δa	Rissverlängerung
B	Probenbreite
B_N	Probenbreite im seitgekerbten Bereich
BM	Bruchmechanik
C	Nachgiebigkeit
E	E - Modul
F	Kraft
FBM	Fließbruchmechanik
F_A	Kraft bei Risseinleitung
f	Durchbiegung
J	Linienintegral
$J_{0,2}$	J bei 0,2mm Rissverlängerung
J_{Ic}	Widerstand gegen den Beginn der instabilen Rissausbreitung
J_c	kritisches J – Integral
J_e	J elastisch
J_i	J bei Stretchzonenbreite nach ISO 12135
J_{Limit}	J Grenze des Gültigkeitsfensters
J_p	J plastisch
J_{SZB}	J bei Stretchzonenbreite nach ESIS
J_Q	J vor Prüfung der Gültigkeitskriterien nach ASTM 1820
KBV	Kerbschlagbiegeversuch
K_{Ic}/K_{Jc}	Bruchzähigkeit
$K_{Jc(1T)}$	auf einen Zoll Probengröße normierte Bruchzähigkeit
$K_{Jc(Limit)}$	Bruchzähigkeitsgrenze des Wertigkeitsfensters
K_e	elastische Bruchzähigkeit
LEBM	linear elastische Bruchmechanik

LB	laterale Breitung
W	Probenhöhe
REM	Rasterelektronenmikroskop
RT	Raumtemperatur
R_m	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	Dehngrenze
s	Auflagerabstand
T	Temperatur
T_0	Referenztemperatur
ν	Poissonkonstante

1. Einleitung und Zielstellung

In den vergangenen Jahrzehnten konnte der thermische Wirkungsgrad fossiler Kraftwerke durch die Erhöhung der Betriebstemperatur auf bis zu 650 °C und des Betriebsdruckes auf bis zu 300 bar erheblich gesteigert werden. Diese Betriebsbedingungen stellen hohe Anforderungen an die Kriech- und Oxidationsbeständigkeit der angewendeten Werkstoffe, welche die warmfesten Chromstähle auf Grund ihrer Legierungselemente und ihrer Wärmebehandlung erfüllen.

Einer ihrer Vertreter ist der in den 1970er Jahren in den USA entwickelte X10CrMoVNb9-1 [1]. Er wird laut ASME Boiler and Pressure Vessel Code als P91 spezifiziert. Auf Grund seiner hervorragenden Eigenschaften bei hohen Temperaturen und seinem günstigen Bestrahlungsverhalten ist er auch für die Entwicklung von Kernreaktoren der vierten Generation als potentieller Druckbehälterwerkstoff von großem Interesse [2].

Gegenstand der Arbeit sind das Gefüge und die Eigenschaften dieses Werkstoffes.

Zu diesem Zweck wurde er metallographisch untersucht und technisch wichtige Kennwerte ermittelt. Die metallographische Charakterisierung erfolgte licht- und rasterelektronenmikroskopisch unter Einbeziehung unterschiedlicher Ätzverfahren. Die mechanisch-technologischen Werkstoffkennwerte wurden mittels Härteprüfung, Zug- und Kerbschlagbiegeversuchen ermittelt. Zur bruchmechanischen Charakterisierung kamen Methoden der linearelastischen Bruchmechanik und der Fließbruchmechanik zum Einsatz. Die Bruchflächen wurden fraktographisch untersucht. Von Interesse war auch, inwiefern die zur Verfügung stehenden, bisher auf niedriglegierte Reaktordruckbehälterstähle angewandten Charakterisierungsmethoden für Chromstähle geeignet sind.

Die Zielstellung der Arbeit besteht darin, die mechanisch-technologischen und bruchmechanischen Kennwerte zu ermitteln und mit dem Gefüge und den fraktographischen Befunden in Beziehung zu setzen.

2. Warmfeste Chromstähle

2.1 Eigenschaften und Anwendungen

Warmfeste Chromstähle sind Stähle mit einem Chromgehalt von 9-12%, denen zusätzlich die Legierungselemente Molybdän, Nickel, Vanadium, Wolfram und Niob zulegiert werden, um ihre Eigenschaften an die hohen Anforderungen, unter denen sie eingesetzt werden, anzupassen.

Die Vorteile der 9 - 12 % Chromstähle liegen in der guten Oxidationsbeständigkeit, guten Kriechfestigkeit gegenüber konventionellen niedrig legierten Stählen wie z.B. dem 10CrMo9-10 [1, 3, 4, 5]. Gegenüber austenitischen Stählen zeichnet sie eine geringere thermische Ausdehnung und eine höhere Wärmeleitfähigkeit aus [5].

Ihre Entwicklung geht auf die Forderung nach kriech-, und oxidationsbeständigen Werkstoffen in den 1970er Jahren zurück [1]. Sie werden hauptsächlich in fossilen Kraftwerken, z.B. als Turbinenläufer, Turbinenschaufeln und Druckbehälter eingesetzt, finden aber auch in der Chemie-, Papier und Erdölindustrie ihren Einsatz [3]. Dabei ersetzen Sie vor allem die teureren austenitischen Werkstoffe und führten durch ihren Einsatz bei Betriebsbedingungen von bis zu 650 °C und 300 bar zu einer erheblichen Steigerung des thermischen Wirkungsgrades von Kraftwerken [3].

Auf Grund ihrer guten Eigenschaften gelten sie als potentielle Werkstoffe für Reaktordruckbehälter in Kernkraftreaktoren der vierten Generation [1, 2]

2.2 Der Stahl P91

Der Werkstoff P91 gehört zu den warmfesten Chromstählen. Er enthält ca. 9 %Chrom. Nach den neuesten Erkenntnissen liegt die Löslichkeitsgrenze des Chroms im Stahl bei ca. 9 % [6]. Somit kann davon ausgegangen werden, dass sich die chromreiche α' -Phase in diesem Werkstoff nicht ausscheidet. Seine guten Festigkeitseigenschaften auch bei hohen Temperaturen verdankt der Werkstoff seinen Legierungselementen und der Wärmebehandlung. P91 wird hauptsächlich im vergüteten Zustand eingesetzt. Neben den ca. 0,1 % Kohlenstoff, den 9 % Chrom und 1 % Molybdän enthält der Werkstoff Mangan und Silizium sowie die Mikrolegierungselemente Vanadium und Niob, welche über die Bildung von temperaturstabilen Carbiden und Carbonitriden $\{V(C,N)\}$ bzw. $\{Nb(C,N)\}$ vom Typ MX

und deren Wechselwirkungen mit den Versetzungen in der Matrix eine Steigerung der Festigkeit auch bei hohen Temperaturen bewirken [1, 4, 5]. Chrom bildet Carbide vom Typ $M_{23}C_6$, welche durch ihre Position, hauptsächlich an Korn- und Subkorn Grenzen, das Gefüge auch bei hohen Temperaturen stabilisieren [1, 4, 5]. Die gute Oxidationsbeständigkeit des P91 ist ebenfalls auf den gegenüber niedriglegierten Stählen höheren Chromgehalt zurückzuführen. Mangan und Silizium bewirken eine Festigkeitssteigerung durch Mischkristallhärtung.

Die unterschiedliche Nomenklatur des hier behandelten Werkstoffes sind Tabelle 1 zu entnehmen. Die chemische Normzusammensetzung laut DIN EN 10302 : 2008 - 06 sowie die Zusammensetzung gemäß Analyse sind Tabelle 3 zu entnehmen. Die chemische Zusammensetzung des zu untersuchenden Materials wurde spektrochemisch von der Materialforschungs - und Anwendungstechnik GmbH Dresden (IMA) ermittelt und liegt im Erwartungsbereich. Laut Norm DIN EN 10302 : 2008 - 06 wird der Stahl bei 1040 °C bis 1100 °C austenitisiert, anschließend in Öl abgeschreckt und dann mindestens 1 Stunde bei 730 °C bis 780 °C angelassen. Nach dieser Vergütungsbehandlung hat der Werkstoff bei Raumtemperatur laut dieser Norm die in Tabelle 2 angegebenen mechanischen Eigenschaften und eine Dichte von 7,77g/cm³.

Tabelle 1 : Zusammenfassung der verschiedenen Nomenklaturen des im Nachgang als P91 bezeichneten Werkstoffes

DIN Werkstoffnummer	1.4903
DIN Werkstoffbezeichnung	X10CrMoVNb91
USA Typ	P91
USA UNS	K91560

Tabelle 2 : mechanische Kennwerte

R _{p0,2} [MPa]	450
R _m [MPa]	620-850
A [%]	≥ 20%
E – Modul [GPa]	218

Tabelle 3 : chemische Zusammensetzung des P91

Element	C	Cr	N	Si	P	Ni
Ist [m%]	0,116	9,5	n.A.	0,464	0,0085	0,235
Soll [m%]	0,08 - 0,12	8 - 9,5	0,03-0,07	≤ 0,5	≤ 0,025	≤ 0,4
Element	V	Mn	S	Al	Mo	Nb
Ist [m%]	>0,230	0,507	<0,0006	0,0195	0,91	0,0903
Soll [m%]	0.18 - 0,25	0,3 - 0,6	≤ 0,015	≤ 0,03	0,85 - 1,05	0,06 - 0,10

3. Experimente

3.1 Probenplan und Probencharakterisierung

Für die Untersuchungen stand ein Rohrstück des Werkstoffes P91 mit einem Durchmesser von ca. 360mm, einer Höhe von ca. 200mm und einer durchschnittlichen Wanddicke von ca. 50mm zur Verfügung (Bild 1). Bei dem Rohr handelt es sich um ein nahtlos gewalztes Rohr, welches anschließend vergütet wurde. Aus diesem Rohr wurde unter ständiger Kühlung mit einer Bandsäge ein Keilstück herausgetrennt (Bild 2). Von diesem Keilstück wurden nun 3 ca. 10mm hohe Keile getrennt. In Bild 3 ist zu erkennen, wie eines dieser Keilstücke in vier Würfel zur metallographischen Untersuchung getrennt wurde. Die Schliiffflächenorientierung ist ebenfalls dem Bild 3 zu entnehmen. Die Proben M1 -M3 dienen dem Gefügevergleich in den drei Hauptorientierungen und mit dem Vergleich des Gefüges von Probe M1 und M4 soll die Homogenität des Werkstoffes über den Querschnitt überprüft werden. Es sei darauf hingewiesen, dass die Orientierung y in Umfangsrichtung zeigt. Die übrigen zwei Keile dienen der Härtemessung über den Querschnitt und der Spektralanalyse. Des Weiteren wurden 27 Proben für den Kerbschlagbiegeversuch (KBV), 27 Biegeproben (SE(B)-Proben) und 5 Kompaktzugproben (C(T)-Proben) für die bruchmechanischen Untersuchungen und 11 Proben für den Zugversuch gefertigt. Die KBV - Proben tragen die Probennummern 1 - 27, die SE(B) - Proben die Nummern 28 – 54, Die C(T) – Proben die Nummern 1 - 5 und die Zugproben wiederum die Nummern 1 - 11. Die Lage der Proben im Rohr und die genauen Abmessungen sind dem Probenfertigungsplan (Anhang A) sowie Bild 4 zu entnehmen. Das Gefüge wurde, wie auch später nachgewiesen wurde, als homogen und richtungsunabhängig angenommen. Somit wurde von einer Ermittlung der Richtungsabhängigkeit der Werkstoffeigenschaften abgesehen. Die Orientierung der in die Proben eingebrachten Kerben und Risse ist in allen Proben ZY. Die Zugstäbe liegen in Orientierung Z. Da das Material keinerlei Kornausrichtung aufweist, konnten laut Norm DIN EN ISO 3785:2006 die Bezugsachsen willkürlich zugewiesen werden. Die genaue Kennzeichnung der Orientierungen sind in Bild 1 dargestellt. Die Orientierung Y zeigt dabei in Umfangsrichtung des Rohres.

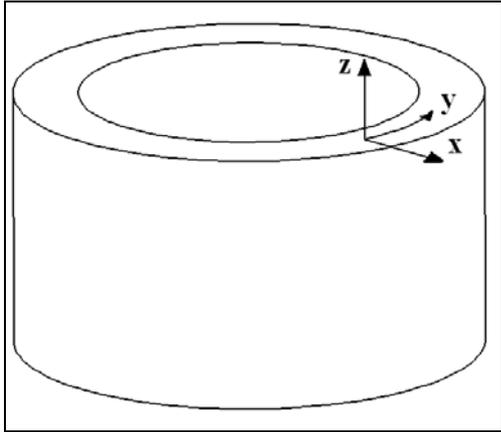


Bild 1: Ausgangsrohrstück mit Orientierung

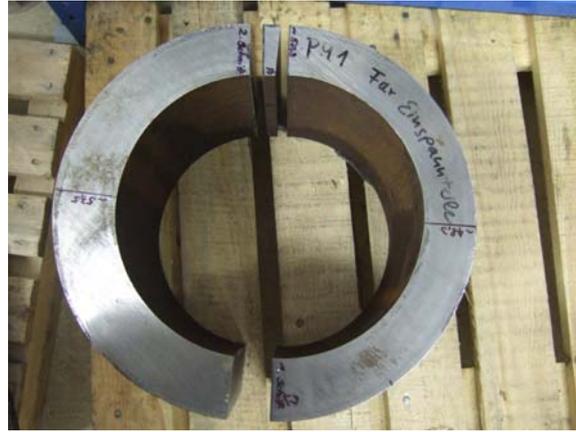


Bild 2: Rohr aufgetrennt

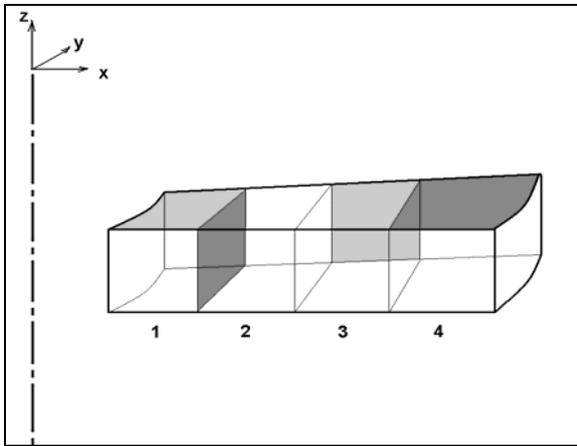


Bild 3: Probenkennzeichnung und Schliefflächenorientierung

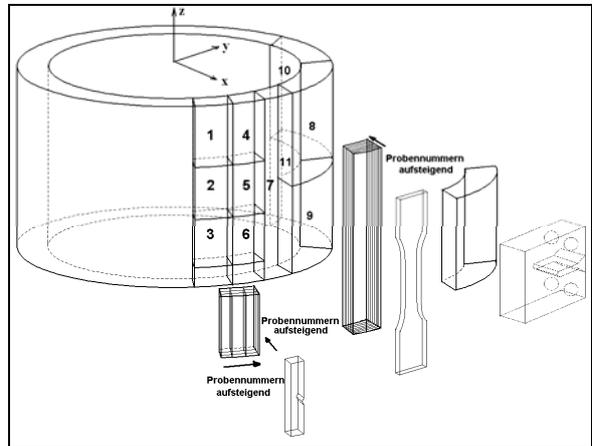


Bild 4: Probenposition im Rohr

3.2 Metallographie

Um das vorliegende Gefüge zu beurteilen, wurden metallographische Schliffe an den vier in Bild 3 dargestellten Probenstücken hergestellt. Die genauen Präparationsschritte sind im Anhang B beschrieben. Das Gefüge des P91 wurde mittels unterschiedlicher Ätzverfahren sichtbar gemacht und sowohl mittels Lichtmikroskopie als auch mittels analytischer Rasterelektronenmikroskopie (EDX) untersucht.

Um das zu erwartende Vergütungsgefüge darzustellen, wurde mit 84ml 96%igen Ethanol + 10ml HCl + 10ml Salpetersäure + 1g Pikrinsäure, 10-30 Sekunden, bei Raumtemperatur geätzt. An diesen Proben wurde zusätzlich eine Austenitkorngrößenbestimmung durchgeführt, welche unter 4.1 genauer beschrieben wird.

Die Gebrauchseigenschaften des P91 werden signifikant von den eingelagerten Carbiden, Nitriden und Carbonitriden beeinflusst. Die meisten dieser Ausscheidungen sind jedoch so klein, dass sie nur mittels Transmissionselektrodenmikroskopie nachgewiesen werden können [1, 4, 5]. Dieses Untersuchungsverfahren stand nicht zur Verfügung. Um die sichtbaren Ausscheidungen genauer zu charakterisieren, kamen andere Methoden zum Einsatz. Dazu wurden EDX Flächen-, Linien- und Punktanalysen durchgeführt. Eine weitere Aussage zur Lage und der Art der Ausscheidungen lieferte der Oxalsäure-Test nach ASTM A 262 practice A, welcher in Abschnitt 3.2.1 genauer beschrieben wird. Die Ergebnisse der metallographischen Untersuchung sind dem Abschnitt 4.1 zu entnehmen.

3.2.1 Elektrochemisches Ätzen mit Oxalsäure

Die Oxalsäureätzung ist ein Ätzverfahren bei dem chrom- und molybdänreiche Ausscheidungen bevorzugt angegriffen werden. Das Verfahren ist in der ASTM A 262 practice A beschrieben. Anders als bei vielen anderen Ätzverfahren, werden keine chromverarmten sondern chromreiche Gefügebereiche geätzt. Dieses Verhalten ist mit dem Potentialbereich in dem geätzt wird zu erklären. Dieser liegt weit im Transpassivbereich. Hier nimmt die Korrosionsneigung, anders als im Aktivbereich, mit steigendem Chromgehalt zu. Somit eignet sich das Verfahren hervorragend zum Nachweis der genannten Karbide, da die Matrix mit ihrem niedrigeren Chromgehalt nicht bzw. nicht in dem Maße wie die Ausscheidungen angeätzt wird. Um dieses Ätzverfahren auf den P91 anzuwenden, wurde eine frisch polierte Probe amperostatisch in 10 %iger Oxalsäure ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) mit einer Stromdichte von $0,1 A/cm^2$ und für 30 s geätzt. Dabei kommt es zur Wasserstoffentwicklung an der als Anode geschalteten Probe. Bei der Angabe 10 %ig handelt es sich um die chemische Zusammensetzung ohne Berücksichtigung des vorhandenen Kristallwassers in der festen Oxalsäure, d.h. es wurden genau 10g Oxalsäure und 90g entionisiertes Wasser gemischt. Die Probenfläche hat $2,2 cm^2$ betragen. Somit ergab sich ein Strom von 220 mA, welcher durch Kurzschließen der Gleichspannungsquelle über der Pt-Gegenelektrode eingestellt wurde. Um einen gleichmäßigen Ätzangriff zu gewährleisten, wurde die Flüssigkeit mit einem Rührfischchen ständig in Bewegung gehalten. Der genaue Aufbau der Ätzapparatur ist im Bild 5 dargestellt.

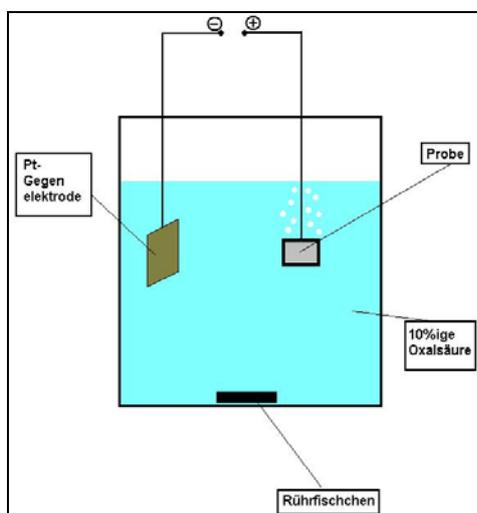


Bild 5: Ätzaufbau für den Oxalsäuretest

3.2.2 Quantitative Austenitkorngrößenbestimmung

Zur Austenitkorngrößenbestimmung konnte kein in der DIN EN ISO 643 genormtes Korngrößenprüfverfahren genutzt werden, weil laut dieser Norm die Korngrößen bei einer Vergrößerung von 100 gemessen werden sollen, bei dieser Vergrößerung die ehemaligen Austenitkorn Grenzen im P91 aber noch nicht zu erkennen waren. Es wurde daher mit einer 500fachen Vergrößerung gearbeitet.

Weder das Vergleichsverfahren, das Linienschnittverfahren noch das Flächenausählverfahren, welche in der genannten Norm beschrieben werden, konnten angewendet werden, da die dafür nötigen Voraussetzungen nicht gegeben waren. So konnte man das Linienschnittverfahren nicht anwenden, da nicht alle ehemaligen Austenitkorn Grenzen erkennbar waren und teilweise die Körner in der gewählten Vergrößerung nicht vollständig in das Bild passten, bzw. von mehreren Linien gleichzeitig geschnitten wurden. Auch das Flächenausählverfahren ist nicht möglich, da bei der gewählten Vergrößerung nicht die geforderten mindestens 50 Körner in dem Kreis lagen und auch nicht alle ehemaligen Korn Grenzen eindeutig identifiziert werden konnten. Somit wurden von Probe 1 und Probe 2 17 lichtmikroskopische Aufnahmen in 500-facher Vergrößerung erstellt. Auf diesen Bildern wurden alle eindeutig identifizierbaren ehemaligen Austenitkörner (insgesamt 125) horizontal in ihrer größten Abmessung mit der Software Lucia Measurement ausgemessen (siehe Bild 6). Dies war möglich, da das Gefüge keine sichtbare Orientierungsabhängigkeit aufwies. Aus den ermittelten Daten wurde der Mittelwert sowie die Standardabweichung berechnet.

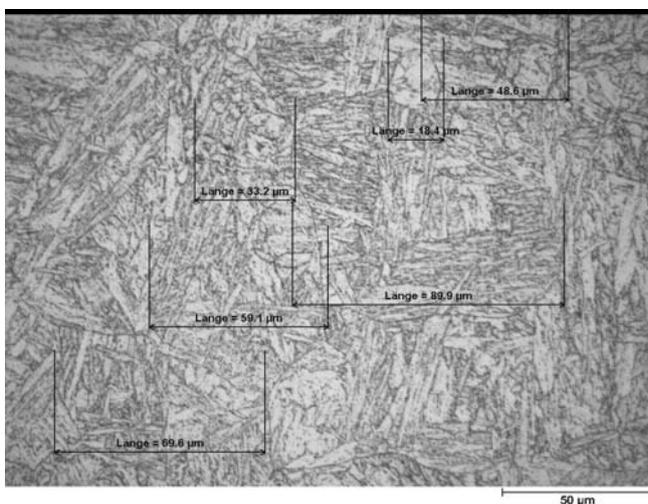


Bild 6 : Austenitkorngrößenbestimmung

3.3 Mechanisch-technologische Werkstoffprüfung

3.3.1 Härteprüfung

Die Härteprüfung nach Vickers Norm DIN EN ISO 6507 wurde aus zwei Gründen durchgeführt. Zum einen diente sie der reinen Härtebestimmung und somit auch der Gefügebeurteilung, zum anderen sollte der Härteverlauf in x-Richtung überprüft werden, um eine Aussage über die Homogenität des Gefüges treffen zu können. Als Probe diente eines der abgetrennten Keilstücke. Die Lage der Messpunkte und ihr Abstand zueinander sowie Details zur Versuchsdurchführung sind Tabelle 4 und Bild 7 zu entnehmen.

Tabelle 4 : Prüfparameter

Prüfmaschine:	SHIMADZU HSV20
Prüfkraft:	HV10
Haltezeit:	15s

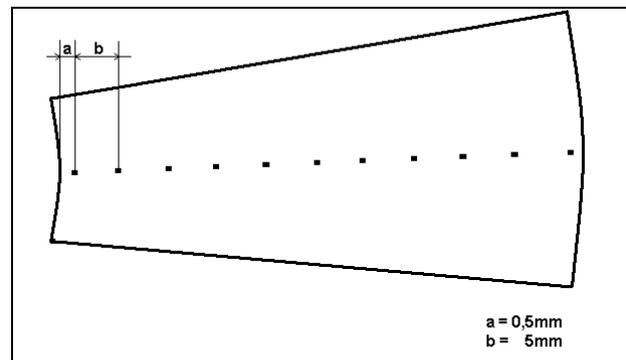


Bild 7: Position der Härteeindrücke

3.3.2 Zugversuch

Um die Festigkeit und die Zähigkeit des P91 zu bestimmen wurden Zugversuche nach Norm DIN 50125 an Flachzugproben der Form E 3 x 8 x 30 (Bild 8) durchgeführt. Die genauen Abmessungen, sowie die Lage der Proben im Rohr sind dem Probenfertigungsplan (Anhang A) zu entnehmen. Die Prüfparameter sind in Tabelle 5 aufgelistet.

Die Werkstoffkennwerte Streckgrenze bzw. 0,2%-Dehngrenze, Zugfestigkeit und die Dehnungskennwerte wurden bei Raumtemperatur (RT) bestimmt.

Für die Auswertung der Bruchmechanik-Versuche wurden sowohl bei hohen als auch bei niedrigen Temperaturen die Zugfestigkeit und die Streckgrenze benötigt. Dazu wurden jeweils zwei Zugversuche bei -130°C und 200°C durchgeführt. Die Temperaturen ergaben sich zum einen durch die Temperaturbegrenzungen der

Messeinrichtung, d.h. des Dehnungsaufnehmers auf max. 200°C und zum anderen durch die ungefähre Lage der im Master-Curve-Versuch ermittelten Referenztemperatur bei -130°C. Die dabei ermittelten Werte können nur als Näherung betrachtet werden, da mit nur jeweils zwei Proben die Ergebnisse nicht statistisch abgesichert sind, mehr Proben aber nicht zur Verfügung standen.

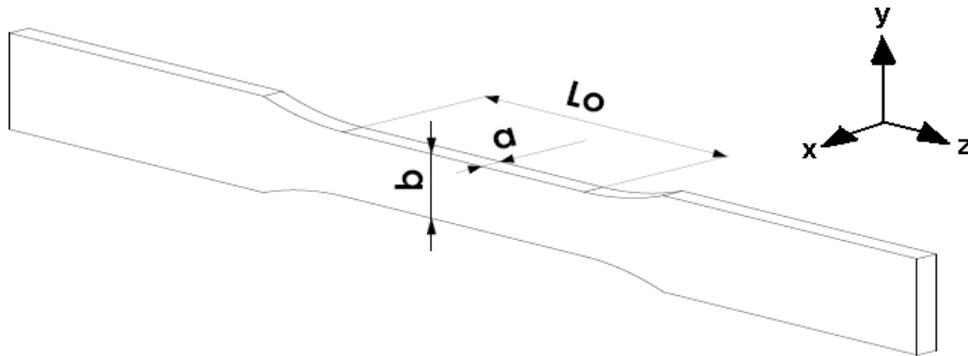


Bild 8 : Zugprobengeometrie nach DIN 50125

Tabelle 5 : Prüfmaschine und Prüfparameter Zugversuch

- Prüfmaschine:	MTS 810
- Wegmesssystem:	MTS 318.25 in Prüfmaschine integriert
- Spannvorrichtung:	RT: MTS 647 Hydraulic Wedge Grip hohe / tiefe T: THUMLER Spannbacken mit hydraulischer Verlängerung
- Kraftmesswandler:	RT: MTS 661.22D – 01 (250kN) hohe / tiefe T: MTS 661.20F – 02 (25kN)
- Prüfungsgeschwindigkeit:	1mm/min
- Extensiometer:	RT: MTS 634.12F – 54 10254594C hohe / tiefe T: SANDNER EXA 30 – 5u
- Temperiereinheit:	MTS 651.062 – 03

3.3.3 Kerbschlagbiegeversuch

Um die Werkstoffeigenschaften bei tiefen Temperaturen beurteilen zu können, wurde der Kerbschlagbiegeversuch nach Norm DIN EN ISO 14556 durchgeführt. Dafür wurden 10 mm x 10 mm x 55 mm ISO-V-Kerb-Proben, auch Charpy-V-Proben genannt, nach Norm DIN EN 10 045 gefertigt (Bild 9). Die genauen Abmessungen sowie die Lage der Proben im Rohr sind dem Probenfertigungsplan (Anhang A) zu entnehmen. Die Proben wurden bei verschiedenen Temperaturen geprüft und die Kerbschlagarbeit über der Temperatur aufgetragen. Die Temperierung der Proben nach Norm DIN EN 10045 erfolgte mittels Flüssigstickstoff bzw. elektrischer Beheizung. An den geprüften Proben wurden die laterale Breitung und die Fläche des kristallinen Flecks lichtmikroskopisch ausgemessen. Dazu wurden stereomikroskopisch Aufnahmen von den Proben gemacht und mit Hilfe der Verarbeitungssoftware Lucia Measurement ausgewertet (siehe Bild 10). Aus den ermittelten Daten wurden nun die verschiedenen Übergangstemperaturen bestimmt. Aus typischen Bereichen der Kerbschlagarbeit–Temperatur–Kurve wurden repräsentativ Proben fraktographisch untersucht.

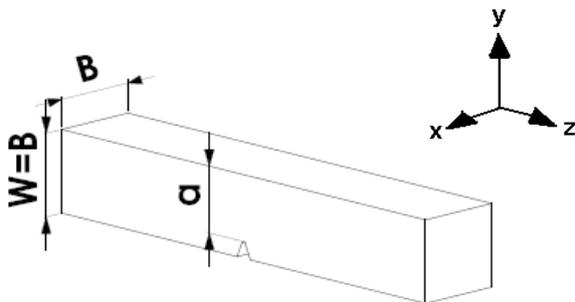


Bild 9 : KBV - Probe nach DIN 10045



Bild 10 : lichtmikroskopische Auswertung einer Bruchfläche

Tabelle 6 : Prüfmaschine und Prüfparameter Kerbschlagbiegeversuchs

- Prüfmaschine:	TIRA WPM Leipzig PSd 300/150
- Arbeitsvermögen:	300 Joule
- Maximaler Fallwinkel:	160°
- Hammermasse:	20,2kg
- Max. Schlaggeschwindigkeit:	5,5m/s
- Temperaturbereich:	-150 °C bis 300 °C

3.3.4 Ultraschalluntersuchung

Der E-Modul des P91 wurde mittels Ultraschall und dem Impuls-Echo-Verfahren bestimmt. Dazu wurde die Dichte einer ISO-V-Probe mittels des archimedischen Prinzips auf $7,773\text{g/cm}^3$ ermittelt und die Laufzeit von Transversal- und Longitudinalwellen in zwei Orientierungen gemessen.

3.4 Ermittlung bruchmechanischer Werkstoffkennwerte

Die Bruchmechanik dient der quantitativen Beschreibung des mechanischen Verhaltens rissbehafteter Bauteile. Sie geht damit von dem im Betrieb realen Fall aus, dass in einem Werkstoff immer Fehler vorhanden sind, und ermittelt die Bedingungen, unter denen sich ein Riss ausbreitet. Der Bruch stellt häufig den gefährlichsten aller Versagensfälle eines mechanisch belasteten Bauteils dar. Um ihn zu verhindern wurden Werkstoffkennwerte definiert, mit deren Hilfe man das Verhalten eines rissbehafteten Bauteils unter mechanischer Belastung beschreiben kann.

Der entsprechende Kennwert der linear-elastischen Bruchmechanik ist der kritische Spannungsintensitätsfaktor K_{Ic} . Er wird auch als Bruchzähigkeit bezeichnet und beschreibt den Widerstand gegen instabile Rissausbreitung eines rissbehafteten Bauteils nach Rissmodus I. Alle durch mechanische Belastung in einem Bauteil hervorgerufenen Spannungsintensitäten K , welche oberhalb K_{Ic} liegen, führen somit zum Bauteilversagen durch instabile Rissausbreitung. Die Ermittlung dieses Kennwertes erfolgt nach dem Konzept der linear-elastischen Bruchmechanik (LEBM-Konzept). Es geht davon aus, dass der plastisch verformte Bereich vor der Rissspitze gegenüber der Bauteilabmessung und dem Restligament sehr klein bleibt [7]. Mit zunehmender Bruchzähigkeit werden sehr große Probenabmessungen benötigt, um dieses Gültigkeitskriterium zu erfüllen.

Eine Alternative ist dann durch die Fließbruchmechanik (FBM) gegeben. Dieses Konzept trägt der Tatsache Rechnung, dass sich ein Riss auch stabil ausbreiten kann. Der entsprechende Belastungsparameter der rissbehafteten Probe (bzw. des rissbehafteten Bauteils) ist das J-Integral. Der Widerstand des Werkstoffs gegen stabile Rissausbreitung wird durch die Risswiderstandskurve (J- Δa -Kurve) beschrieben, wobei Δa den stabilen Rissfortschritt bezeichnet. Aus der Risswiderstandskurve können auch Kennwerte (z. B. J_{Ic}) abgeleitet werden, die den Werkstoffwiderstand gegen den Beginn der instabilen Rissausbreitung charakterisieren. Die Fließbruchmechanik beinhaltet das LEBM-Konzept als Grenzfall. Dieser Sachverhalt manifestiert sich in einer Beziehung zwischen K_{Ic} und J_{Ic} . Wird diese Beziehung genutzt, um mit Hilfe der Fließbruchmechanik den kritischen Spannungsintensitätsfaktor zu bestimmen, dann wird der ermittelte Kennwert mit K_{Ic} bezeichnet. Der Vorteil dieser Vorgehensweise besteht darin, dass

die entsprechenden Gültigkeitskriterien viel weniger restriktiv sind als die des LEBM-Konzepts.

Das im Rahmen dieser Arbeit genutzte Master-Curve-Konzept, welches in der Norm ASTM 1921 beschrieben wird, beruht auf dem Werkstoffkennwert K_{Jc} . Gegenstand des Master-Curve-Konzeptes ist die Beschreibung des Bruchverhaltens im unteren Bereich des Spröd-duktil-Übergangs unter Berücksichtigung der Temperatur- und Geometrieabhängigkeit sowie statistischer Aspekte.

3.4.1 Probengeometrie und Probenvorbereitung

Für beide Versuche wurden einseitig gekerbte und angerissene Biegeproben (single edge notched bend specimens) verwendet. Sie werden in der ASTM-Norm als SE(B)-Proben bezeichnet. Es handelt sich dabei um die im Bild 11 abgebildete Probengeometrie (genaue Abmessungen siehe Anhang A). Die Grundgeometrie ist die einer Dreipunktbiegeprobe 10mm x 10mm x 55 mm mit einseitiger Kerbung. Diese Kerbe hat eine spezielle Geometrie, die das Anbringen eines als COD – Clip (crack opening displacement) bezeichneten Rissöffnungsaufnehmers ermöglicht. Um einen Anriss in die Proben einzubringen, wurden sie eingeschwungen, d.h. es wurde über zyklische Belastung ein Ermüdungsriss eingebracht (siehe Tabelle 7). Die Gesamtrisslänge von Kerb und Ermüdungsriss a beträgt nach dem Einschwingen ca. 5mm, was einem Verhältnis a/W von 0,5 entspricht. Nach dem Einschwingen wurden die Proben in dem Bereich der Rissfront seitgekerbt. Die Tiefe der Kerben beträgt insgesamt 20 % der Probenbreite. Die Rissfläche hat die Orientierung ZY im Rohr. Zusätzlich zu den SE(B)-Proben wurden für den J-R-Versuch sogenannte Kompaktzugproben (C(T)- Proben), deren Geometrie in Bild 12 dargestellt ist geprüft. Auch diese Proben wurden zusätzlich zu der eingebrachten Kerbe nach Norm ASTM 1921 - 05 ermüdet. Die Gesamtrisslänge beträgt bei dieser Geometrie ca. 25,4 mm, was einem Verhältnis a/W von 0,5 entspricht. Auch hier werden anschließend an die Ermüdung Seitkerben eingebracht. Die Rissfläche liegt ebenfalls in der Orientierung ZY. Beide Probengeometrien werden im Versuch nach dem Rissöffnungsmodus I geprüft.

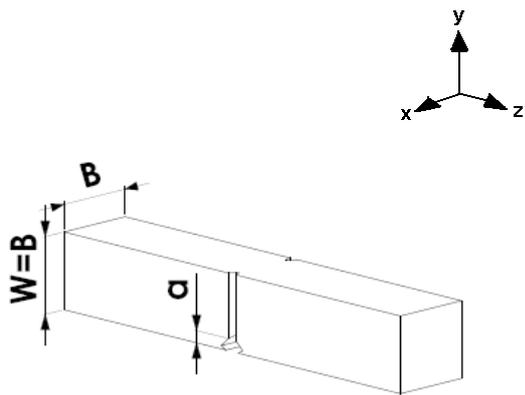


Bild 11 : SE(B)-Probengeometrie
 $B = W = 10\text{mm}$, $a = 5\text{mm}$

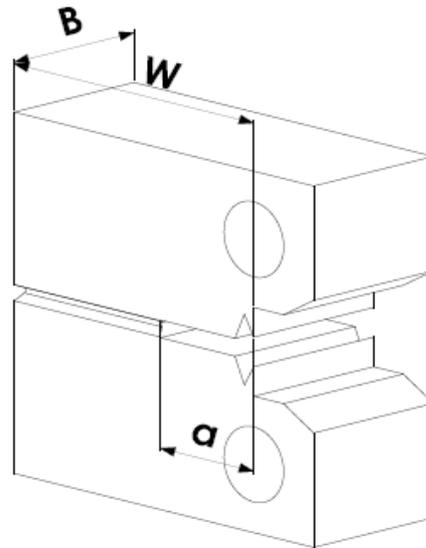


Bild 12 : C(T)-Probengeometrie $B = 25,4\text{mm}$,
 $W = 50,8\text{mm}$, $a = 25\text{mm}$

Tabelle 7 : Einschwingparameter nach ASTM 1921 _ 05:

- Einschwingmaschine:	SE(B): RUMUL C(T): MTS 810
- Temperatur:	Raumtemperatur
- Frequenz:	SE(B): ~ 200Hz C(T): ~ 25Hz
- $K_{\max, \text{finish}}/E$:	SE(B): $0,000096\text{m}^{1/2} \pm 5\%$ für die letzten 0,6 mm C(T): $0,000076\text{m}^{1/2}$
- $K_{\max, \text{finish}}$:	SE(B): $14,7\text{MPam}^{1/2}$ C(T): $16\text{MPam}^{1/2}$
- Spannungsverhältnis:	0,1

3.4.2 Ermittlung der Master-Curve

Zur Bestimmung des Widerstandes gegen instabile Rissausbreitung wurden SE(B)-Proben in einem Dreipunktbiegeversuch bei tiefen Temperaturen geprüft. Aus den daraus gewonnenen Messwerten wurde für jede Probe der Kennwert K_{Jc} bestimmt. Diese Kennwerte wurden dann nach dem Master-Curve-Konzept, welches in der Norm ASTM E 1921 – 08a beschrieben wird, ausgewertet. Ziel des Master-Curve-Konzeptes ist die Ermittlung einer Referenztemperatur T_0 zur Charakterisierung des Bruchverhaltens im unteren Spröd-duktil-Übergang. Die Prüfparameter, die Prüfgeräte sowie die einzelnen Prüftemperaturen sind in Tabelle 8 und 9 angegeben. Während des Versuches werden die Kraft F , die Durchbiegung f sowie die Rissaufweitung COD (crack opening displacement) gemessen. Auch die Temperatur wird während der Temperierung und dem Versuch aufgezeichnet. Nach dem Versuch werden die Probenbreite im Kerbgrund B_N die mittlere Risslänge a_0 sowie der eventuell vorhandene stabile Rissfortschritt Δa lichtmikroskopisch bestimmt und mit den Gültigkeitskriterien der Norm abgeglichen. Aus den aufgenommenen Werten jeder Probe wird ein Kraft-Durchbiegungs-Diagramm erstellt und im elastischen Bereich eine lineare Regressionsgerade berechnet. Bild 13 zeigt exemplarisch den Kurvenverlauf und den Bereich der linearen Regression, sowie die Verschiebung dieser Geraden in den Punkt der instabilen Risseinleitung F_A , wodurch die Fläche unter der Kurve in einen elastischen und einen plastischen Bereich unterteilt wird.

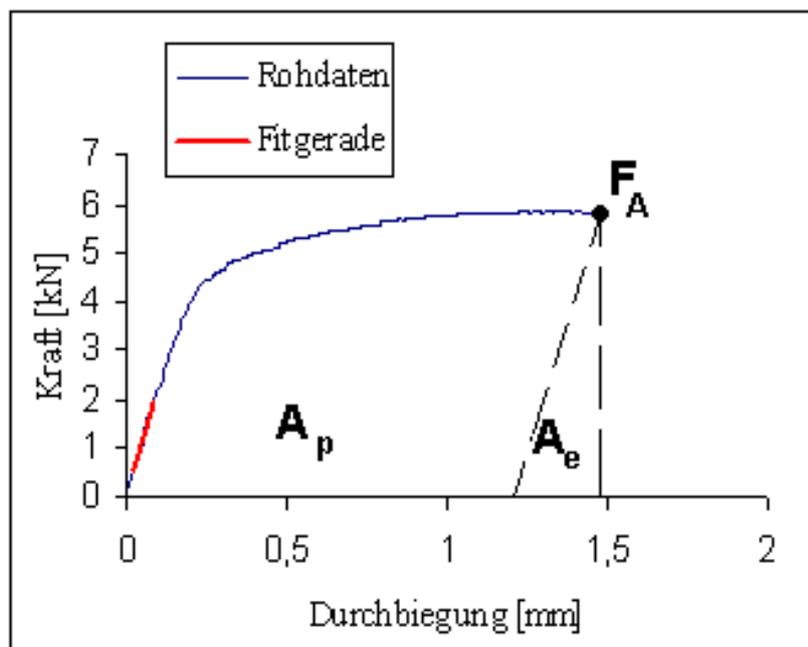


Bild 13: Kraft-Durchbiegungs-Diagramm

Aus diesen Daten soll nun die Bruchzähigkeit K_{Jc} der jeweiligen Probe bei Prüftemperatur nach Gleichung 1 bestimmt werden. Der E-Modul wird als konstant angesehen, da die durchgeführten Zugversuche auf Grund der geringen Probenanzahl und nur drei Prüftemperaturen keine klare Abhängigkeit des E-Moduls von der Temperatur ergaben (Bild 41). Die Poissonkonstante ν wird laut Norm auf 0,3 festgelegt.

$$K_{Jc} = \sqrt{\frac{E \times J_c}{(1 - \nu^2)}} \quad \text{Gl.1}$$

Somit muss für die Berechnung von K_{Jc} das Linienintegral J_c ermittelt werden. Dieses berechnet sich aus dem elastischen Anteil J_e und einem plastischen Anteil J_p (Gleichung 2).

$$J_c = J_e + J_p \quad \text{Gl.2}$$

Wobei sich J_p aus der Fläche unter der Kraft–Durchbiegungs–Kurve A_p , dem Restligament und der auf 1,9 festgelegten Konstante η nach Gleichung 3 berechnet.

$$J_p = \frac{\eta \times A_p}{B_N (W - a_0)} \quad \text{Gl.3}$$

B_N stellt die lichtmikroskopisch ermittelte Probenbreite im seitgekerbten Probenbereich dar. A_p wird iterativ als der plastische Anteil der Fläche unter der Kraft-Durchbiegungs-Kurve bestimmt. W ist die Probenhöhe und a_0 die ermittelte mittlere Risslänge.

J_e wird aus Gl. 4 bestimmt, wobei K_e nach Gl. 5 berechnet wird.

$$J_e = \frac{(1 - \nu^2) \times K_e^2}{E} \quad \text{Gl.4}$$

$$K_e = \frac{F_A \times s}{\sqrt{B \times B_N} \times \sqrt{W^3}} \times f(a_0/W) \quad \text{Gl.5}$$

F_A ist die Kraft bei Risseinleitung (Bild 13), s ist der Auflagerabstand, welcher 40 mm betragen hat, und $f(a_0/W)$ ist der Geometriefaktor welcher mit 2,806 nach Norm ASTM E 1921 - 08a bestimmt wurde.

Die nun ermittelten Bruchzähigkeiten werden auf eine Probendicke $B=25,4$ mm (1 Zoll) umgerechnet und diese $K_{Jc(1T)}$ genannten normierten Bruchzähigkeiten werden in ein Bruchzähigkeits-Temperatur-Diagramm eingetragen (Bild 14). Aus ihnen werden die Kurven für 2 % -, 50 % - und 98 % - Versagenswahrscheinlichkeit ermittelt. Die Referenztemperatur ist nun die Temperatur, bei der eine Versagenswahrscheinlichkeit von 50 % ($K_{Jc(0,5)}$ -Graph) bei einer Bruchzähigkeit von $100 \text{ MPam}^{1/2}$ herrscht. Nun muss überprüft werden, ob diese Referenztemperatur hinreichend genau bestimmt wurde. Dazu bekommt jeder Messpunkt eine Wichtung. Die Summe aller Messpunkte multipliziert mit deren jeweiligen Wichtung ($\sum n_i$) muss dann mindestens 1 ergeben, damit die Referenztemperatur als hinreichend genau bestimmt angesehen werden kann. Die Gültigkeit eines jeden Messpunktes wird durch seine Lage im oder außerhalb des Gültigkeitsfensters (rot umrandeter Bereich in Bild 14) bestimmt. Die Grenzen des Gültigkeitsfensters werden wie folgt festgelegt: Alle Proben, die außerhalb eines Temperaturbereiches von $\pm 50 \text{ K}$ um T_0 geprüft wurden, entfallen vollständig. Diejenigen, die innerhalb dieser Grenzen liegen, bekommen je nach Bruchzähigkeit und ihrer Nähe zu T_0 eine unterschiedliche Wichtung zwischen $1/6$ und $1/8$. Des Weiteren wird ein $K_{Jc(Limit)}$ nach Gleichung 6 bei den jeweiligen Grenztemperaturen ($T_0 \pm 50 \text{ K}$) bestimmt und diese beiden Punkte durch eine Gerade verbunden.

$$K_{Jc(Limit)} = \sqrt{\frac{E \times b_0 \times R_{p0,2(T)}}{30 \times (1 - \nu^2)}} \quad \text{Gl.6}$$

Die Größe b_0 beschreibt die Länge des Restligaments und wird nach Gl.7 bestimmt.

$$b_0 = W - a_0 \quad \text{Gl.7}$$

Die 0,2 %-Dehngrenze(n) bei den Grenztemperaturen sollten idealerweise durch Extrapolation vieler Zugversuche bei verschiedenen Temperaturen bestimmt werden, oder direkt bei den Grenztemperaturen gemessen werden. Da eine Temperierung unter -140 °C aber nicht möglich war und nicht genug Zugversuche bei unterschiedlichen Temperaturen vorlagen, um eine genaue Extrapolation vorzunehmen (Bild 41), wurde die 0,2 %-Dehngrenzen bei -130 °C bestimmt und innerhalb der Grenztemperaturen als konstant angesehen. Die Berechnung der $K_{Jc(limit)}$ -Werte mit den extrapolierten 0,2 %-Dehngrenzen änderte erfahrungsgemäß die Referenztemperatur T_0 nur in den Nachkommastellen. Bruchzähigkeiten die

oberhalb der $K_{Jc(Limit)}$ -Gerade liegen, aber innerhalb der Temperaturgrenzen, werden auf den $K_{Jc(Limit)}$ -Wert "zensiert" und fließen mit einer geringeren Wertigkeit in die Berechnung ein. Ist die $\sum n_i$ bei der ermittelten Referenztemperatur nun größer als 1, ist die Referenztemperatur als hinreichend genau bestimmt anzusehen und es müssen keine weiteren Proben geprüft werden. Somit stellt das Masterkurve-Konzept eine Möglichkeit der Charakterisierung des Sprödbbruchverhaltens mit einem minimalen Probenaufwand von 6 Proben dar (vorausgesetzt alle Proben bekommen die maximal mögliche Wertigkeit von 1/6). Aus diesem Grund wird es oft für die Bestimmung bruchmechanischer Kennwerte bestrahlter Proben genutzt, da hier der Proben- und Prüfumfang so gering wie möglich gehalten werden sollte.

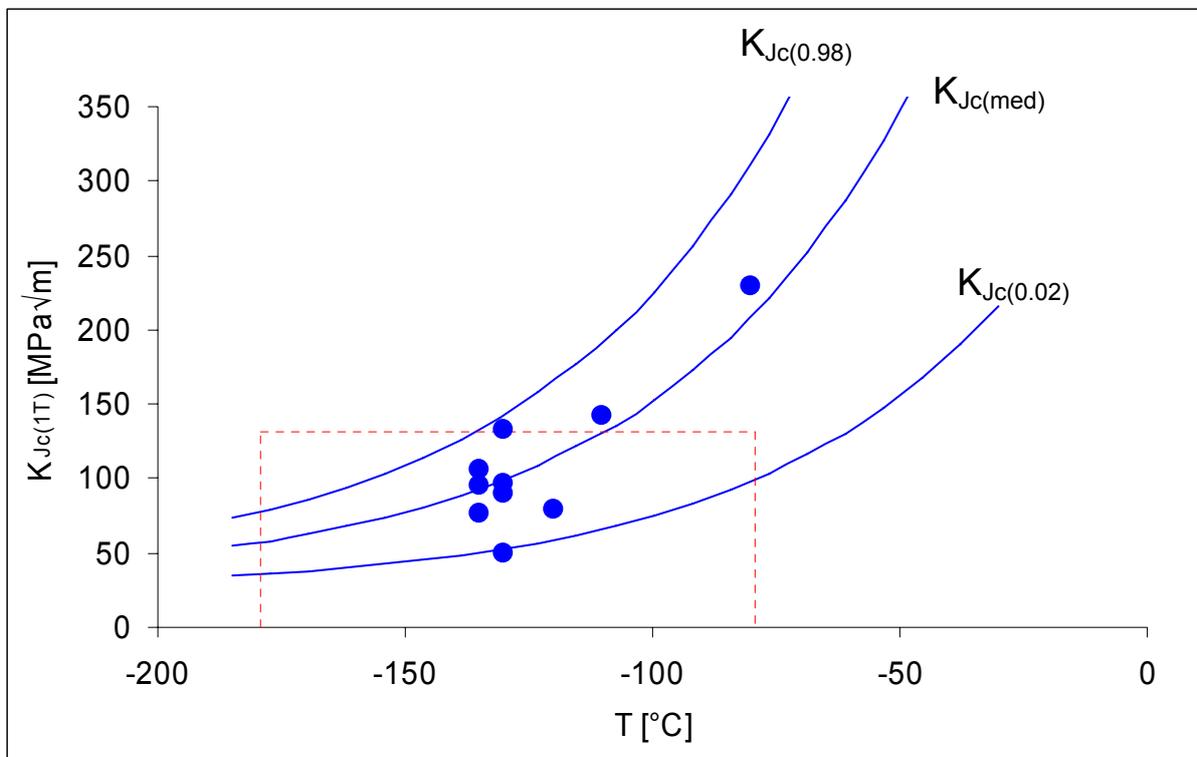


Bild 14: Master Curve P91

Tabelle 8 : Prüfmaschine und Prüfparameter Dreipunktbiegeversuch

- Prüfmaschine:	MTS 810
- Kraftmesswandler:	MTS 661.20F – 02 (25kN)
- Wegmesssystem:	MTS 318.25 in Prüfmaschine integriert
- COD – Clip :	MTS 5 + 4 mm 632.03F-33 621
- Einschwing - bzw. Ermüdungsbedingungen	Tabelle 7
- Prüfgeschwindigkeit:	monoton 0,2mm/min
- Temperiereinheit:	MTS 651.062 – 03
- Temperierung:	Stickstoffkühlung, 2K/min Abkühlgeschwindigkeit, Prüftemperatur mind. 10min halten, Temperaturkonstanz \pm 1K
- Prüftemperaturen:	Tabelle 9

Tabelle 9 : Prüftemperaturen

Probe	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37
T [°C]	-80	-110	-130	-130	-130	-130	-135	-135	-135	-140

3.4.3 Ermittlung der Risswiderstandskurve

Die Risswiderstandskurve dient der Ermittlung des Materialwiderstandes gegen stabile Rissinitiierung und -ausbreitung und gehört somit zum Teilbereich der Fließbruchmechanik. Man unterscheidet Ein- und Mehrprobenverfahren. Beim Mehrprobenverfahren werden die Risse der einzelnen Proben bis auf unterschiedliche Längen stabil vorangetrieben. Anschließend erfolgt aus den J - und Δa -Werten die Rekonstruktion der J - Δa -Kurve. Diese Methode erfordert für jeden einzelnen Messpunkt der J - Δa -Kurve die Herstellung und Prüfung einer Bruchmechanikprobe, sie ist also äußerst materialintensiv. Alternativ wurden auch Einprobenverfahren entwickelt, zu denen auch das hier angewendete Teilentlastungsverfahren zählt. Dabei ermöglicht jede Teilentlastung die Ermittlung eines J - Δa -Wertepaares.

Zu diesem Zweck wurden die ermüdeten SE(B)- bzw. C(T)-Proben bei Raumtemperatur, d.h. im Temperaturbereich duktilen Werkstoffverhaltens nach Rissöffnungsmodus I belastet. Ziel ist die Ermittlung der J -Integral-Werte [N/mm] über der Rissverlängerung Δa . Die hier angewendete Einprobentechnik arbeitet dabei mit einer weggesteuerten Abfolge von Be- und Entlastungen. Dabei entsteht eine typische Last-Lastangriffspunktverschiebungs-Kurve wie sie in Bild 15 dargestellt ist. Gemessen werden die Kraft, das Wegsignal der Prüfmaschine und die Kerbaufweitung mittels eines COD-Clips. Die in Bild 15 dargestellte Kurve beschreibt den typischen Verlauf einer Last-Lastangriffspunktverschiebungs-Kurve bei duktilem Werkstoffverhalten.

Die Prüfbedingungen sowie sind in Tabelle 10 angegeben.

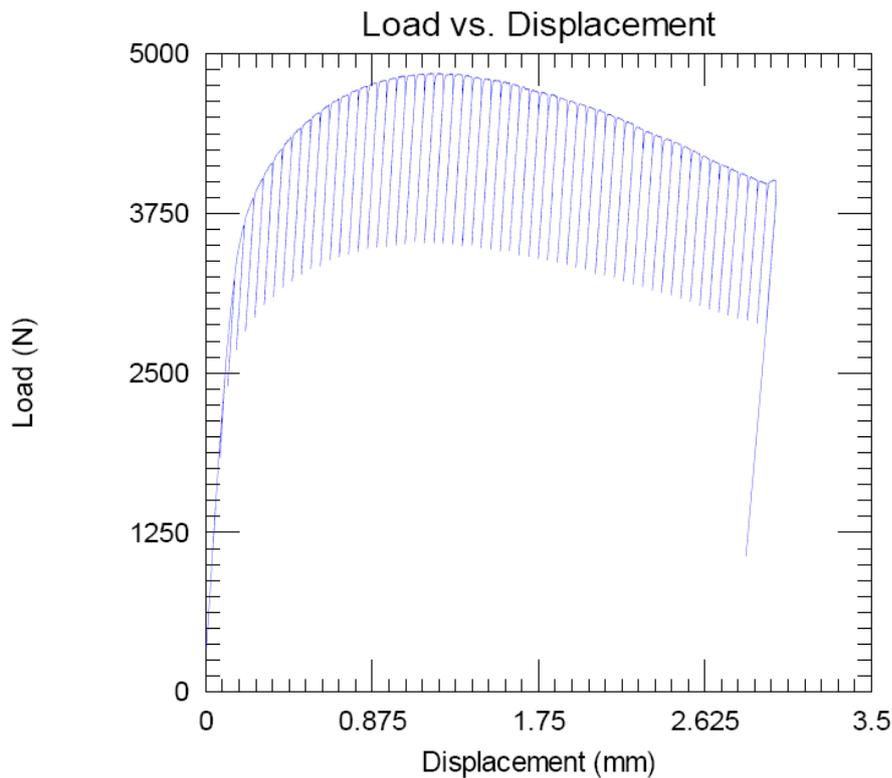


Bild 15 : Last – Lastangriffspunktverschiebungskurve

Der Rissfortschritt bei duktilen Werkstoffverhalten zeichnet sich durch eine zunächst auf die Rissspitze konzentrierte plastische Verformung (blunting) aus, die zu einer Abstumpfung der Rissspitze und zu einem scheinbaren Rissfortschritt führt. Diese Deformation der Rissspitze wird als Stretchzone bezeichnet und kann nach dem Versuch am Rasterelektronenmikroskop ausgemessen werden. Durch die zunehmenden Spannungen und die damit verbundene plastische Deformation kommt es zur Bildung und zum Wachstum von Hohlräumen vor der Rissspitze. Wachsen diese Hohlräume mit dem Riss zusammen, kommt es zu einer "wirklichen" Rissverlängerung, d.h. zur stabilen Rissinitiierung. Der bei dieser Belastung ermittelte J Wert wird als J_c bezeichnet und gilt als Kennwert der stabilen Rissinitiierung. Während am Anfang auf Grund von Verfestigung der Anstieg der Kurve steil ist, nimmt er nach der Rissinitiierung ab.

Aus dem COD Signal und der Kraft wird die Nachgiebigkeit C nach Gleichung 8 als Anstieg der Teilentlastungsbranche (Bild 15) berechnet.

$$C = \frac{\Delta COD}{\Delta F} \quad \text{Gl.8}$$

Aus der Nachgiebigkeit der Probe kann wiederum die Rissverlängerung Δa (nach ASTM 1820 bzw. ISO 12135) berechnet werden.

Das J – Integral berechnet sich nach ASTM 1820 – 08 genau wie bei dem Master-Curve-Verfahren aus der Summe von J_p und J_e (Gleichung 2), welche sich jeweils aus der Verschiebung der Gerade des elastischen Anstiegs in die Punkte der Teilentlastungen ergeben.

Der plastische Anteil des J – Integrals berechnet sich demzufolge analog zu Gleichung 3. Wobei sich η im Fall der SE(B) Proben zu 1,9 ergibt und für die C(T) Proben nach den Gleichungen 9 und 7 berechnet wird.

$$\eta = 2,0 + 0,522 \times \frac{b_0}{W} \quad \text{Gl.9}$$

J_e wird aus den Gleichungen 4 und 5 bestimmt.

Trägt man nun die berechneten J-Integrale über der Rissverlängerung auf, erhält man eine Risswiderstandskurve wie sie in Bild 16 dargestellt ist.

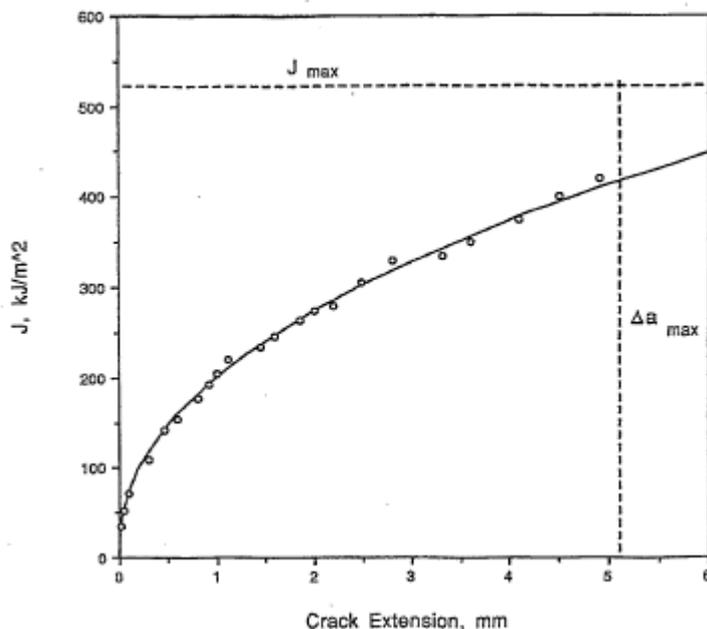


Bild 16 : typische Risswiderstandskurve [ASTM 1820 – 08]

Da die Ermittlung des J_c -Wertes oft nicht genau möglich ist, werden andere technische Kennwerte für die stabile Rissinitiierung definiert. Dazu wird nach ASTM 1820 - 08 die Rissabstumpfunggerade (blunting line) in den Schnittpunkt von

0,2 mm Rissverlängerung verschoben. Der Schnittpunkt der verschobenen „blunting line“ mit der Risswiderstandskurve ergibt dann den Kennwert J_Q . Werden alle nach ASTM 1820 – 08 vorgegebenen Gültigkeitsbedingungen erfüllt, kann der ermittelte J_Q Wert als J_{Ic} bezeichnet werden. Eine dieser Gültigkeitsbedingungen ist eine Mindestanzahl von Messpunkten im Gültigkeitsbereich, welcher in Bild 17 dargestellt ist.

Die sogenannten Ausschlussgeraden (exclusion lines) werden durch die Verschiebung der blunting line in 0,15mm und 1,5mm Rissverlängerung bestimmt und J_{Limit} wird nach Gleichung 10 berechnet.

$$J_{Limit} = \frac{b_0 \times R_{p0,2}}{7,5} \quad \text{Gl.10}$$

Neben der ASTM Norm gibt es noch weitere genormte und nicht genormte Auswerteverfahren. Eine weitere genormte Auswertemethode ist die nach ISO 12135, welche ein $J_{0,2/BL}$ und ein J_i bestimmt (Bild 18). Auch hier wird eine Rissabstumpfungsgerade ermittelt, deren Anstieg jedoch steiler ist, als der Anstieg nach ASTM 1820 – 08. Verschiebt man diese blunting line in den Schnittpunkt von 0,2 mm Rissverlängerung, erhält man den Wert $J_{0,2/BL(B)}$, welcher bei Erfüllung aller Gültigkeitskriterien als $J_{0,2/BL}$ bezeichnet wird. Der Kennwert J_i bezeichnet den Wert für stabile Rissinitiierung, welcher bei einer Rissverlängerung bestimmt wird, die der Stretchzonenbreite entspricht.

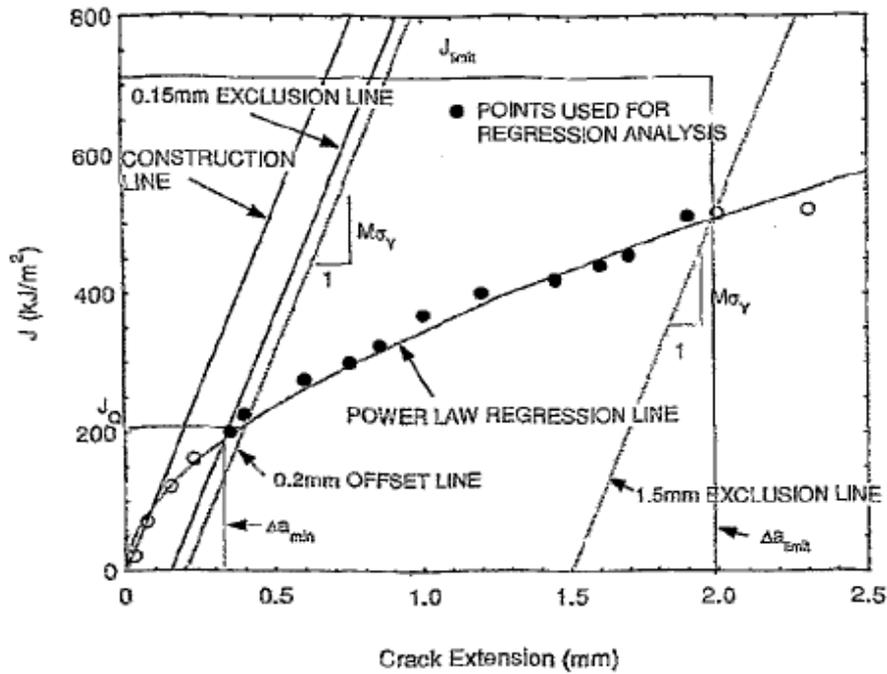


Bild 17 : Definition des Gültigkeitsbereiches [ASTM 1820 – 08]

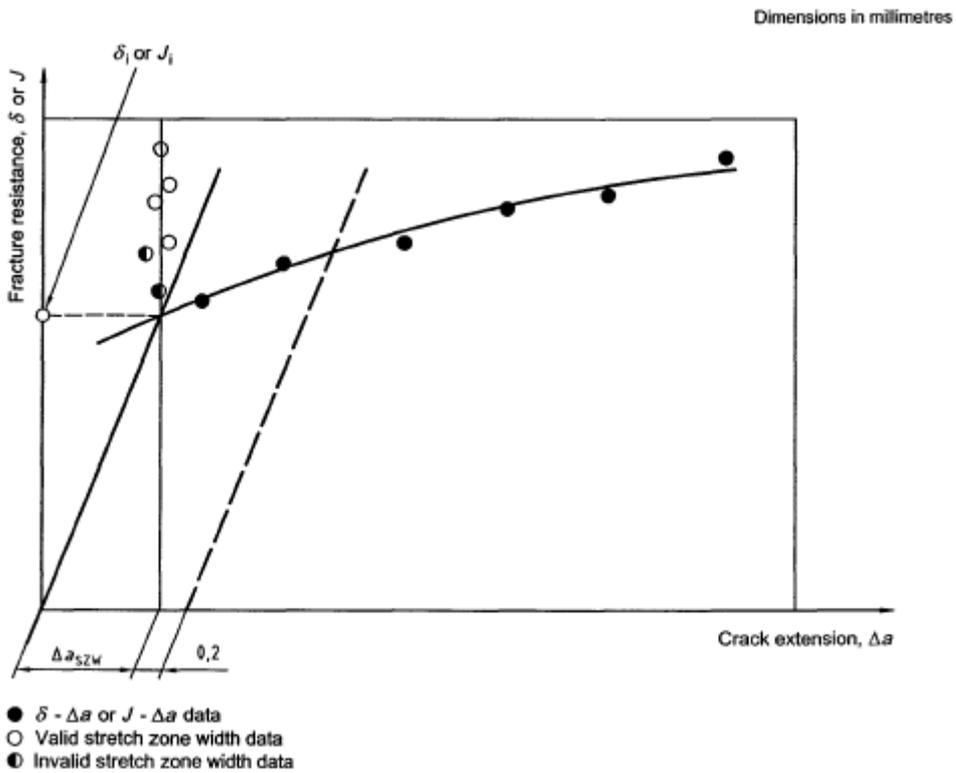


Bild 18 : Bestimmung der Kennwerte nach ISO 12135 - 2002

Tabelle 10 : Prüfmaschine und Prüfparameter Risswiderstandskurve

- Prüfmaschine: MTS 810
- Kraftmesswandler: MTS 661.20F – 02 (25 kN)
- Wegmesssystem: MTS 318.25 in Prüfmaschine integriert
- COD – Clip : MTS 632.03F-33 158
- Einschwing bzw. Ermüdungsbedingungen nach ASTM 1921 – 08a
- Prüfgeschwindigkeit: monoton 0,2 mm/min
- Prüftemperatur: Raumtemperatur
- Teilentlastungsabstand 0,075 mm mit 25 % Lastabsenkung
- Relaxationszeit: 30 s
- Belastungsgeschwindigkeit während der Teilentlastungen 1 kN/s
- Abbruchkriterium: Gesamtdurchbiegung von 4,9 mm

3.5 Fraktographie

Neben den ermittelten Kennwerten aus dem Kerbschlagbiegeversuch und den Bruchmechanikversuchen wurde der Übergang vom spröden zum duktilen Bruchverhalten anhand der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung der Bruchflächen nachvollzogen. Die Brucherscheinungsformen wurden nach mikroskopischen Unterscheidungskriterien charakterisiert und den Ergebnissen der Gefügeuntersuchung sowie dem Werkstoffverhalten gegenübergestellt.

Um die verschiedenen Bereiche des Rissfortschrittes der Risswiderstandsproben unterscheiden zu können, wurden die Proben nach der Prüfung erwärmt, um die offenen Bruchflächen mittels Anlassfarben sichtbar zu machen. Danach wurden sie auf tiefe Temperaturen abgekühlt und der Restbruch herbeigeführt. Durch diese Vorgehensweise konnte der Bereich des stabilen Rissfortschritts identifiziert und ausgemessen werden.

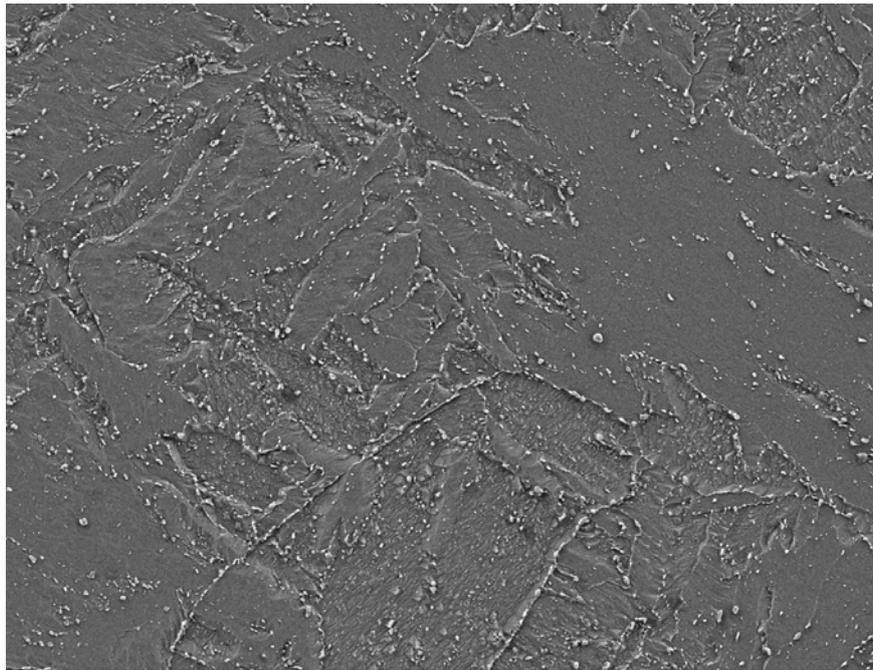
4. Ergebnisse und Diskussion

4.1 Gefügebeurteilung

Die Gefügeuntersuchung ergab erwartungsgemäß ein typisches Vergütungsgefüge, bestehend aus angelassenen Martensit und Carbiden (Bilder 19 bis 21). Bei den hellen Bereichen in Bild 19 und den dunklen in den Bildern 20 und 21 handelt es sich um den Ferrit welcher sich im Zuge der Vergütungsbehandlung aus dem Martensit gebildet hat und deshalb die typische nadelförmige Struktur des Martensits besitzt. Dass es sich bei den in Bild 19 dargestellten dunklen Bereichen um die Carbide (Carbonitriden, Nitride) handelt, zeigen erst die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen genauer. In den Bildern 20 und 21 ist eindeutig zu erkennen, dass es sich bei den hellen Bereichen um einzelne kugelige oder gestreckte Ausscheidungen handelt. Wie die weiteren Untersuchungen mittels EDX und Oxalsäureätzung zeigten, handelt es sich dabei um die beschriebenen Carbide, Carbonitride und Nitride. Sie liegen nach der Wärmebehandlung kugelig und fein verteilt im Gefüge vor. Diese sichtbaren Carbide befinden sich, wie die Bilder 19 bis 21 bestätigen, hauptsächlich entlang der Grenzen zwischen den nadeligen Ferritbereichen und entlang der sichtbaren ehemaligen Austenitkorngrenzen, aber auch in geringerer Dichte in der Matrix.



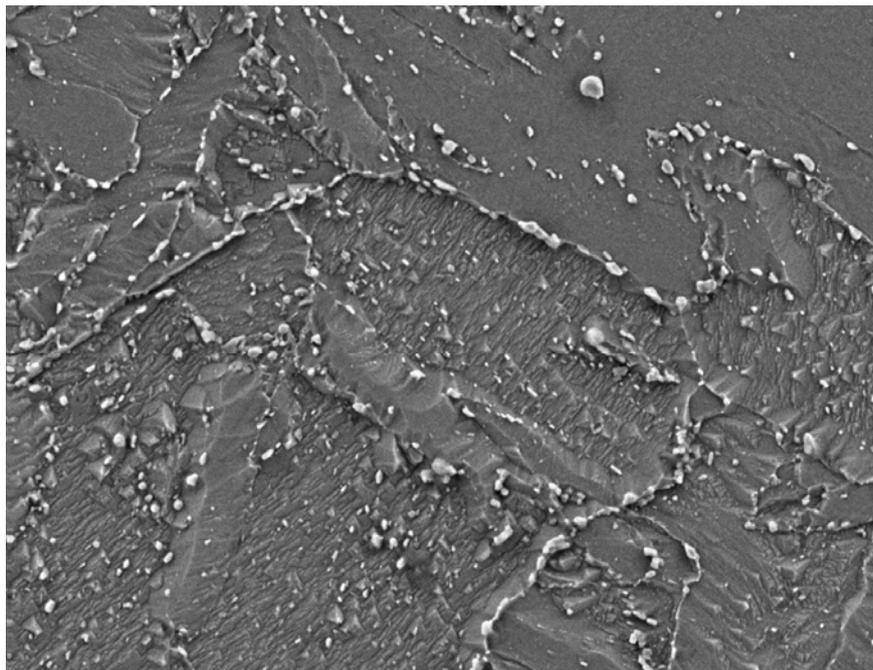
Bild 19 : Angelassener Martensit des P91



P91, 20.11.08, 5kV, 7mm, 2000x,

10 μ m

Bild 20 : Gefüge P91 mittels REM 1



P91, 20.11.08, 5kV, 7mm, 5000x,

4 μ m

Bild 21 : Gefüge P91 mittels REM 2

Beim Vergleich der Gefügeaufnahmen in den unterschiedlichen Orientierungen (Bild 3) von Probe 1 - 4 (Bilder 22-25) zeigt sich, dass es sich um ein lichtmikroskopisch homogenes und isotropes Gefüge handelt, da augenscheinlich weder eine Abhängigkeit des Gefüges von der Probenorientierung, noch von der Position der Probe im Rohr zu erkennen ist. Somit konnte im Weiteren davon

ausgegangen werden, dass auch die mechanischen Eigenschaften von der Probenposition und der Orientierung unabhängig, also homogen und isotrop sind. Das Ergebnis der Härtemessungen (vgl. 4.2 Härteprüfung) bestätigte diese Annahme.



Bild 22 : Probe 1

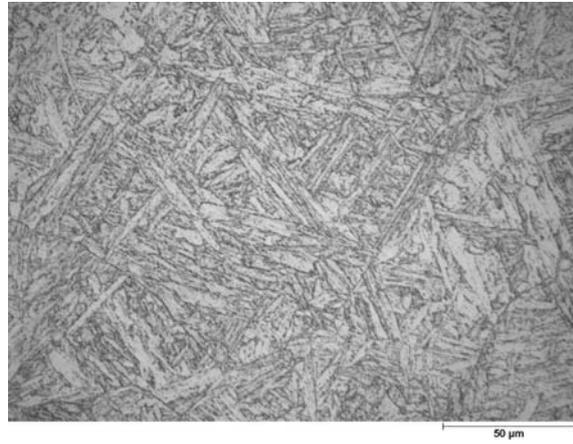


Bild 23: Probe 2

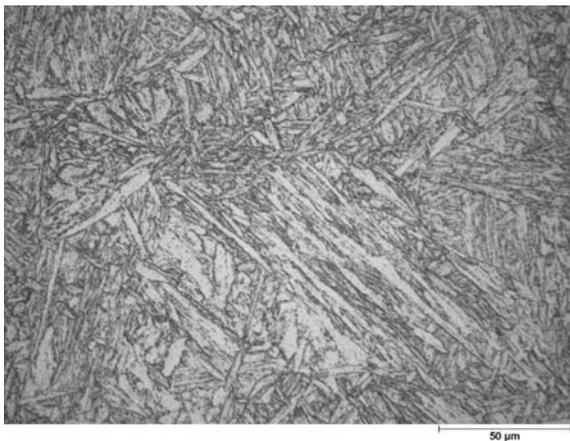


Bild 24 : Probe 3



Bild 25 : Probe 4

4.1.1 Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)

Wie schon beschrieben enthält der Werkstoff Mikrolegierungselemente, welche durch die Bildung von Ausscheidungen (Carbiden, Carbonitriden, Nitriden und Laves-Phasen [1, 4, 5, 8, 9]) die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes bestimmen. Dabei handelt es sich laut Literatur vor allem um $M_{23}C_6$ $\{Cr_{23}C_6\}$ an den ehemaligen Austenitkorngrenzen und Nadelgrenzen und um $\{V(C, N), (V, Nb)(C, N)\}$ vom Typ MX in der Matrix. Auch Laves-Phasen werden in der Literatur [4, 8] beschrieben. Auf Grund der teilweise nur sehr geringen Größe dieser Ausscheidungen im Nanometerbereich wurden diese Erkenntnisse hauptsächlich mittels

Transmissionselektronenmikroskopie gewonnen. Da diese Möglichkeit der Untersuchung aber im Rahmen dieser Arbeit nicht gegeben war, konnten nur die größeren mikroskopisch sichtbaren Ausscheidungen (vor allem $M_{23}C_6$) mittels der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) im REM und dem Oxalsäuretest nach Norm ASTM A 262 practice A analysiert werden. Weiterhin wurde mittels EDX nach Mangansulfidausscheidungen gesucht, welche einen großen Einfluss auf das mechanische Verhalten eines Werkstoffes haben.

Die an verschiedenen Stellen aufgenommenen Mappings ergaben alle eine gleichmäßige Verteilung der Legierungselemente (Bilder 26-29 und Anhang C) und führten somit zu keiner Aussage über die Art der Ausscheidungen. Es wurde weder optisch noch mittels EDX Mangansulfid gefunden.

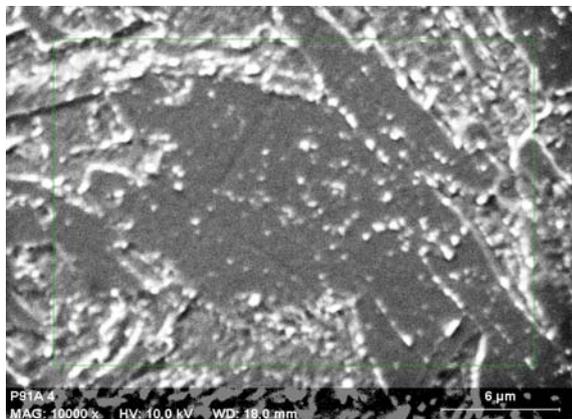


Bild 26 : Gefügebereich für das Mapping

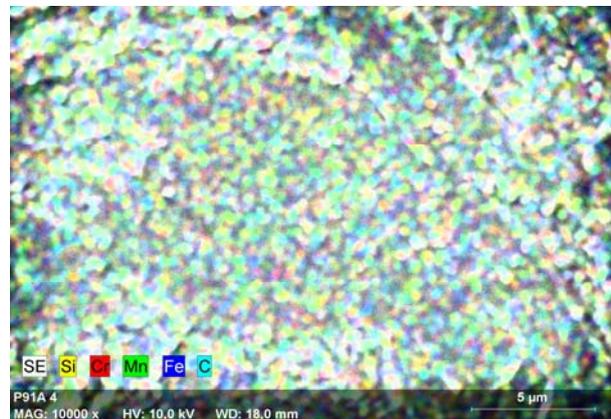


Bild 27 : Überlagerung aller untersuchten Elemente

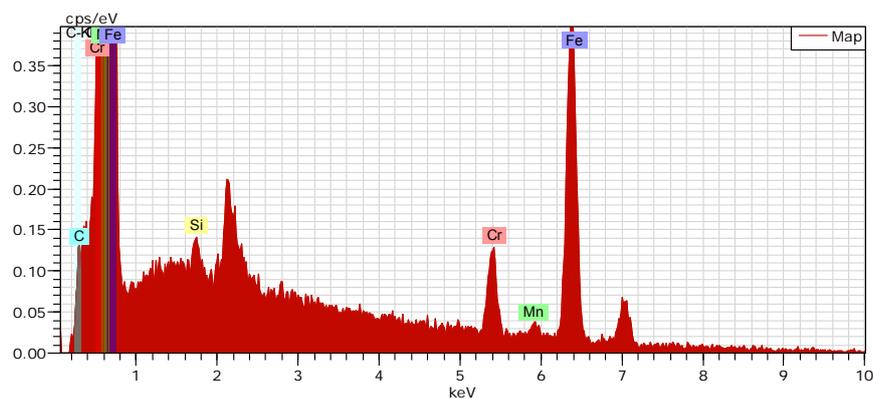
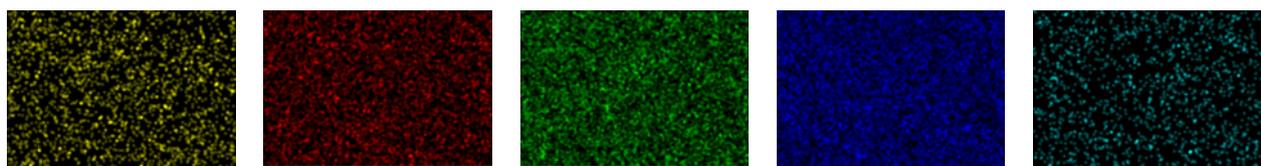


Bild 28 : Spektrum des untersuchten Probenbereiches



Si

Cr

Mn

Fe

C

Bild 29 : Mapping der einzelnen untersuchten Elemente

Die Punkt- und Linienanalysen bestätigten jedoch das Vorhandensein, der beschriebenen chromreichen Ausscheidungen. Die vergleichenden Punktanalysen mehrerer Ausscheidungen mit der Zusammensetzung der Matrix ergaben einen erhöhten Chrom und Kohlenstoffgehalt in den optisch sichtbaren Ausscheidungen (Bilder 30-33 und Anhang D), so dass davon ausgegangen werden kann, dass es sich bei diesen Ausscheidungen um die beschriebenen Chromcarbide handelt.

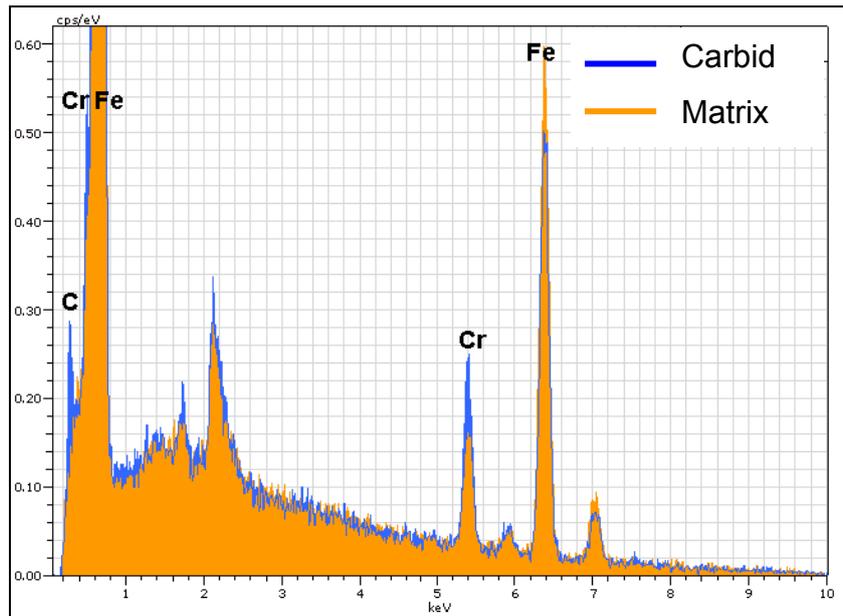


Bild 30 : überlagerte Spektren der Matrix (orange) und des Carbides (blau)

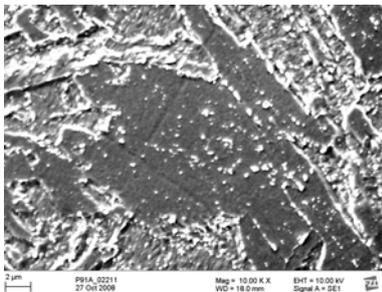


Bild 31: Übersichtsaufnahme

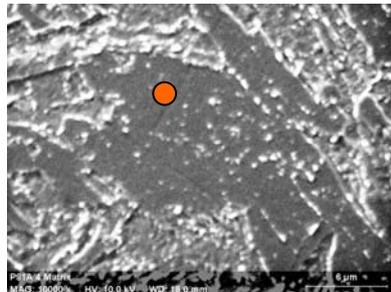


Bild 32 : Punktanalyse Matrix

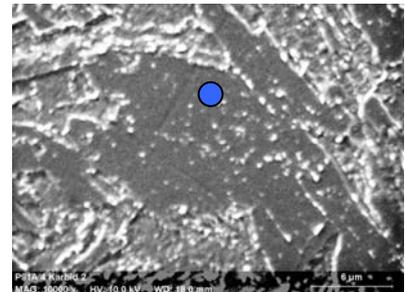


Bild 33 : Punktanalyse Carbide

Auch mittels Linienanalysen wurden erhöhte Chromgehalte, aber auch Molybdän- und Vanadiumgehalte in den Ausscheidungen detektiert (Anhang E). Beispielhaft ist in Bild 34 eine solche Linienanalyse dargestellt. Deutlich zu erkennen ist, dass wenn der Elektronenstrahl eine der hellen Ausscheidungen entlang der Linie erreicht, das Eisensignal (lila) abnimmt und das Chromsignal (rot) anfängt zu steigen und umgekehrt. Daraus kann geschlossen werden, dass in der entsprechenden Ausscheidung mehr Chrom enthalten ist, als in der Matrix. Die erste

Ausscheidung scheint zusätzlich auch Molybdän zu enthalten, da dieses Signal ebenfalls an dieser Stelle steigt.

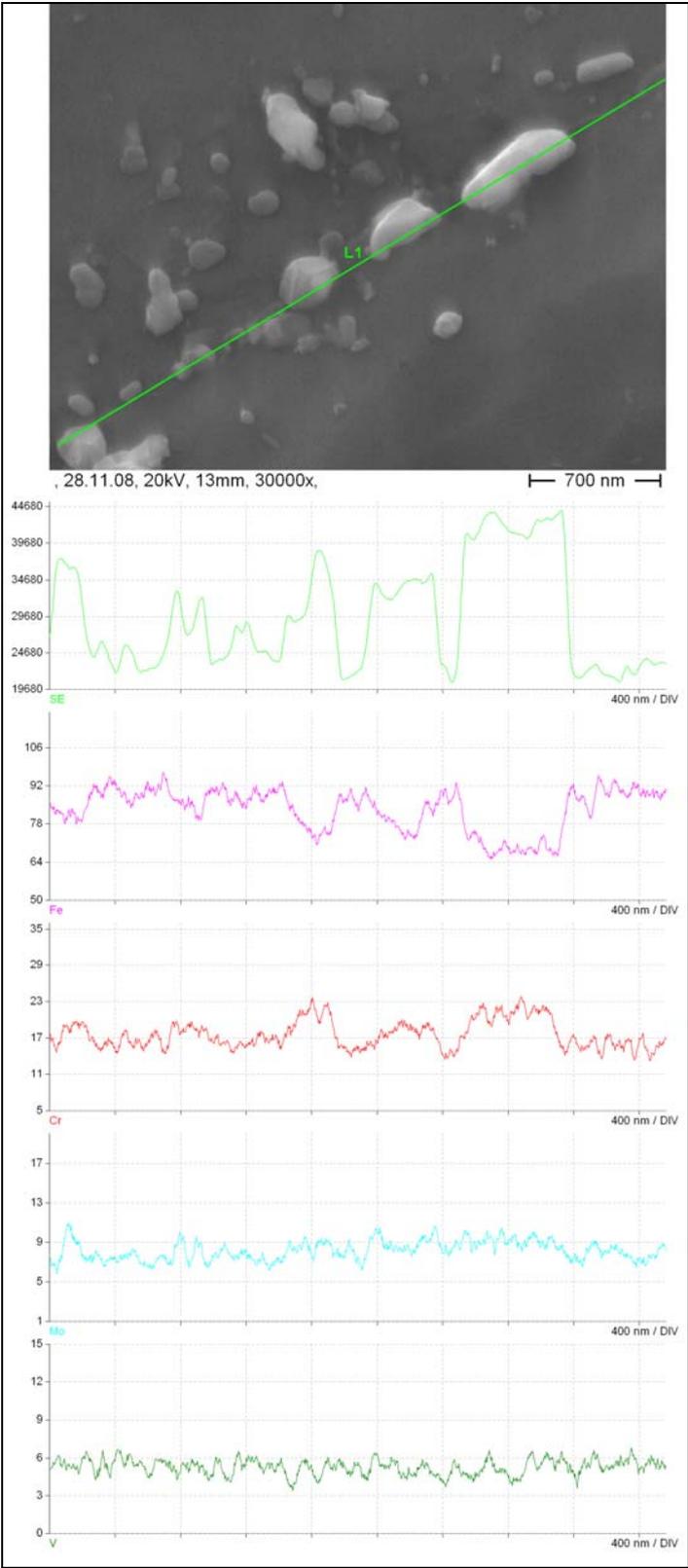


Bild 34 : Linienanalyse

4.1.2 Oxalsäureätzung

Die beschriebenen EDX-Untersuchungen können jeweils nur eine Aussage über einen sehr kleinen Gefügebereich liefern. Der Oxalsäuretest bietet die Möglichkeit, die Position, Größe und qualitativ die Art der Ausscheidungen über die gesamte Fläche einer Probe zu charakterisieren. Wie erwartet kommt es zu einem selektiven Angriff der Ausscheidungen. Da es sich dabei laut Literatur [1, 4, 5, 9] hauptsächlich um $M_{23}C_6$ Carbide handelt und die entstandenen Löcher sich zu einem großen Teil an den ehemaligen Austenitkorgrenzen, sowie an den ehemaligen Martensitnadelgrenzen befinden (aber auch in geringerem Maße in der Matrix nachgewiesen werden konnten), wurden die Ergebnisse aus den EDX-Untersuchungen bestätigt. Die Bilder 35-37 zeigen das Gefüge des P91 nach der erfolgten Oxalsäureätzung. An Bild 37 wurde die mittlere Carbidgeöße zu $160\text{nm} \pm 80\text{nm}$ (Tabelle 11) bestimmt. Sie deckt sich damit mit den in der Literatur [1, 4] angegebenen Werten.

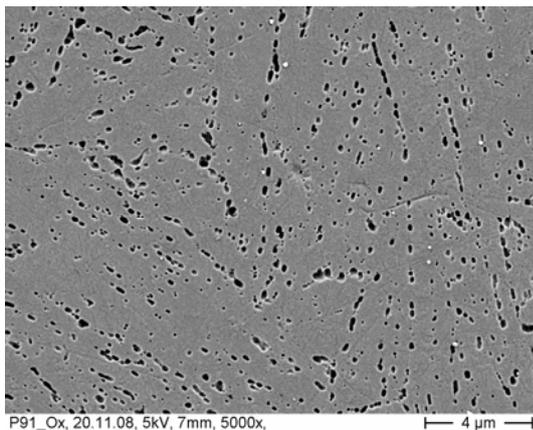


Bild 35

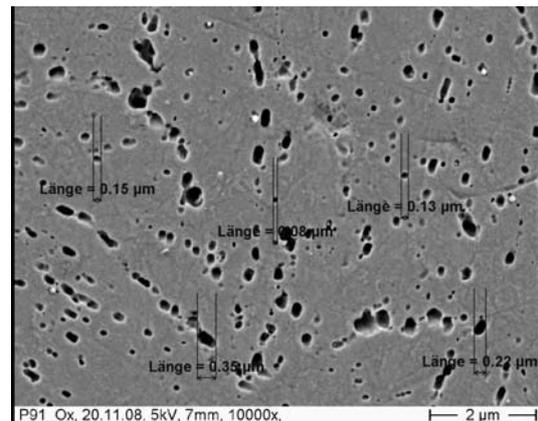


Bild 36



Bild 37

Bilder 35, 36, 37: Die Bilder zeigen im Vergleich zu den Bildern 19-21, dass es sich bei den Ausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorgrenzen und den Nadelgrenzen um Carbide handelt. In den Bildern ist die Größe und Form der Carbide, anhand der hinterlassenen Löcher nach der Oxalsäureätzung zu erkennen

Tabelle 11 : Chromcarbidgrößenmessung

Mittelwert:	0,16µm
Minimum:	0,02µm
Maximum:	0,38µm
Standardabweichung:	0,08µm

4.1.3 Austenitkorngrößenbestimmung

Die in Tabelle 12 dargestellten Ergebnisse der Austenitkorngrößenbestimmung können nur als Anhaltspunkt dienen, da es sich nicht um ein genormtes Prüfverfahren handelt. Die Korngrößen variierten in großen Grenzen. Der ermittelte Mittelwert stellt daher nur in Verbindung mit der Standardabweichung eine Aussage dar. Da nur Körner vermessen wurden, welche vollständig in dem Bild lagen, wurden tendenziell mehr kleine und mittlere Körner gemessen, man kann also davon ausgehen, dass der wahre Mittelwert höher als der hier angegebene liegt.

Tabelle 12 : Ergebnisse der Austenitkorngrößenbestimmung

Mittelwert	43,4µm
kleinstes gemessenes Korn	5,8µm
größtes gemessenes Korn	124µm
Standardabweichung	28,5µm

4.2 Mechanisch - technologische Ergebnisse

4.2.1 Härteprüfung

Die Ergebnisse der Härteprüfung (Anhang F) bestätigen mit einer mittleren Härte von 217 ± 3 HV10 und dem in Bild 38 gezeigten Härteverlauf, dass es sich über den gesamten Querschnitt des Rohres in X-Richtung um ein homogenes Gefüge handelt. Da die Härte niedrig ist wird auch bestätigt, dass sich der Martensit beim Vergüten in Ferrit umgewandelt hat, obwohl auf Grund des geringen Kohlenstoffgehaltes keine große Änderung der Härte erwartet werden darf.

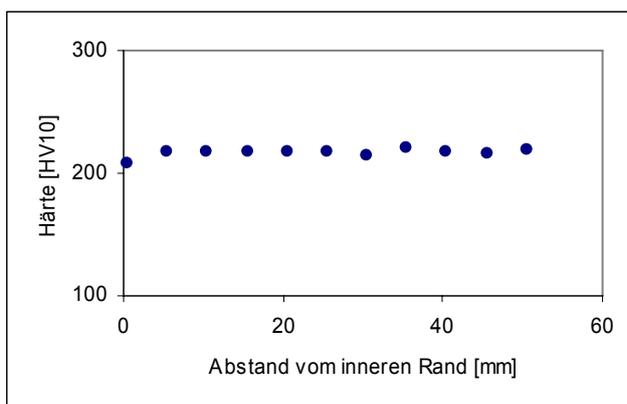


Bild 38 : Härteverlauf in x – Richtung

4.2.2 Ultraschalluntersuchung

Der E-Modul des P91 wurde mittels Ultraschall und dem Impuls-Echo-Verfahren auf 217 GPa bestimmt und liegt damit sehr nahe an dem laut Norm DIN EN 10302 : 2008 - 06 angegebenen Wert von 218 GPa. Die Poissonkonstante wurde zu 0,284 bestimmt und zeigt damit, dass die im Master-Curve Versuch laut Norm auf 0,3 festgelegte Poissonkonstante eine gute Näherung darstellt.

4.2.3 Zugversuche bei Raumtemperatur

Es wurden fünf Proben bei Raumtemperatur geprüft (Bild 39). Alle Versuche ergaben vergleichbare Ergebnisse (Tabelle 13). Die Dehngrenze wurde zu 544 MPa bestimmt, die Zugfestigkeit zu 693 MPa und die Bruchdehnung zu 20 %. Diese Ergebnisse liegen alle im Rahmen der in der Norm DIN EN 10302 angegebenen Werte (Tabelle 3). Zusätzlich wurde die Gleichmaßdehnung zu 9,5% ermittelt.

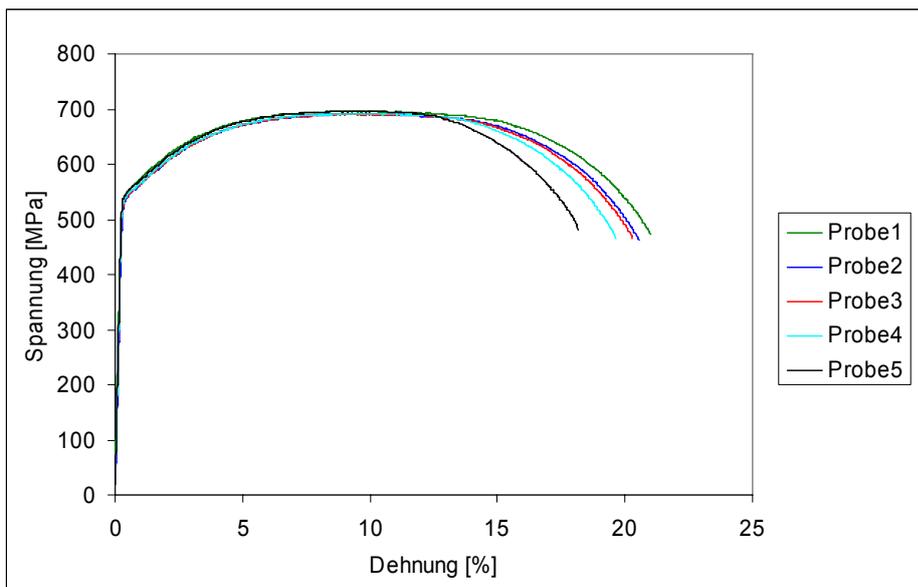


Bild 39 : Spannungs - Dehnungsdiagramm P91 bei Raumtemperatur

Tabelle 13 : Ergebnisse der bei Raumtemperatur durchgeführten Zugversuche des P91

Probe	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_{40} [%]
1	547	696	9	21
2	541	692	10	20,5
3	541	691	9	20,5
4	543	692	10	19,5
5	550	696	9,5	18
Mittelwert	544	693	9,5	20

4.2.4 Zugversuche bei 200°C / -130°C

Zusätzlich zu den bei Raumtemperatur ermittelten Spannungs-Dehnungs-Kurven wurden noch jeweils zwei Zugversuche bei 200 °C (Tabelle 14) und -130 °C (Tabelle 15) durchgeführt. Sie dienen nicht einer genauen Bestimmung von Kennwerten, sondern der Ermittlung von Gültigkeitsbereichen in der Bruchmechanik (siehe 3.4.). Trotz der geringen Probenanzahl zeigen die in Bild 40 angegebenen Spannungs-Dehnungs-Kurven, dass die ermittelten Dehngrenzen und Zugfestigkeiten bei der jeweiligen Temperatur eng beieinander liegen und somit davon ausgegangen werden kann, dass Sie das Werkstoffverhalten ausreichend genau beschreiben. Die Dehnwerte müssen bei diesen Versuchen außer acht gelassen werden, da auf Grund der Temperierung ein andere Dehnaufnehmer mit einem geringeren Messbereich genutzt wurde, lag die Einschnürung bei den Hochtemperaturversuchen außerhalb des Messbereichs.

Tabelle 14 : Ergebnisse der bei 200°C durchgeführten Zugversuche

Probe	T [°C]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]
6	200	486	609
7	200	490	609
Mittelwert		488	609

Tabelle 15 : Ergebnisse der bei -130°C durchgeführten Zugversuche

Probe	T [°C]	R _{p0,2} [MPa]	R _m [MPa]
10	-130	693	860
11	-130	706	867
Mittelwert		699,5	863,5

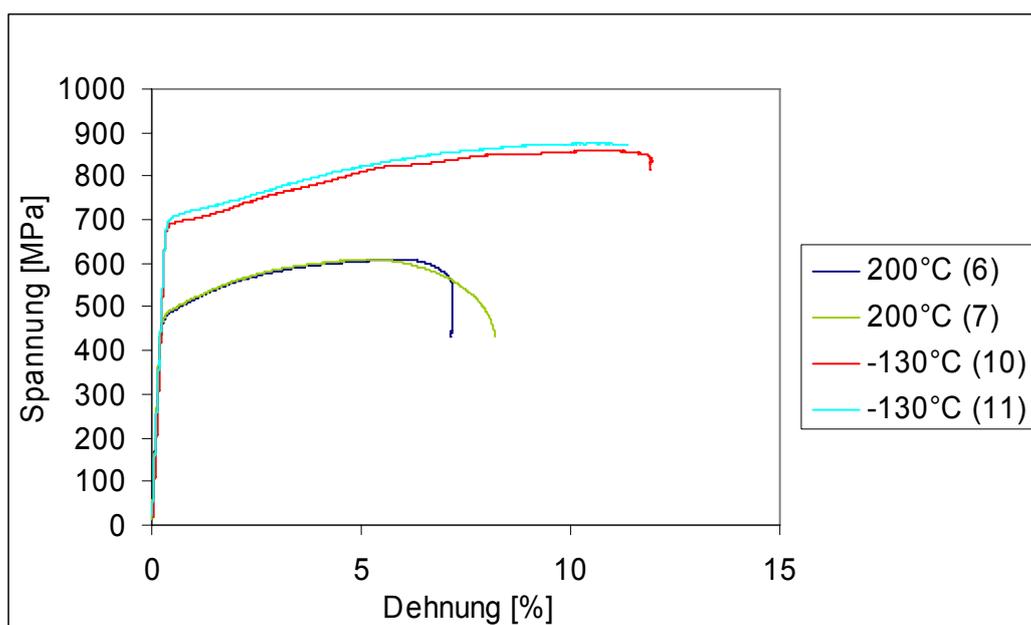


Bild 40 : Spannungs - Dehnungsdiagramm P91 bei 200°C und -130°C

Aus den Kennwerten der Zugversuche kann man eine Abhängigkeit der Dehngrenze und der Zugfestigkeit von der Temperatur ermitteln. In Bild 41 wurden diese Abhängigkeiten polynomisch angenähert und würden somit eine Aussage über Kennwerte bei Temperaturen, bei denen nicht geprüft wurde ermöglichen. Für eine genaue Bestimmung ist aber die Anzahl der geprüften Proben und Prüftemperaturen zu gering. In Hinsicht auf den E – Modul konnte keine Abhängigkeit ermittelt werden. Er wurde als konstant angenommen.

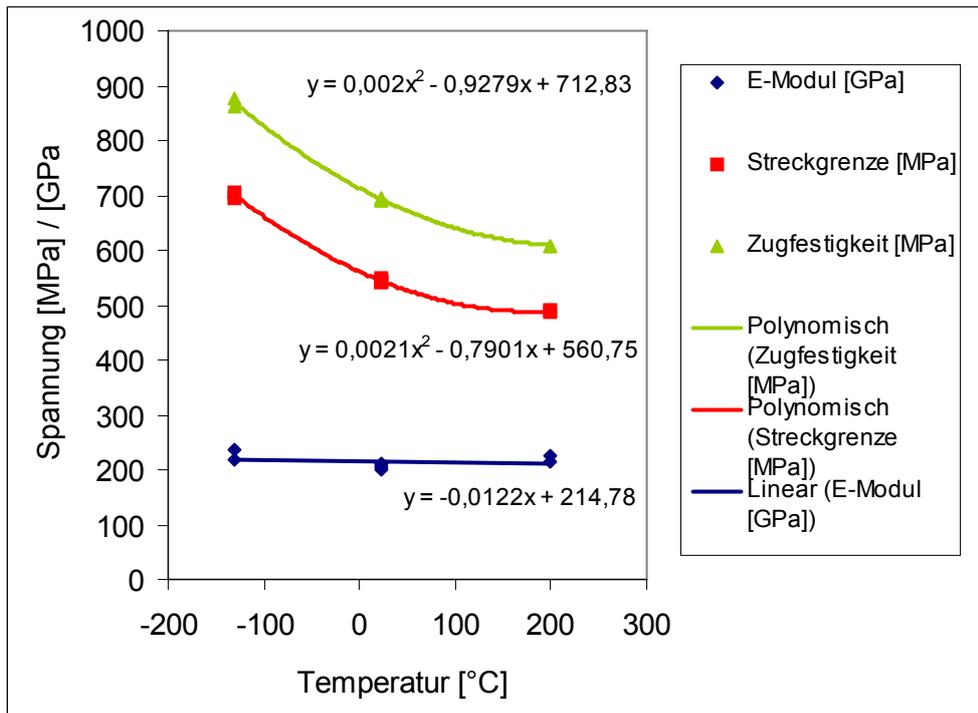


Bild 41 : Abhängigkeit der Kennwerte von der Temperatur

4.2.5 Kerbschlagbiegeversuch

Die Abhängigkeit der Kerbschlagarbeit von der Temperatur weist den für kubisch-raumzentrierte Gitter erwarteten Übergang von sprödem Bruchverhalten bei tiefen Temperaturen zu duktilem Bruchverhalten bei höheren Temperaturen auf. Diese Abhängigkeit wurde mittels einer tanh-Näherung (Bild 42) und den in Tabelle 16 angegebenen Konstanten dargestellt. Mit dieser Näherung wurden die in Tabelle 16 angegebenen Übergangstemperaturen ermittelt, welche die Lage des Spröd-duktil-Übergangs beschreiben.

Tabelle 16 : Parameter der Annäherung und Übergangstemperaturen nach [J]

Parameter	Mittelwert	Standard-abweichung
A	119,81	4,72
B	106,83	4,98
U_SHELF	226,63	6,86
C	26,37	7,22
T ₀	-40,36	4,66
T _{41J}	-65,29	6,83
T _{48J}	-61,84	6,26
T _{68J}	-54,32	5,43
T _B	-43,58	8,78
T ₂₈	-74,4	8,78
SLOPE	4,05	1,01

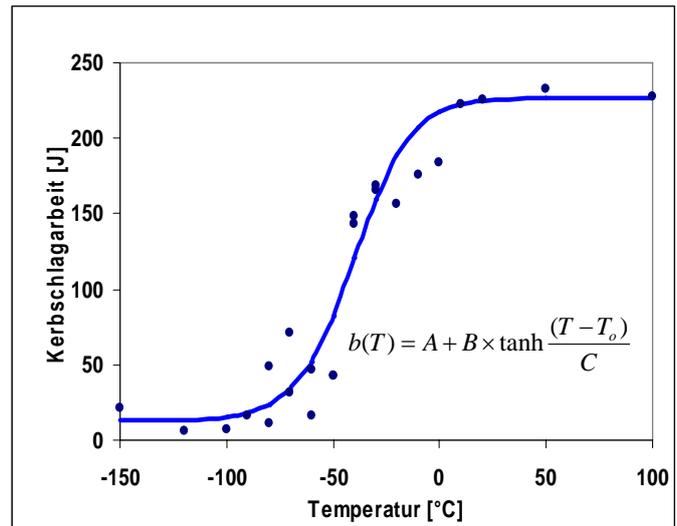


Bild 42 : Kerbschlagarbeit über Temperatur des P91

Tabelle 17 : Parameter der Annäherung und Übergangstemperaturen nach Verformungsbruchanteil

Parameter	Mittelwert	Standard-abweichung
A	50	0
B	50	0
C	32,96	6,81
T ₀	-29,59	5,11
T ₃₀	-65,29	6,83
T ₄₀	-61,84	6,26
T ₆₀	-54,32	5,43
T ₇₀	-43,58	8,78
SLOPE	4,05	1,01

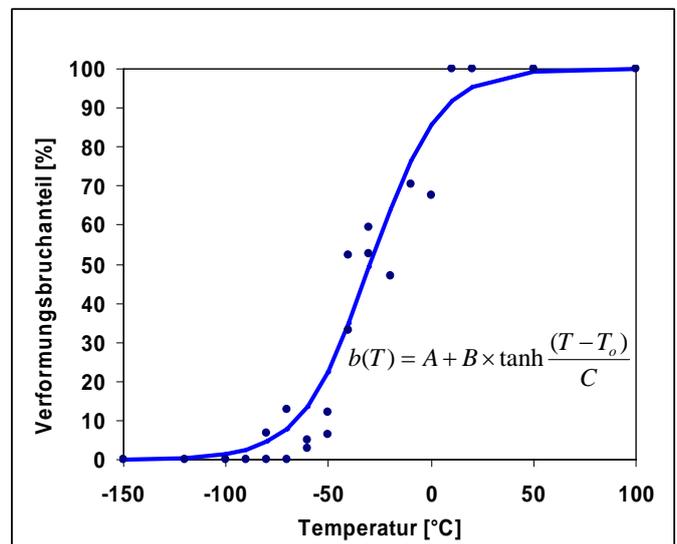


Bild 43 : Verformungsbruchanteil über Temperatur des P91

Tabelle 18 : Parameter der Annäherung und Übergangstemperaturen nach LB

Parameter	Mittelwert	Standard-abweichung
A	1,15	0,11
B	1,14	0,11
C	23,51	5,73
T ₀	-47,01	3,81
T _{0,9}	-52,22	2,91

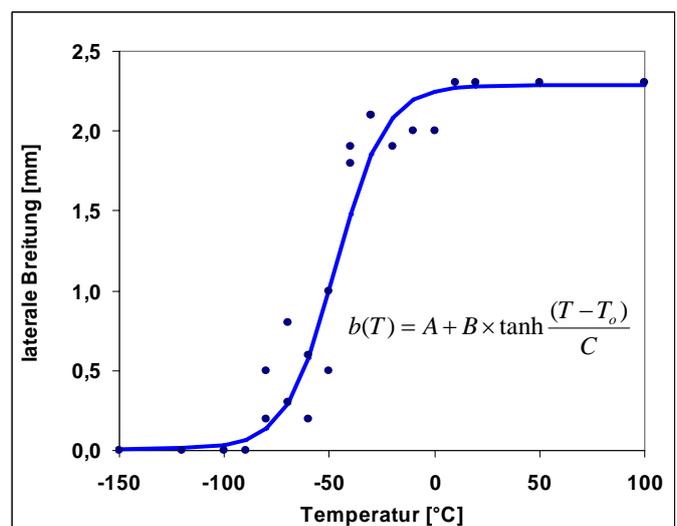


Bild 44 : laterale Breite über Temperatur des P91

Auch anhand der Bruchflächen konnte der Übergang vom spröden zum duktilen Werkstoffverhalten nachvollzogen werden. Zum einen ergibt sich eine mit der Temperatur zunehmende laterale Breitung, zum anderen nimmt die Fläche des kristallinen Flecks mit steigender Temperatur erwartungsgemäß ab, d.h. der Verformungsbruchanteil nimmt zu (Bilder 45-48). Anhand der Auftragung dieser Daten konnten, ähnlich wie bei der Kerbschlagarbeit, Abhängigkeiten (Bilder 43 und 44, Tabellen 17 und 18) und daraus Kennwerte ermittelt werden.

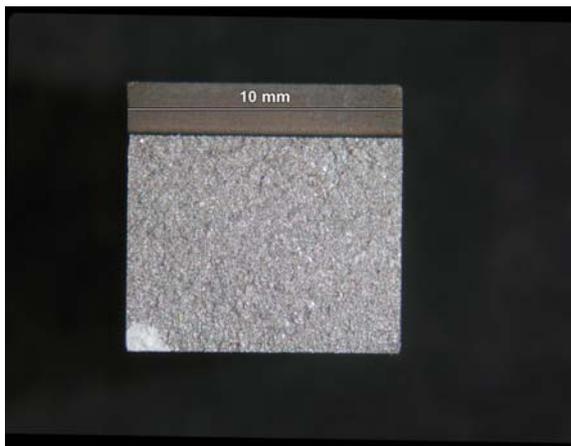


Bild 45: Probe 15 bei T = -150°C geprüft



Bild 46: Probe 22 bei T = -60°C geprüft



Bild 47: Probe 2 bei T = -40°C geprüft

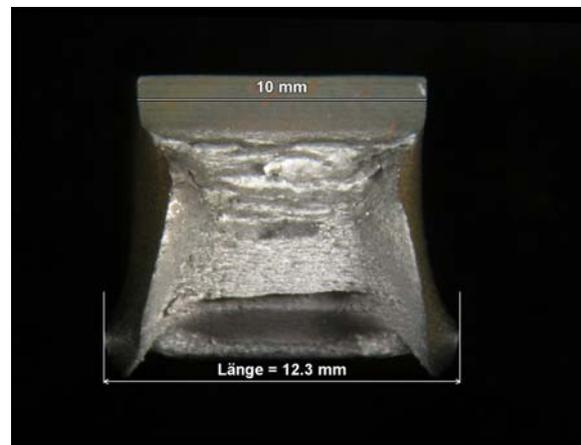


Bild 48: Probe 13 bei T = 10°C geprüft

In Anhang G sind die Einzelergebnisse der Kerbschlagbiegeversuche zusammengefasst.

4.3 Bruchmechanische Ergebnisse

4.3.1 Master Curve

Es wurden 10 Proben bei unterschiedlichen Temperaturen geprüft (Tabelle 9). Von diesen 10 Proben liegen 7 im Gültigkeitsfenster. Die Summe der Proben multipliziert mit ihrer Wichtung ist größer als 1. Somit erfüllt die ermittelte Referenztemperatur von $-129,4\text{ °C}$ mit einer Standardabweichung von 7,9 das entsprechende Gültigkeitskriterium der Norm ASTM 1921-08a. Die Referenztemperatur liegt mit ihren $-129,4\text{ °C}$ sehr niedrig, was einen hohen Widerstand gegen instabile Rissausbreitung bedeutet. In Tabelle 19 und in Bild 49 sind die Ergebnisse zusammengefasst. Die Proben 28, 30, 32 wurden anschließend fraktographisch untersucht. Die Ergebnisse der einzelnen Versuche sind in Anhang F zusammengefasst.

Tabelle 19 : Ergebnisse der Master-Curve-Auswertung für den Chromstahl P91

T_0 [°C]	σ	N	r	Σni
-129,4	7,9	10	7	1,166

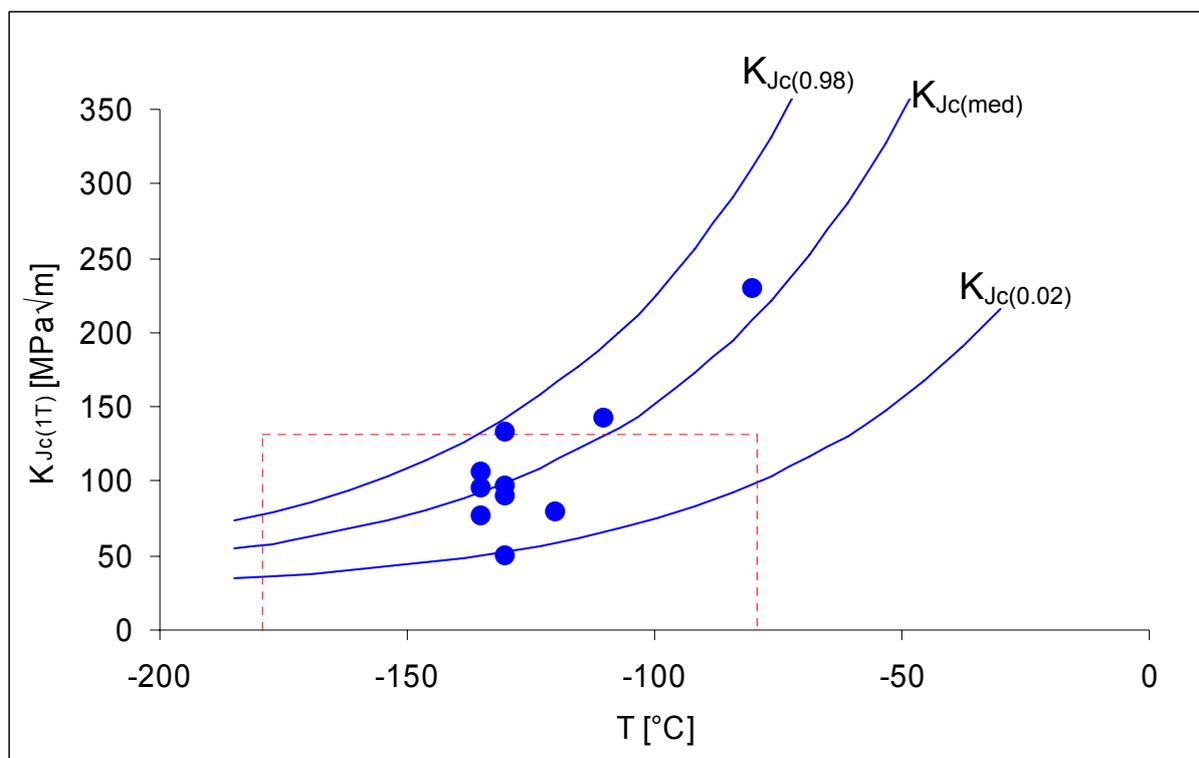


Bild 49 : Master - Curve - P91

4.3.2 Risswiderstandskurve

Die Risswiderstandskurven wurden sowohl nach ASTM 1820 – 08 als auch nach ISO 12135 – 2002 ausgewertet. Nach diesen Normen wurden die in Tabelle 20 zusammengefassten Kennwerte bestimmt.

Nach beiden Normen und an beiden Probengeometrien wurden keine Kennwerte bestimmt, welche allen vorgegebenen Gültigkeitskriterien entsprechen. Somit können sie nicht als geometrieunabhängige Werkstoffkennwerte bezeichnet werden, stellen aber eine Vergleichsgrundlage für Proben, welche unter gleichen Prüfbedingungen getestet wurden, z.B. im bestrahlten Zustand, dar.

Tabelle 20 : Ergebnisse der J - R Versuche

Probe	Geometrie	J_Q [kJ/m ²]	$J_{0,2/BL(B)}$ [kJ/m ²]
38	SE(B)	319	173
39	SE(B)	327	137
1	C(T)	496	215
2	C(T)	426	183

J_Q ist der Widerstand gegen duktiles Risswachstum bei Verschiebung der Blunting Line in den Schnittpunkt mit 0,2mm Risswachstum nach ASTM 1820

$J_{0,2/BL(B)}$ ist der Widerstand gegen duktiles Risswachstum bei der Verschiebung der Blunting Line in den Punkt mit 0,2mm Risswachstum nach ISO 12135

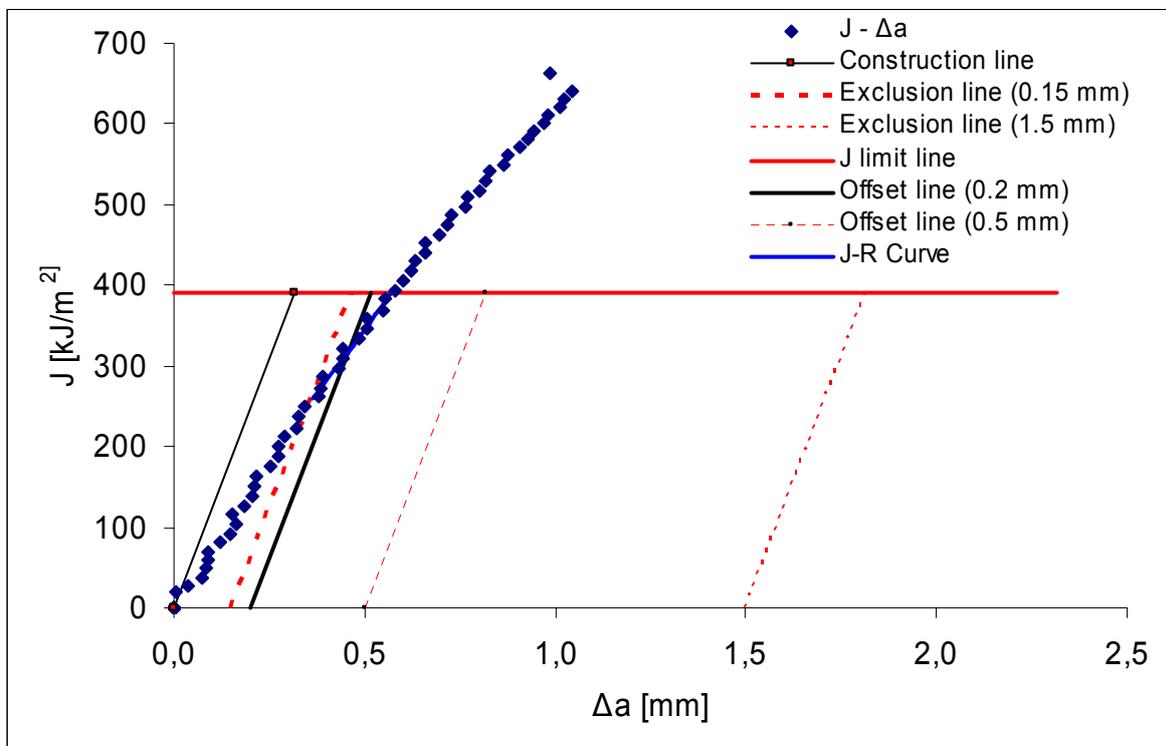


Bild 50 : Risswiderstandskurve der SE(B) 38 Probe nach ASTM 1820

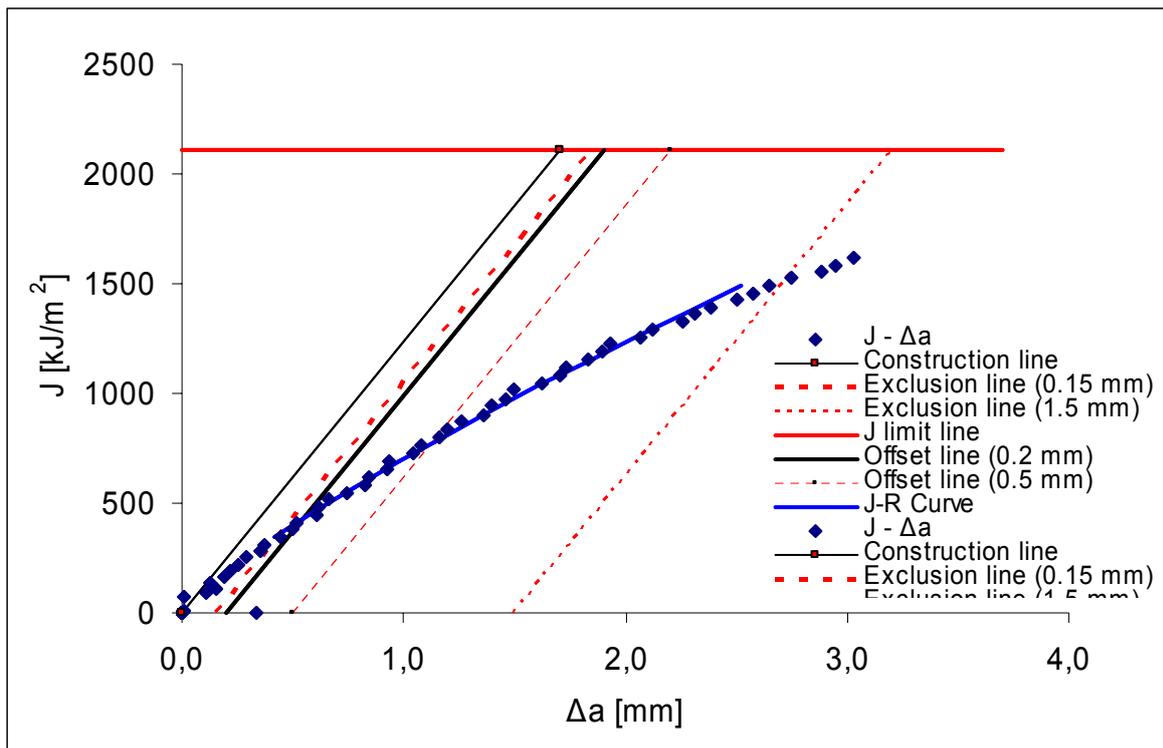


Bild 51 : Risswiderstandskurve der C(T) 2 Probe nach ASTM 1820

Die Bilder 50 und 51 zeigen beispielhaft die Risswiderstandskurven von einer SE(B) Probe und einer C(T) Probe. Deutlich zu erkennen ist, dass im Fall der SE(B) Proben nur sehr wenige Datenpunkte im Gültigkeitsbereich liegen.

In Bild 52 sind die Bruchflächen einer SE(B) und einer C(T) Probe abgebildet.

1 kennzeichnet den Bereich des nach der Prüfung erfolgten Gewaltbruchs, 2 entspricht dem Bereich stabiler Rissausbreitung und 3 dem Bereich des Ermüdungsrisses.

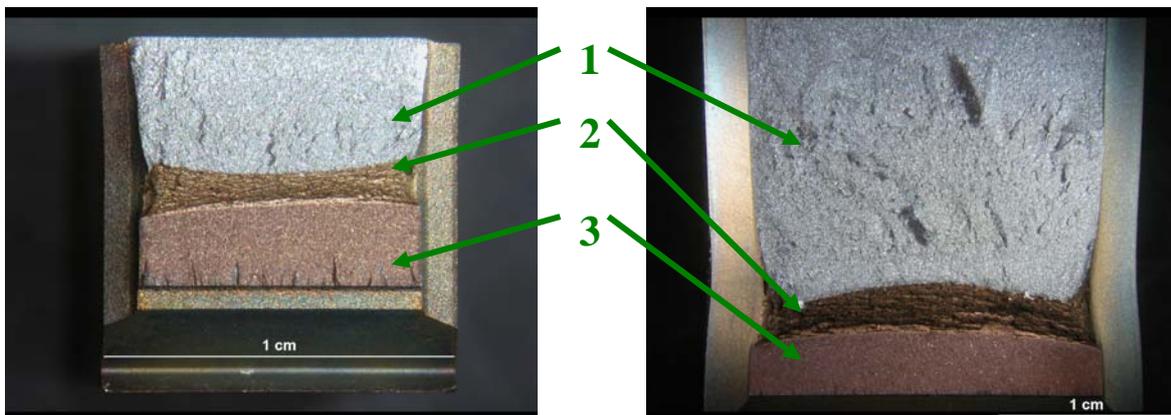


Bild 52 : links : Bruchfläche einer SE(B) Probe rechts : Bruchfläche einer C(T) Probe

4.4 Fraktographische Ergebnisse

Zur Charakterisierung der mikroskopischen und makroskopischen Bruchmerkmale wurden stichprobenhaft Proben aus dem Kerbschlagbiegeversuch, dem bruchmechanischen Dreipunktbiegeversuch und dem Teilentlastungsversuch entnommen. Neben den Bruchmechanismen stand bei den Bruchmechanikproben die Ermittlung der Stretchzonenbreite im Vordergrund.

Die Untersuchung der Bruchflächen der Kerbschlagproben aus den verschiedenen Temperaturbereichen ergab erwartungsgemäß eine Abhängigkeit des Bruchmechanismus von der Prüftemperatur. Bild 53 zeigt für den Bereich der Tieflage das Brucherscheinungsbild eines transkristallinen Spaltbruchs. Es entspricht der Erwartung für ein Vergütungsgefüge.

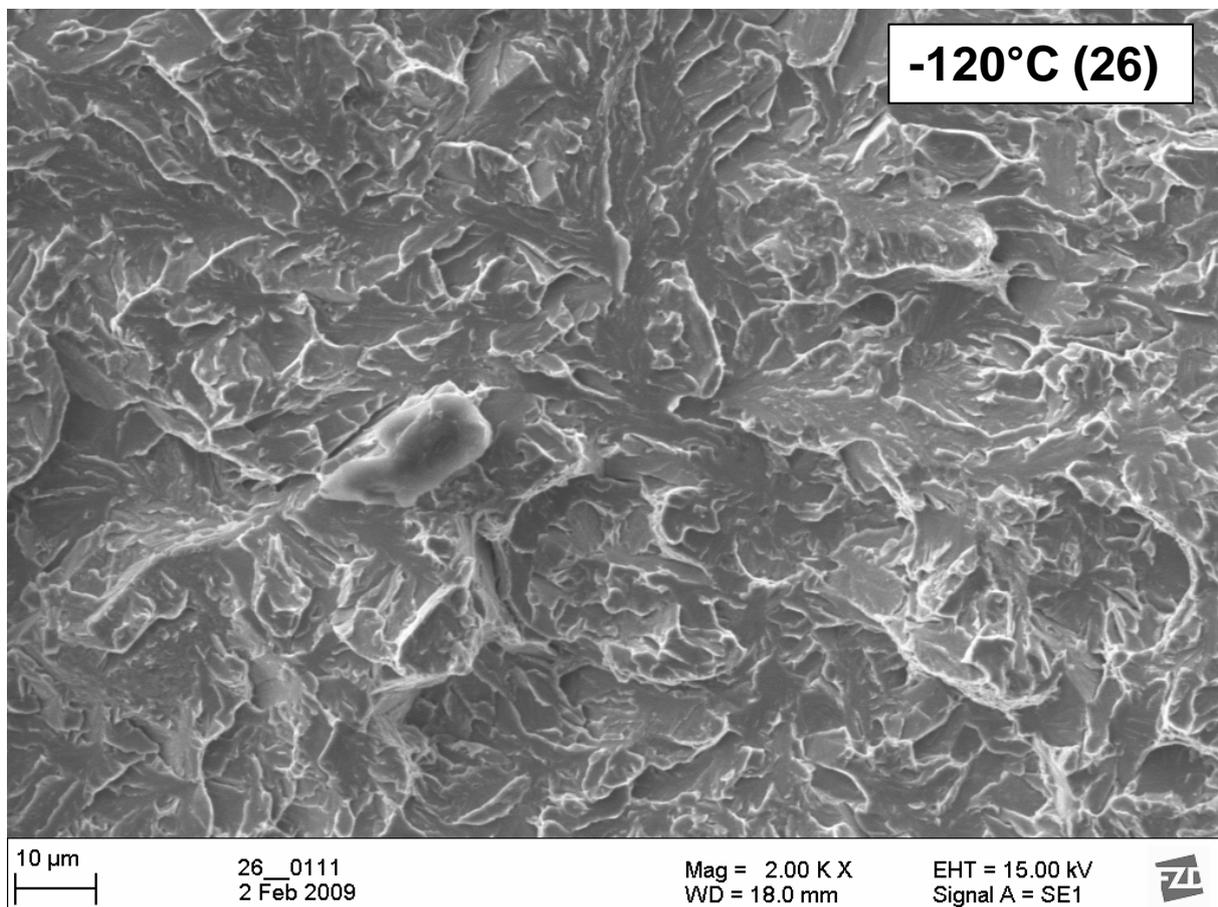


Bild 53 : transkristalliner Spaltbruch von Probe 26 bei -120°C

Durch den nadelförmigen Aufbau des Gefüges, sind die Spaltflächen nach Art und Verwachsungsgrad verschiedenartig ausgebildet. Laut Literatur [10] kommt es bei vergüteten Stählen auch zur Trennung an höherindizierten Gitterebenen.

Interkristalliner Bruch im herkömmlichen Sinn konnte an den Proben nicht festgestellt werden, jedoch kam es zu einer teilweisen Trennung der Grenzflächen zwischen den nadeligen Strukturen des angelassenen Martensits. Dies ist vor allem in Bild 54 deutlich zu erkennen ist.

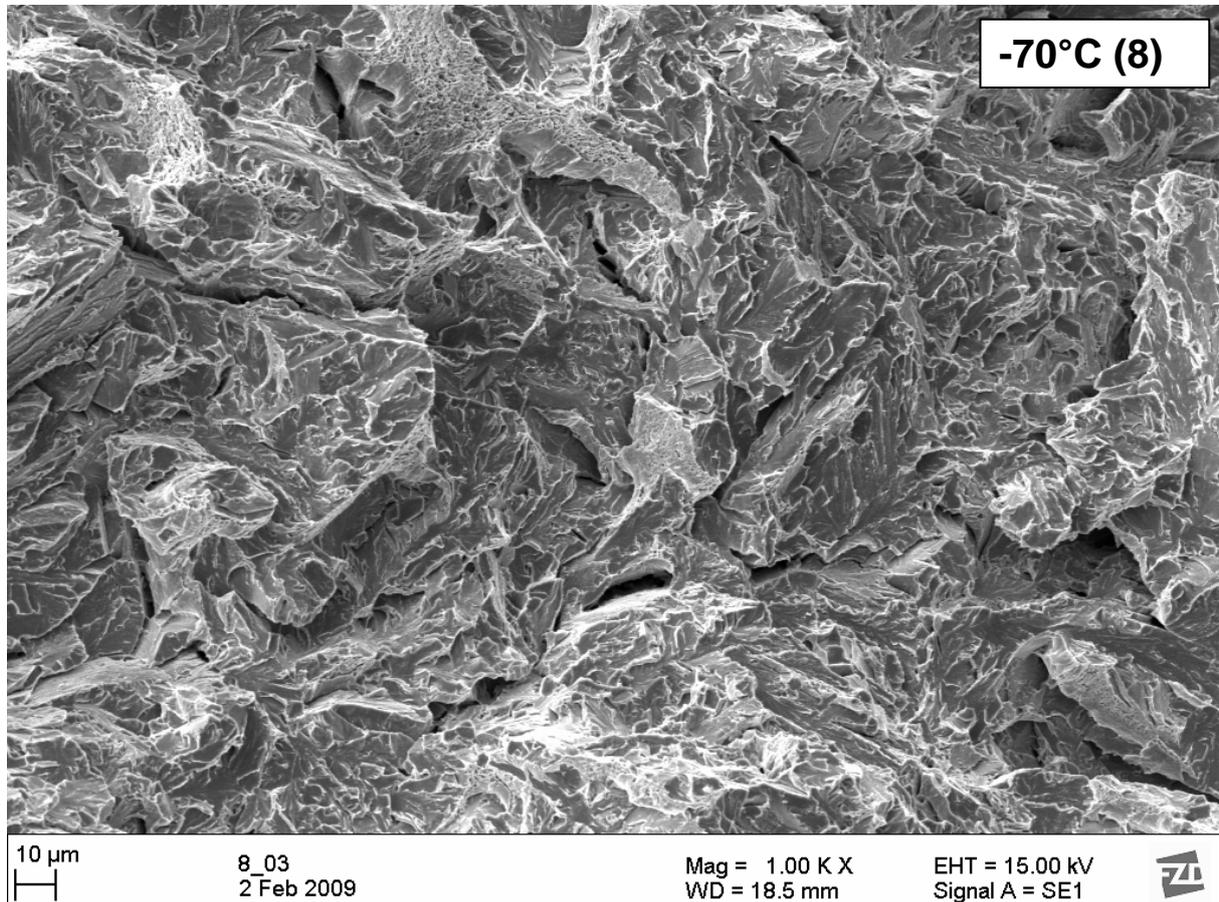


Bild 54 : Probe 8 bei -70°C

Die Untersuchung des Bruchmechanismus in der Hochlage ergab erwartungsgemäß einen (transkristallinen) Gleitbruch. Die typische Wabenstruktur ist in Bild 55 dargestellt. Die sehr feinen Waben entstehen auf Grund der Vielzahl an feinen Ausscheidungen in dem Material, welche zu einer Delamination zwischen Matrix und Ausscheidung bei plastischer Verformung führen. Zusätzlich zu den kleinen Waben wurden auch große Waben gefunden, in deren Grund teilweise noch Einlagerungen zu erkennen sind.

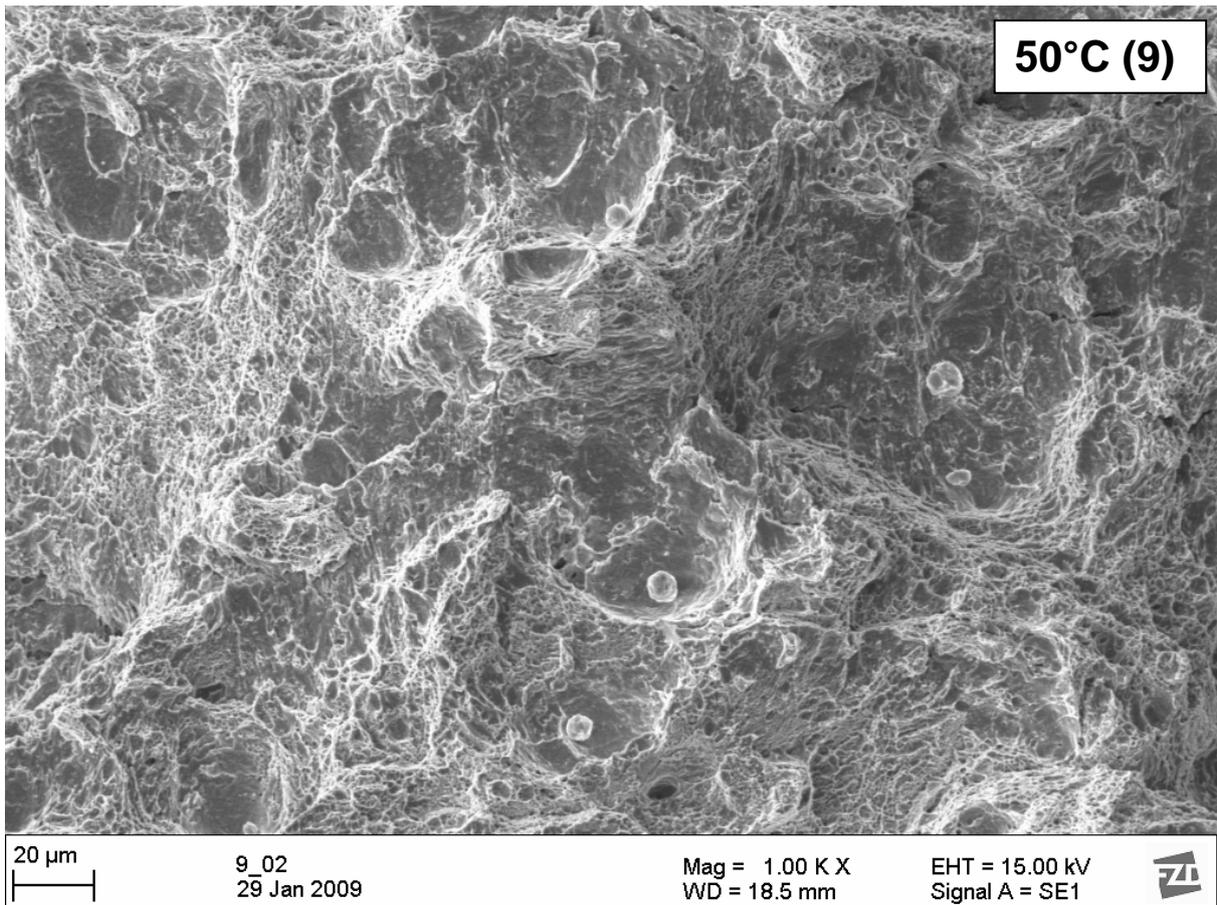


Bild 55 : Gleitbruch von Probe 9 bei 50°C

Einige dieser Einlagerungen wurden mittels EDX untersucht. In den Bild 56 ist beispielhaft ein Mapping einer der Einlagerungen dargestellt. Insgesamt wurden in den Ausscheidungen hauptsächlich die Elemente Mg, Ca, Al, Si und S detektiert, was die Vermutung nahe legt, dass es sich dabei um Schlackeeinschlüsse handelt. Die Einlagerungen wurden nur in Bereichen in denen Gleitbruch stattgefunden hat gefunden. Auch wenn auf einigen Proben Rissinitiierungspunkte gefunden wurden, konnte in keinem Fall eine Einlagerung im Grund des Rissinitiierungspunktes als Ausgangspunkt der Risseinleitung detektiert werden.

Da die Master Curve Versuche im Temperaturbereich des Spröd-duktil-Übergangsbereiches durchgeführt wurden, lag auch hier der Bruchmechanismus des transkristallinen Sprödbruchs vor. Weiterhin wurde an der Master-Curve Probe mit dem niedrigsten $K_{Jc(1T)}$ Anteile von interkristallinen Spaltbruch im Bereich des Ermüdungsbruches gefunden (siehe Bild 57).

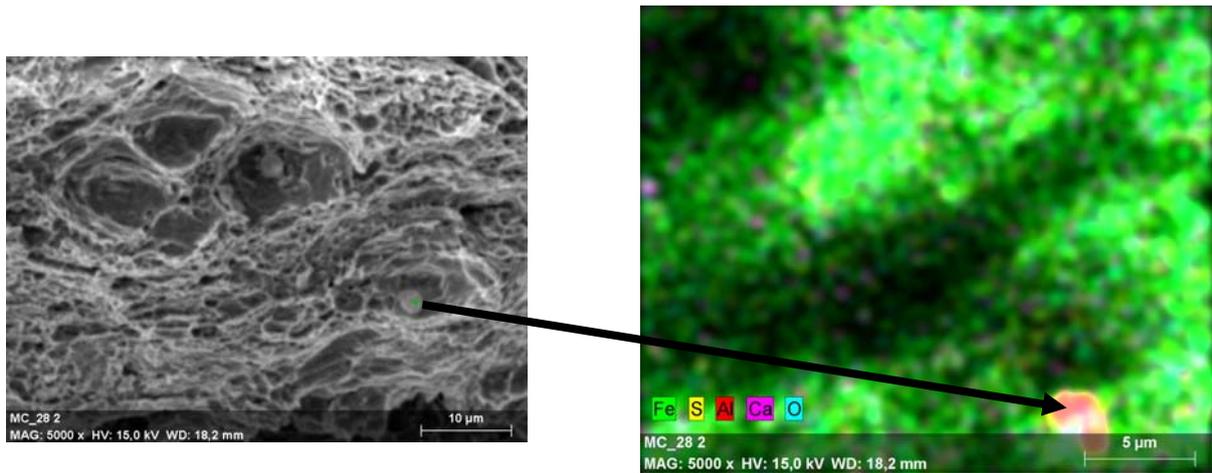


Bild 56 : Mapping eines Einschlusses in einer Wabe

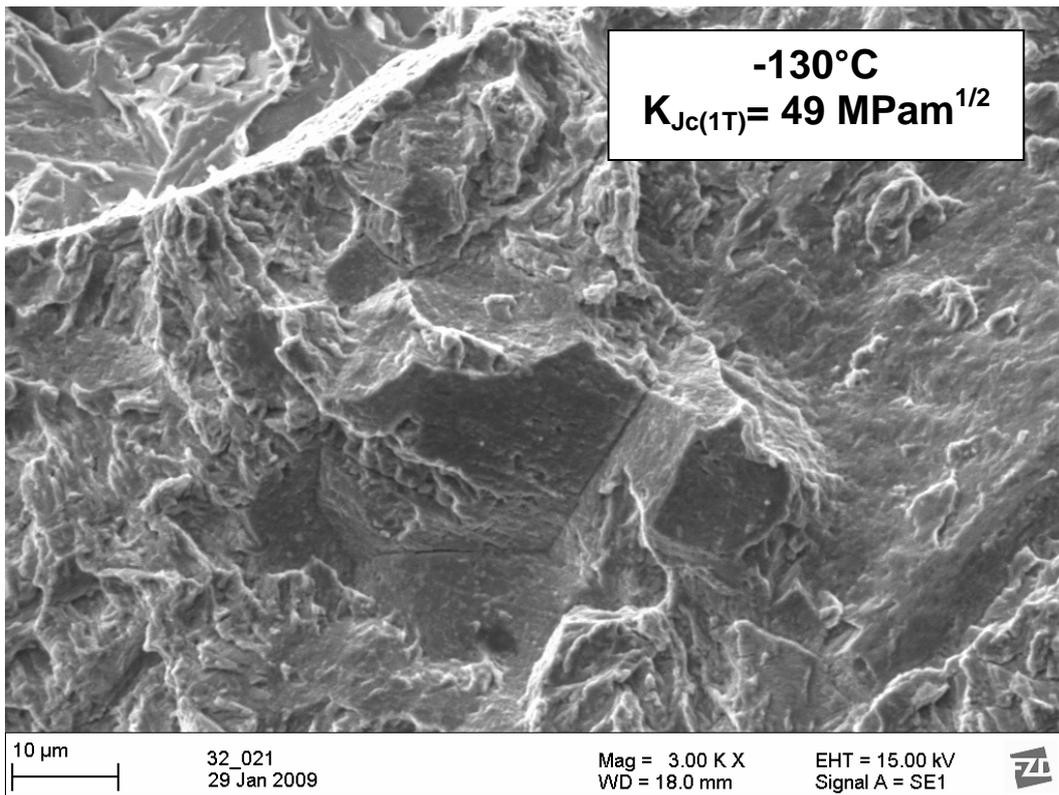


Bild 57 : interkristalliner Spröbruchanteil im Bereich des Ermüdungsrisses

Stretchzonenbreitenmessung

Für die Ermittlung des nach ISO 12135 definierten Kennwert J_i benötigt man die Breite der Stretchzone. Sowohl an einer SE(B) als auch an einer C(T) Probe wurde der Bereich zwischen Ermüdungsriss und stabilen Risswachstum untersucht. Jedoch waren an beiden Probengeometrien die Stretchzonen nicht eindeutig zu erkennen. Auf großen Teilen der Proben war die Stretchzone aus diesem Grund nicht messbar. Die Bilde 58 zeigt das Ausmessen eines Bereiches der Stretchzone. In Bild 59 erkennt man das völlige Fehlen der Stretchzone in großen Teilen der Probe.

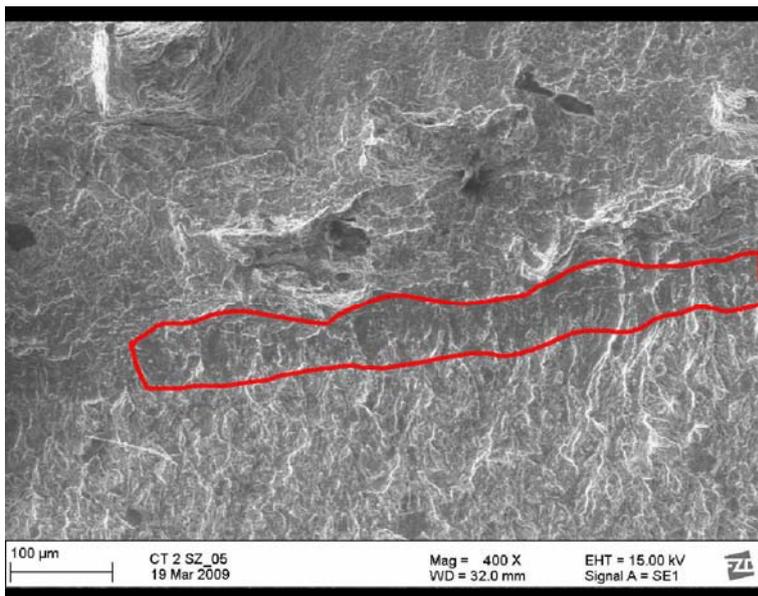


Bild 58 : Stretchzonenausmessung an der Probe C(T)2 mit teilweise vorhandener Stretchzone

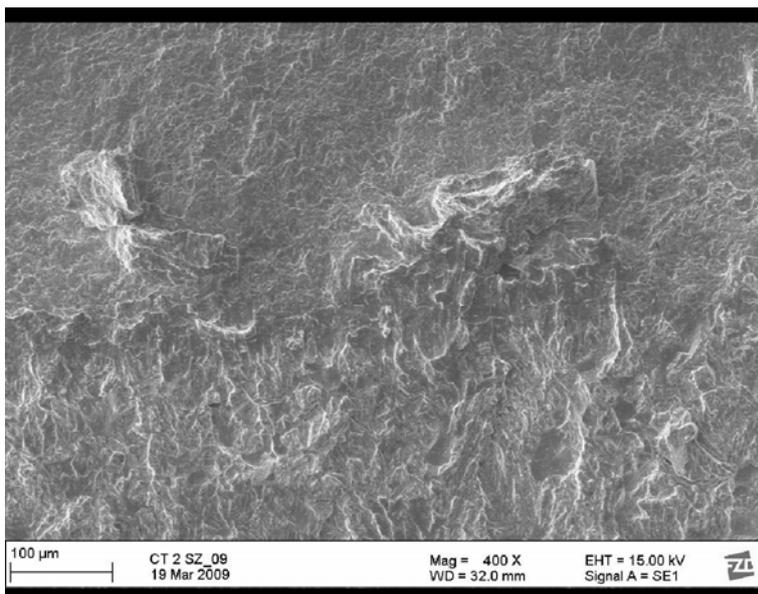


Bild 59 : Stretchzonenausmessung an der Probe C(T)2, Stretchzone ist nicht eindeutig identifizierbar

4.5 Gefüge-Eigenschafts-Beziehungen

Das untersuchte nahtlos gewalzte und vergütete Rohrstück aus dem als P91 spezifizierten X10CrMoVNb9-1 stimmte in Gefüge und mechanisch-technologischen Eigenschaften mit den Erwartungen überein. Auf Grund der Wärmebehandlung und den enthaltenen Legierungselementen ergaben sich gute Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften.

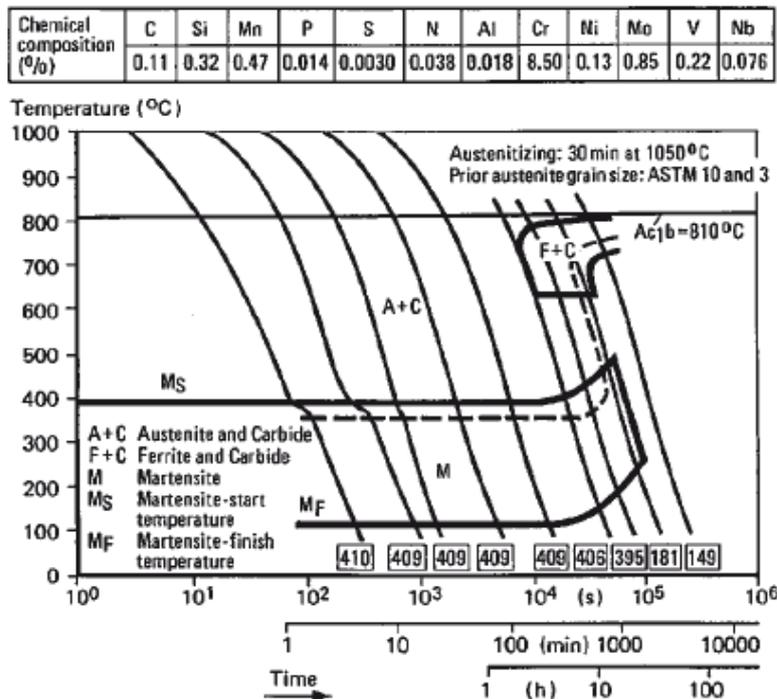


Bild 60 : ZTU-Diagramm des X10CrMoVNb9-1 (P91) [11]

In dem in Bild 60 dargestellten ZTU-Diagramm des P91 erkennt man das, im Vergleich zu anderen niedriglegierten Stählen, deutlich zu längeren Abkühlzeiten verschobene Ferritgebiet. Das hat zur Folge, dass auch bei relativ langsamer Abkühlung von Austenitierungstemperatur eine vollständige Umwandlung des Austenits in Martensit stattfindet. Laut Quelle [11] haben nahtlose Rohre, bis zu einer Wanddicke von 130 mm, nach erfolgter Luftabkühlung ein vollständig martensitisches Gefüge. Die eigentlichen Gebrauchseigenschaften erhält der Werkstoff jedoch erst durch das anschließend durchgeführte Anlassen bei hohen Temperaturen. In Bild 61 ist das Anlassschaubild des P91 dargestellt. Wie zu erwarten, nehmen Härte, 0,2 %-Dehngrenze und Zugfestigkeit während der Umwandlung des Martensits in angelassenen Martensit ab. Die Kennwerte, die man diesem Schaubild für eine Vergütungsbehandlung bei ca. 800 °C entnehmen kann,

stimmen sehr gut mit den in dieser Arbeit ermittelten Festigkeitskennwerten ($R_{p0,2} \Rightarrow 544 \text{ MPa}$, $R_m \Rightarrow 693 \text{ MPa}$, 217 HV10) überein.

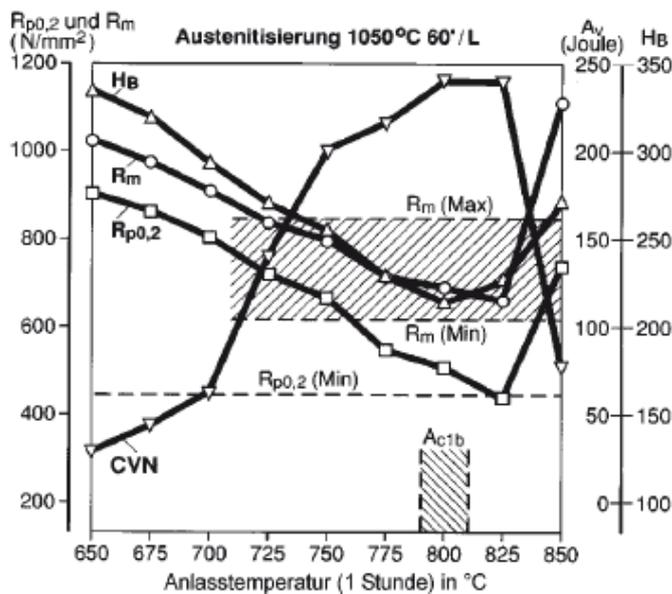


Bild 61 : Anlassschaubild X10CrMoVNb9-1 (P91) [11]

Das gute Festigkeitsverhalten ist mit den wirkenden festigkeitssteigernden Mechanismen zu erklären. Zum einen kommt es zu einer Mischkristallhärtung auf Grund der enthaltenen Legierungselemente Mangan, Silizium und Chrom. Sie sorgen als Einlagerungs- und Substitutionsatome für Spannungen im Matrixgitter und behindern somit das Gleiten der Versetzungen, was zu einer Erhöhung der Festigkeit führt. Zum anderen kommt es zu einer Erhöhung der Festigkeit durch Ausscheidungsbildung. In den sichtbaren Ausscheidungen wurden neben Chrom auch die Elemente Molybdän und Vanadium nachgewiesen. Chromcarbide wurden hauptsächlich an den Korn- und Nadelgrenzen gefunden. Somit stabilisieren sie das Gefüge bei hohen Temperaturen, indem sie die Kornvergrößerung sowie das Kriechen behindern. Vanadium und auch das laut chemischer Analyse enthaltene Niob bilden die bereits beschriebenen Carbide und Carbonitride vom Typ MX. Diese befinden sich hauptsächlich in der Matrix und bewirken, durch ihre bevorzugte Position im Spannungsfeld von Versetzungen, eine Behinderung von Versetzungsgleiten, wodurch sie ebenfalls die Festigkeit erhöhen [1, 4, 5]. Da diese Ausscheidungen auch bei hohen Temperaturen stabil sind, führen sie zu einer guten Warmfestigkeit, welche aber im Rahmen dieser Arbeit nicht untersucht wurde. Ein weiterer Härtungsmechanismus, welcher als einziger neben der Festigkeitssteigerung gleichzeitig zu einer Erhöhung der Zähigkeit führt, ist die

Kornfeinung. Nach dem Härten und Vergüten liegt, wie die Gefügeuntersuchung bestätigt, ein feinkörniges Gefüge vor. Da Korngrenzen das Gleiten von Versetzungen behindern, führt ein feines Korn zu einer Festigkeitssteigerung. Gleichzeitig liegt durch die Vielzahl kleiner Körner, eine größere Anzahl unabhängiger und unterschiedlich orientierter Gleitsysteme vor. Dies ist die Ursache dafür, dass mit abnehmender Korngröße die Spaltbruchfestigkeit stärker ansteigt als die Streckgrenze und es somit zu einer plastischen Verformung vor dem Bruch kommt, d.h. neben der Festigkeit auch die Zähigkeit steigt.

Auch die im Kerbschlagbiegeversuch ermittelten Übergangstemperaturen bestätigen ein gutes Zähigkeitsverhalten des P91. Der Verlauf der Kerbschlagarbeit-Temperatur-Kurve ist typisch für einen kubisch-raumzentrierten Stahl. Die Kurve zeigt einen deutlichen Übergang von sprödem Verhalten bei niedrigen Temperaturen zu duktilem Verhalten, also höheren Kerbschlagarbeiten, bei steigender Temperatur. Neben der Feinkörnigkeit ist auch die nachgewiesene Gefügehomoogenität ein Faktor, welcher das Zähigkeitsverhalten positiv beeinflusst.

Das bruchmechanische Verhalten des P91 zeugt ebenfalls von einer guten Zähigkeit. Er weist einen hohen Widerstand gegen instabile Rissausbreitung auf, was die ermittelte niedrige Referenztemperatur von $-129,4\text{ °C}$ zeigt. Für den Widerstand gegen stabile Rissausbreitung konnten keine normgerechten Werkstoffkennwerte bestimmt werden. Die aufgenommenen Risswiderstandskurven bestätigten jedoch, dass der Werkstoff einen guten Widerstand gegen stabile Rissausbreitung aufweist. Der steile Kurvenverlauf der Risswiderstandskurve der SE(B) Proben (Bild 50) zeigt, dass der Werkstoff stark kaltverfestigt, bevor es zu einem stabilen Risswachstum kommt.

Die Fraktographie untermauerte sowohl den Gefügebefund als auch die ermittelten Werkstoffkennwerte. Es kam, bis auf Ausnahmen im Ermüdungsrissbereich, ausschließlich zu transkristallinen Bruchverhalten. Mangansulfidlamellen, welche zu Rissinitiierung führen können, wurden nicht nachgewiesen und auch versprödende Phasen an den Korngrenzen traten nicht auf. Die Bruchflächen, in denen Gleitbruch nachgewiesen werden konnte, zeigten eine typische Wabenstruktur. Auf Grund der vielen feinen Carbide und Carbonitride, welche Ausgangspunkte für Delamination und somit für Porenbildung darstellen, sind der Grossteil der Waben sehr fein. Nur die Waben, welche sich um oxidische Einschlüsse gebildet haben, sind deutlich größer.

In Tabelle 21 werden die ermittelten Werkstoffkennwerte des P91 mit denen des Eurofer`97 und denen des 13CrMo4-4 verglichen. Bei Eurofer`97 handelt es sich ebenfalls um ein potentiellies Reaktordruckbehältermaterial für Kernkraftwerke der vierten Generation. Bei dem Werkstoff 13CrMo4-4 (13CrMo4-5) handelt es sich um einen niedriglegierten warmfesten Stahl. Deutlich zu erkennen ist die Ähnlichkeit der Werkstoffkennwerte des P91 mit denen des Eurofer`97. In den Festigkeitskennwerten sind keine signifikanten Unterschiede bestimmbar. Während der P91 zwar eine etwas niedrigere Kerbschlagarbeit in der Hochlage (U_SHELF) zeigt, ist die Übergangstemperatur des Eurofer`97 jedoch etwas höher. Die im Master-Curve Versuch ermittelte Referenztemperatur des P91 liegt gegenüber dem Eurofer`97 tiefer, was bedeutet, dass der P91 einen besseren Widerstand gegen instabile Rissausbreitung aufweist. Gegenüber dem ebenfalls vergüteten und warmfesten Stahl 13CrMo4-4 zeigt der P91 eine deutlich höhere Festigkeit und Härte, jedoch nur eine geringfügig schlechtere Zähigkeit. Die Kerbschlagarbeit bei 20 °C liegt mit 48 J [12] deutlich unter der des P91, was bedeutet, dass der P91 eine deutlich höhere Schlagzähigkeit aufweist.

Tabelle 21 Vergleich der Werkstoffkennwerte [12, 13, 14]

	P91	Eurofer`97	13CrMo4-4 (13CrMo4-5)
HV	217 HV10	210 HV30	175 HB
R _m	693 MPa	670 MPa	440-590 MPa
R _{p0.2}	544 MPa	557 MPa	>275 MPa
A	20%	20%	>22 %
U_SHELF	226 J	251 J	/
T _{41J}	-65 °C	-57°C	/
T _o	-129,4°C	-115°C	/

Der gemessene E-Modul des P91 (217 GPa) liegt erwartungsgemäß etwas über dem E-Modul von reinem Eisen (211 GPa). An einer binären Fe-9Cr-Legierung wurde unter gleichen Bedingungen ein E-Modul von ca. 216 GPa bestimmt. Mit einem E-Modul von 217 GPa besitzt der Eurofer`97, genau wie die Fe-9Cr-Legierung, eine ähnliche Steifigkeit wie der P91.

5. Zusammenfassung

Der als P91 spezifizierte warmfeste Chromstahl X10CrMoVNb9-1 gilt auf Grund seiner guten Eigenschaften bei hohen Temperaturen und hohen mechanischen Beanspruchungen als potentieller Werkstoff für die Anwendung als Reaktor-druckbehältermaterial in Kernreaktoren der vierten Generation.

Gegenstand dieser Arbeit war die Charakterisierung des Gefüges und der Eigenschaften dieses Werkstoffes. Zu diesem Zweck wurde er metallographisch untersucht und technisch wichtige Kennwerte ermittelt.

Es kamen dabei unterschiedliche Ätzmethode und bildgebende Verfahren zum Einsatz, wobei gerade das neu auf dieses Material angewandte Verfahren der Oxalsäureätzung aussagekräftige Ergebnisse brachte. Zugversuche, Härteprüfungen und Kerbschlagbiegeversuche lieferten mechanisch-technologische Kennwerte.

Das bruchmechanische Verhalten wurde mittels Bruchmechanikversuchen an Biege- und Kompaktzugproben ermittelt. Das Hauptaugenmerk lag dabei auf der Untersuchung der Anwendbarkeit der in den Normen ASTM 1921 und ASTM 1820 für niedriglegierte Stähle dargestellten Auswerteverfahren.

Die Untersuchungen zeigten, dass der P91 erwartungsgemäß ein homogenes martensitisches Gefüge, bestehend aus angelassenem Martensit mit eingelagerten Carbiden und Carbonitriden, aufweist. Die Lage und Größe der gefundenen Carbide konnte durch das neu auf diesen Werkstoff angewandte Verfahren der Oxalsäureätzung wiedergegeben werden. Die mechanisch-technologischen Versuche zeigten ein für einen vergüteten Stahl typisches gutes Festigkeits- und Zähigkeitsverhalten.

Die Anwendung der linear-elastischen Bruchmechanik und der Fließbruchmechanik ermöglichten die Ermittlung einer Referenztemperatur nach ASTM 1921-08a, zeigten aber auch, dass die in der ASTM 1820-08 beschriebenen Auswerteverfahren und Geometrien für diesen hochlegierten Stahl zu keinen gültigen Werkstoffkennwerten führen.

Um die Eignung dieses Werkstoffes für kerntechnische Anwendungen weitergehend zu ermitteln, sollte das Bestrahlungs- und Kriechverhalten des P91 in weiteren Untersuchungen genauer charakterisiert werden.

Literatur

- [1] A. Zeman, L. Debarberis, J. Kočík, V. Slugeň, E. Keilová. (2007). Microstructural analysis of candidate steels pre-selected for new advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials*, 362, 259 - 267
- [2] K. L. Murty, I. Charit. (2008). Structural materials for Gen – IV nuclear reactors: Challenges and opportunities. *Journal of Nuclear Materials*, 383, 189 – 195
- [3] Werner Schatt, Elke Simmchen, Gustav Zouhar (1998). *Konstruktionswerkstoffe des Maschinen- und Anlagenbaues* (5). Stuttgart: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie
- [4] K. Maile, G. Zies, R. Scheck, D. Kuppler, H. Ruoff, M. Rauch, A. Klenk, C. Scheu. *Beurteilung der Kriechfestigkeit moderner martensitischer Chromstähle durch die Charakterisierung des Mikrogefüges*. 38. Metallographietagung, 29.9. – 1.10.2004, Ruhruniversität Bochum
- [5] D.R.G. Mitchell, S. Sulaiman. (2006). Advanced TEM specimen preparation methods for replication of P91 steel. *Materials Characterization*, 56, 49 - 58
- [6] G. Bonny, D. Terentyev, L. Malerba (2008). On the α – α' miscibility gap of Fe – Cr alloys. *Scripta Materialia*, 59, 1193 – 1196
- [7] Horst Blumenauer, Gerhard Pusch (1993). *Technische Bruchmechanik* (3). Leipzig Stuttgart: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie
- [8] V. Homolová, J. Janovec, P. Záhumenský, A. Výrostková. (2003). Influence of thermal – deformation history on evolution of secondary phases in P91 steel. *Material Science and Engineering*, 349, 306 - 312
- [9] Zs. Tökei, H. Viehhaus, H.J. Grabke. (2000). Initial stages of oxidation of a 9CrMoV – steel: role of segregation and martensite laths. *Applied Surface Science*, 165, 23 - 33
- [10] Herausgeben vom Verein Deutscher Eisenhüttenleute (1996). *Erscheinungsformen von Rissen und Brüchen metallischer Werkstoffe* (2). Düsseldorf: Verlag Stahleisen GmbH
- [11] B. Hahn, W. Bendick (2006). Stand der Werkstoffentwicklungen für neue Kraftwerke. *VGB PowerTech*
- [12] C.W. Wegst (1995). *Stahlschlüssel* (17), Marbach: Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH
- [13] P. Fernández, A.M. Lancha, J. Lapena, M. Serrano, M. Hernández-Mayoral. (2002). Metallurgical properties of reduced activation martensitic steel Eurofer`97 in the as-received condition and after thermal ageing. *Journal of Nuclear Materials*, 307 - 311, 495 - 499
- [14] P. Fernández, A.M. Lancha, J. Lapena, M. Hernández-Mayoral. (2001). Metallurgical characterization of reduced activation ferritic / martensitic steel Eurofer`97 on as-received condition. *Journal of Nuclear Materials*, 58 - 59, 787 - 792

Anhang

A
Probenfertigungsplan

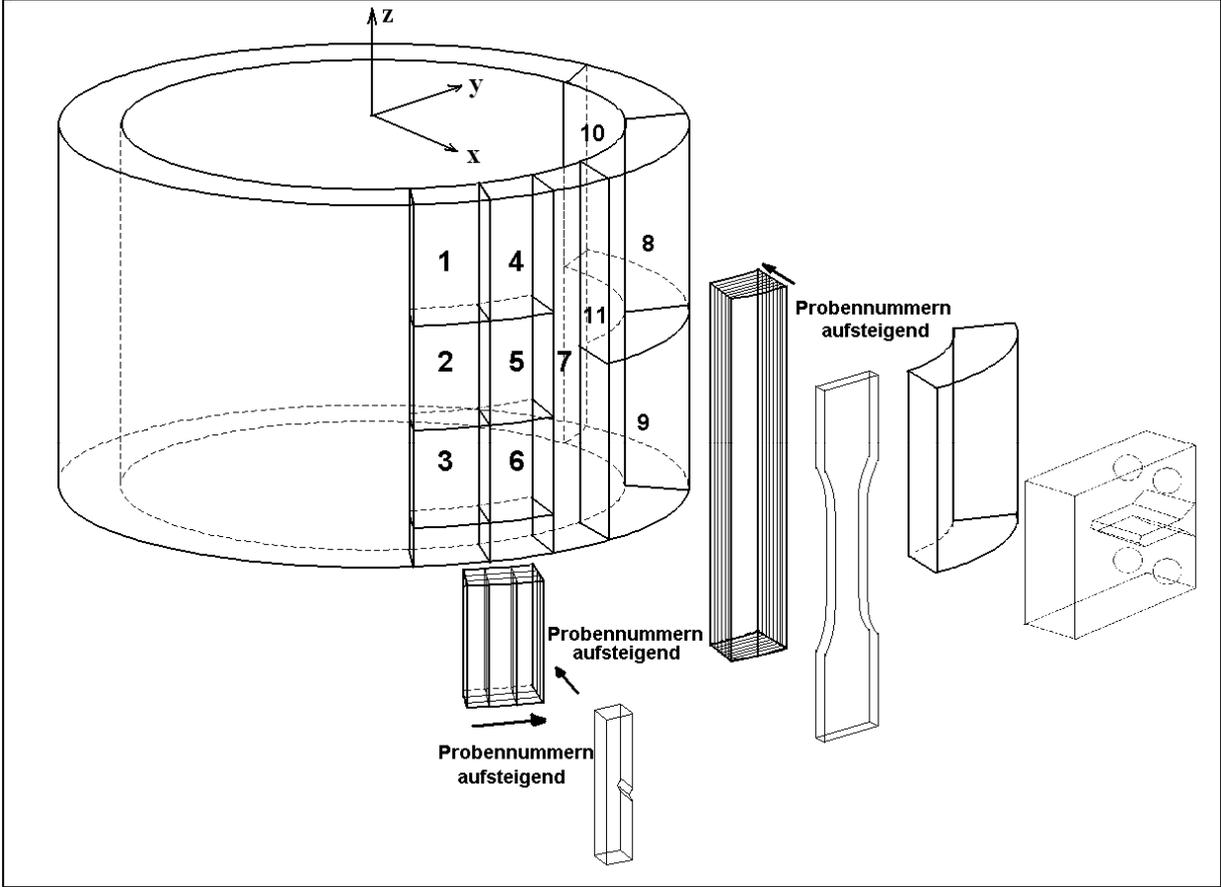


Bild 1: Lageskizze 1

Kerbschlagbiegeproben:

Nach DIN EN 10 045
Charpy mit V-Kerb

Anzahl: 25

Lageplan im Ausgangsrohr:

Alle weiteren Skizzen und Zeichnungen enthalten eine an das Koordinatensystem angepasste Ausrichtung entsprechend dem angegebenen Koordinatenkreuz.

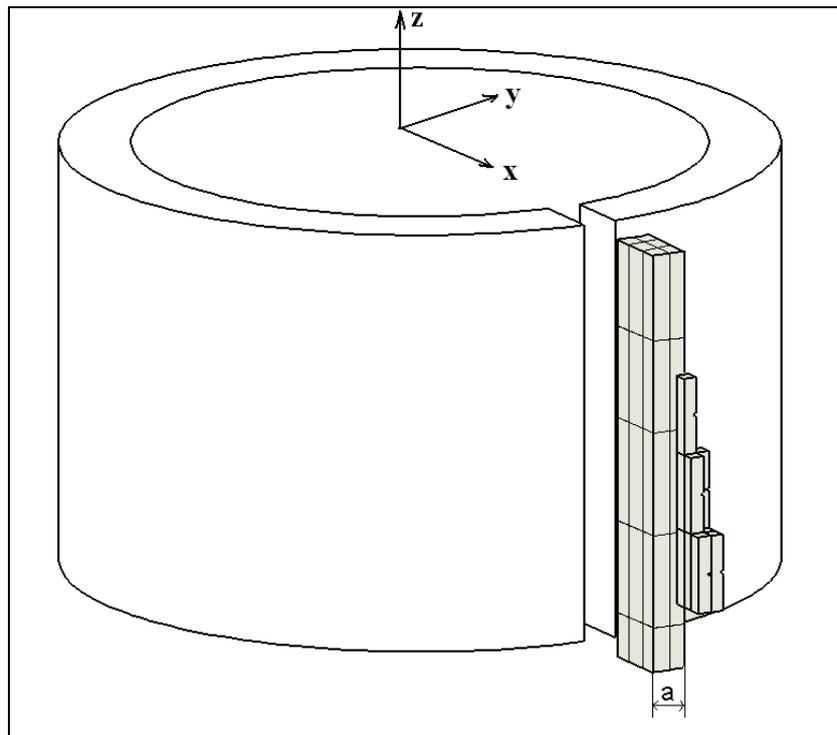


Bild 2: Lageskizze 2

$a = 2 - 3 \times \text{Probenbreite} + \text{Bearbeitungszugabe}$

Achtung!: Mindestabstand zum inneren Rohrrand 5mm

Aus dem Rohr wird ein „Kuchenstück“ der Breite a herausgetrennt. Dieses kann an der alten Schnittstelle angeschlossen werden, jedoch nicht parallel dazu, sondern mit der Mittelachse zum Rohrmittelpunkt ausgerichtet. Dieses Stück wird dann so geteilt, dass jeweils 6-12 Proben nebeneinander liegen, und je nach Bearbeitungszugabe und Spannvorrichtung 3-4 Proben übereinander. Da ein Block nicht für die Anzahl der Proben reicht, müssen mehrere Blöcke aus dem Ring getrennt werden. Der nächste Block wird dann aber nicht parallel zum ersten entnommen, sondern so, dass die Mittelachse zum Rohrmittelpunkt zeigt, damit der später eingebrachte Kerb in y -Richtung zeigt.

Probenkennzeichnung:

Die Proben sollen auf der kerbabweandten Seite auf beiden Seiten mit fortlaufenden Zahlen gekennzeichnet werden. Die Lage der Proben zueinander soll nachvollziehbar sein (in die große Skizze einzeichnen).

Die Proben mit Charpy – V Geometrie erhalten die Nummern 1-25.

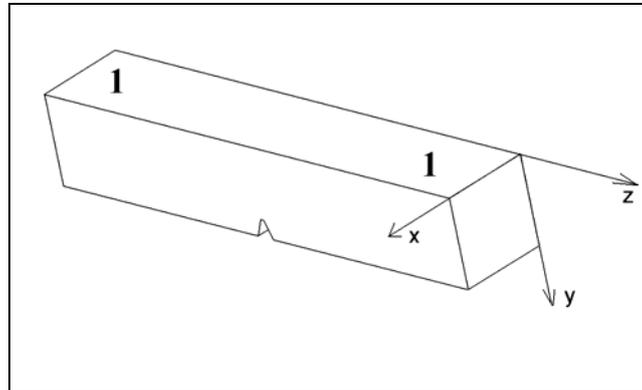


Bild 3: Probenkennzeichnung

Probenabmessungen:

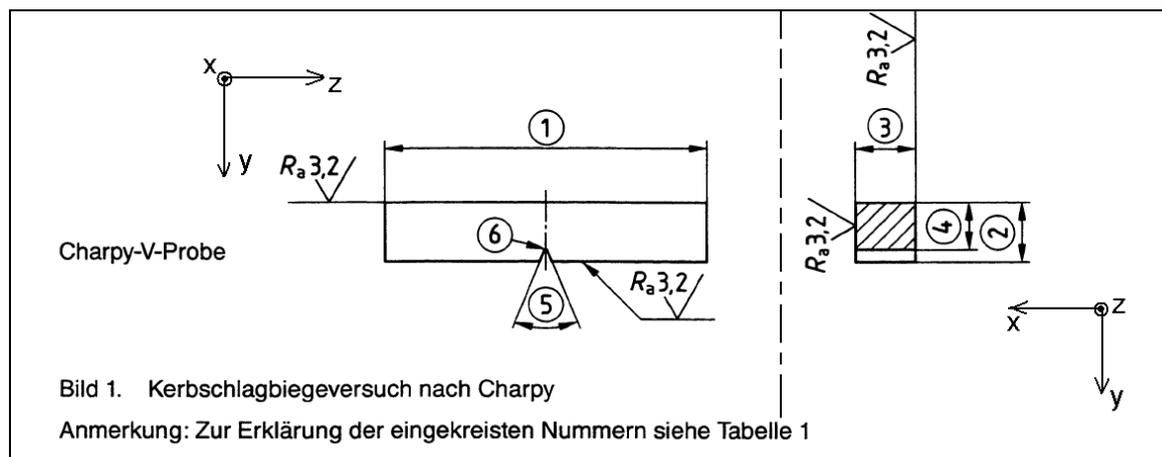


Bild 4: Probengeometrie

Tabelle 1: Abmessungen der Probengeometrie aus Bild 3

Bezugsnummer	Maß	Toleranz
1	55mm	$\pm 0,60\text{mm}$
2	10mm	$\pm 0,06\text{mm}$
3	10mm	$\pm 0,11\text{mm}$
4	8mm	$\pm 0,06\text{mm}$
5	45°	$\pm 2^\circ$
6	0,25mm	$\pm 0,025\text{mm}$

Bruchmechanik:

Nach ASTM E 1820
Charpy mit Schwalbenschwanzgeometrie

Anzahl: 25

Lageplan im Ausgangsrohr:

Alle weiteren Skizzen und Zeichnungen enthalten eine an das Koordinatensystem angepasste Ausrichtung entsprechend dem angegebenen Koordinatenkreuz.

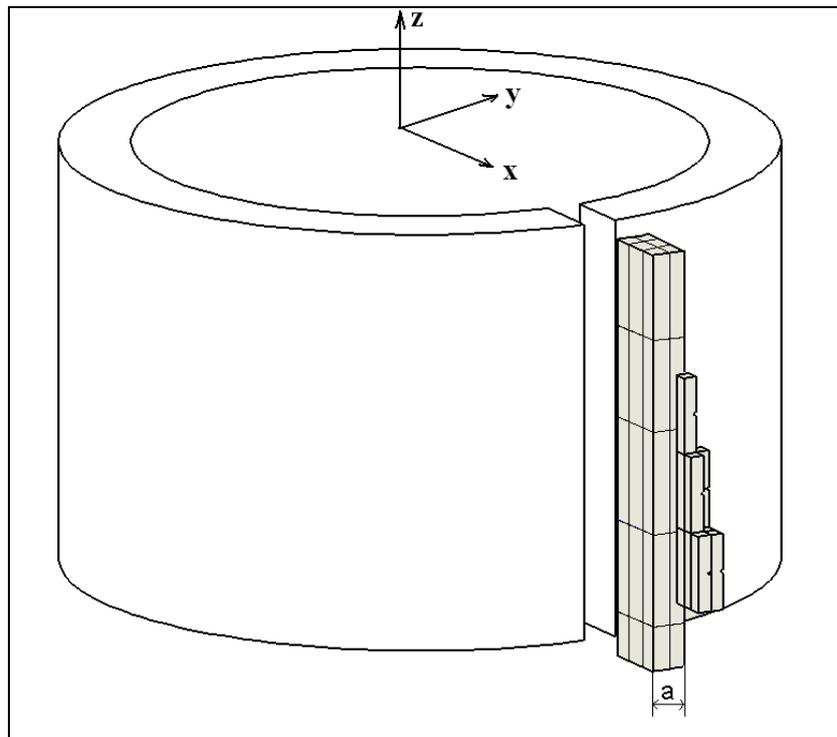


Bild 5: Lageskizze3

$a = 2 - 3 \times \text{Probenbreite} + \text{Bearbeitungszugabe}$

Achtung!: Mindestabstand zum inneren Rohrrand 5mm

Aus dem Rohr wird ein „Kuchenstück“ Stück der Breite a herausgetrennt. Dieses kann an der alten Schnittstelle angeschlossen werden, jedoch nicht parallel dazu, sondern mit der Mittelachse zum Rohrmittelpunkt ausgerichtet. Dieses Stück wird dann so geteilt, dass jeweils 6-12 Proben nebeneinander liegen, und je nach Bearbeitungszugabe und Spannvorrichtung 3-4 Proben übereinander. Da ein Block nicht für die Anzahl der Proben reicht, müssen mehrere Blöcke aus dem Ring getrennt werden. Der nächste Block wird dann aber nicht parallel zum ersten entnommen, sondern so, dass die Mittelachse zum Rohrmittelpunkt zeigt, damit der später eingebrachte Kerb in y-Richtung zeigt.

Probenkennzeichnung:

Die Proben sollen auf der kerbabweandten (hier Schwalbenschwanzgeometrie) Seite auf beiden Seiten mit fortlaufenden Zahlen gekennzeichnet werden. Die Lage der Proben zueinander soll nachvollziehbar sein (in die große Skizze einzeichnen).

Die Proben mit Schwalbenschwanz Geometrie erhalten die Nummern 26-50.

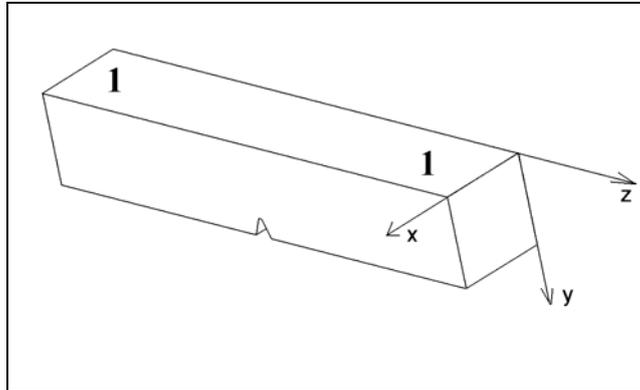


Bild 6: Probenkennzeichnung

Anmerkung: Die Skizze soll nur die Lage der Kerben bzw. der Beschriftung verdeutlichen. Wie erwähnt, sollen Schwalbenschwanz-Kerben eingebracht werden, nicht wie in der Skizze gezeigt V-Kerben.

Probenabmessungen:

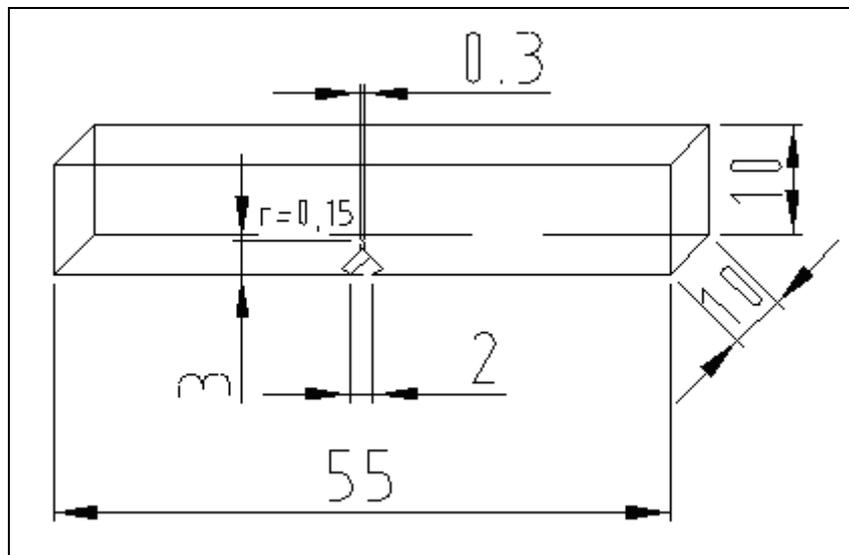


Bild 7: Probengeometrie

Schwalbenschwanz (2,5 mm) + 0,5 mm Startkerb (Gesamtkerbtiefe 3 mm) in die Richtung y.
Anschließend werden die Proben zum Einschwingen gegeben um den Anriss einzubringen.
Nach erfolgtem Einschwingen werden alle Proben beidseitig je 1 mm tief seitgekerbt, Wurzelradius 0,4 mm, Kerbflanken 60°(45°).

Zugversuchproben:

Nach DIN 50125
Flachzugproben Form E

Anzahl: 10

Lageplan im Ausgangsrohr:

Alle weiteren Skizzen und Zeichnungen enthalten eine an das Koordinatensystem angepasste Ausrichtung entsprechend dem angegebenen Koordinatenkreuz.

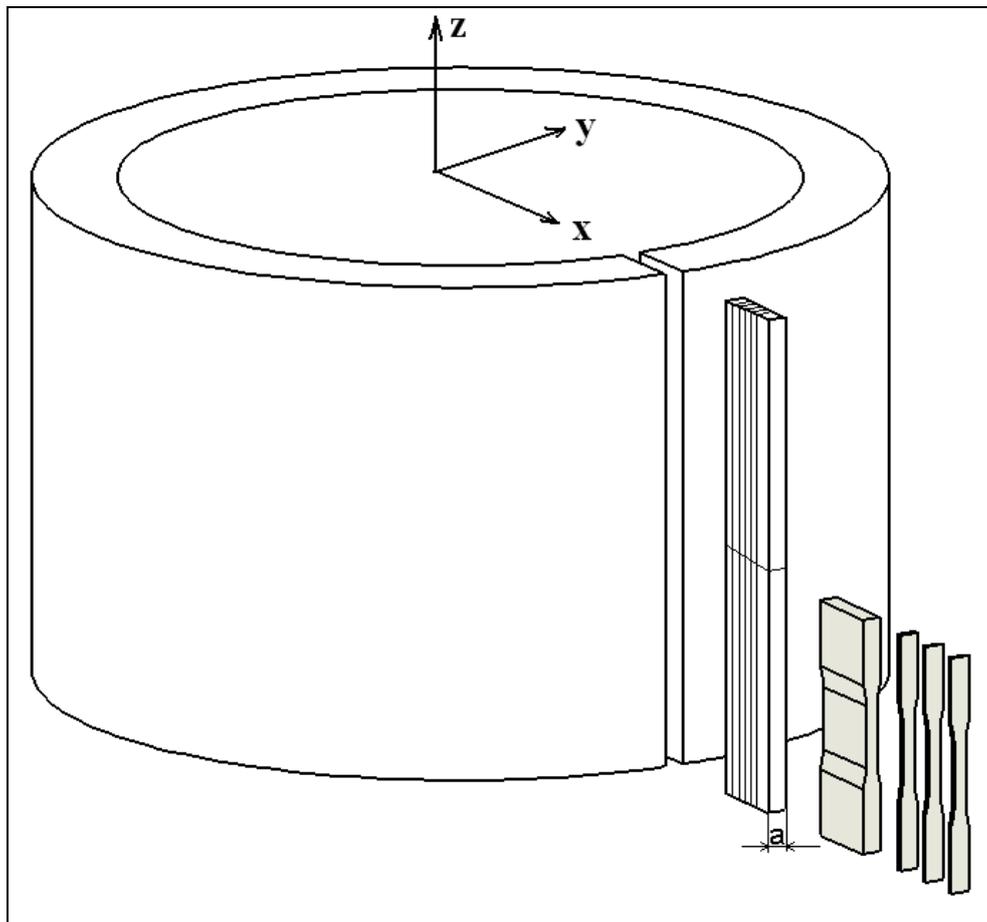


Bild 8: Lageskizze4

$a = \text{Probenbreite } B + \text{Bearbeitungszugabe}$

Achtung!: Mindestabstand zum inneren Rohrrand 5mm

Aus dem Rohr wird ein „Kuchenstück“ Stück der Breite a herausgetrennt. Dieses kann an der alten Schnittstelle angeschlossen werden, jedoch nicht parallel dazu, sondern mit der Mittelachse zum Rohrmittelpunkt ausgerichtet. Aus diesem Block werden 1-2 Proben übereinander und je nach Bearbeitungszugabe mehrere Proben hintereinander gefertigt.

Probenkennzeichnung/Probenabmessungen:

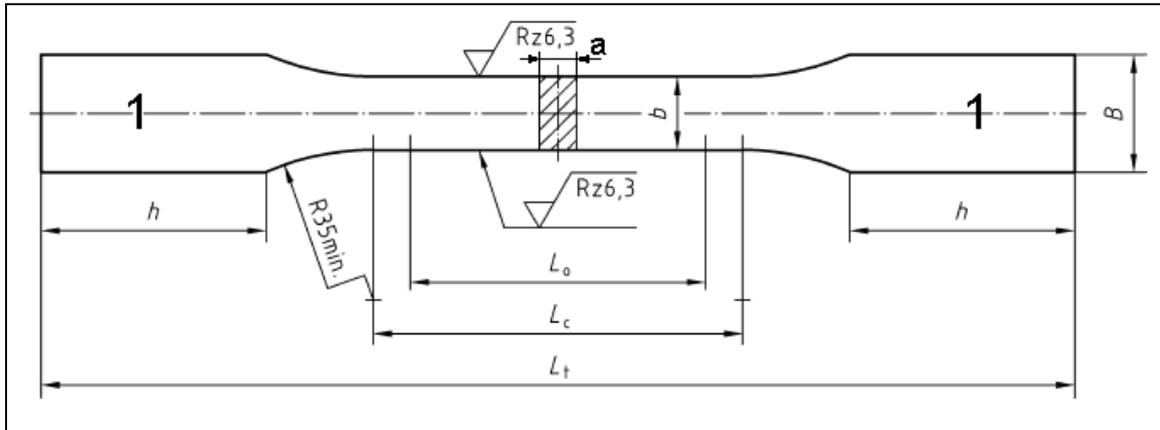


Bild 9: Zugprobengeometrie und Kennzeichnung

Die Proben werden fortlaufend auf beiden Seiten gekennzeichnet. Die Lage der Proben zueinander soll nachvollziehbar sein (in die große Skizze einzeichnen). Die Zugproben erhalten die Nummern 1-10.

Zugprobe DIN 50 125 – E 3 x 8 x 30

Tabelle 2: Abmessungen der Probengeometrie aus Bild 8

Position	Maß [mm]	Formtoleranz [mm]
A	3	0,18
B	8	0,22
L_o	30	0,39
B	12	/
H	40	/
L_c	38	/
L_t	143-150	/

B

Probenentnahme und Präparation:

1.) Proben trennen:

2.) Proben waschen:

- waschen in Ethanol danach Trocknen
- nochmaliges Reinigen für ca. 5min in Ethanol im Ultraschallbad

3.) Kennzeichnung:

- die Proben werden mit Bleistift auf Photopapier, entsprechend ihrer Probennummer auf der, der Präparation abgewandten Seite beschriftet

4.) Einbetten:

- die Proben werden kalteingebettet, Durchmesser der Proben beträgt 25mm

Kalteinbetten:

- 2 komponentiger Epoxydharz aus dem Epo Thin System von Buehler
- Verhältnis Harz : Härter beträgt 1 : 10
- Über Nacht Drucktopfeinbettung im Technomat von Kulzer

5.) Proben Ausformen

6.) Proben Entgraten:

- Schleifmaschine Phoenix 4000
- Unterlage: Papier, Abrasivstoff: SiC, Körnung: Grit 80
- Wasserkühlung

7.) Schleifen:

- Schleif-/Poliermaschine: Phoenix 4000
- Unterlage: Papier, Abrasivstoff: SiC, Körnung: dreistufig (Grit 220, 500, 1200)
- Wasserkühlung
- Geschwindigkeit des Schleiftellers: 150 Umdrehungen pro Minute
- Zeit: Planschleifen: bis plane Fläche, Feinschleifen ca. 3min

8.) Polieren:

- Schleif-/Poliermaschine Phoenix 4000
- Unterlage: 6µm, 3µm: MD – Dac von Struers, 1µm: MD – Plus von Struers
- Poliermittel: Diamant, Körnung: Vorpolitur 6µm, Feinpolitur: 3µm, 1µm

- Gleitmittel: Ethanol-/ Ethylenglycolgemisch
- Geschwindigkeit des Poliertellers: 150Umdrehungen pro Minute
- Proben von Hand ca. 5min polieren

9.) Nasschemisches Ätzen:

- nochmaliges Aktivieren der Probenoberfläche durch kurzes Polieren (ca.1min) mit 1 μ m Diamantsuspension
- danach gründliches Reinigen in Ethanol, im Ultraschallbad, ca. 3min
- Ätzen mit 84ml 96%iges Ethanol + 10ml HCl + 10ml Salpetersäure + 1g Pikrinsäure, 10-30 Sekunden, bei Raumtemperatur

10.) Bedampfen:

- Aufkleben auf Probenhalter
- Bedampfungsmaschine: Balzers Union MED 010
- Bedampfungsmaterial: Gold
- Die Probe wird elektrisch leitfähig gemacht, indem sie über das Epoxidharz hinweg mit Hilfe einer Silbersuspension mit dem metallischen Probenhalter verbunden wird

11.) Mikroskopie:

- Lichtmikroskopie: Reichert MEF 4A Software: aquinto
- Rasterelektronenmikroskop (REM)

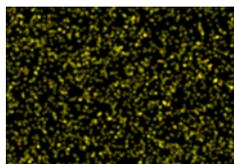
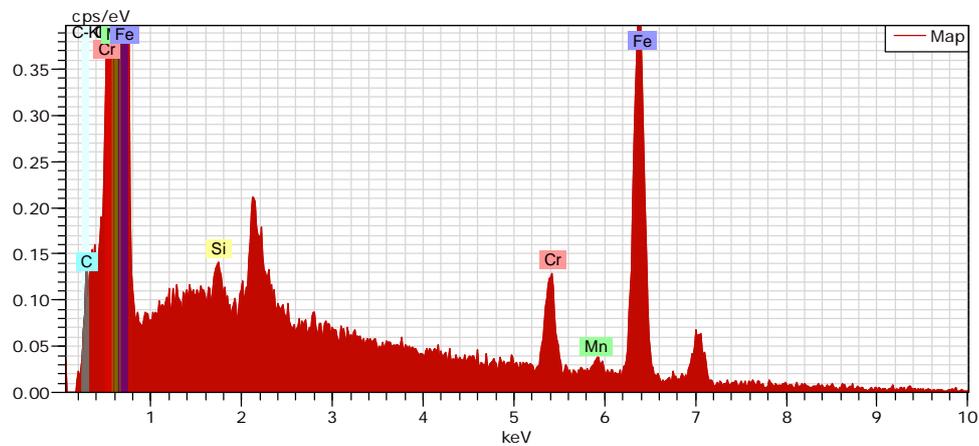
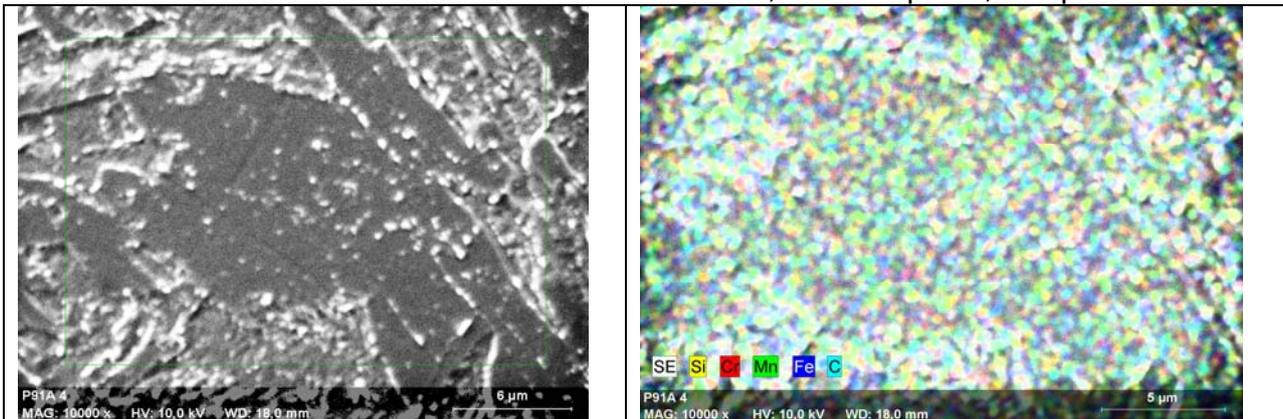
C EDX Mapping

Untersuchungen zum System P 91 Ausgangszustand

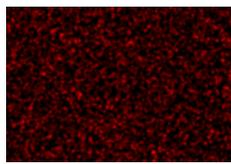


Datum: 27.10.2008 10:29:33

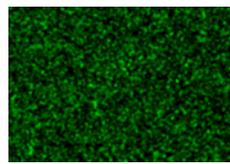
HV: 10,0kV ImpD.: 0,88kcps



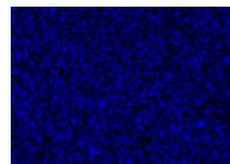
Si



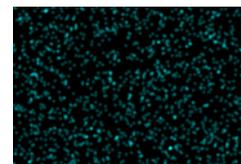
Cr



Mn



Fe



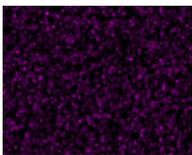
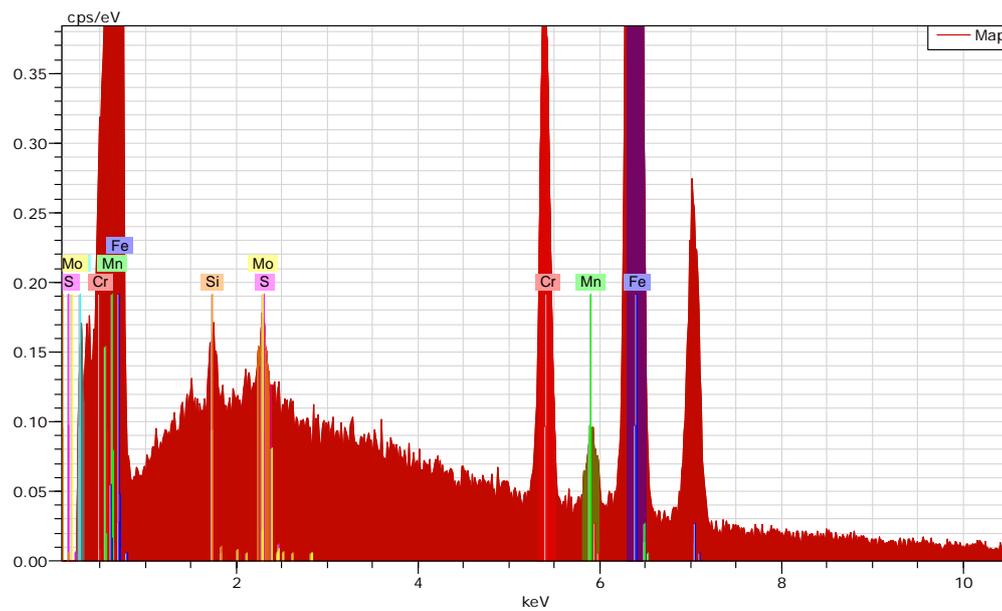
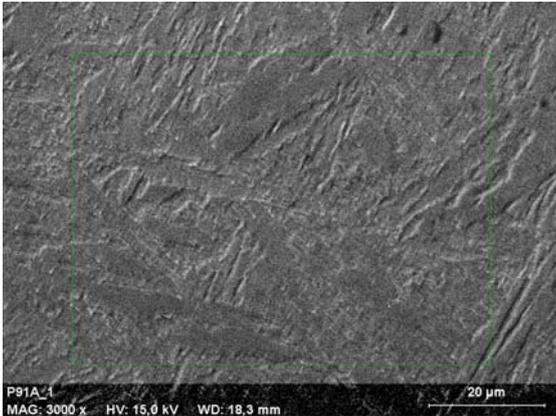
C

Untersuchungen zum System P 91 Ausgangszustand

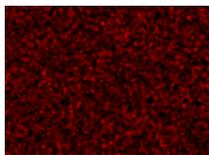


Datum:23.10.2008 13:21:26

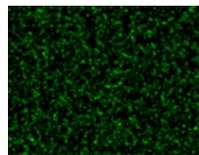
HV:15,0kV ImpD.:1,41kcps



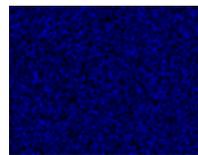
S



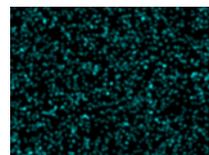
Cr



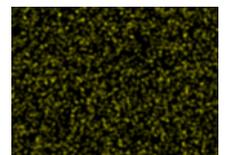
Mn



Fe



C



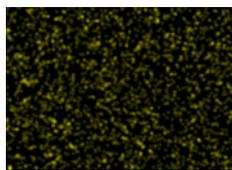
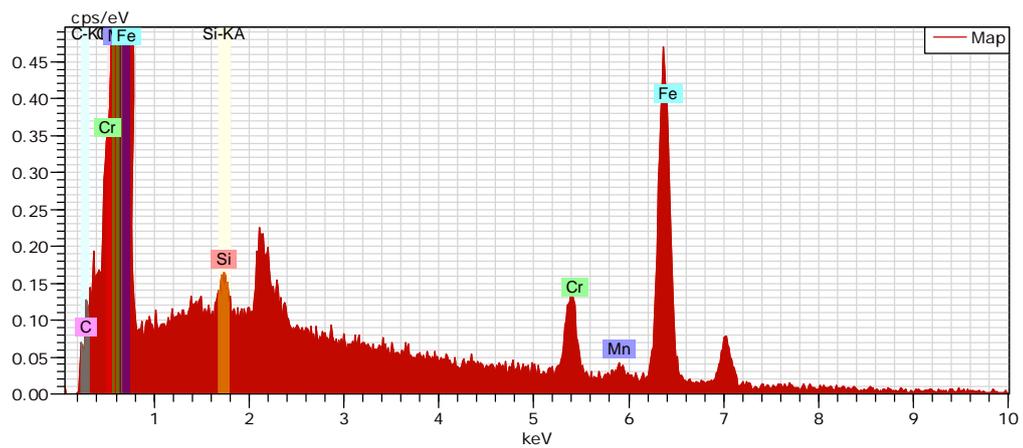
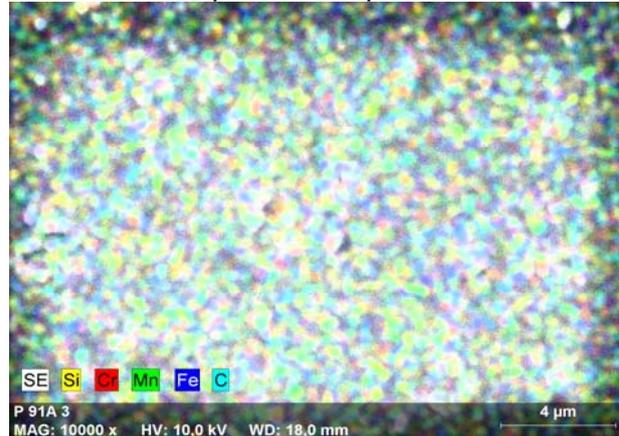
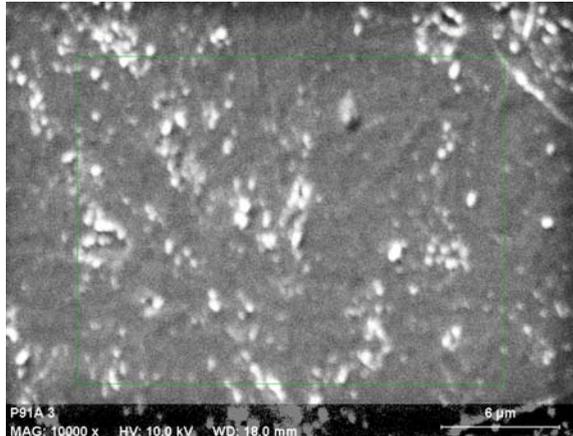
Si

Untersuchungen zum System P 91 Ausgangszustand

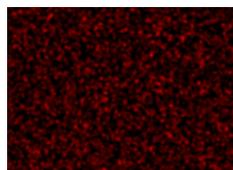


Datum: 27.10.2008 10:02:04

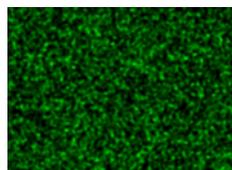
HV: 10,0kV ImpD.: 0,95kcps



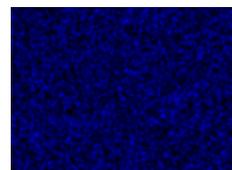
Si



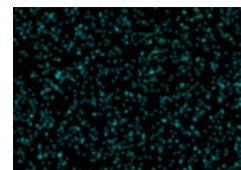
Cr



Mn



Fe

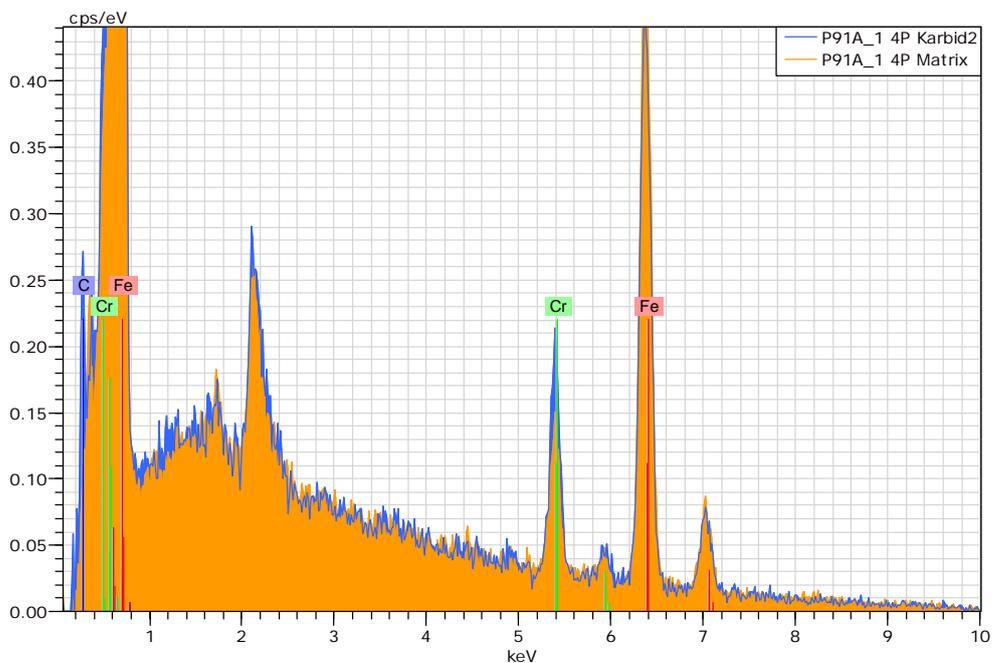
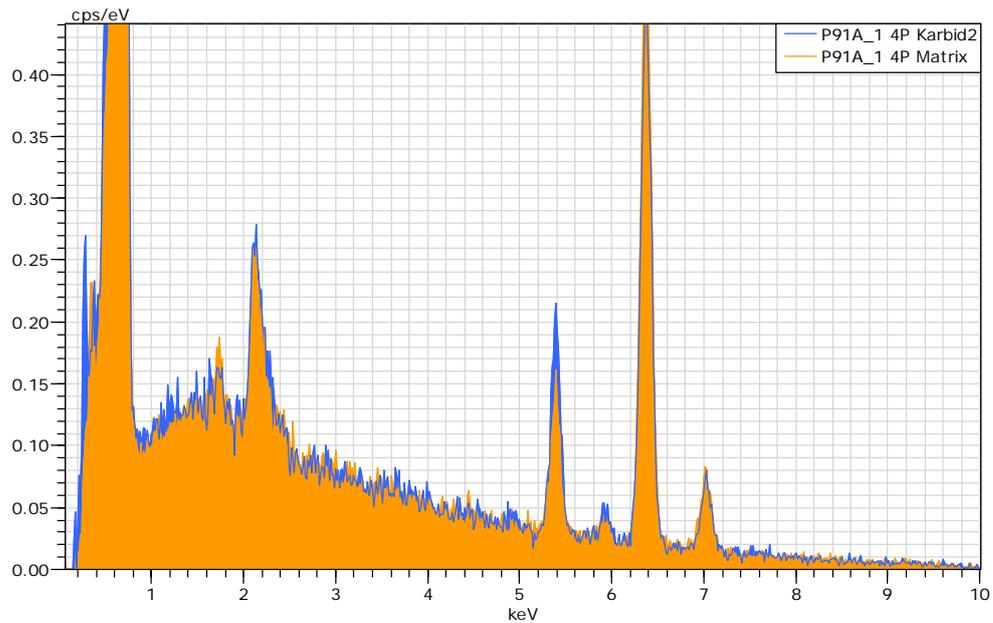


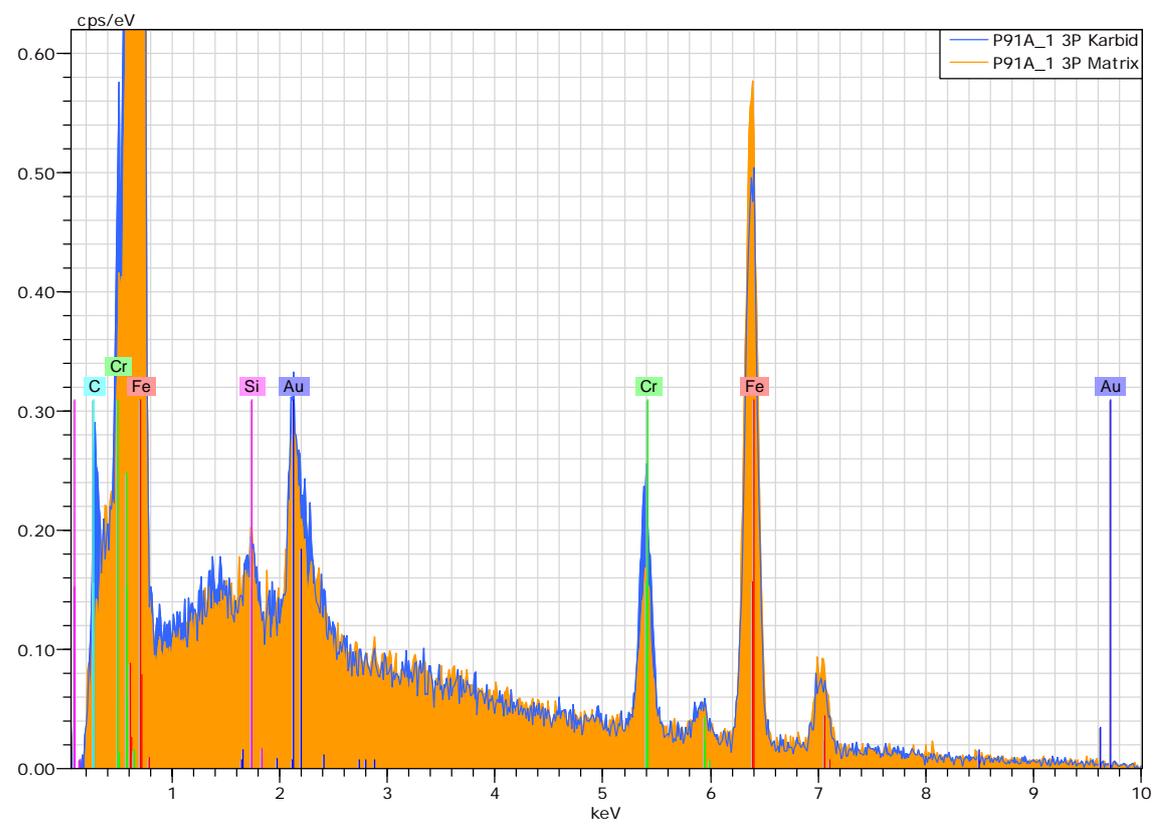
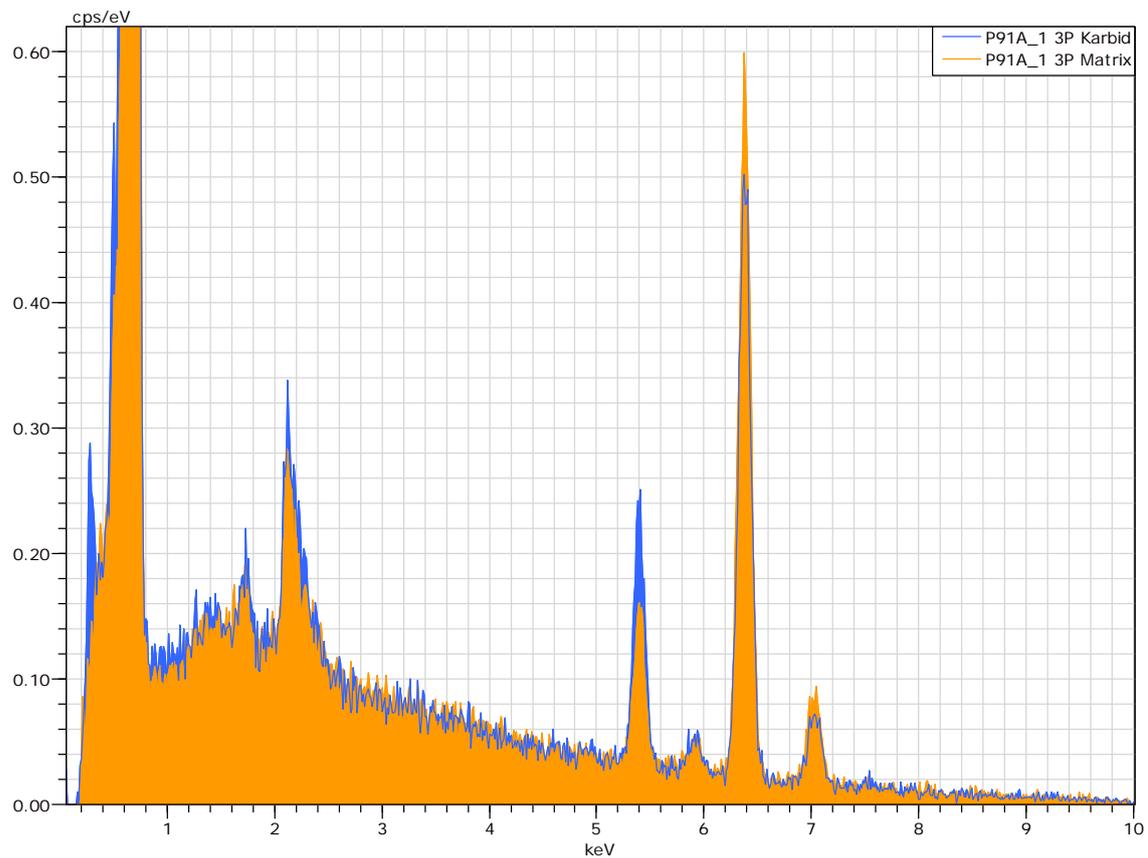
C

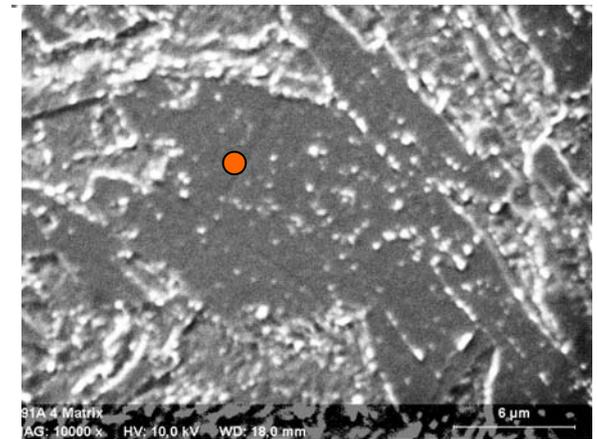
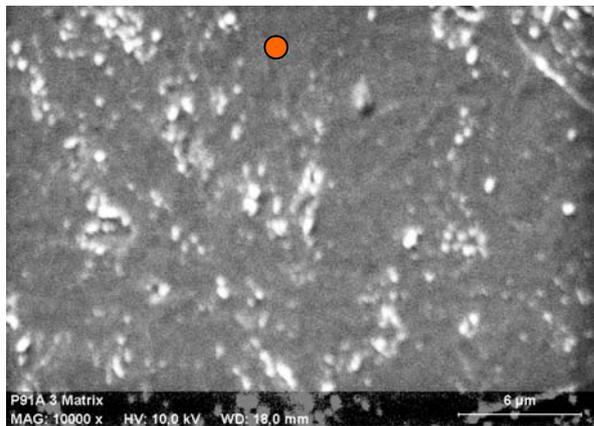
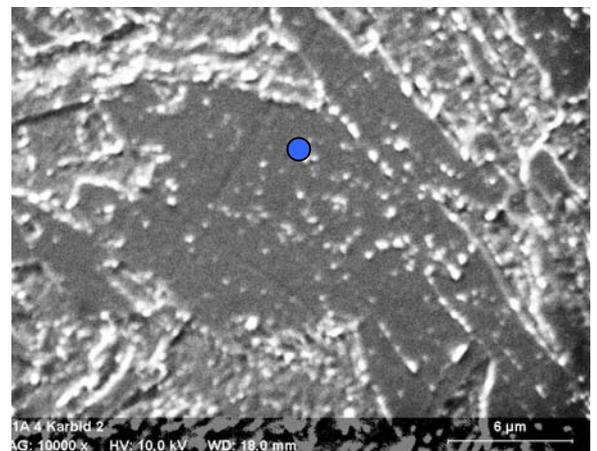
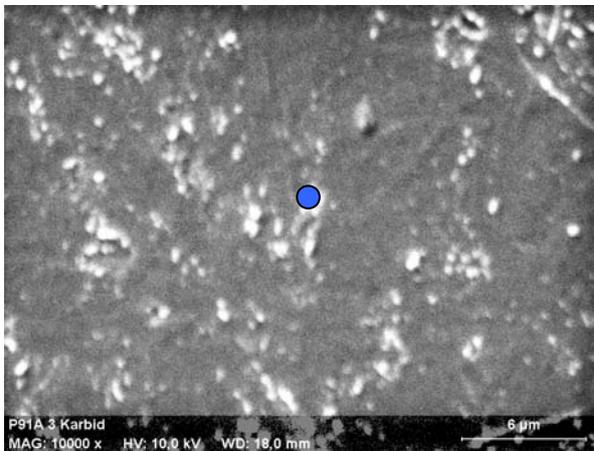
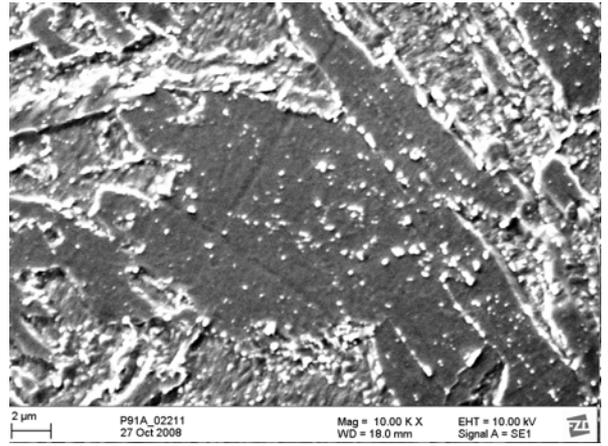
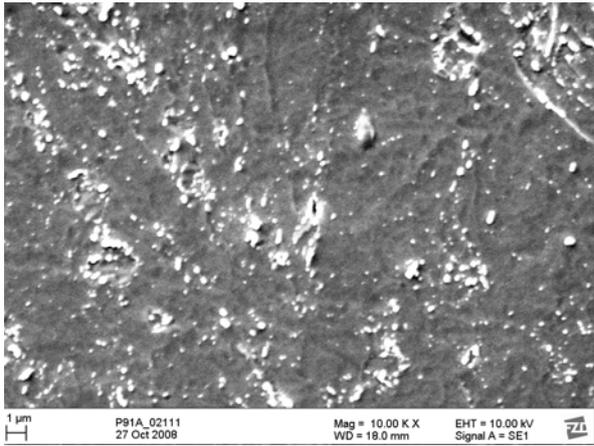
D

EDX Punktanalyse

Untersuchungen zum System P 91 Ausgangszustand





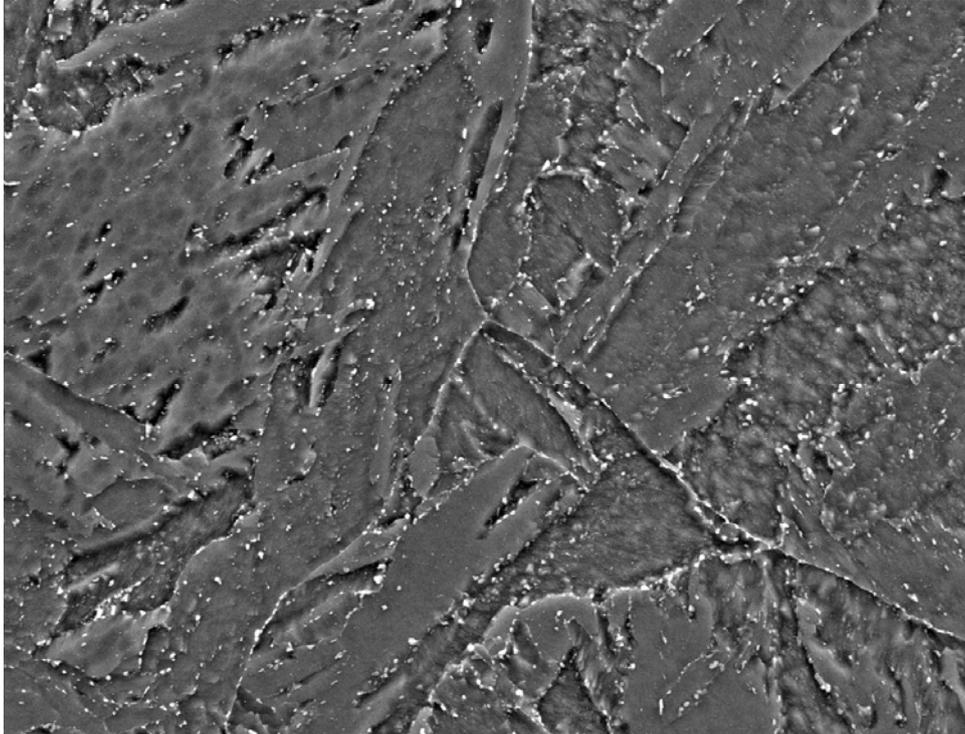


Bruker AXS Microanalysis GmbH, Germany
 Quantifizierungs-Ergebnisse
 Massenprozent, norm. (%)

Spectrum	C	Cr	Fe
P91A_1 4P Karbid2	2,34	12,14	85,52
P91A_1 4P Matrix	1,24	7,52	91,24
P91A_1 3P Karbid	2,34	13,22	84,44
P91A_1 3P Matrix	1,20	8,42	90,38
Mittelwert	1,78	10,33	87,90
Sigma:	0,65	2,78	3,41
Sigma Mittelwert:	0.32	1.39	1.71

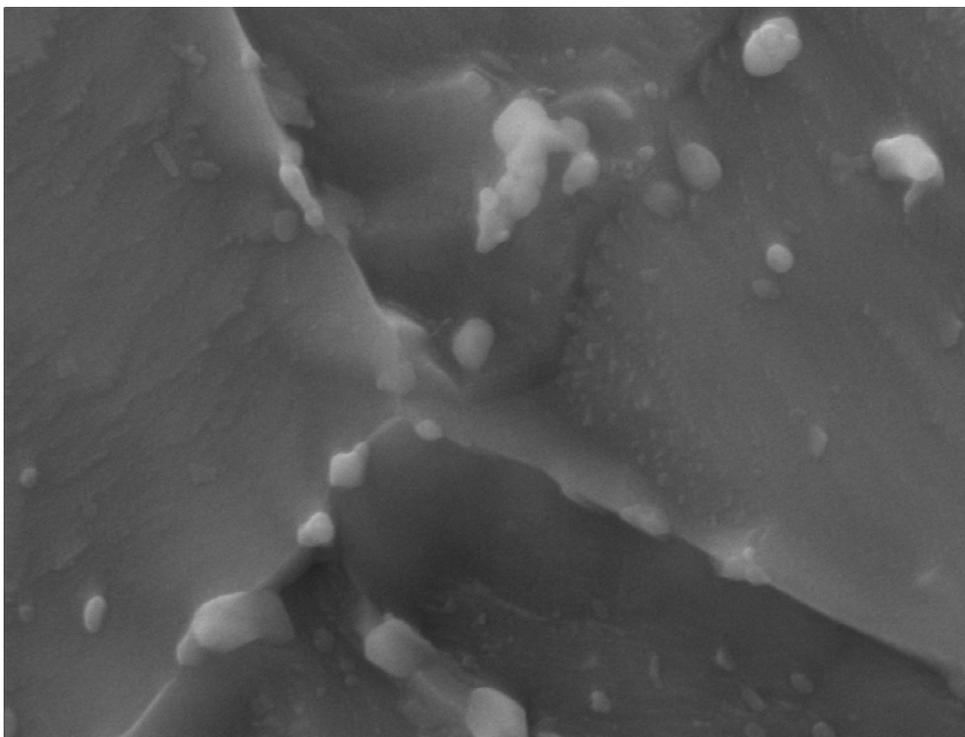
E

EDX Linienanalysen



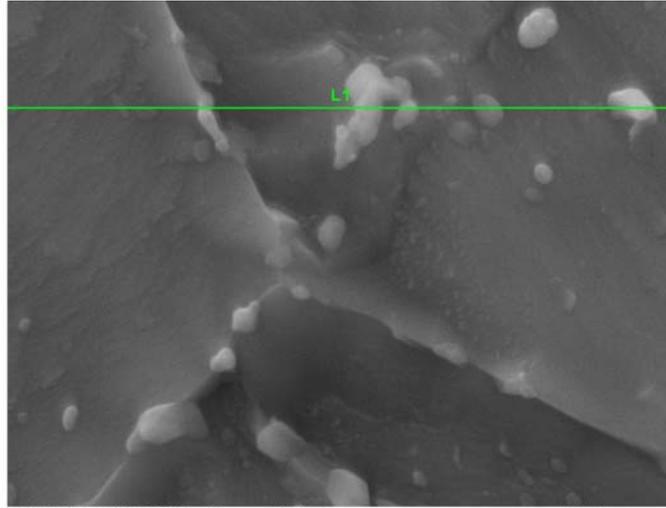
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 2000x,

— 10 μ m —

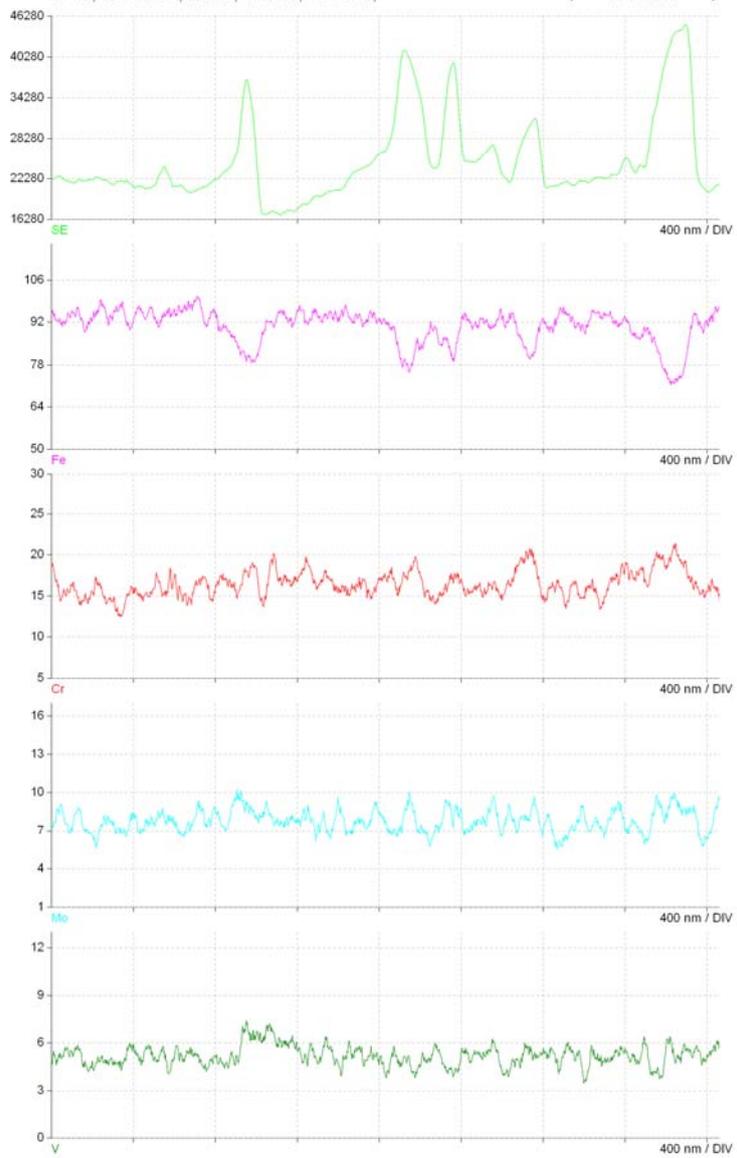


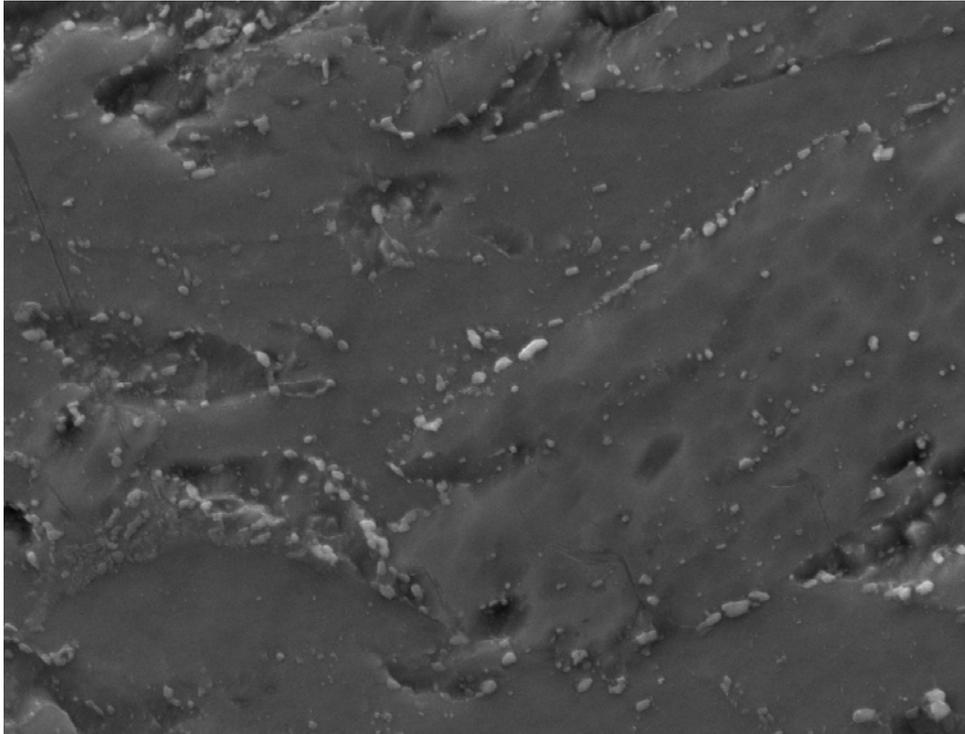
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 30000x,

— 700 nm —



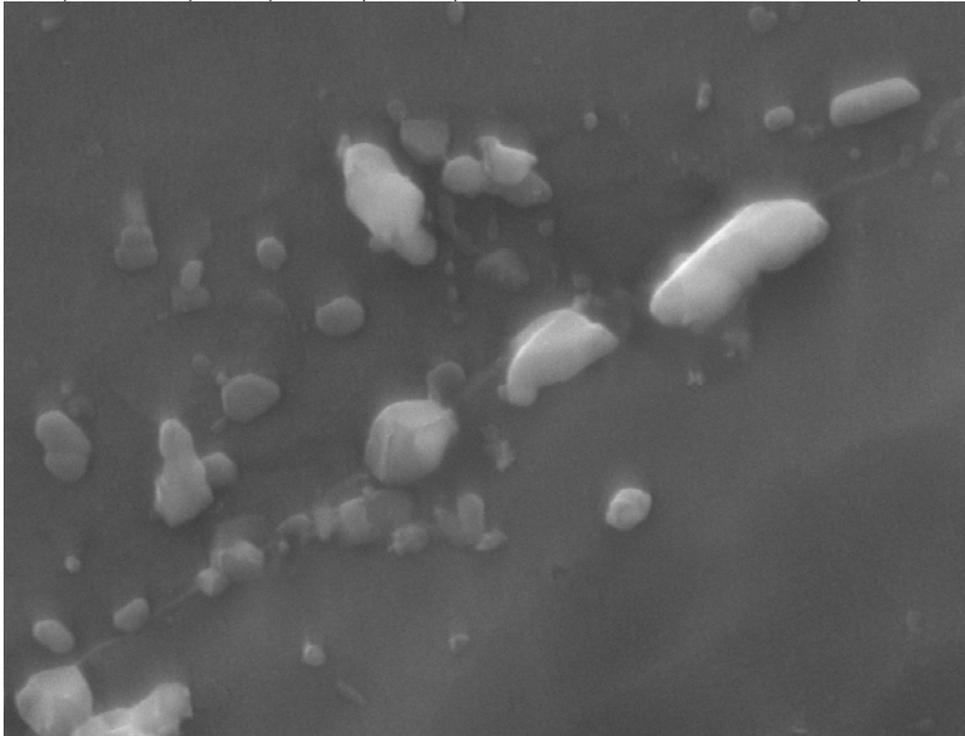
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 30000x, 700 nm





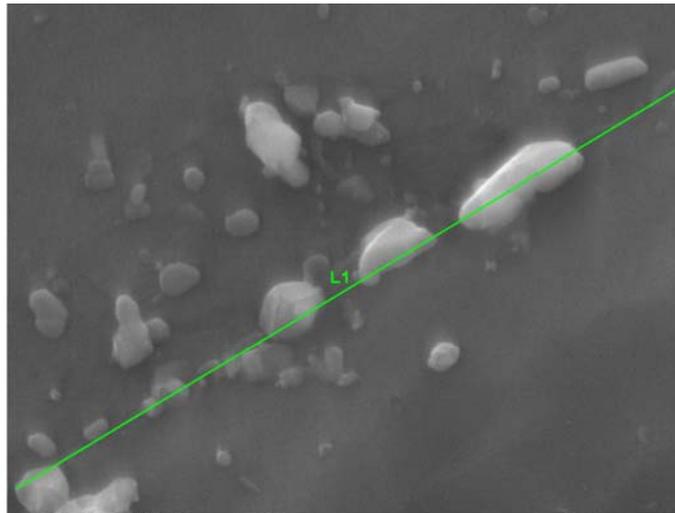
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 5000x,

4 μm

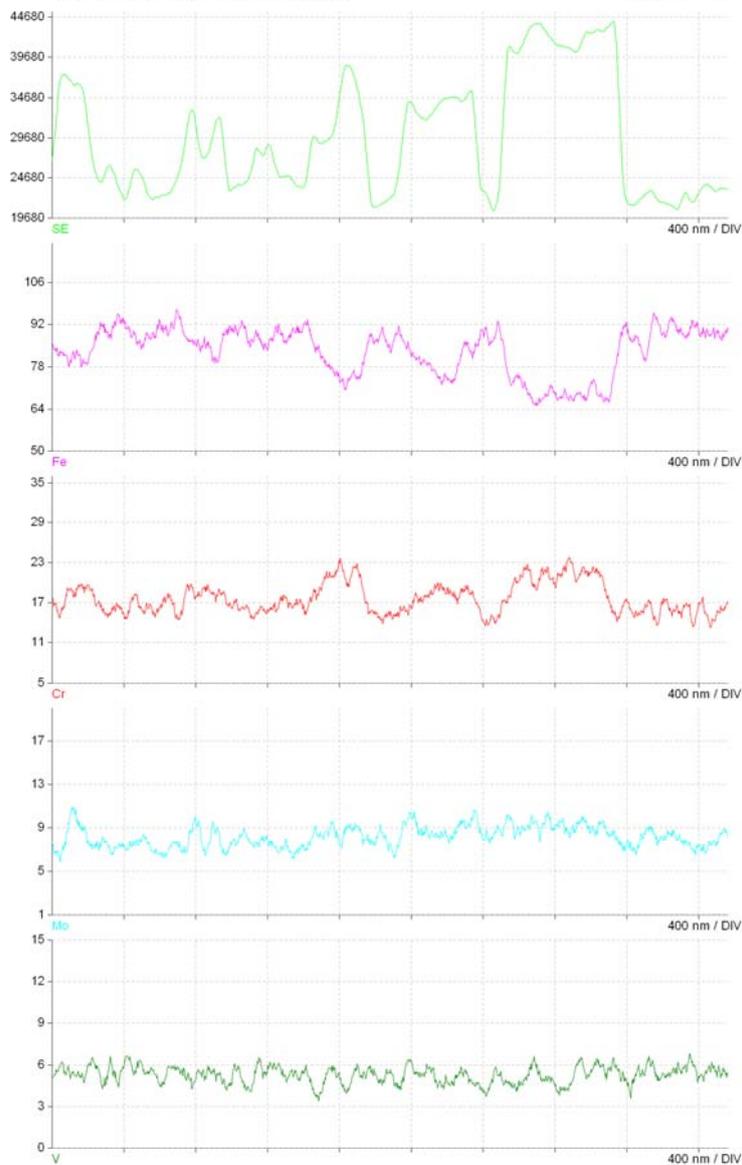


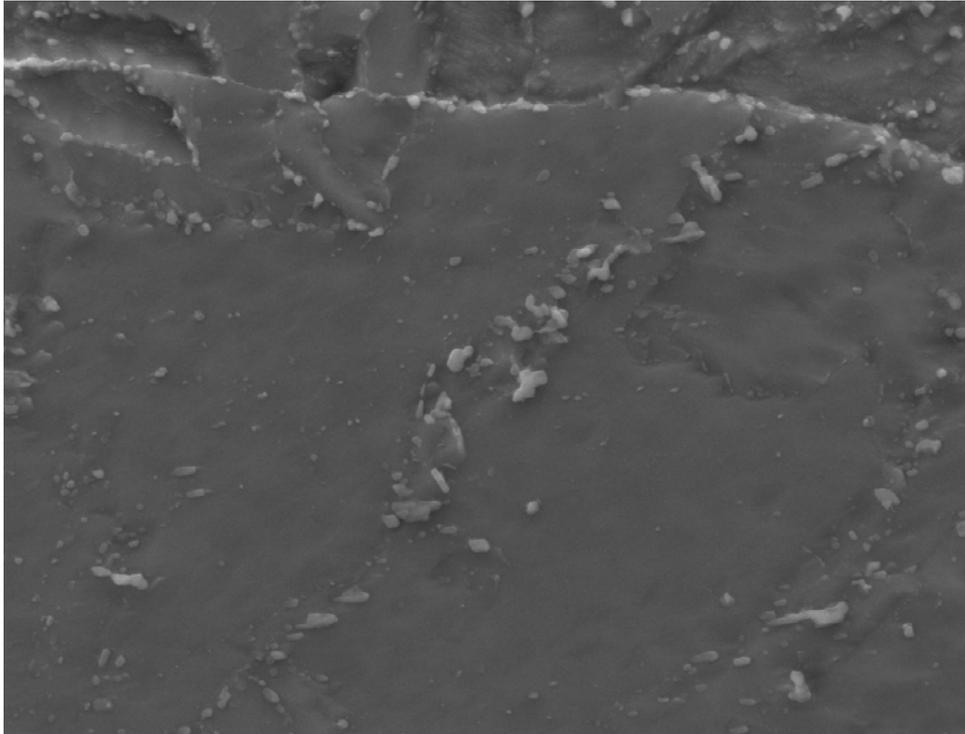
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 30000x,

700 nm



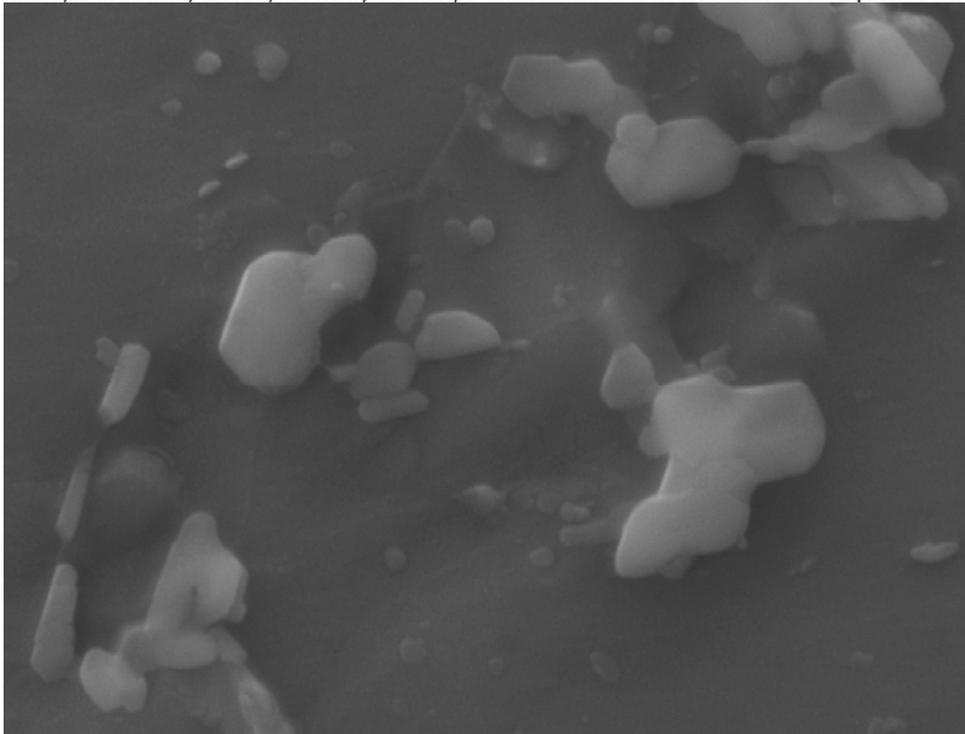
28.11.08, 20kV, 13mm, 30000x, 700 nm





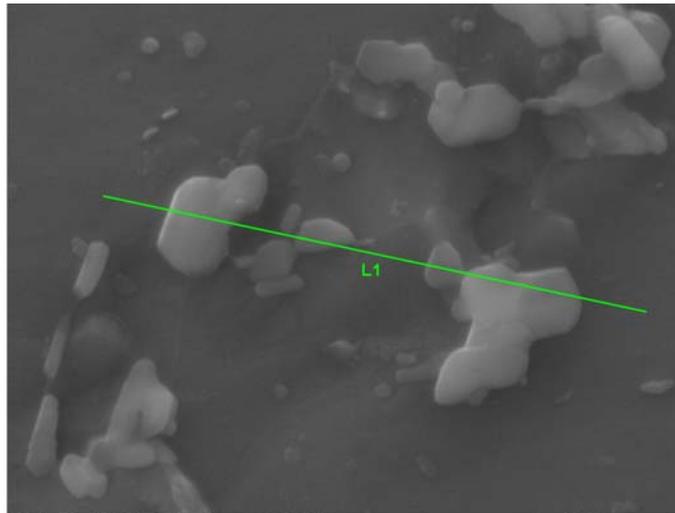
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 5000x,

4 μm



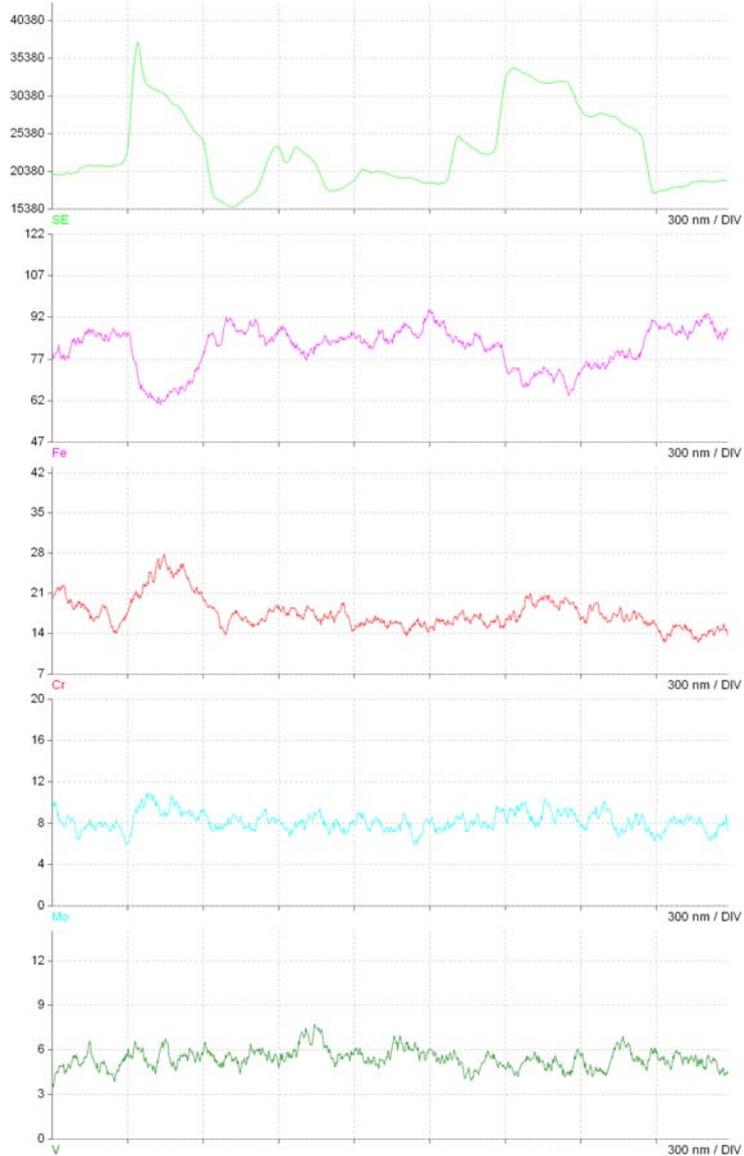
P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 30000x,

700 nm



P91, 28.11.08, 20kV, 13mm, 30000x,

700 nm



F

Härteprüfung

Messpunkt	Entfernung vom Rand [mm]	HV10
1	0,5	208
2	5,5	218
3	10,5	217
4	15,5	218
5	20,5	218
6	25,5	217
7	30,5	214
8	35,5	220
9	40,5	217
10	45,5	216
11	50,5	219
Mittelwert:		217

G

Kerbschlagbiegeversuch

Probennummer	Temperatur [°C]	Kerbschlagarbeit [J]	Bruchform	LB [mm]	Fläche kristalliner Fleck [mm ²]	Verformungsbruchanteil Messung [%]
15	-150	21,1	A	/	80,7	0
26	-120	5,6	A	/	80,4	0
4	-100	6,8	A	/	80,4	0
5	-90	16,1	C	/	80,4	0
6	-80	11	C	0,2	81,3	0
16	-80	49,2	C	0,5	74,9	7
8	-70	31,4	C	0,3	80,3	0
12	-70	71,5	E	0,8	69,9	13
25	-60	15,9	C	0,2	78,1	3
22	-60	46,3	C	0,6	76,3	5
7	-50	42,2	C	0,5	75,2	6
3	-50	42,58	E	1,0	70,3	12
11	-40	143	E	1,9	53,8	33
2	-40	148	E	1,8	38,1	52
24	-30	(165,4)	E	2,1	32,7	59
18	-30	(168,4)	E	2,1	38,8	53
19	-20	156,7	E	1,9	42,5	47
27	-10	(175,5)	E	2,0	23,9	70
23	0	(184,4)	E	2,0	26,0	68
13	10	(222,7)	F	2,3	0,0	100
10	20	(225,6)	F	1,9	0,0	100
9	50,0	(232,7)	F	2,3	0,0	100
20	100,0	(227,5)	F	2,3	0,0	100

F

Master Curve

Probe	Temp [°C]	J _{el} [N/mm]	J _{pl} [N/mm]	J _c [N/mm]	K _{Jc} [MPam ^{1/2}]	K _{Jc(1T)} [MPam ^{1/2}]	K _{Jc(limit30)} [MPam ^{1/2}]
28	-80	23,27	326,67	349,93	284,2	229,3	161
29	-110	21,19	109,56	130,75	173,7	141,8	161
30	-130	20,15	30,55	50,70	108,2	89,9	162
31	-130	21,31	36,89	58,20	115,9	96,0	164
32	-130	11,73	2,16	13,89	56,6	49,0	162
33	-130	24,25	88,90	113,15	161,6	132,2	162
34	-135	21,13	35,52	56,65	114,3	94,7	162
35	-135	23,33	47,98	71,31	128,3	105,8	162
36	-135	20,74	15,82	36,56	91,9	76,9	165
37	-120	18,64	20,67	39,31	95,2	79,6	161



Bautzner Landstr. 400
01328 Dresden, Germany
Tel. +49 351 260-2276
Fax +49 351 260-12276
a.altstadt@hzdr.de
<http://www.hzdr.de>