

UNTERSUCHUNGEN
ÜBER DEN KRIECHMECHANISMUS
VON
GROBKÖRNIGEM 15/15 CHROM-NICKEL-STAHL

VON DER
EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
IN ZÜRICH
ZUR ERLANGUNG DER
WÜRDE EINES DOKTORS DER TECHNISCHEN WISSENSCHAFTEN
GENEHMIGTE
PROMOTIONSARBEIT

VORGELEGT VON
ROBERT WIDMER
VON SEEGRÄBEN (KT. ZÜRICH)

*

Referent: Herr Prof. Dr. E. Brandenberger
Korreferent: Herr Privatdozent Dr. W. Epprecht

Leer - Vide - Empty

VORWORT

Die Themastellung der vorliegenden Arbeit über den Kriechmechanismus an einem austenitischen Stahl entsprang dem Entwicklungsprogramm der Firma Brown Boveri & Cie. auf dem Gebiete der warmfesten Materialien. Die Durchführung der Arbeit stand unter der Leitung der Herren Prof. Dr. E. Brandenberger und Privatdozent Dr. W. Epprecht, welchen ich für ihr wohlwollendes Interesse und die vielen Ratschläge und Hinweise herzlich danken möchte. Herrn Direktor Seippel und Herrn Zschokke danke ich für ihr verständnisvolles Entgegenkommen, indem sie mir ermöglichten, meine praktischen Versuche in den Laboratorien der Firma auszuführen.

Lebenslauf

Am 25. Juni 1925 wurde ich in Seegräben/Kt. Zürich geboren, wo ich von 1932 bis 1938 die Primarschule besuchte. Es folgten 2 Jahre Sekundarschule in Wetzikon und hernach 4 1/2 Jahre Kantonsschule in Zürich. Im Sommer 1944 legte ich an der Oberrealschule die Maturitätsprüfung (Typus C) ab. Nach einem Jahr Militärdienst, während welchem ich Rekruten- und Offiziersschule absolvierte, begann ich an der Abteilung für Chemie der ETH das Metallurgiestudium. Im Januar 1950 wurde mir das Diplom als Ingenieur-Chemiker mit besonderer Ausbildung in metallurgischer Richtung verliehen. Anschliessend trat ich als Ingenieur für Materialprüfung in die metallurgische Abteilung der Firma Brown Boveri in Baden ein. Dort hatte ich mich mit metallkundlichen Problemen sowie zerstörungsfreien Prüfmethoden zu beschäftigen. Insbesondere wurde mir die Gelegenheit geboten, eine Promotionsarbeit auf dem Gebiete der Metallkunde auszuführen. Die Arbeit stand unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. E. Brandenberger, das Thema gehört in den Rahmen der Entwicklungsarbeiten der Firma Brown Boveri auf dem Gebiete der warmfesten Werkstoffe.

INHALTSUEBERSICHT

	Seite
Einleitung	6
A. Versuchsmaterial und angewandte experimentelle Methoden	9
1. Versuchsmaterial	9
2. Methodik der Kriechversuche	11
3. Studium der Verformungseffekte	13
B. Ergebnisse	15
1. Röntgenfeinstrukturaufnahmen	15
2. Mikroskopische Untersuchungen	19
3. Mikrohärtmessungen	19
Zusammenstellung der Resultate der Kriechversuche	21
- Versuche bei 650° C	21
- Versuche bei 720° C	39
- Versuche bei 800° C	52
C. Diskussion der Resultate	70
1. Der zeitliche Ablauf des Kriechvorganges	70
2. Besprechung einiger Sondereffekte	75
3. Der Vorgang der Substrukturbildung	76
4. Strukturelle Veränderungen der Kristalle in Funktion von Temperatur und Beanspruchung	78
D. Zusammenfassung	80
Literaturverzeichnis	81

EINLEITUNG

Wie bekannt, erfolgt im Falle der meisten Metalle der überwiegende Teil der bleibenden Verformung durch "kristallographische Gleitung", auch wenn dabei in manchen Fällen nur ein einziges Gleitsystem betätigt wird. Demgegenüber haben Kriechversuche bei höheren Temperaturen gezeigt, dass hier mindestens unter gewissen Versuchsbedingungen neuartige Verformungsmechanismen eine Rolle spielen können. In Anbetracht dessen stellt sich naturgemäss in jedem Fall die Frage: Welcher Art sind die der Verformung zugrunde liegenden Vorgänge bei sehr geringen Verformungsgeschwindigkeiten und hohen Temperaturen verglichen mit den bei tieferen Temperaturen bestehenden?

BISHERIGE UNTERSUCHUNGEN UND ZIEL DER EIGENEN VERSUCHE

Die bisher vorliegenden Untersuchungen wurden meist an Reinetallen oder doch an homogenen Legierungen und nur zum kleinsten Teil an technisch unmittelbar interessanten Metallen durchgeführt. Zugleich wurde auf Grund von ausgedehnten Kriechversuchen an feinkörnigen Metallen nach einer formelmässigen Beschreibung der Beziehungen zwischen angelegter Beanspruchung und der Versuchstemperatur einerseits und der bleibenden Verformung andererseits, also der Gestalt der Kriechkurve gesucht. Dabei ergab sich, dass diese Beziehungen nicht von einfacher Form sein können, und dass überdies vor allem bei technischen Legierungen stets mit einer beträchtlichen Streuung der Ergebnisse aus Kriechversuchen gerechnet werden muss. Im Hinblick darauf wurden diese denn auch neuerdings unter Verwendung statistischer Methoden ausgewertet. Ausserdem wurde mit metallographischen und röntgenographischen Methoden das Verhalten einzelner Kristalle beim Kriechversuch studiert. Für solche Untersuchungen wurden meist grobkörniges Material oder Einkristalle verwendet. In Uebereinstimmung mit den Resultaten, die sich aus der Analyse der Kriechkurven ergaben, zeigte es sich, dass an der Verformung des Materials verschiedene Mechanismen beteiligt sein müssen.

Als Untersuchungsmaterial wurde vorzugsweise Aluminium gewählt, weil sich dieses für die Betrachtung der Oberfläche während der Kriechversuche besonders gut eignet. WOOD und Mitarbeiter (1 - 4) haben auf Grund solcher Kriechversuche an Reinaluminium gefunden, dass mit Erhöhung der Versuchstemperatur oder Erniedrigung der Deformationsgeschwindigkeit gewöhnliches Gleiten abgelöst wird durch einen Vorgang, den sie "cell-mechanism" nennen. Dabei zerfällt das einzelne Korn in eine Vielzahl von Subindividuen - die sogenannten Zellen - deren Grösse von Temperatur und

Deformationsgeschwindigkeit abhängt, und zwar in dem Sinne, dass die Zellen umso grösser anfallen, unter je höheren Temperaturen und mit je geringerer Deformationsgeschwindigkeit das Kriechen stattfindet. Nach WOOD ergibt sich im Gebiet des sogenannten primären Kriechens ein in der üblichen Weise gestörtes Kristallgitter, sofern die anfängliche Deformationsgeschwindigkeit relativ gross ist. Beim sekundären Kriechen mit seiner konstanten Deformationsgeschwindigkeit kommt es zur Bildung in sich ungestörter Zellen. Bei Versuchen mit geringeren Verformungsgeschwindigkeiten ist auch während des ersten Kriechabschnittes kein Stadium mit Gitterstörungen festzustellen, sondern unmittelbar eine Aufteilung der Kristalle in eine Substruktur. Weitere Formänderungen beruhen hernach darauf, dass sich die einzelnen Zellen gegeneinander verdrehen und verschieben. Wird die Beanspruchung (und damit auch die Verformungsgeschwindigkeit) noch geringer, so erreichen die Zellen schliesslich gleiche Grössenordnung wie das Korn selbst, sodass die Deformation nunmehr durch Bewegungen in den Korngrenzen erfolgt.

Nach WOOD gibt es beim Kriechen der Metalle demnach drei Mechanismen, die je nach Versuchsbedingungen einander ablösen oder zum Teil auch nebeneinander auftreten: 1. die gewöhnliche Gleitung, 2. der Zellmechanismus, 3. das Korngrenzenfliessen ("boundary micro-flow").

Aehnliche Feststellungen machten GRANT und Mitarbeiter vom MIT an Hand ihrer Kriechversuche an Aluminium (5 - 16). Darnach ist zwar gewöhnliches Gleiten möglich bis zu Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes, dagegen wurden bei höheren Temperaturen in ähnlicher Weise wie von WOOD zunehmend andersartige Deformationsvorgänge beobachtet, so Bewegungen in den Korngrenzen, die Bildung einer Substruktur, sowie die Entstehung von Falten und Knicken ("kinks"). GRANT fand, dass besonders bei höheren Temperaturen die Wanderung der Korngrenzen eine grosse Rolle spielt. Dabei verschiebt sich eine Grenzfläche zwischen zwei Kristallen derart, dass gleichzeitig ein lokaler Spannungsabbau erreicht wird.

Auch wenn diese Ergebnisse beinahe ausschliesslich auf Untersuchungen an Reinaluminium oder niedriglegierten Aluminiumlegierungen beruhen, so deuten analoge Versuche mit einigen anderen Metallen auf immerhin ähnliche Effekte. GRANT (17) und ROBERTS (18) fanden an Reinaluminium und ROBERTS (19) überdies an einer Magnesium-Cer-Legierung die gleichen Deformationsmechanismen, die bereits an Aluminium beobachtet worden waren. Daneben spielt hier die Zwillingsbildung bei der Deformation eine wesentlich grössere Rolle, wie

dies ja für hexagonale Metalle auch von anderen Studien her bekannt ist. COTTRELL und AYTEKIN (20) sowie RAMSEY (21) untersuchten das Verhalten von reinem Zink im Kriechversuch und konnten auch hier neben den üblichen Verformungseffekten die Bildung einer Substruktur feststellen.

Andere Versuche an weiteren Metallen zeigten zwar ebenfalls einen allmählichen Uebergang von der Gleitverformung - bei tiefen Temperaturen und grosser Verformungsgeschwindigkeit - zur Verformung auf Grund von Korngrenzenbewegungen - bei hohen Temperaturen und geringer Verformungsgeschwindigkeit. Deutliche Anzeichen weiterer Deformationsmechanismen konnten jedoch nicht gefunden werden, so zum Beispiel bei Kriechversuchen an Kupfer (JENKINS und DIGGES - 22 -), Gold (BUTTNER etc. - 23 -) und einer Zinn-Antimonlegierung (BETTERIDGE - 24 -). Im Anschluss an WOOD's Untersuchungen führte GIFKINS (25) Kriechversuche an einer homogenen Blei-Thalliumlegierung bei Zimmertemperatur durch. Im Bereiche grosser Kriechgeschwindigkeiten konnte normale intrakristalline Gleitung beobachtet werden, während bei der geringsten Kriechgeschwindigkeit lediglich in der Umgebung der Korngrenzen Verformungseffekte nachzuweisen waren und sich auch keine Hinweise auf neuartige Deformationsmechanismen ergaben.

Aus allen diesen experimentellen Daten ergibt sich mit Bestimmtheit folgendes:

- a) Bei den untersuchten Metallen spielen beim Kriechen bei höheren Temperaturen und geringen Verformungsgeschwindigkeiten neben "kristallographischem Gleiten" und Zwillingsbildung - also den Normalvorgängen der Kristallplastizität - weitere Deformationsmechanismen eine Rolle, so
 - die Bildung einer Substruktur (Zellmechanismus),
 - die Bildung von Deformationsbändern, Falten und Knicken (wahrscheinlich auf Zwillingsbildung zurückzuführen),
 - die Bewegungen in den Korngrenzen und Korngrenzenzonen.
- b) Die einzelnen Verformungsprozesse sind nicht streng an bestimmte Versuchsbedingungen gebunden, sondern treten sehr oft einander sich überlagernd auf; immerhin überwiegt bei tiefer Temperatur und grosser Verformungsgeschwindigkeit die kristallographische Gleitung.

Ueber die Natur der einzelnen Vorgänge bestehen jedoch noch recht verschiedene Ansichten, und zwar im wesentlichen die folgenden:

Nach WOOD ist die Substrukturbildung möglich ohne eine vorangehende Gitterstörung, als unmittelbare Folge der Beanspruchung, indem eine Aufteilung des Kornes in eine gewisse Zahl in sich ungestörter, kleinerer

Einheiten erfolgen kann, wobei diese umso grösser ausfallen, je geringer die angewandte Beanspruchung ist. Die hernach erfolgende bleibende Verformung kommt vorab dadurch zustande, dass diese Zellen sich gegeneinander verschieben.

Obschon die Versuche anderer Forscher zu gleichen oder ähnlichen Ergebnissen führten, wurden daraus zum Teil andere Folgerungen gezogen, so zum Beispiel von CAHN (26), GREENOUGH und SMITH (27, 28), WYON und CRUSSARD (29, 30), GRANT etc. (8, 11) und McLEAN (31). Von diesen Autoren wird angenommen, dass die beobachtete Substruktur die Folge einer inhomogenen Beanspruchung und der damit verbundenen Gitterverbiegungen ist. Infolge der hohen Temperatur geht die Entfestigung durch Diffusion so schnell vor sich, dass die durch plastische Deformation entstandenen Kristalltrümmer bereits nach kurzer Zeit wieder ein ungestörtes Gitter aufweisen. Darnach wäre also die entstandene Substruktur ihrem Wesen nach durchaus vergleichbar mit einer Polygonisationsstruktur, wie sie beim Anlassen von kaltverformtem Material entsteht. Im Gegensatz zu WOOD ist von den zuvor genannten Verfassern keine Bewegung in den Substrukturgrenzen beobachtet worden. Auch die Abhängigkeit der Grösse der Zellen von Beanspruchung oder Deformationsgeschwindigkeit - gemessen über einen ganzen Probestab - scheint fraglich, nachdem festgestellt wurde, dass die Verformung über einen grösseren Bereich ausserordentlich ungleichmässig verläuft. (So hat zum Beispiel GRANT auf Grund von Dehnungsmessungen über kleine Bereiche gefunden, dass sich Betrag und Geschwindigkeit der Dehnung an verschiedenen Stellen der gleichen Probe um ein Vielfaches voneinander unterscheiden.

Während WOOD lediglich von einer gleitlosen Verformung spricht und sich bewusst von einer atomistischen Erklärung distanziert, wurde zum Beispiel von GREENOUGH und SMITH (27) eine plausible Hypothese auf Grund der Versetzungstheorie vorgeschlagen.

Obwohl Stahl das wohl wichtigste Gebrauchsmetall ist - insbesondere in neuester Zeit auch im Gebiete hoher Temperaturen - sind hier erst wenige grundsätzliche Untersuchungen über das Verhalten im Kriechversuch bei hohen Temperaturen gemacht worden. HOMES (32) hat mit Röntgenfeinstrukturaufnahmen im Verlaufe von Kriechversuchen festgestellt, dass unter gewissen Bedingungen das Material verfestigt, unter andern aber im anfänglichen, rekristallisierten Zustand verbleibt. An kaltverfestigten Stäben, die anschliessend gegläht wurden, konnte im Verlaufe des Entfestigungsvorganges Polygonisation festgestellt werden. JENKINS und MELLOR (33) fanden nach Kriechversuchen an handelsüblichem, niedriglegiertem Stahl im Mikrobild eine Art Substruktur. DUNN und DANIELS (34) untersuchten das

Verhalten von kaltgewalztem Dynamoblech im Verlaufe der Anlassbehandlung und konnten dabei die Bildung einer Substruktur durch Polygonisation beobachten.

EPPRECHT (35) hat mit seinen Untersuchungen an grobkörnigem austenitischem Stahl gezeigt, wie sich der Kriechvorgang in seinem intra- und interkristallinen Mechanismus röntgenographisch und metallographisch erfolgreich verfolgen lässt. Er konnte zwar keinen Zellmechanismus oder ein Korngrenzenfließen feststellen, indes rührt dies nach EPPRECHT davon her, dass bei den gewählten Versuchsbedingungen - relativ hohe Verformungsgeschwindigkeit und tiefe Temperatur - nur normale Gleitverformung besteht.

PROBLEMSTELLUNG DER EIGENEN VERSUCHE

Die vorliegende Arbeit entstand im Anschluss an die erwähnten Untersuchungen von EPPRECHT: es sollte an einem stabilen, grobkörnigen Austenitstahl studiert werden, ob auch hier wie bei anderen bereits untersuchten Metallen die Gleitverformung bei langsamer Deformation durch andere Mechanismen abgelöst werde. Angesichts der bereits vorliegenden Resultate war es dabei gegeben, dem Gebiet der kleinen Kriechgeschwindigkeiten und hoher Temperaturen besondere Aufmerksamkeit zu schenken.

A. VERSUCHSMATERIAL UND ANGEWANDTE EXPERIMENTELLE METHODEN

1. Versuchsmaterial

Bei der Wahl eines für unsere Untersuchung geeigneten Werkstoffes war zweierlei massgebend:

Zunächst sollte das Material so beschaffen sein, dass die mechanischen Vorgänge beim Kriechen möglichst einfach, nämlich frei von störenden Nebeneinflüssen, verfolgt werden konnten. Aus diesem Grunde kamen nur einphasige Legierungen in Betracht, die über das ganze interessierende Temperaturgebiet stabil bleiben. Ausserdem mussten die Kristalle gross genug sein, um eine eindeutige Charakterisierung der Korngrenzzone und des Korninnern zu gestatten. Die Kristalle mussten somit Durchmesser von mehreren mm besitzen. Andererseits sollte die Legierung sich nicht allzu sehr von technisch verwendeten warmfesten Stählen unterscheiden, weil damit die gewonnenen Resultate auf diese übertragen werden können. Auf Grund dieser Forderungen durften Versuche mit einer Legierung von 15 % Nickel, 15 % Chrom und 70 % Eisen als aussichtsreich erscheinen. Nach verschiedenen Literaturangaben sollten an solchem Material keinerlei Ausscheidungen eintreten, falls der Gehalt an Kohlenstoff weniger als 0,02 % be-

tragen würde. Dies machte ein Erschmelzen im Vakuumofen notwendig. Die Proben selber wurden hernach teils Gussbolzen (Durchmesser 65 mm, das Zentrum wurde nicht verwendet), teils Walzstangen (8-kant, Schlüsselweite 18 mm) entnommen.

Während sich der Guss direkt zu Proben verarbeiten liess, erforderten die Walzstangen eine zusätzliche Rekrystallisationsglühung. Auf Grund orientierender Versuche erwies sich dabei folgendes Vorgehen als zweckmässig:

1. Material unbearbeitet: Glühung während 2 h bei 1100° C, Luftabkühlung,
2. Bearbeitung der Proben,
3. Kaltrecken der Proben um 3 %,
4. Glühung während 24 h bei 1350° C in Schutzgas (Argon).

Zur näheren Charakterisierung des verwendeten Materials wurden vorerst die Eigenschaften bei Zimmertemperatur bestimmt; dabei ergab die chemische Analyse folgende Zusammensetzung (in Gewichts-%):

Material	C %	Ni %	Cr %	Mn %	Si %	Mo %	Ti, Nb, W %	Fe %
gewalzt + rekrist.	0,04	15,15	14,8	0,46	0,25	0,07	-	Rest um 70
gegossen	0,05	15,45	14,7	0,40	0,25	0,07	-	Rest um 70

Trotzdem die Legierung im Vakuumofen erschmolzen wurde, konnte der gewünschte niedrige Kohlenstoffgehalt nicht erreicht werden. Wie an einem Löserückstand röntgenographisch festgestellt wurde, enthält das Mate-

rial in der Tat einen kleinen Anteil an Kohlenstoff in Form von Chromkarbiden.

Die mechanischen Eigenschaften der beiden Materialien sind praktisch dieselben; so ergab der Zugversuch nach VSM:

Material	Dehnmess- länge mm	Streckgr. kg/mm ²	Zugfestigk. kg/mm ²	Bruchdeh- nung %	Kontrakt- tion %
gewalzt + rekrist.	50	15,0	37,7	44,0	64
gegossen	50	12,1	38,8	46,4	70

Sowohl Guss als auch gewalztes Material haben eine Kerbzähigkeit, die über 30,4 kgm/cm² liegt (höchster messbarer Wert beim VSM-Versuch).

Die Gefügeuntersuchung zeigte, dass ein grosser Teil der Körner die gewünschte Grösse von 2 - 5 mm aufweist. Daneben sind allerdings viele kleinere und

auch wenige grössere Kristalle vorhanden. Während beim gegossenen Material sehr oft Stengelkristalle auftreten, besteht bei den rekristallisierten Proben eine solche Ausbildung nicht. Umgekehrt sind im Rekristallisationsgefüge sehr viele Zwillinge anzutreffen. Dies war für die Untersuchung von Bedeutung, weil sich Zwillingsgrenzen bekanntlich wesentlich anders verhalten als Korngrenzen (siehe Abb. 1a und 1b). Das

Mikrogefüge bestätigte das Resultat der chemischen Analyse: Das Material ist nicht vollkommen homogen; neben den Verunreinigungen in Form von Oxyden (Desoxydationsprodukte), wie sie ohnehin immer auftreten, bedingte der zu hohe Kohlenstoffgehalt (vor allem beim gegossenen Material) die Ausscheidung von Karbiden, und zwar in den Korngrenzen wie auch im Korninneren sichtbar (siehe Abb. 1c und 1d).

Makrophotos von Staboberfläche im Anlieferungszustand (X 10)

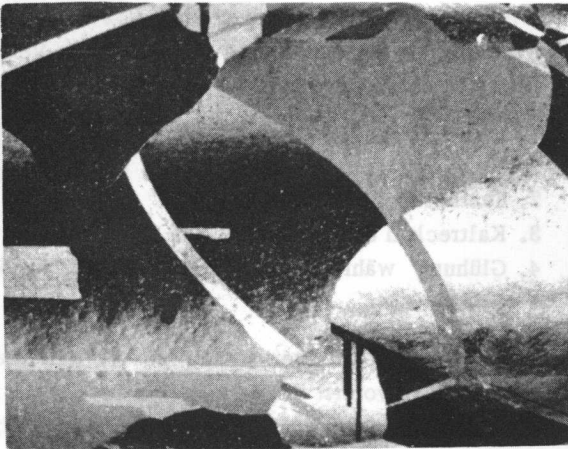


Abb. 1a: gewalzt und rekrist.

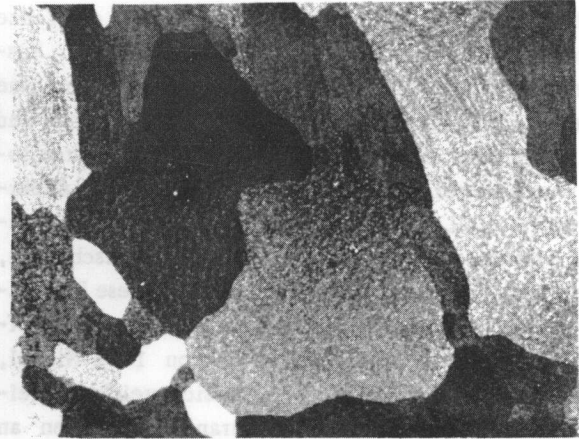


Abb. 1b: gegossen

Aetzung nach Tabelle II, 1b.

Mikrophotos aus Querschliff im Anlieferungszustand (X 150)

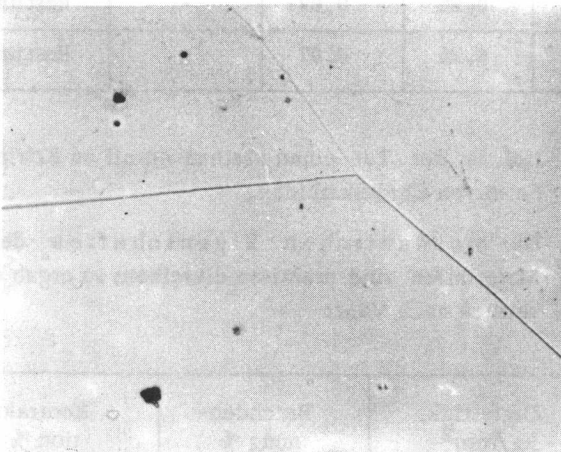


Abb. 1c: gewalzt und rekrist.

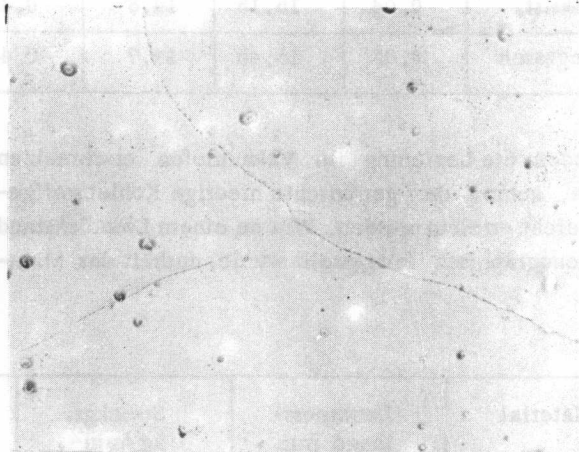


Abb. 1d: gegossen

Aetzung nach Tabelle II, 2b.

Zugversuche bei höherer Temperatur (nämlich jenen Temperaturen, bei denen anschliessend Kriechversuche durchgeführt werden sollen) gaben ein

unter den interessierenden Versuchsbedingungen und liessen zugleich die bei den Kriechversuchen geeigneten Beanspruchungen abschätzen.

TABELLE I: Zugversuche bei Temperaturen zwischen 650 und 800° C. Belastungsdauer: 5 ± 1 Min.

Temperatur °C	Material	Dehnmesslänge mm	Streckgrenze kg/mm ²	Zugfestigkeit kg/mm ²	Bruchdehnung %	Kontraktion %
650	gewalzt + rekr.	50	10,6	20,2	33,6	54
	gegossen	50	12,0	21,2	45,2	60
720	gewalzt + rekr.	50	6,6	18,5	42,0	53
	gegossen	50	7,1	19,1	31,6	47
800	gewalzt + rekr.	50	6,1	19,7	34,5	70
	gegossen	50	6,5	19,9	39,0	56

Die Streuung bei diesen Resultaten ist verständlich, wenn berücksichtigt wird, dass es sich um grobkörniges Material handelt und damit die individuellen Gefügeverhältnisse der Proben eine wesentliche Rolle spielen.

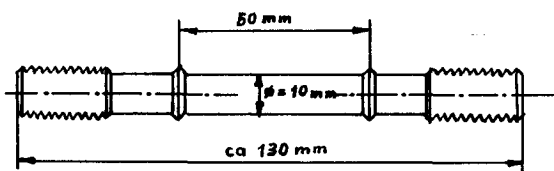
Zur Feststellung allfälliger Veränderungen des Materials infolge einer längeren Glühung ohne

Beanspruchung wurden Proben bei den vorgesehenen Versuchstemperaturen von 650°, 720° und 800° C während 2000 Stunden im Ofen belassen und zugleich deren Gefüge an ein und derselben Stelle periodisch untersucht; in keinem Fall wurde eine Zunahme der nichtmetallischen Einschlüsse oder irgendwelche andere Gefügeveränderungen beobachtet.

2. Methodik der Kriechversuche

Bei den Kriechversuchen wurden Rundstäbe mit den in Abb. 2 angegebenen Abmessungen verwendet, wobei an jenen aus gegossenem Material vorerst die von der Bearbeitung herrührende kaltverformte Oberflächenzone entfernt werden musste.

Abb. 2: Probestab für Kriechversuche



Erfahrungsgemäss reicht die merkliche Verformung durch Drehen und Schleifen bei austenitischen Stählen maximal 0,5 mm tief (siehe z.B. 36). Der Abtrag dieser Schicht erfolgte elektrolytisch; über die dabei eingehaltenen Arbeitsbedingungen siehe Tabelle II. Gewinde und Messbund der Probestäbe wurden für diese Behandlung mit einem säurebeständigen Lack abgedeckt. Beim gewalzten Material war dagegen nur ein geringer Abtrag notwendig, da die Bearbeitung dieser Stäbe vor der Rekristallisationsglühung erfolgte. Bei den derart

elektropolierten Stäben konnte die Oberfläche nach erfolgter Aetzung mit schwacher Vergrösserung mikroskopisch untersucht werden.

Bei der benützten Prüfmaschine befinden sich 15 Proben im gleichen Ofen, und zwar je 3 Stäbe in einer Kette. Die Belastung erfolgt durch aufgelegte Gewichte; diese wirken auf die Stabkette über einen auf einem Schneidelager liegenden Hebelarm im Verhältnis 1:75. Diese Anordnung hat den Vorteil, dass sich zahlreiche Proben mit einer verhältnismässig einfachen Vorrichtung prüfen lassen. Dabei muss allerdings in Kauf genommen werden, dass beim Herausnehmen einzelner Proben die Temperatur im ganzen Ofen etwas gestört wird, weshalb wo immer möglich alle Proben gleichzeitig zur Dehnungsmessung ausgebaut wurden. Alle Versuche wurden in Luft ausgeführt.

Bei der beschriebenen Anlage musste mit den folgenden Messfehlern gerechnet werden:

Bei der Belastung entstehen Abweichungen infolge kleiner Unterschiede zwischen den Gewichtsplatten, Ungenauigkeit des Uebersetzungsverhältnisses und der Reibung. Eichmessungen ergaben, dass bei den kleinsten Beanspruchungen (0,5 kg/mm²) im ungünstigsten Fall sich ein Fehler von ca. ± 0,05 kg/mm² ergeben kann.

Bei höheren Beanspruchungen wird der relative Fehler etwas kleiner.

An den der Temperaturmessung anhaftenden Fehlern sind beteiligt:

Abweichungen der 15 an verschiedenen Stellen im Ofen befindlichen Stäbe gegenüber der registrierten mittleren Ofentemperatur	+ 2,8 - 2,2° C
Abweichung der mittleren Temperatur der Stäbe von der Anzeige des eingebauten Thermoelements	± 1,5° C
Genauigkeit der verwendeten Thermo-elemente und Anzeigegenauigkeit des Messgerätes	± 2,0° C
Gesamtfehler im ungünstigsten Fall	<u>ca. ± 6 ° C</u>

Bei unseren Versuchen wirkt vor allem störend, wenn Temperatur und Beanspruchung während eines Versuches am gleichen Stab schwanken. Unterschiedliche Verhältnisse von Probestab zu Probestab haben dagegen keine nachteiligen Folgen für das Studium der Kriecheffekte, indem Uneinheitlichkeit des Materials die Kriechgeschwindigkeit weit stärker beeinflusst.

Auf Grund der in der Literatur bereits vorliegenden Ergebnisse und der eigenen Vorversuche wurde den Kriechversuchen folgendes Programm zugrunde gelegt:

Als Versuchstemperaturen wurden 650°, 720° und 800° C gewählt; einerseits durften in diesem Temperaturbereich die an andern Metallen gefundenen Verformungsmechanismen erwartet werden, andererseits ist die Verzunderung bis 800° C noch nicht unzulässig stark.

Die zweckmässigen Beanspruchungen ergaben sich auf Grund der Zeitstandkurven bei den einzelnen Temperaturen. Alles in allem wurden an Kriechversuchen durchgeführt:

- Versuche mit 17 Stäben bei 650° C mit Belastungen von 1 - 8 kg/mm²
- Versuche mit 14 Stäben bei 720° C mit Belastungen von 2 - 8 kg/mm²
- Versuche mit 24 Stäben bei 800° C mit Belastungen von 0,5 - 8 kg/mm²

Zusätzlich zu diesen 55 Versuchen mit grobkristallinen Proben kamen je 3 Versuche mit feinkörnigem Material bei 650° und 800° C.

Aus einer Gruppe von 2 - 4 Probestäben, die unter denselben Bedingungen standen, wurde je ein Exemplar zu besonders eingehender Untersuchung der Gefügeverhältnisse ausgesucht und dabei vor allem einige Kristallgruppen mit Lupe und Mikroskop betrachtet und durch Skizze und photographische Aufnahmen festgehalten, der Kristallzustand im Korninneren und an der Korngrenze mit Laueaufnahmen gekennzeichnet. Sofern sich

keine Verformungseffekte zeigten, konnte sich die Untersuchung der übrigen Proben auf eine Betrachtung unter der Lupe und die Dehnungsmessung beschränken. Der Ausbau der Stäbe erfolgte periodisch, je nach Kriechgeschwindigkeit nach kürzerer oder längerer Zeit. Dabei wurde insbesondere darauf geachtet, dass der Stab nicht unbelastet bei höherer Temperatur im Ofen blieb. Die oben beschriebenen Gefügeuntersuchungen wurden in grösseren Zeitabschnitten ausgeführt, und zwar in der Regel 2 - 3 mal, vorerst bei einer Dehnung $\epsilon < 3\%$, dann bei $\epsilon = \text{ca. } 5\%$ und schliesslich bei $\epsilon = \text{ca. } 10\%$.

Der einzelne Kriechversuch nahm damit folgenden Verlauf:

- Untersuchung der Probestäbe im polierten und geätzten Zustand,
- Einbau in den aufgeheizten Ofen und Belastung,
- Kriechversuch unter Konstanthaltung von Belastung und Temperatur,
- Ausbau und Untersuchung,
- Korrektur der Belastung auf neuen Durchmesser und Wiedereinbau.

Die Korrektur der Belastung auf einen neuen Durchmesser war notwendig, weil durch Entzundern und Elektropolieren stets einige Zehntelmillimeter abgetragen wurden. Noch besser wären natürlich Kriechversuche mit konstanter Beanspruchung, also kontinuierlicher Anpassung der Belastung an den Querschnitt, gewesen, was jedoch eine erheblich kompliziertere Versuchseinrichtung bedingt hätte als die zur Verfügung stehende.

Die Versuche wurden fortgesetzt, bis das Kriechen praktisch zum Stillstand kam, bezw. der Dehnbetrag so gross war, dass der Bruch in nächster Zeit zu erwarten war, oder aber während eines längeren Zeitabschnitts gleichartige Verformungseffekte bestanden. Nach Abschluss des letzten Kriechversuchs wurden die Stäbe zur Herstellung von Mikroschliffen längs und quer zerschnitten.

Die in den nachfolgenden Tabellen aufgeführten Kriechkurven orientieren über den prinzipiellen Versuchsablauf. Falls eine eingehende Untersuchung erfolgte, ist dies in der Kurve mit einem Pfeil markiert. Sofern nichts anderes angegeben, wurde der Versuch beendet, ohne dass der Stab gebrochen war. In den meisten Fällen ist für die eingehend untersuchten Stäbe die Kriechgeschwindigkeit angegeben (über die Gesamtdehnmesslänge), und zwar bedeuten $V_{\text{konst.}}$ die Geschwindigkeit für das sekundäre Kriechen und V_E die Geschwindigkeit bei Abbruch des Versuchs.

Die im einzelnen angewandten Untersuchungsmethoden richteten sich nach dem Ziel der Versuche, die eingetretenen Verformungseffekte in Funktion von Temperatur und Beanspruchung möglichst genau zu erfassen.

Zur Bestimmung der Dehnung wurde die Länge der Gesamtprobe am ausgebauten Stab gemessen (siehe Abb. 2). Bei der Messlänge von 50 mm musste mit einem Fehler von $\pm 0,02\%$ gerechnet werden, entsprechend der Mikrometergenauigkeit von $\pm 0,01$ mm. Der Fehler wurde allerdings grösser, falls der Messbund durch Oxydation seine ursprüngliche Form verändert hatte oder der Stab sich einseitig verformte. Im letzteren Falle war natürlich darauf zu achten, die Längenmessungen für eine Kriechkurve immer an derselben Stelle auszuführen.

Die Kriechkurve, die aus den Messungen über den ganzen Stab erhalten wird, gibt einen groben Anhaltspunkt für die Verformungsgeschwindigkeit der einzelnen Zonen. Nun hängt aber die Möglichkeit der plastischen Verformung der einzelnen Kristalle von ihrer Lage zur Zugachse und ihrer Orientierung zu den Nachbarkristallen ab, was Dehnungsmessungen über kleinere Bereiche

oder im Extremfall gar über einzelne Körner wünschenswert macht ("component creep-curves"). Dies wurde im vorliegenden Fall auch versucht, jedoch ohne Erfolg, da die Merkpunkte (Vickers-Härteeindrücke) nach dem Kriechversuch infolge der Oxydation nicht mehr zu erkennen waren. Grössere Eindrücke wären als Marken unzweckmässig gewesen, da solche die Verformung zu stark beeinflusst hätten. Merkpunkte im Gefüge (z.B. Zusammenstossen dreier Körner) genügten dem gewünschten Zweck ebenfalls nicht, da die Veränderung der relativen Lage, hervorgerufen durch den Zunderabtrag, oft grösser war als die Kriechdehnung.

Mit der periodischen Messung der Stabquerschnitte konnten allfällige Einschnürungsstellen gefunden werden. Ausserdem war eine Messung nach dem elektrolytischen Abtrag notwendig, um die Belastung in der geschilderten Art korrigieren zu können. Diese Messungen erfolgten mit einem Spitzenmikrometer (Genauigkeit $\pm 0,01$ mm).

3. Studium der Verformungseffekte

Nach dem Ausbau wurden die Stäbe zuerst mit einer Binokularlupe auf gröbere Verformungseffekte, Anrisse usw. untersucht. Anschliessend erfolgte die Entfernung des Zunders mechanisch und durch Elektropolieren (Bedingungen für das Polieren und Aetzen siehe Tabelle II). Auch die Mikroschliffe aus zerschnittenen Proben wurden elektrolytisch poliert; ihre mikroskopische Untersuchung erfolgte in der Regel mit dem Zeiss-Neophot, in einigen Fällen - für die Herstellung von Phasenkontrastmikrobildern - mit dem Mikroskop von Bausch und Lomb.

Für Mikrohärtmessungen, sei es an den intakten Stäben oder den Schliffen, diente ein Kentrongerät (Bausch und Lomb Optik) mit Belastungen von 10 g und 100 g, wobei die Eindruckdiagonale eine Länge von ca. 13μ resp. 40μ aufwies.

Röntgenaufnahmen an den Probestäben und Mikroschliffen nach der Laue-Rückstrahlmethode dienen zunächst der Kennzeichnung des Kristallzustandes an verschiedenen Stellen des einzelnen Kornes, insbesondere einem Vergleich zwischen Kristallinnerem und den Randzonen, dazu aber auch der Orientierung des Kristalls gegenüber der Zugachse und gegenüber Nachbarkristallen.

Die Aufnahmebedingungen waren: ungefilterte Cr-K-Strahlung, Blende 0,4 mm, Film eben, Abstand Präparat/Film 20 mm, 37 (resp. 39) KV, 9 mA, 70 - 80 Min. Belichtungszeit.

Auch wenn die Aufnahmen mit drei verschiedenen Chrom-Röhren angefertigt wurden, so waren deren

Fokusbilder doch derart gleich, dass Aufnahmen von verschiedenen Röhren ohne weiteres miteinander verglichen werden konnten.

Damit der Primärstrahl am gewünschten Ort auf das Material auftraf, wurde an der betreffenden Stelle ein Stücklein Fluoreszenzstoff befestigt. Bei der verwendeten Kamera konnte der Stab zudem um seine Längsachse gedreht und in achsialer Richtung verschoben werden. Das folgende Beispiel (Abb. 3) zeigt das im einzelnen befolgte Vorgehen.

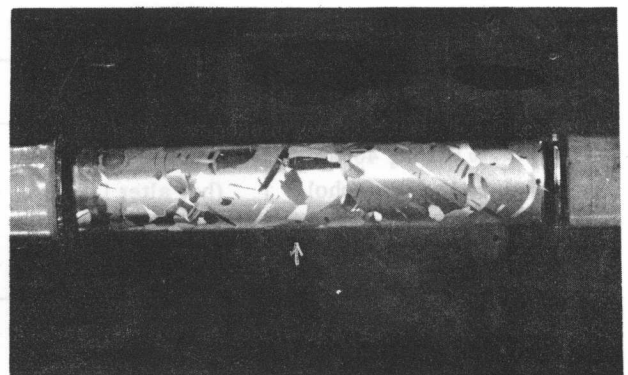


Abb. 3: Stab im Anlieferungszustand, Vergrösserung 1,5 X. Es wird die mit Pfeil bezeichnete Kristallgruppe in der Stabmitte betrachtet.

Im Falle von Aufnahmen an Mikroschliffen wurde analog verfahren und dabei der Leuchtkörper unter dem Mikroskop an die richtige Stelle gesetzt.

Bei der Bestimmung der kristallographischen Orientierung fand die Methode von STAEBLEIN und SCHLECHTWEG (37) und von GRENINGER (38) Anwendung.

TABELLE II: Bedingungen für Elektropolieren und Aetzen

1. GANZE STAEBE

a) Elektropolieren

Elektrolyt	Stromdichte	Temperatur	Abtrag
25 Vol. % H ₂ SO ₄ konz. 69 Vol. % H ₃ PO ₄ 85%ig 6 Vol. % H ₂ O	0,3 Amp. /cm ² (bei alter Lösung etwas mehr)	70 - 80° C	ca. 0,1 mm/ 30 Min.

Während der Elektrolyse Vertikalbewegung des Probestabes durch Vibrator.

b) Aetzen, elektrolytisch

Elektrolyt	Stromdichte	Temperatur	Aetzdauer
55 Vol. % HCl konz. 15 Vol. % H ₂ SO ₄ konz. 30 Vol. % H ₂ O	0,1-0,2 Amp. /cm ²	20 - 30° C	ca. 5 Sek. für Be- trachtung mit Bino- kular und Mikroskop. 20 - 30 Sek. für Röntgenaufnahmen.

2. MIKROSCHLIFFE

a) Elektropolieren

Elektrolyt	Stromdichte	Temperatur	Polierdauer
20 Vol. % HClO ₄ 40%ig 70 Vol. % Aethylalkohol 10 Vol. % Glycerin	1 Amp. /cm ² (bei alter Lösung etwas mehr)	unter 30° C	30 Sek. Bei Entfernung der kaltverformten Oberflächenschicht ca. 5 Min.

b) Aetzen

Aetzmittel	Aetzdauer
40 Vol. % HCl konz. 30 Vol. % 5%ige alkoholische Pikrinsäure 3 Vol. % HNO ₃ konz. Rest Aethylalkohol	2 - 5 Min.

B. ERGEBNISSE

Von der Gesamtheit der untersuchten Proben sollen in der nachfolgenden Zusammenstellung vor allem diejenigen im Detail beschrieben werden, deren Verhalten

für die Versuchsergebnisse von Bedeutung ist. Das Vorgehen war dabei das folgende:

1. Röntgenfeinstrukturaufnahmen

Damit nicht in jedem Einzelfall das Interferenzdiagramm ausführlich beschrieben werden muss, wurden 11 Fälle als Normaltypen der Interferenzeffekte ausgewählt (siehe Tabelle III).

Bei der Betrachtung der Veränderungen des Kristallzustandes können im wesentlichen zweierlei Effekte unterschieden werden: Falls der Kristall in Subindividuen von mikroskopisch sichtbarer Grösse und idealem Gitteraufbau aufgeteilt wird, ist der Effekt im Lauediagramm direkt nachweisbar. In solchen Fällen soll von einer Grobaufteilung oder von der Bildung einer Zellstruktur die Rede sein. Sind dagegen die als Folge der plastischen Verformung entstandenen Kristallbruchstücke sehr klein, so ist zwar im Lauediagramm eine zunehmende Verwaschung der Einzelreflexe zu beobachten, es kann jedoch derselbe Interferenzeffekt im Falle von Gitterverbiegungen zustande kommen. In Zukunft wird deshalb von einer Feinstruktur gesprochen, wenn eine derartige Feinaufteilung begleitet von Gitterverbiegungen (unbekannter Grösse) charakterisiert werden soll.

Es ist darauf zu achten, dass die auf den Diagrammen sichtbaren Interferenzen grundsätzlich verschiedenen Ursprung haben können:

a) Sofern der Kristall im Bereiche des Primärstrahls weitgehend ideal gebaut ist (d.h. Verbiegungen höchstens einige Minuten, Orientierungsdifferenzen von Substruktureinheiten gegeneinander ebenfalls höchstens von gleicher Grössenordnung), so ergeben sich Interferenzpunkte durch Beugung von weissem Röntgenlicht (übliches Lauediagramm). Wenn in solchen Fällen eine Gitterebene zufällig die Cr-K-Strahlung reflektiert, so resultiert naturgemäss ein übermässig intensiver Interferenzfleck (Typ o).

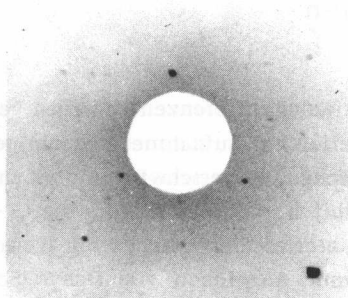
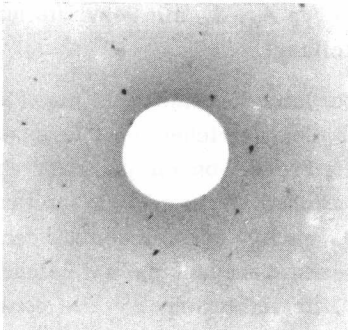
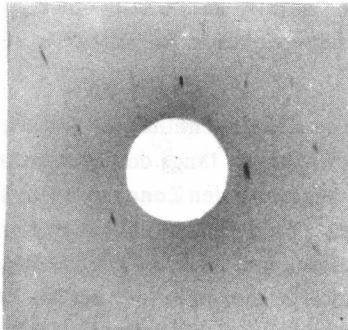
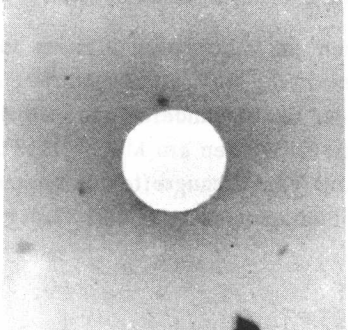
b) Falls die Orientierungsdifferenzen zwischen verschiedenen Kristallteilen am Aufnahmepunkt einige Grade und mehr ausmachen, so verschwinden die Laueinterferenzen allmählich, während sich für die Cr-Eigenstrahlung die Interferenzmöglichkeiten vermehren, bis im Diagramm Anzeichen von Debye-Scherrer-Ringen und schliesslich vollständige Interferenzkreise sichtbar werden (Typ A_4 , A_5 mit Feinaufteilung, B_4 , B_5 mit Grobaufteilung).

c) Von besonderem Interesse sind nun jene Fälle, bei denen innerhalb des Bereiches der Röntgenaufnahme Orientierungsdifferenzen von einigen Minuten bis einigen Graden bestehen. Dazu gehören Interferenzbilder vom Typ A_1 bis A_3 , bei welchen aus den zunehmend verwaschenen Lauepunkten auf Feinaufteilung begleitet von Gitterverbiegungen geschlossen werden kann, während bei den Beispielen B_1 bis B_4 die gebildete Zellstruktur direkt auf Grund einer Aufteilung der einzelnen Lauepunkte nachweisbar ist (Grobaufteilung).

Sofern zwei Kristalle sich gegeneinander verschoben haben, d.h. bei Bewegungen längs der Korngrenzen oder in der unmittelbar angrenzenden Zone, so sollte sich dies aus einer Aufnahme an der entsprechenden Korngrenzzone feststellen lassen, und zwar als gegenseitige Lageverschiebung der Interferenzpunkte der beiden Kristalle. Eine solche Bewegung konnte bei unseren Versuchen allerdings in keinem Falle sicher nachgewiesen werden.

Bei den Aufnahmen an Mikroschliffen ist zu beachten, dass es sich dabei nicht um "Durchschnittsbilder" des Gesamtzustandes der Probe handeln kann. Im Anschluss an den Kriechversuch wurden am Mikroschliff Aufnahmen an Stellen mit Verformungseffekten gemacht, die bei den gewählten Bedingungen besonders häufig sind.

TABELLE III: Typen von Laue-Rückstrahlungen

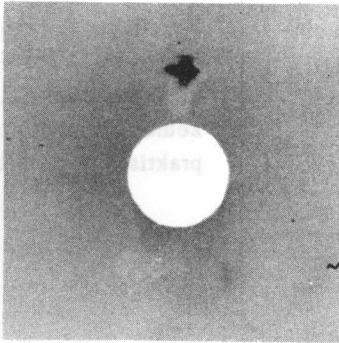
Typ No.	Interferenzbild	Kristallzustand
0		Ungestörter Einkristall.
A ₁		Kristallgitter wenig verbogen, resp. in Subindividuen sehr geringer Lagedispersion und geringer Grösse aufgeteilt.
A ₂		Einfache Verbiegung deutlich. Orientierungsdifferenz bis einige Grad (Lagedispersion mit einer Hauptzone).
A ₃		Mehrfache Verbiegung. Gitter aufgerauht (allgemeine Lagedispersion)

Typ No.

Interferenzbild

Kristallzustand

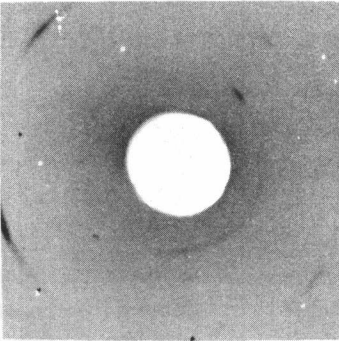
A₄



Abnahme der Intensität der Laueeinzelreflexe so stark, dass nur noch die intensivsten sichtbar sind; diese sind stark verwaschen, zum Teil sind bereits Sichel- von Debye-Scherrer-Ringen sichtbar. Grundschwärzung von Streustrahlung stark.

Gitterstörungen stark. Lage- dispersion grösser als einige Grade.

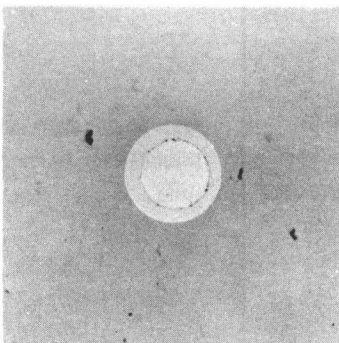
A₅



Laueinterferenzen verschwunden, Debye-Scherrer-Ringsegmente, oft auch vollständige Ringe von Cr-Eigenstrahlung vorhanden. Keine Dublettaufspaltung, starke periphere Unterschiede in der Schwärzung.

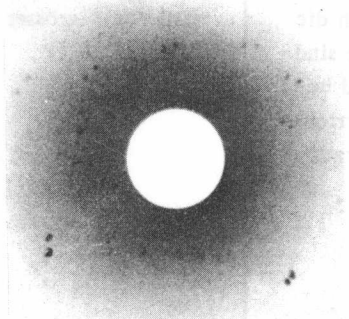
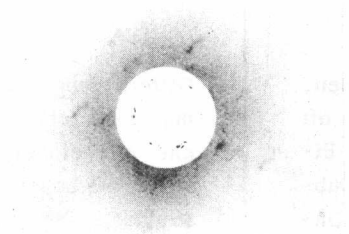
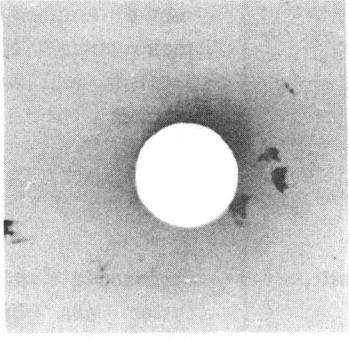
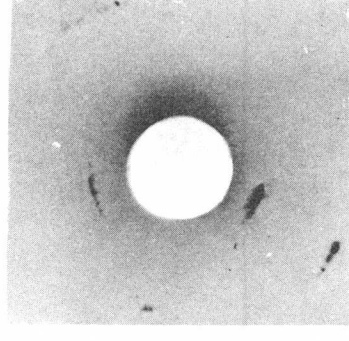
Gitterstörungen so stark, dass nur noch sehr kleine Bereiche mit einheitlicher oder wenig verbogener Kristallstruktur. Die Desorientierung geht oft so weit, dass die Netzebenen praktisch alle möglichen Winkelbereiche umfassen. Keine makroskopisch oder mikroskopisch sichtbare Kornaufteilung.

B₁



Laueinterferenzen schwach aufgeteilt, jedoch etwas verschmiert.

Beginnende Kornaufteilung, Gitter der Einzelblöcke leicht gestört.

Typ No.	Interferenzbild	Kristallzustand
B ₂	 <p data-bbox="601 361 1020 436">Gut sichtbare Aufteilung der Laueinterferenzen (starke Streustrahlung).</p>	<p data-bbox="1096 361 1421 532">Deutliche Kornaufteilung in Substruktur. Orientierungsdifferenz ca. 1°. Die einzelnen Elemente sind in sich praktisch ungestört.</p>
B ₃	 <p data-bbox="601 744 1020 840">Aufteilung der Lauepunkte etwas stärker als bei B₂, jedoch verschmierte Einzelreflexe.</p>	<p data-bbox="1096 744 1421 883">Deutliche Kornaufteilung. Die Einzelelemente sind jedoch etwas verbogen. Lage dispersion 1 - 2°.</p>
B ₄	 <p data-bbox="601 1127 1020 1287">Aufteilung der Lauepunkte über größere Winkelbereiche. Ursprüngliches Lauemuster nicht mehr erkennbar. Die Einzelinterferenzen zum Teil verwaschen, zum Teil scharf.</p>	<p data-bbox="1096 1127 1421 1298">Substruktur, wobei Orientierungsdifferenzen bis mehrere Grad. Die Einzelelemente sind zum Teil ungestört, zum Teil verbogen.</p>
B ₅	 <p data-bbox="601 1510 1020 1670">Laueinterferenzen nicht mehr sichtbar, sondern nur Interferenzpunkte auf Debye-Scherrer-Ringen. Diese sind zum Teil scharf, zum Teil verwaschen.</p>	<p data-bbox="1096 1510 1421 1617">Wie B₄, jedoch grössere Unterschiede in der Orientierung.</p>

2. Mikroskopische Untersuchungen

Im Verlauf der periodisch unterbrochenen Kriechversuche wurden die Stäbe vor allem auf mikroskopisch sichtbare Verformungseffekte untersucht. Sofern sich solche zeigten, ist dies in den Tabellen oder dem dazugehörigen Text angegeben. Immerhin ist zu beachten, dass feine Gleitlinien, Substrukturen usw. an den runden Stäben mit verhältnismässig grob geätzten Ober-

flächen nicht leicht zu erkennen sind. Deshalb konnten in vielen Fällen röntgenographisch festgestellte Verformungseffekte von der Mikrountersuchung nicht bestätigt werden. Dagegen stimmten die Ergebnisse bei der Untersuchung von Mikroschliffen zerschnittener Stäbe miteinander gut überein.

3. Mikrohärtmessungen (siehe Tabelle IV)

Mikrohärtmessungen an den ganzen Probestäben und an Mikroschliffen ergaben folgendes:

- Es wurden bei Anlieferung und nach dem Kriechversuch von Korn zu Korn Unterschiede in der durchschnittlichen Mikrohärt gefunden, wie sie auf Grund der Kristallanisotropie erwartet werden konnten. Beim gegossenen Material konnten überdies Unterschiede von derselben Grössenordnung zwischen einzelnen Dendriten und den interdendritischen Zonen festgestellt werden, was damit zusammenhängen dürfte, dass die Menge der Karbidausscheidungen in den Dendriten nicht gleichmässig und zwischen den Dendriten am grössten ist.
- Bei wiederholten Härtemessungen während der Kriechversuche lagen die Abweichungen vom ersten Messwert innerhalb der erfahrungsmässigen Messstreuung von $\pm 10\%$.
- Ein Vergleich der Messwerte in Korngrenzonen und im Korninnern liess im Mittel keine systematischen Unterschiede in der Mikrohärt und damit im Verformungsgrad nachweisen.

Diese Ergebnisse zeigen, dass sich Mikrohärtmessungen für den gewünschten Zweck, nämlich der Charakterisierung des verformten Zustandes, wenig eignen. Dies steht im Einklang mit den Resultaten von TUCHSCHMID (39), der mit Mikrohärtmessungen an kaltverformten Proben nur geringe Differenzen zwischen offensichtlich verschieden stark verformten Zonen gefunden hat. Es ist verständlich, dass bei unseren Proben die Unterschiede noch kleiner sein müssen, da diese im Kriechversuch bei hoher Temperatur verformt wurden und damit eine nur geringe Verfestigung erfahren konnten.

TABELLE IV: Mikrohärtmessungen

Beispiele von Messungen an Staboberflächen, im Verlaufe des Kriechversuches

Vickershärte, Belastung 100 g.

Messreihen über mehrere Körner, mit 0,2 mm Abstand zwischen benachbarten Messpunkten. Nach dem Ausbau des Stabes erfolgten dieselben Messungen möglichst an den gleichen Stellen wie zuvor. Bei den notierten Härtezahlen handelt es sich um Mittelwerte aus je 3 Messungen; zudem sind Beispiele gewählt worden, bei denen am ehesten eine messbare Verfestigung zu erwarten war.

Stab No. 111

Kriechversuch bei 650° C, 6 kg/mm², Material gegossen.

Korn	Messpunkt	Härtewerte in kg/mm ² (HV 0.1)			
		Anlieferung	102 Std. $\epsilon = 2,09\%$	293 Std. $\epsilon = 5,00\%$	1129 Std. $\epsilon = 11,00\%$
a	1	102	110	108	116
	2	108	105	118	121
	3	120	112	124	125
	4	112	120	118	108
	5	105	106	104	105
	6	115	115	102	110
b	7	130	120	108	114
	8	118	115	112	116
	9	112	123	121	103
	10	105	112	110	108
	11	116	108	115	121
	12	120	105	120	128

Korn a zeigt auf Grund der Röntgenaufnahme schwache, Korn b starke Verformungseffekte (Bildung einer Substruktur)

Stab No. 104

Kriechversuch bei 650° C, 8 kg/mm², Material gewalzt und rekristallisiert.

Korn	Messpunkt	Härtewerte in kg/mm ² (HV 0,1)			
		Anlieferung	Kriechversuch nach:		
			5 Min. ε = 5,43 %	15 Std. ε = 7,02 %	98 Std. ε = 10,30 %
a	1	131	136	131	135
	2	128	132	133	128
	3	135	130	131	130
	4	131	134	129	133
	5	127	128	128	127
b	6	114	119	112	115
	7	111	121	116	114
	8	108	114	118	122
	9	112	117	121	111
	10	115	110	112	113

Beide Körner zeigen auf Grund der Röntgendiagramme anfänglich schwache und später starke Verformungseffekte

Stab No. 103

Kriechversuch bei 800° C, 8 kg/mm², Material gewalzt und rekristallisiert.

Korn	Messpunkt	Härtewerte in kg/mm ² (HV 0,1)			
		Anlieferung	Kriechversuch nach:		
			10 Sek. ε = 3,58 %	10 Min. ε = 6,14 %	20 Min. ε = 9,58 %
a	1	120	117	120	117
	2	110	114	118	122
	3	117	120	126	126
	4	124	127	122	128
	5	127	131	129	130
	6	117	121	130	125
b	7	102	110	112	110
	8	105	105	109	108
	9	97	108	102	98
	10	94	97	96	102
	11	108	94	98	95
	12	105	105	101	105

Beide Körner zeigen auf Grund der Röntgenaufnahme starke Verformungseffekte (Bildung einer Substruktur mit leicht verbogenen Einzelementen).

ZUSAMMENSTELLUNG DER RESULTATE DER KRIECHVERSUCHE

Versuche bei 650° C

BEANSPRUCHUNG: 1 kg/mm², MATERIAL GEWALZT
UND REKRISTALLISIERT
(Abb. 4: Kriechkurven)

Probe No. 53 (Tab. IV)

Aus den Laueaufnahmen ist zunächst ersichtlich, dass ein Kristall im allgemeinen umso eher verformt wird, je günstiger die an sich möglichen Gleitsysteme zur Richtung der äusseren Beanspruchung liegen. Unter Umständen wird überhaupt keine Deformation erfolgen, wie dies zum Beispiel bei Korn c der Fall war. Dagegen wurde bei Korn e trotz ungünstiger Gleitdisposition Verformung beobachtet. Dabei muss berücksichtigt werden, dass die Beanspruchung eines Kristalls im Haufwerk nie homogen ist, da stets eine Beeinflussung durch die benachbarten Körner erfolgt. Dies äussert sich auch darin, dass die unmittelbaren Korngrenzengzonen stets eher stärker verformt wurden, als das Innere der entsprechenden Körner.

Probe No. 51

Nach 500 Std. Kriechen wurden interkristalline Ausscheidungen beobachtet, später auch intrakristalline. Auch im Endzustand haben die Lauebilder noch immer scharfe Einzelinterferenzen, was auf ein nach wie vor ungestörtes Kristallgitter hinweist (Typ 0) (Stab ohne Einschnürung).

Probe No. 46

Nach 500 Std. Kriechen Ausscheidungen in ähnlicher Art wie No. 51. Nach Abschluss des Kriechversuchs scharfe Interferenzpunkte im Lauebild (0) (Stab ohne Einschnürung).

Probe No. 8

Nach 500 Std. Kriechen Ausscheidungen wie bei No. 51. Nach Abschluss des Kriechversuchs scharfe Interferenzpunkte im Lauebild (0) (Stab ohne Einschnürung).

Die vier Parallelproben zeigen qualitativ dasselbe Verhalten: Am Anfang des Versuchs war die Kriechgeschwindigkeit relativ gross; sie nahm allmählich ab und wurde schlussendlich praktisch 0. Bei allen Proben konnte nach 3000 Std. keine weitere Längenzunahme festgestellt werden. Unterschiede ergaben sich jedoch im Betrag der Gesamtdehnung: Die Proben No. 51, 46 und 8 hatten dieselbe relativ hohe anfängliche Kriechgeschwindigkeit. Dies bedeutet, dass bei allen diesen Stäben mehrere Körner günstig in Bezug auf mögliche Gleitelemente lagen. Diese Gleitmöglichkeiten waren jedoch verschieden schnell erschöpft, offenbar je nach Grösse und Nachbarschaft der verformungsfähigen Kristalle. Ein etwas anderes Verhalten zeigt die Probe No. 53. Hier war die Kriechgeschwindigkeit im ersten Zeitabschnitt erheblich kleiner, was darauf deutet, dass nur wenige Körner mit günstig gelegenen Gleitelementen vorhanden waren.

An Gefügeveränderungen wurde lediglich eine Zunahme der Karbidausscheidungen, und zwar vorwiegend in den Korngrenzen, festgestellt. Erst nach mindestens 1000 Stunden konnten auch im Innern der Kristalle feine, nahe beieinanderliegende Karbidzeilen gefunden werden. Es darf angenommen werden, dass diese in Parallelscharen angeordneten Ausscheidungen ursprünglich den Gleitlinien folgten, die allerdings so fein waren, dass sie erst nachträglich durch die Karbidzellen sichtbar wurden.

Auf Grund der röntgenographischen und metallographischen Feststellungen kann der Verformungsablauf wie folgt beschrieben werden: Im ersten Zeitabschnitt bewirkte die relativ grosse Kriechgeschwindigkeit zunehmende Verfestigung verbunden mit leichten Gitterverbiegungen. Obschon die letzteren in der Regel nach dem primären Kriechen innert kurzer Zeit wieder verschwanden, kam es zu keiner messbaren weiteren Verformung, was darauf hinweist, dass die höhere Festigkeit des Materials eine Folge von lokalen, mit Röntgeninterferenzen nicht nachweisbaren Gitterstörungen war.

TABELLE IV: Kriechversuch an Stab No. 53 (Kriechkurve in Abb. 4)

Temperatur: 650° C. Beanspruchung: 1 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.			
Aufnahme- stelle (Kristall)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung		
	Anlieferung		Nach 531 Std. $\epsilon = 0,06\%$
	Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrounter- suchung	Rö-interferenzbild- Typ
	0	Gefüge unregelmässig viele kleine, wenige sehr grosse Kristalle	A 2
a	0	Alle Kristalle zeigen scharfe Lauepunkte, die auf ein ungestör- tes Gitter schlies- sen lassen.	A 1
b	0		0
c	0		A 1
a/b	0		A 1
a/c	0		A 1
e	0		A 1
f	0		A 1
g	0		A 1
h	0		A 1
e/f	0		A 1
e/g	0		A 1
e/h	0		A 1

Unregelmässiger Zun-
derabtrag, sonst keine
Veränderungen fest-
stellbar.

Gleichmassdehnung
ohne Einschnürungen

Zu Tabelle IV

Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung		
Nach 1534 Std. $\epsilon = 0,19\%$		
Nach 4000 Std. $\epsilon = 0,24\%$		
Aufnahme- stelle (Korn)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung	
	Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
	0	In allen Korngrenzen, feine Ausscheidungen, offenbar Karbide.
a	0	Keine Veränderungen gegenüber Zustand bei 1534 Std.
b	0	
c	0	
a/b	0	
a/c	0	
e	0	
f	0	
g	0	
h	0	
e/f	0	
e/g	0	
e/h	0	

Leichte Zunahme der in-
terkristallinen Ausscheidun-
gen. Körner a, b, e, f, g, h,
zeigen auch feine Ausschei-
dungen im Korninnern, oft
in regelmässigen, parallelen
Zeilen angeordnet (s. auch
Stab No. 58, 650° C, 2 kg/mm²)
Offenbar erfolgen diese Aus-
scheidungen bevorzugt längs
Gleitlinien.

Gleichmassdehnung

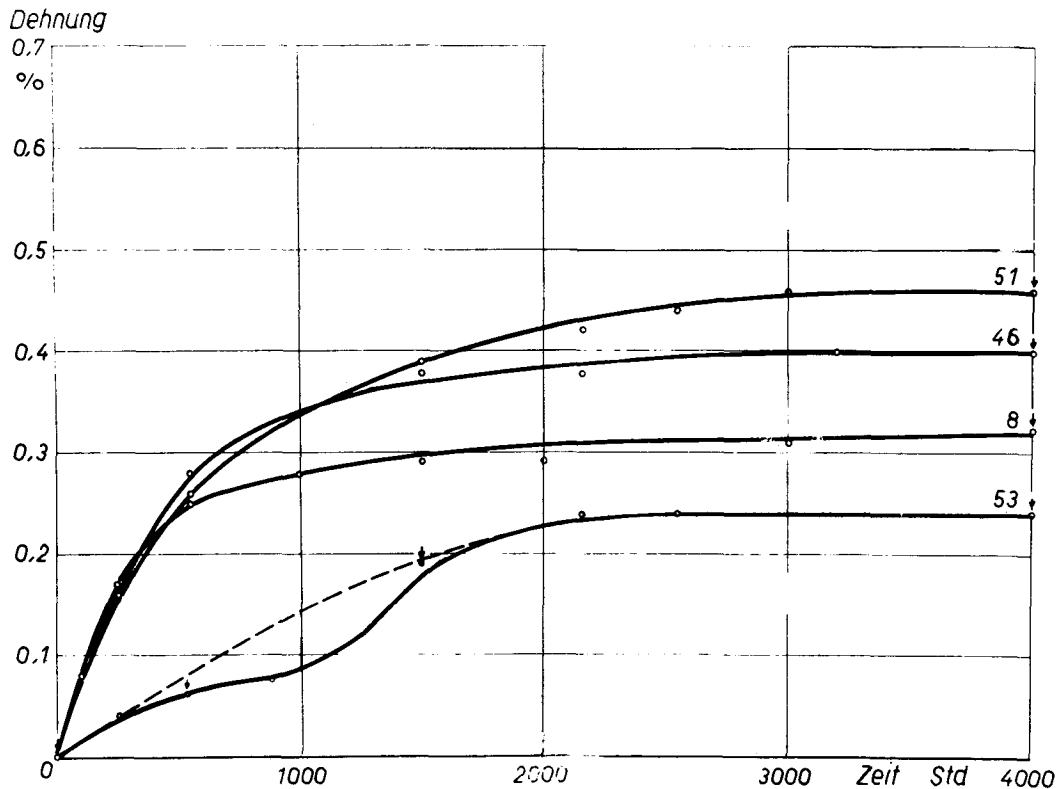


Abb. 4: Kriechversuche 650° C, 1 kg/mm². Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

BEANSPRUCHUNG: 2 kg/mm², MATERIAL GEWALZT UND REKRISTALLISIERT (Abb. 6: Kriechkurve)

Probe No. 58 (Tab. V)

Aus der Veränderung der Interferenzpunkte ist ersichtlich, dass im Verlaufe einer ersten Kriechperiode (bis ca. 500 Std.) praktisch alle Kristalle eine mehr oder weniger grosse Verfestigung erfahren. Dies geht auch aus dem Verlauf der Kriechkurve hervor: Die Kriechgeschwindigkeit nahm ständig ab und wurde schliesslich 0. Ähnlich wie bei der etwas geringeren Beanspruchung von 1 kg/mm² erwies sich auch hier der Verformungsgrad in den Korngrenzonen in der Regel als etwas grösser als im Innern der Kristalle. Ebenso zeigte sich, dass bei guter Gleitdisposition eher größere Verformungseffekte auftreten, und zwar stärkere als bei der kleineren Beanspruchung (Laueinterferenzbild-Typ A 2, A 3 mit stärker verschmierten Reflexen). Während des nachfolgenden Intervalls (500 - 1500 Std.) konnte praktisch kein weiteres Kriechen mehr festgestellt werden. Bei 1500 Std. wiesen die Laueaufnahmen durchwegs scharfe Interferenzpunkte auf, woraus geschlossen werden kann, dass die zunächst eingetretene Verfestigung weitgehend abgebaut worden war. Verläuft bis dahin das Kriechen durchaus ähnlich wie bei der Beanspruchung 1 kg/mm², so ist das Wiederansteigen der Kriechgeschwindigkeit ab

1500 Std. neuartig. Eine Erklärung ist möglich unter der Annahme, dass vorgängig einzelne Kristalle oder Kristallteile in eine günstigere Gleitlage gedreht wurden und die Beanspruchung gross genug war, um ein weiteres Kriechen zu ermöglichen (im Gegensatz zu Probe Nr. 53). Der nachfolgende dritte Zeitabschnitt war an sich dem ersten ähnlich, allerdings mit dem Unterschied, dass nunmehr eine schwache Aufteilung von Körnern in Subindividuen zu beobachten war. Angesichts der Tatsache, dass Röntgenfeinstrukturaufnahmen nur gewisse und nicht alle Verformungseffekte erkennen lassen, kann sich der Zustand der Kristalle vor dem Wiederansteigen der Kriechgeschwindigkeit (1500 Std.) sehr wohl vom primären unterscheiden. Auch die Art der neu eintretenden Verformung - beginnende Kornaufteilung - lässt vermuten, dass nach 1500 Std. trotz der scharfen Laueinterferenzen kein völlig ungestörtes Kristallgitter mehr bestanden hat.

Probe No. 48

Diese Probe zeigt qualitativ dasselbe Verhalten wie No. 58, obwohl die Dehnbeträge 2 - 3 mal so gross ausfielen. Im Endzustand konnten sowohl Körner mit ungestörtem Kristallgitter (Typ 0) als auch solche mit schwacher Aufteilung in eine Substruktur (B 1 - B 2) gefunden werden. Während des ganzen Versuchs wurde keine messbare Einschnürung beobachtet.

Der Verlauf des Kriechversuchs ist in diesem Falle jenem bei No. 58 am ähnlichsten: Einem ersten Abschnitt mit anfänglich grosser, aber ständig abnehmender Kriechgeschwindigkeit folgte ein zweiter, während welchem die Verformung annähernd zum Stillstand kam. In einem dritten Intervall wurde die Dehngeschwindigkeit wieder grösser. Auch hier konnte am Probestab keine Einschnürung gefunden werden. Im Endzustand ergaben sich Laueinterferenzdiagramme nach Typ 0 und nach Typ B 1 - B 2. Sowohl in den Korngrenzen als auch im Innern der Kristalle war eine starke Zunahme der Karbidausscheidungen festzustellen.

Probe No. 13

Hier bestanden gar drei Zyklen von abnehmender und wieder ansteigender Kriechgeschwindigkeit, und es war ausserdem der Dehnbetrag bei dieser Probe weitaus am grössten. Die einzelnen Vorgänge können an sich analog gedeutet werden wie bei No. 58. Die Kriechkurve zeigt hier allerdings gegenüber allen besprochenen Beispielen zunächst ein abweichendes Verhalten: Die Verformungsgeschwindigkeit ist beim Versuchsbeginn recht klein, um erst nach einer gewissen Anlaufzeit (ca. 300 Std.) stark anzusteigen. Eine Erklärung für diese Anomalie ist in ähnlicher Weise möglich wie für das "stufenweise Kriechen": Erst wenn Kristalle in eine günstigere Gleitlage gedreht wurden, ist eine ausgiebige Verformung möglich. Auch hier konnten im Endzustand Lauediagramme vom Typ 0 und B 1 gefunden werden; die intra- und die interkristallinen Ausscheidungen nahmen stark zu. Eine Einschnürung wurde nicht beobachtet.

Auffallend ist bei den besprochenen vier Probestäben die grosse Streuung der Dehnungswerte trotz äusserlich gleichen Versuchsbedingungen. Dies muss dem starken Einfluss der Kristallanisotropie (bei diesem grobkörnigen Material) auf das Verhalten der Gesamtprobe zugeschrieben werden. Dennoch sind in ihrem charakteristischen Ablauf die Kriechkurven durchaus ähnlich: Durchwegs bestehen Zeitabschnitte mit schnellem Kriechen, die mit Perioden abnehmender Kriechgeschwindigkeit abwechseln, wobei dazwischen das Kriechen für eine gewisse Zeitspanne praktisch zum Stillstand kommen kann.

Typisches Beispiel aus Probe No. 58 im Endzustand

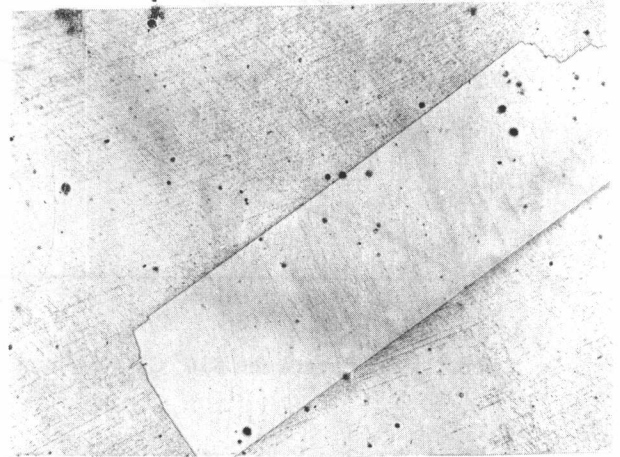


Abb. 5: Gefügebildung, X 150

Abb. 5 zeigt in Form paralleler Zeilen feiner Karbidteilchen deutliche Spuren einer vorangegangenen Verformung, was den Schluss nahelegt, dass diese Ausscheidungen längs Gleitebenen entstanden sind. Die Laueaufnahme an der entsprechenden Stelle zeigt scharfe Interferenzpunkte (Typ 0), damit keine Anzeigen wesentlicher Gitterverbiegungen.

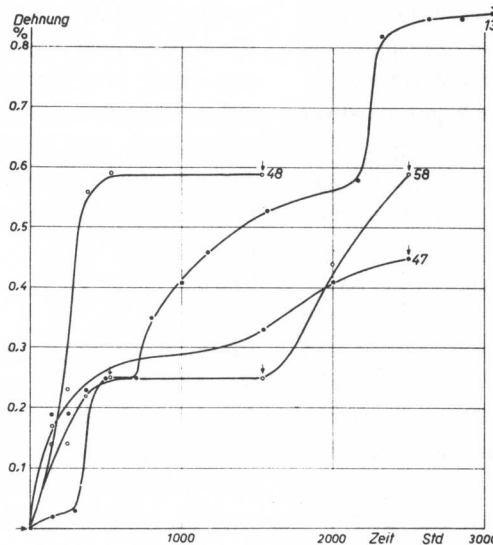


Abb. 6: Kriechversuche 650° C, 2 kg/mm². Material gewalzt + rekristallisiert, grobkörnig

TABELLE V: Kriechversuch an Stab No. 58 (Kriechkurve in Abb. 6)

Temperatur: 650° C. Beanspruchung: 2 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen		
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		
		Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung	Rö-interferenzbild- Typ
a	mässig, (111)-Ebene	0	Unregelmässiges Gefüge	A 1
b	gut, (001)-Ebene	0	z. T. sehr grosse neben	A 3
c	mässig, (001)-Ebene	0	vielen kleinen Kristallen	A 1
d	gut, (111)-Ebene	0		A 1
a/b		0		A 3
a/c		0		A 1
a/d		0		A 1
e	mässig, (111)-Ebene	0		A 1
f	mässig, (111)-Ebene	0		A 1
g	mässig, (001)-Ebene	0		A 1
h	schlecht	0		A 1
e/f	gut, (001)-Ebene	0		0: Refl. leicht ver-
e/g	mässig, (001)-(110)-Ebene	0		schwommen
e/h	gut, (111)-Ebene	0		A 3
i	gut, (001)-Ebene	0		A 3
k	mässig, (001)-(110)-Ebene	0		A 1
l	gut, (111)-Ebene	0		A 3
m	gut, (001)-Ebene	0		A 2
n	gut, (111)-Ebene	0		A 3
i/k		0		A 3
i/m		0		A 3

Zu Tabelle V

Aufnahme- stelle (Kristall)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen			Mikro- und Makro- untersuchung
	Nach 1534 Std.	Nach 2507 Std.	$\epsilon = 0, 60 \%$	
	Rö-interferenzbild-Typ	Rö-interferenzbild-Typ		
a	0 Alle Kristalle zeigen dieselben scharfen Laueinterferenzpunkte wie im Anlieferungszustand	0	B 1 Kornaufteilungseffekt	Starke Zunahme der Ausscheidungen, die zum Teil in feinen Zeilen, zum Teil unregelmässig angeordnet sind (siehe Abb. 6a + b)
b	0	0	B 1 nur angedeutet; in Korngrenzzone a/b am besten erkennbar	
c	0	0	B 1	
d	0	0	-	
a/b	0	0	B 2	
a/c	0	0	B 1	
a/d	0	0	-	
e	0	0	0	leichte Zunahme der Ausscheidungen im Korninnern, starke Zunahme in Korngrenzen; sonst keine Verformungseffekte
f	0	0	0	
g	0	0	-	
h	0	0	-	
e/f	0	0	0	
e/g	0	0	-	
e/h	0	0	-	
i	0	0	0	
k	0	wenige Zeilen mit feinen Ausscheidungen von Gleitlinien	0	
l	0	viele Zeilen mit feinen Ausscheidungen von Gleitlinien, regelmässig angeordnet. Starke Zunahme der Ausscheidungen. Gleichmassdehnung, keine Einschnürung	0	
m	0		-	
n	0		0	
i/k	0		-	
i/m	0		0	

BEANSPRUCHUNG: 3 kg/mm^2 (BEZW. 4 kg/mm^2)
(Abb. 8: Kriechkurven)

Probe No. 98 (Tab. VI), Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Die anfänglich hohe Kriechgeschwindigkeit nahm nach ca. 100 Std. stark ab, und während der nachfolgenden 400 Std. kam die Verformung annähernd zum Stillstand. Daraufhin wiederholte sich im wesentlichen der gleiche Vorgang: Die Kriechgeschwindigkeit stieg für kurze Zeit erneut stark an und sank zum zweiten Mal auf beinahe 0 ab. In Gefüge und Laueinterferenzbild zeigten sich nur geringe Unterschiede zwischen den verschiedenen Kristallen; immerhin konnten an Körnern mit ausgesprochen schlechten Gleitbedingungen nach dem ersten Kriechabschnitt keine Veränderungen im Lauediagramm gefunden werden. Auch bei dieser Probe unterschieden sich Korngrenzonen gegenüber dem Korninnern, indem erstere bereits bei einer Dehnung von 3 % eine Tendenz zur Kornaufteilung zeigten. Allerdings ist dieser Effekt auch im Endzustand (1478 Std., $\epsilon = 4,88 \%$) nur schwach sichtbar. Gegenüber den zuvor besprochenen Proben waren infolge der grösseren Beanspruchung die Dehnbeträge pro Zeiteinheit wesentlich grösser.

Probe No. 57, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Bei gleichartigem Verlauf des Kriechversuchs wie bei Probe No. 98 waren die Dehnbeträge wesentlich geringer (nach 1500 Std. $1,70 \%$ gegenüber $4,88 \%$) und gestaltete sich der zyklische Ablauf weniger ausgeprägt. Offenbar befanden sich weniger Körner in optimaler oder doch relativ günstiger Gleitlage, sodass die primären Möglichkeiten zu unmittelbarer plastischer Deformation bald erschöpft waren; Während des ganzen Versuchs war keine Einschnürung festzustellen. Selbst im Endzustand gab es Körner ohne erkennbare Gitterstörungen (scharfe Laue reflexe) neben solchen mit leichter Kornaufteilung.

Probe No. 70, Material gegossen, grobkristallin

Von allen mit 3 kg/mm^2 beanspruchten Proben wurden hier die geringsten Dehnbeträge gemessen, und die Kriechkurve zeigt praktisch denselben Verlauf wie bei Stäben mit 1 kg/mm^2 Beanspruchung. Das bei No. 57 Gesagte gilt deshalb noch ausgeprägter. Im Endzustand ($\epsilon = 0,85 \%$) bestanden bei den meisten untersuchten Körnern keine nachweisbaren Abweichungen vom ungestörten Gitterbau, dagegen in Einzelfällen eine schwache Kornaufteilung. Bemerkenswert war die starke Zunahme der Ausscheidungen im Innern der Kristalle und in den Korngrenzen.

Probe No. 88, Material gewalzt und rekristallisiert, feinkörnig, Beanspruchung: 4 kg/mm^2

Diese feinkörnige Probe ergab eine Kriechkurve mit wesentlich gleichmässigerem Verlauf als die bisher besprochenen: Die bereits zu Anfang nur mässige Kriechgeschwindigkeit nahm dauernd etwas ab. Wechselweises Abnehmen und Wiederansteigen der Verformungsgeschwindigkeit trat nicht auf, was die zuvor gemachte Annahme bestätigt, es werde der unregelmässige Verlauf der Kriechkurve durch das grobkristalline Material hervorgerufen, nämlich durch Lageveränderungen einzelner Körner, die das Verhalten des ganzen Probestabes beeinflussen.

Bei der Beanspruchung von 3 kg/mm^2 ergaben sich somit gleichartige Verformungseffekte wie bei 2 oder zum Teil sogar bei 1 kg/mm^2 . Die erheblichen Unterschiede zwischen den verschiedenen, unter gleicher Belastung stehenden Proben können bei diesem grobkörnigen Material nicht verwundern. Sobald die Abmessungen der Kristalle vergleichbar mit dem Stabdurchmesser werden, ist es ja leicht verständlich, dass das Verhalten der Gesamtprobe durch jenes einzelner Körner bestimmt wird. Je mehr solche Einzelkristalle sich am ganzen Geschehen beteiligen, umso ausgeglichener wird das Kriechen, was die Kurve an Probe No. 88 aus feinkörnigem Material eindrücklich belegt.

Typisches Beispiel aus Probe No. 98 im Endzustand

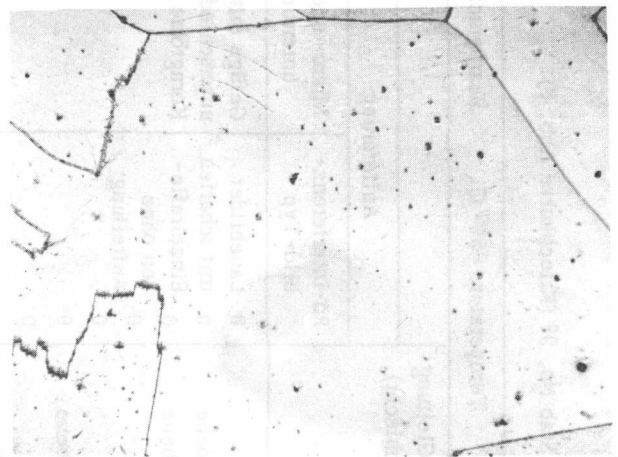


Abb. 7: Gefügebildaufnahme, X 150

Es sind im Mikrobild (Abb. 7) Gleitlinien erkennbar, die jedoch nicht regelmässig ausgebildet sind. Insbesondere in der Nähe von Korngrenzen kann die Bildung von relativ grossen Blöcken, ähnlich den Wood'schen Zellen, beobachtet werden. Im Röntgenbild ist eine schwache Aufteilung der Laueflecke sichtbar; die Einzelreflexe sind jedoch nicht scharf, was darauf hinweist, dass die Einzelteile noch beträchtliche Gitterstörungen enthalten (Typ B 3).

TABELLE VI: Kriechversuch an Stab No. 98 (Kriechkurve Abb. 8)

Temperatur: 650° C. Beanspruchung: 3 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen								
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 530 Std. $\epsilon = 2,94 \%$	Nach 1478 Std. $\epsilon = 4,88 \%$					
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung			
a	schlecht	0	Gefüge mit stark unterschiedlicher Korngrösse	0	Überall nur geringe Veränderungen der ursprünglichen Interferenzpunkte; alle in ihrer Intensität leicht geschwächt	B 1	Überall leichte Zunahme der Ausscheidungen, vor allem in Korngrößen, dann auch im Innern der Kristalle in Form von feinen Zeilen	B 1	Bei allen Kristallen Effekt der Aufspaltung der Laueinterferenzen. Zunahme der Ausscheidungen	Angedeutete Substruktur vor allem gegen Korngrenzen. Bildung von Blöcken. Zunahme der Ausscheidungen
b	mässig, (111)-Ebene	0	mit scharfen Einzelreflexen ohne Aufteilung	A 1	A 1	A 1	A 1	B 1	B 1	B 1
c	mässig, (001)-Ebene	0		A 1	A 1	A 1	A 1	B 1	B 1	B 1
a/h		0		B 1	B 1	B 1	B 1	B 1	B 1	B 1
a/c		0		A 1	A 1	A 1	A 1	B 1	B 1	B 1
e	mässig, (001)-Ebene	0		A 1	A 1	A 1	A 1	B 1	B 1	B 1
f	schlecht	0		0	0	0	0	B 1	B 1	B 1
g	mässig, (111)-Ebene	0		A 1	A 1	A 1	A 1	B 1	B 1	B 1
h	mässig, (111)-Ebene	0		A 1	A 1	A 1	A 1	B 1	B 1	B 1
e/f		0		B 1	B 1	B 1	B 1	B 1	B 1	B 1
e/h		0		-	-	-	-	B 1	B 1	B 1
Kriechgeschwindigkeit:		$V_{\text{konst.}}$ (letzter Abschnitt) = 0,0012 % / Std. V_E = 0,0032 % / Std.								

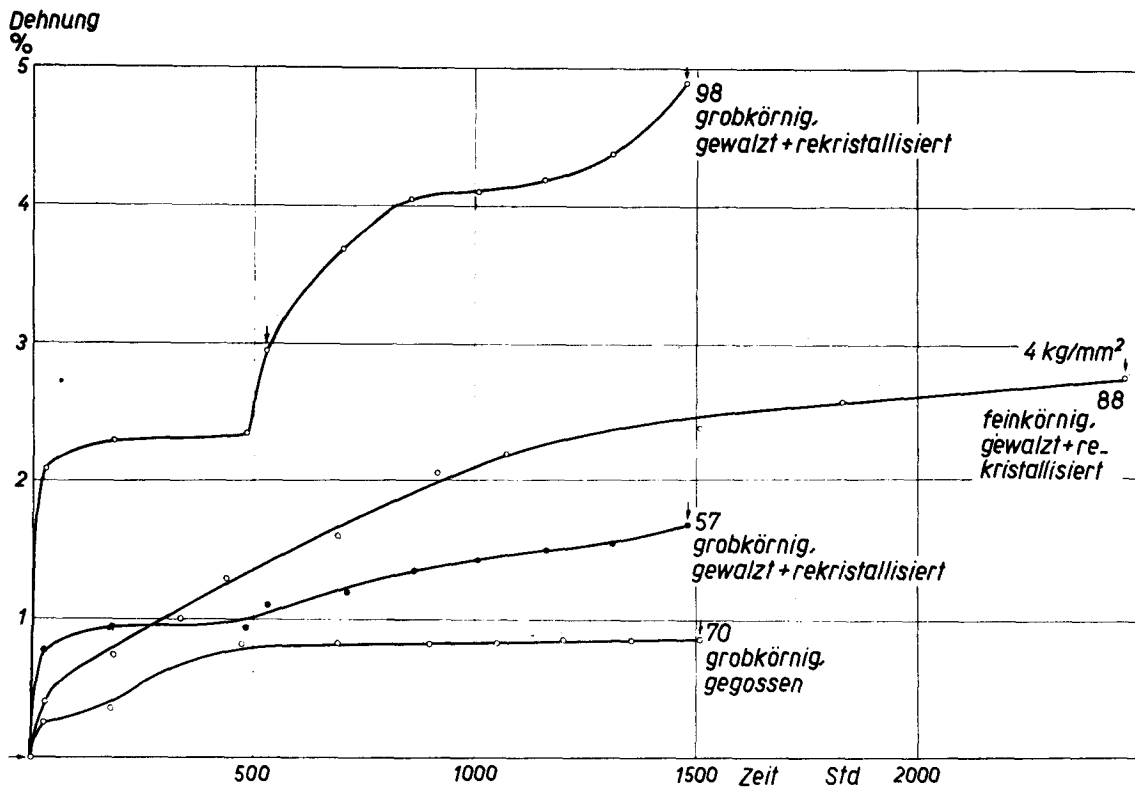


Abb. 8: Kriechversuche 650° C, 3 kg/mm² (4 kg/mm²)

BEANSPRUCHUNG: 6 kg/mm²
(Abb. 9: Kriechkurven)

Probe No. 109, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Im zeitlichen Ablauf des Kriechversuchs sind recht deutlich drei Abschnitte erkennbar: Vorerst war die Kriechgeschwindigkeit während kaum 24 Stunden sehr gross (primäres Kriechen), dann nahm sie innerhalb kurzer Zeit stark ab und blieb während einer zweiten Periode von annähernd 1000 Stunden nahezu konstant (sekundäres Kriechen). In einem kurzen letzten Abschnitt wurde die Verformung wieder etwas intensiviert, es ist jedoch zu berücksichtigen, dass der Probestab infolge Einschnürung nicht mehr gleichmässig beansprucht wurde (tertiäres Kriechen).

Beachtenswert ist zunächst, dass die rasch verlaufende Anfangsdehnung (bis 2,76 %) keine starken Verformungseffekte auslöste, indem weder im Röntgeninterferenzbild noch im Gefüge wesentliche Veränderungen festzustellen waren (sowohl bei Kristallen mit guter als auch bei solchen mit schlechter Gleitdisposition). Selbstverständlich hat Gleitung stattgefunden, indes war diese offenbar möglich, ohne dass dabei nachweisbare Sekundärscheinungen auftraten. Erst später wurden unregelmässige Gleitlinien und im Lauebild stark veränderte Interferenzpunkte beobachtet. Nach 14 Stunden - also beim Beginn des Kriechens mit konstanter Geschwindigkeit - waren in der Regel die Verformungseffekte in den

Korngrenzzenonen stärker. Die Ausscheidungen nahmen bis zum Versuchsende stark zu, wobei sich zum Teil wiederum parallele Zeilen mit sehr feinen Karbiden ergaben, was als Hinweis auf die vorgängig stattgefundene Gleitung gelten mag (siehe auch Beispiele bei niedrigerer Beanspruchung).

Während des zweiten Kriechintervalls (mit konstanter Dehngeschwindigkeit) liess sich auf Grund der Laueaufnahmen an verschiedenen Stellen eine Kornaufteilung nachweisen, die allerdings im Mikrogefüge nur undeutlich zum Ausdruck kam. In einigen Fällen war im Interferenzbild vorerst eine deutliche Zellstruktur zu beobachten, die dann aber bei Abschluss des Versuchs wieder verschwunden war (z.B. bei Korn a). Dies legt die Annahme nahe, es hätten sich die betreffenden Körner im dritten Kriechabschnitt bei der wieder ansteigenden Dehngeschwindigkeit erheblich schneller verformt.

Probe No. 95, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Dieser Stab wurde nach 1 Stunde bei einer Dehnung von 3,17 % ohne Einschnürung ausgebaut und zerschnitten. Bis dahin deckt sich die Kriechkurve mit derjenigen der Probe No. 109 (1. Kriechabschnitt). Im Mikrogefüge waren keinerlei Verformungsmerkmale oder sonstige Veränderungen erkennbar; die Laueogramme deuteten entweder auf ein ungestörtes (Typ 0) oder höchstens wenig gestörtes (Typ A 1) Gitter hin.

Probe No. 111, Material gegossen, grobkörnig. (Tab. VIII)

Gegenüber No. 109 unterscheidet sich diese Probe vor allem in ihrem relativ feinkörnigen Gefüge (0,5 - 2 mm), was sich auch in der Kriechkurve äussert: Bereits zu Beginn des Versuchs war die Kriechgeschwindigkeit erheblich kleiner, dazu fehlte hier jener "Sprung", demzufolge bei den grobkörnigen Proben in- nert weniger Stunden eine Dehnung von 2 - 5 % zustan- de kam. Endlich war die Trennung in einen ersten Ab- schnitt mit schnellem und einen zweiten mit langsame- rem Kriechen (letzteres mit konstanter Geschwindig- keit) kaum möglich. Bis zu einer Dehnung von ca. 8,5 % nahm die Verformungsgeschwindigkeit infolge ei- ner ständig zunehmenden Verfestigung der Gesamtpro- be ziemlich gleichmässig ab. Das Wiederansteigen der Kriechgeschwindigkeit im letzten Zeitabschnitt hängt wiederum mit der zuvor entstandenen Einschnürung zu- sammen.

Die beobachteten Verformungseffekte finden in Analo- gie zu den an Stab No. 109 gemachten Feststellungen ihre Erklärung: Bis zu einer Dehnung von einigen Pro- zenten konnten mit Mikroskop und Laueaufnahme nur geringe Abweichungen vom Ausgangszustand gefunden werden; immerhin ging hier die Tendenz schon bei ei- ner geringeren Gesamtverformung in Richtung einer Kornaufteilung; diese wurde im Verlauf des Versuches deutlicher. Im letzten Kriechabschnitt - Wiederanstei- gen der Kriechgeschwindigkeit - wurden dann die früher gebildeten Zellen wieder gestört. In Bezug auf die im Endzustand festgestellten Deformationseffekte ist zu be- rücksichtigen, dass der Probestab infolge Einschnürungen an gewissen Stellen höher beansprucht war.

Probe No. 113, Material gegossen, grobkörnig

Die Kriechkurve gleicht etwas derjenigen von Probe No. 98 (3 kg/mm^2), bei welcher der Bewegungsablauf schrittweise vor sich ging. Auch hier zeichneten sich - allerdings nur undeutlich - solche Zyklen ab: Die Kriechgeschwindigkeit war am Anfang für kurze Zeit (ca. 30 Std.) relativ hoch, dann nahm sie etwas ab, dann wieder zu und schliesslich wieder ab. Im Endzu- stand - nach 679 Stunden, bei einer Dehnung von 4,72 % (keine Einschnürung) - zeigten die meisten untersuchten

Körner eine mehr oder weniger ausgeprägte Substruktur, wobei allerdings die Einzelelemente teilweise stark ge- stört waren (diese Effekte sind denjenigen von No. 111 also durchaus ähnlich).

Probe No. 89, Material gewalzt und rekristalli- siert, feinkörnig

Die Kriechkurve ist offenbar deshalb noch ausgegliche- ner als jene der gegossenen Probe No. 111, weil die Korngrösse wesentlich kleiner ist. Während des ganzen Versuchs verfestigte sich das Material zunehmend, was in einer ständigen Verringerung der Kriechgeschwindig- keit zum Ausdruck kommt. Ihr kurzzeitiges Wiederan- steigen kurz vor Versuchsende kann auch auf die Ein- schnürung zurückgeführt werden.

Die Versuche bei 6 kg/mm^2 zeigten, dass diese Bean- spruchung offenbar einem "Uebergangsgebiet" ent- spricht: Wohl konnte (vor allem mit Röntgeninterfe- renzen) in vielen Fällen eine Zellstruktur nachgewiesen werden, jedoch waren Beanspruchung und Verformungs- geschwindigkeit derart gross, dass die einzelnen Korn- teile stark verbogen wurden. An anderen Stellen kam es zu normaler Gleitung mit den damit verbundenen Sekundärercheinungen (Gitterverbiegungen). Unterschie- de zwischen verschiedenen Stellen desselben Kristalls bestanden auch hier, indem Korngrenzennonen im Verlauf des Versuchs in verstärktem Masse die Tendenz zur Bildung einer Substruktur aufwiesen. Die Differen- zen, die sich zwischen rekristallisiertem und gegosse- nem Material ergaben, lassen sich im Wesentlichen durch den Unterschied in der mittleren Korngrösse er- klären: Die Annahme eines prinzipiell verschiedenen Kriechverhaltens der beiden ist nicht notwendig.

Im Mikrobild sind Gleitlinien erkennbar, die allerdings nicht völlig regelmässig und parallel verlaufen, sondern oft gewellt und in einigen Fällen auch abgknickt sind. Solche Unregelmässigkeiten zeigen sich vermehrt in Korngrenzennähe. Im Röntgenbild ist das ursprüngliche Interferenzmuster kaum mehr zu sehen; die noch er- kennbaren Lauepunkte sind in mehrere, stark verschmie- rte Einzelinterferenzen aufgeteilt; daneben sind Sichel- von Debye-Scherrer-Ringen zu sehen. Dieser Befund beweist eine Aufteilung der Körner in innerlich gestörte Teilbereiche (Zellen, hier eher Gleitpakete).

TABELLE VII: Kriechversuch an Stab No. 109 (Kriechkurve in Abb. 9)

Temperatur: 650° C. Beanspruchung: 6 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen		
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 1 Std. $\xi = 2,76\%$
		Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung	
a	mässig, (111)-Ebene	0	Regelmässiges Gefüge	B 1 Einzelinterferenzen leicht verwischt B 1 wie Korn a A 1 annähernd 0 A 1 annähernd 0 A 1 B 1 - 0 A 1 B 1 annähernd B 2
b	mässig, (111)-Ebene	0		
c	gut, (001)-Ebene	0		
d	gut, (001)-Ebene	0		
a/b		0		
a/c		0		
a/d		0		
e	mässig, (001)-Ebene	0		
f	mässig, (001)-Ebene	0		
g	schlecht	0		
h	gut, (001)-Ebene	0		
e/f		0		
e/g		0		
e/h		0		
				Keine Veränderungen im Gefüge Oberfläche leicht verzerrt
				Gleichmassdehnung

Aufnahme- stelle (Kristall)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen		
	Nach 14 Std. Rö-Interferenzbild-Typ	$\xi = 4,94\%$ Mikro- und Makro- untersuchung	Nach 977 Std. Rö-Interferenzbild-Typ
a	B 2 Einzelinterferenzen deutlich	<p>In Kongrenzonen un- regelmässig verlaufende Gleitlinien sehr schwach sichtbar</p> <p>Eigentliche Substruktur- elemente, jedoch nirgends erkennbar</p>	A 3 stark verwischte Laue- punkte
b	B 2		B 3 Einzelinterferenzen erkennbar
c	B 1 Effekt kaum sichtbar		A 3 eventl. B 3
d	B 1		B 4 Einzelreflexe ver- schwommen
a/b	B 2		B 4
a/c	B 3		B 1 Reflexe leicht ver- wischt
a/d	B 3		A 1
e	B 1 Effekt kaum sichtbar		B 2 Einzelreflexe kaum sichtbar
f	-		B 3 (Musterbeispiel in Tabelle III)
g	-		B 1/B 2
h	-	B 2 - B 3	
e/f	B 1	B 3 Einzelreflexe stark verschmiert	
e/g	-		
e/h	B 1		
	Kriechgeschwindigkeit:	$V_{\text{konst.}} = 0,004\% / \text{Std.}$	
		$V_E = 0,008\% / \text{Std.}$	
			<p>Bis 880 Std. Gleichmassehdng. bei 977 Std. Einschnürung ca. 10 %</p>

TABELLE VIII: Kriechversuch an Stab No. 111 (Kriechkurve in Abb. 9)

Temperatur: 650° C. Beanspruchung: 6 kg/mm ² . Material: gegossen.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen	
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung, (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung	
		Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung
a	mässig, (111)-Ebene	0	Gefüge relativ feinkörnig, Kristalldurchmesser meist 0,5 - 2 mm; daneben Stengelkristalle, quer zur Zugachse.
b	mässig, (001)-Ebene	0	
c	gut, (001)-Ebene	0	
d	gut, (001)-Ebene	0	
a/b		0	
a/c		0	
a/d		0	
e	mässig, (001)-Ebene	0	
f	mässig, (111)-Ebene	0	

Zu Tabelle VIII

Nach 293 Std. $\epsilon = 5,00\%$		Nach 1129 Std. $\epsilon = 11,0\%$	
Aufnahme- stelle (Kristall)	Rö-interferenzbild- Typ	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen	
		Mikro- und Makrountersuchung	Mikro- und Makrountersuchung
a	B 3 Einzelinterferenzen meist ziemlich stark verschmiert	In Körnern a - c leichte gewellte Gleitlinien sichtbar; leichte Zunahme der Ausscheidungen in Korngrenzen und Gleitlinien	B3-B4 Interferenzen stark verschmiert
b	B 1		B 2 nur wenig verändert
c	B 3		B 4 Einzelelemente stark verbogen
d	B 3		B3-B4 kaum verändert
a/b	B 3 Einzelreflexe stark verschmiert		B2-B3
a/d	-		B 4 Einzelreflexe stark verschmiert
e	A1-B1	Zunahme der Ausscheidungen keine anderen Deformationseffekte	B 1
f	B 1		B 3

Bis 976 Std Gleichmassdehnung im Endzustand Einschnürung um 20 %

Kriechgeschwindigkeit: $V_{konst.} = 0,0045\% / \text{Std.}$
 $VE = 0,020\% / \text{Std.}$

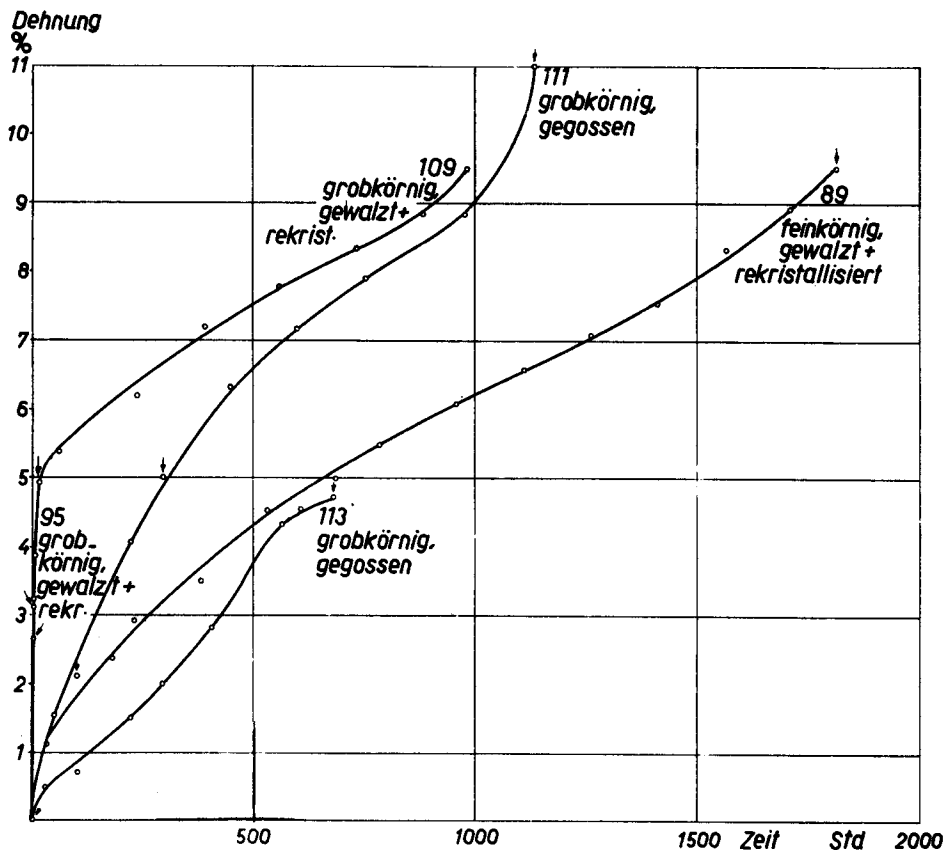


Abb. 9: Kriechversuche 650° C, 6 kg/mm²

BEANSPRUCHUNG: 8 kg/mm². Material gewalzt und rekristallisiert.
(Abb. 10: Kriechkurven)

Probe No. 104, grobkörnig. (Tab. IX)

Auf Grund der Kriechkurve und der während dem Versuch festgestellten Verformungseffekte gilt: Eine relativ grosse Anfangsdehnung (ca. 5 %) kam innerhalb weniger Minuten zustande, wobei Röntgeninterferenzen und Gefüge nur an wenigen Stellen irgendwelche Veränderungen aufwiesen. Lediglich Körner mit sehr guter Disposition zur Gleitung (z.B. Korn d, (111)-Ebene) zeigten Gleitlinien und Gitterverbiegungen. Anschließend an diesen kurzen Anfangsabschnitt nahm die Kriechgeschwindigkeit sehr schnell ab und blieb während der folgenden rund 100 Stunden konstant, worauf der Versuch bei einer Enddehnung von 10,32 % abgebrochen wurde. Während der letzten 100 Stunden ergaben sich Einschnürungen von 10 und 15 %, ohne dass sich diese auf die Kriechgeschwindigkeit auswirkten, was mit der zunehmenden Verfestigung des Materials zusammenhängen dürfte. Im Endzustand zeigten die meisten Körner starke Verformungseffekte: In den Röntgeninterferenzbildern stark verschmierte Lauepunkte oder Segmente von Debye-Scherrer-Ringen oder eine Aufteilung der Laueflecke in verschiedene verwaschene Interferenzpunkte, im Mikrobild im Wesentlichen nur Gleitlinien.

Probe No. 39, grobkörnig

Die Kriechkurve deckt sich annähernd mit derjenigen von Probe No. 104. Der Versuch wurde fortgesetzt bis zu einer Enddehnung von 15,22 % (290 Std.). Alle untersuchten Körner zeigten deutliche Gleitlinien, das Röntgeninterferenzbild in der Regel lediglich Debye-Scherrer-Ringsegmente.

Probe No. 93, feinkörnig

Die plastische Verformung ging hier wesentlich langsamer vor sich als bei den grobkristallinen Proben. Nach einer relativ schnell ablaufenden Anfangsdehnung (2 % in ca. 40 Std.) verminderte sich die Kriechgeschwindigkeit ständig, wobei sie zwischen 200 und 400 Stunden Versuchsdauer annähernd konstant war. Die beobachtete "schnelle" Anfangsdehnung ist jedoch kaum vergleichbar mit dem "Sprung" bei No. 104 und No. 39, was darauf deutet, dass dieser letztere Effekt offenbar nur bei Proben mit grossen Kristallen im Verhältnis zum Stabdruhmesser möglich ist. Nach ca. 450 Stunden Kriechen (7-8 % Dehnung) war eine Einschnürung zu beobachten (im Endzustand, nach 571 Std., $\epsilon = 10,21$ %, Kontraktion 10 - 15 %), weshalb auch hier der Wiederanstieg der Kriechkurve in der Endphase mit örtlicher Vergrößerung der Beanspruchung erklärt werden kann.

TABELLE IX: Kriechversuch an Stab No. 104 (Kriechkurve in Abb. 10)

Temperatur: 650° C. Beanspruchung: 8 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen			
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 5 min. $\epsilon = 5,60\%$	Nach 98 Std. $\epsilon = 10,32\%$
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	gut, (001)-Ebene	0	Gefüge mit stark unterschiedlicher Korngrösse	B 1 Reflexe leicht verschwommen A 1	A 3 Reflexe verschwommen B 1 Reflexe verschwommen
b	mässig, (001)-Ebene	0		B 1 A 2-B 1; Reflexe verschwommen	B 1 A 3 Intensität geschwächt
c	schlecht	0		A 1	-
a/b		0		A 3 1 Richtung bevorzugt	A 4 Intensität geschwächt
a/c	gut, (111)-Ebene	0		A 1	-
d	gut, (111)-Ebene	0		A 3 1 Richtung bevorzugt	A 4 Intensität geschwächt
e	mässig, (001)-eventl. (111)-Ebene	0		A 1	B 3 Intensität stark geschwächt
f	gut, (001)-Ebene	0		-	B 3 nur noch Hauptinterferenzen
d/f		0		B 3	B 4-B 5
				Keine Verformungsmerkmale sichtbar	Ausgeprägte Gleitlinien
				Gleitlinien	Ausgeprägte Gleitlinien Unregelmässig gewellte Gleitlinien
				Gleichmassdehnung ohne Einschnürung	Bis 8,5% Gleichmassdehnung, im Endzustand Einschnürung 15%
	Kriechgeschwindigkeit:	$V_{\text{konst.}}$	$=$	V_E	$=$ 0,0035 %

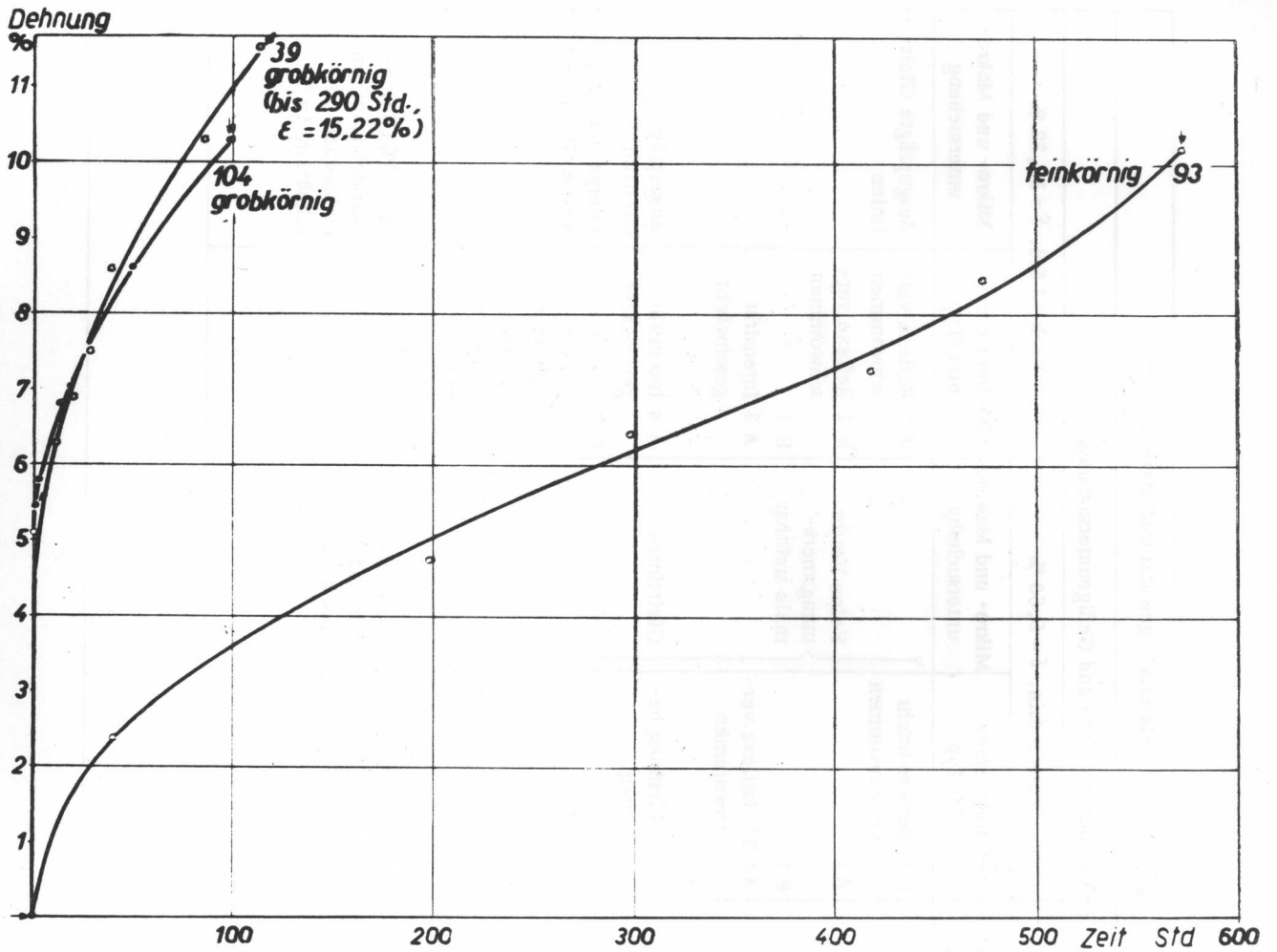


Abb. 10: Kriechversuche 650° C, 8 kg/mm², Material gewalzt + rekristallisiert

Typisches Beispiel aus Probe No. 104 im Endzustand

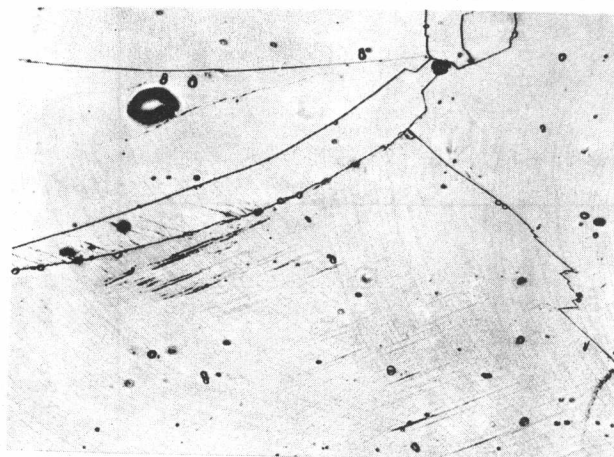


Abb. 11a: Gefügeaufnahme, X 150

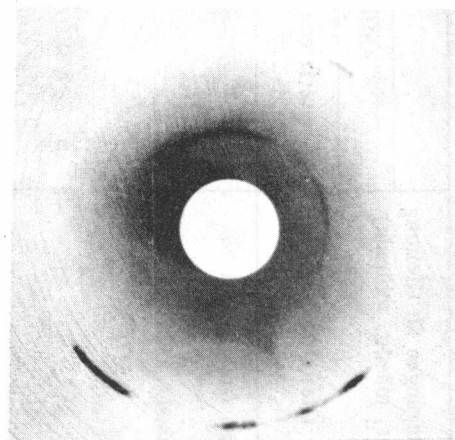


Abb. 11b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

Beispiel eines Kornes mit ausgeprägten Gleitlinien, wie sie für kaltverformtes Material typisch sind. Die Debye-Scherrer-Kreissegmente im Röntgeninterferenzbild lassen auf ausgesprochene Biegleitung schließen;

auffallend ist die intensive diffuse Streustrahlung (Grundschwärzung), die auf eine weitgehende Aufrauung des Gitters deutet.

VERFORMUNGSEFFEKTE AN FEINKRISTALLINEM MATERIAL

Wie in der Einleitung gesagt, wurde für die vorliegende Untersuchung grobkristallines Material bevorzugt, weil sich nur so lokale Verformungseffekte studieren liessen. Dennoch war es von Interesse, an einzelnen Beispielen Vergleiche mit feinkörnigen Proben anzustellen. Ein wesentlicher Korngrösseeffekt hat sich bereits aus der Betrachtung der betreffenden Kriechkurven ergeben. Indem die Korngrenzenverfestigung sehr viel

grösser wird, ist es nicht länger möglich, dass ganze Kriechintervalle durch das Verhalten einiger weniger Körner bestimmt werden. Dementsprechend werden die Dehnbeträge pro Zeiteinheit geringer, und es erhält die Kurve im allgemeinen einen wesentlich regelmässigeren Verlauf. Nicht von ungefähr sind diese Unterschiede bei der jungfräulichen Probe (am Anfang des Versuches) am grössten, denn verformtes grobkörniges Material besitzt weit eher die Eigenschaften des feinkörnigen Gefüges.

Beispiele:

Probe No. 88: 4 kg/mm², Endzustand

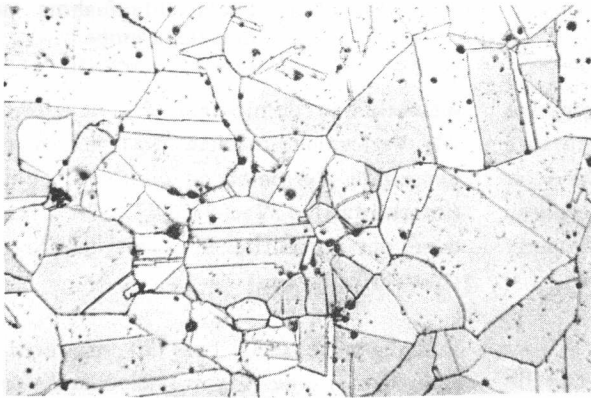


Abb. 12a: Gefügebildung, X 150

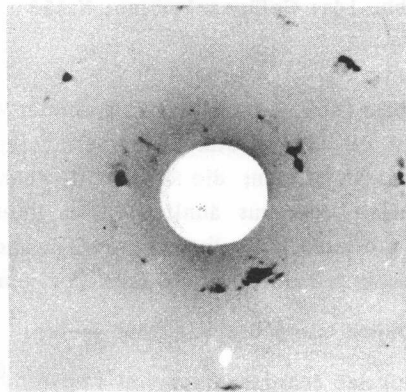


Abb. 12b: Rückstrahlaufnahme an derselben Probe (aus Mikroschliff)

Im Korninnern bestehen kaum irgendwelche Verformungseffekte. Als Folge vermehrter Ausscheidungen sind die Korngrenzen etwas "verdickt". Die Röntgenrückstrahlaufnahme enthält relativ wenige, indes meist

recht scharfe Interferenzpunkte, die regellos auf die Debye-Scherrer-Ringe verteilt sind; daneben sind wenige, leicht verschmierte Punktgruppen von der Art aufgeteilter Laueflecken.

Probe No. 89: 6 kg/mm², Endzustand

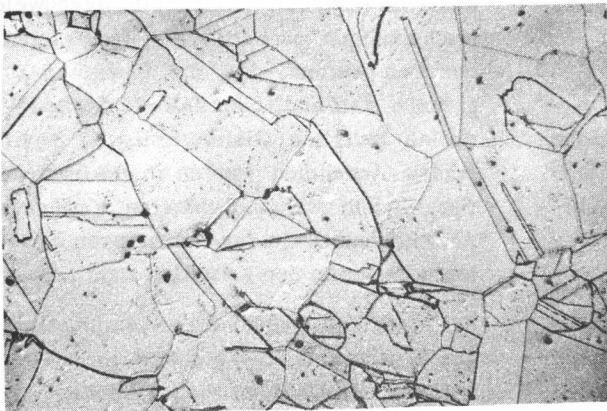


Abb. 13a: Gefügebildung, X 150

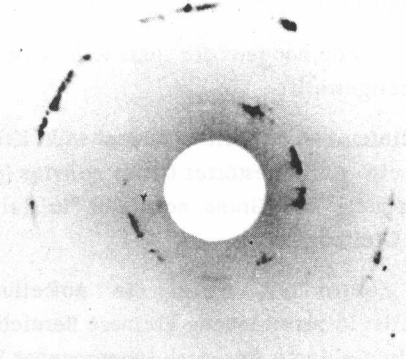


Abb. 13b: Rückstrahlaufnahme an derselben Probe (aus Mikroschliff)

In mehreren Kristallen ist eine Zellstruktur angedeutet, wieder andere Stellen lassen leicht gewellte, unregelmässige Gleitlinien erkennen. In der Rückstrahlaufnahme sind keine Lauepunkte erkennbar, sondern die Interfe-

renzen verteilen sich auf Debye-Scherrer-Ringe (Cr-Eigenstrahlung) mit diskreten, scharf gezeichneten Einzelinterferenzen.

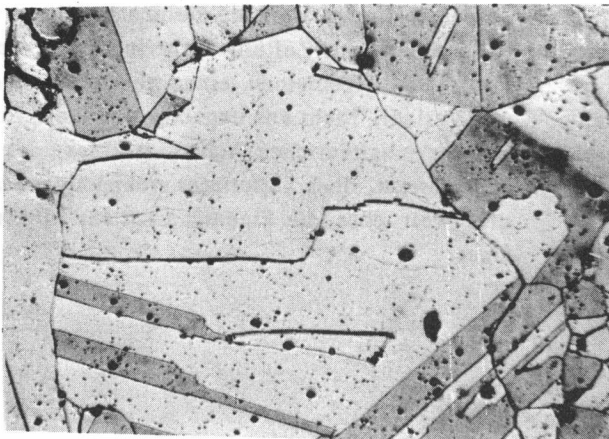


Abb. 14a: Gefügebildaufnahme, X 150

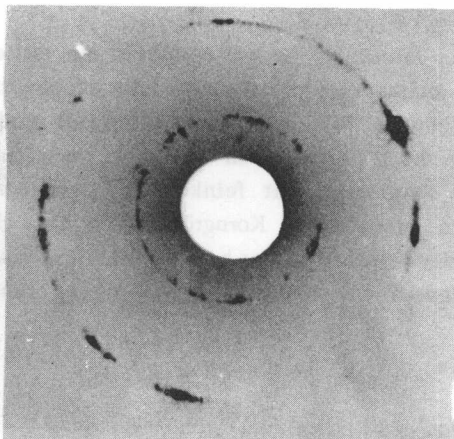


Abb. 14b: Rückstrahlaufnahme an derselben Probe (aus Mikroschliff)

Das Mikrobild (Abb. 14a) zeigt in ähnlicher Weise wie das Beispiel No. 89 in einigen Körnern unregelmässig ausgebildete Gleitlinien; die Rückstrahlaufnahme - der vorhergehenden durchaus ähnlich - lässt Interferenzen auf einen grösseren Winkelbereich verteilt und in peripherer Richtung etwas stärker verschmiert erkennen.

Diese Ergebnisse lassen sich wie folgt deuten:

Bei der kleinsten Beanspruchung von 4 kg/mm² sind die Kristalle nicht oder höchstens nur unmerklich verbogen worden. Die meisten Körner sind jedoch so klein, dass keine genügend intensive Lauepunkte entstehen konnten. Andererseits trifft der Primärstrahl auf derart viele Kristalle, dass mit Chrom-K-Strahlung auf den Debye-Scherrer-Ringen eine beträchtliche Zahl von Interferenzpunkten entstehen. Das Bild gleicht deshalb im

wesentlichen demjenigen des unverformten Materials. Als Verformungsmechanismen kommen in Frage: Gegenseitige Verschiebung der Körner in den Korngrenzen (interkristalline Verformung) oder Gleitung mit keinen oder nur undeutlichen Gleitungseffekten, also reine Gleitverfestigung.

Demgegenüber hat bei der mittleren Beanspruchung (6 kg/mm²) eine Verbiegung oder Aufteilung einzelner Körner stattgefunden. Es sind keine genügend grossen Kristallbezirke für Laueinterferenzpunkte vorhanden, weshalb lediglich Debye-Scherrer-Segmente auftreten. Bei noch höherer Beanspruchung (8 kg/mm²) waren die Vorgänge ähnlich, nur sind die in sich ungestörten Kristallteile noch kleiner, und damit tritt die Aufteilung von Interferenzringen in Punkte zurück.

ZUSAMMENFASSENDE HINWEISE ZU DEN VERSUCHEN BEI 650° C

Folgende Beobachtungen sind vor allem bemerkenswert:

1. An Folgeerscheinungen der plastischen Deformation wurden festgestellt:

a) Gleitlinien, wobei die entsprechende Kristallzone stets ein stark gestörtes Gitter aufwies (plastische Verformung auf Grund normaler "kristallographischer Gleitung").

b) eine Zellstruktur, wobei die Aufteilung eines Kristalls in verschiedene kleinere Bereiche vor allem in Gebieten mit stark inhomogener Beanspruchung (z.B. Korngrenzenzonen) beobachtet wurde. Bei diesen Zellen handelt es sich um Kristallbruchstücke von deutlich verschiedener Orientierung (Differenzen bis einige Grad) mit oftmals ungestörter Gitterordnung.

2. In manchen Fällen wurde eine bleibende Verformung gemessen, jedoch konnten weder im Mikrogefüge

noch im Röntgeninterferenzbild irgendwelche Folgeerscheinungen nachgewiesen werden. Es muss angenommen werden, dass die Bewegung in den Korngrenzen stattfand, oder dass die Gleitung in den Kristallen lediglich Gleitverfestigung bewirkte. Diese beiden Annahmen wurden in gewissem Sinne bestätigt, indem während späteren Versuchsstadien die Ausscheidungen in den Korngrenzen und längs parallelen Zeilen in den Kristallen stark zunahmen.

3. Bei mittleren und höheren Beanspruchungen ergaben sich - vorab bei den grobkörnigen und weit weniger bei den feinkörnigen Proben - innerhalb sehr kurzer Zeit Anfangsdehnungen von 2 - 4%, wobei kaum Verformungseffekte nachweisbar waren.

4. Bei mittleren Beanspruchungen war von verschiedenen Proben bei gleichem Dehnbetrag die Bildung einer Substruktur umso wahrscheinlicher, je länger der Versuch bis zur Erreichung dieser Dehnung dauerte.

5. Aus dem Verlauf der Kriechkurve konnte verschiedentlich festgestellt werden, dass sich das Material während des Kriechversuchs verfestigte, ohne dass im Röntgendiagramm Kristallverbiegungen hätten bemerkt werden können. Bei den betreffenden Bei-

spielen handelt es sich im Wesentlichen um reine Gleitverfestigung, wobei eine Materialversteifung als Folge von Bewegungen in Korn- oder Substruktur-
grenzen hinzukommen kann.

Versuche bei 720° C

BEANSPRUCHUNG: 2 kg/mm², MATERIAL GEWALZT
UND REKRISTALLISIERT = GROBKOEERNIG
(Abb. 15: Kriechkurven)

Probe No. 30 (Tab. X)

In ähnlicher Weise wie bei Probe No. 58 (650° C, 2 kg/mm²) wurde im Verlaufe des Versuchs ein wechselweises Abnehmen und Wiederansteigen der Kriechgeschwindigkeit gefunden. Nach einem ersten Abschnitt (508 Std. Versuchsdauer, Dehnung 0,39 %) zeigten beinahe ausschliesslich die Korngrenzzenonen leichte Gitterverbiegungen und in wenigen Fällen eine schwach angedeutete Kornaufteilung. Nach Abschluss des Kriechversuchs (3476 Std., Dehnung 2,71 %) wurden dieselben

Merkmale auch im Korninnern beobachtet, wobei jetzt überall die Tendenz zur Bildung einer Zellstruktur etwas verstärkt war. Die Abhängigkeit der Verformung der Kristalle von der Orientierung zur Zugachse kam hier kaum mehr zum Ausdruck; dagegen trat die Zellbildung stets am frühesten in Korngrenzzenonen auf.

Probe No. 49

Gegenüber Probe No. 30 zeigten sich nur unwesentliche Abweichungen: Sowohl der Kriechablauf als auch die festgestellten Verformungsmerkmale waren praktisch gleich. Bei Abschluss des Versuchs (3476 Std., 2,04 % Dehnung) konnte auch hier keine Einschnürung gefunden werden.

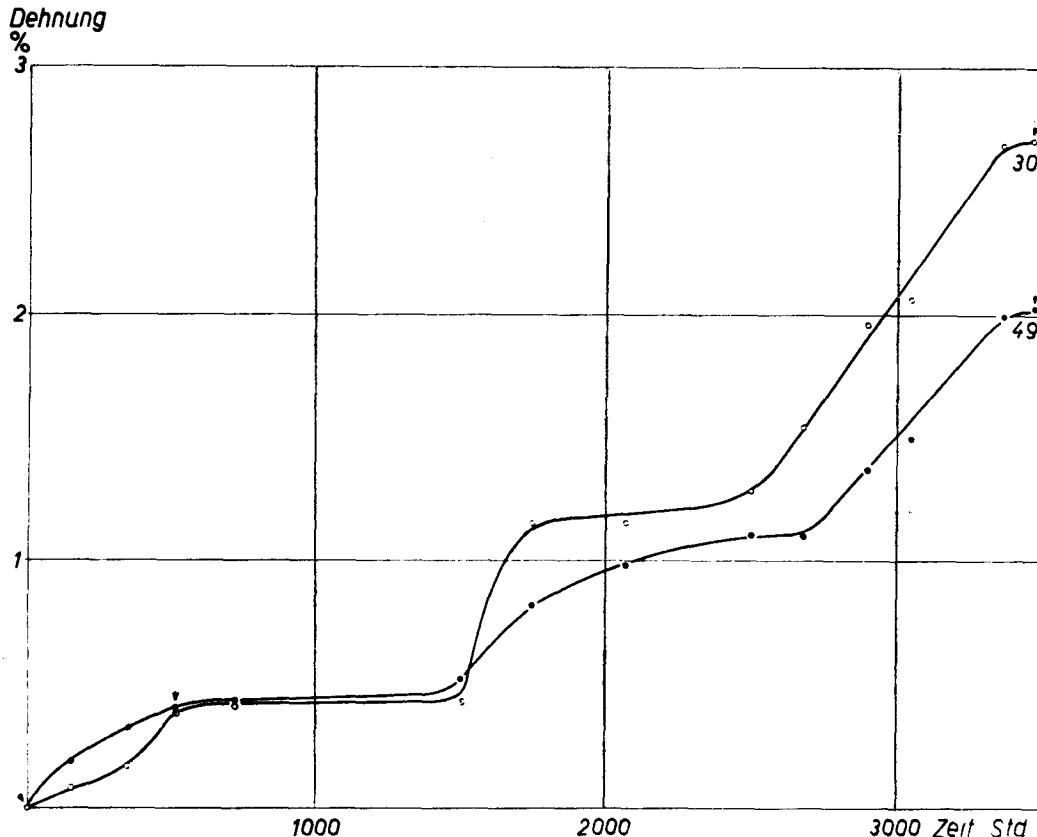


Abb. 15: Kriechversuche 720° C, 2 kg/mm², Material gewalzt + rekristallisiert, grobkörnig

TABELLE X: Kriechversuch an Stab No. 30 (Kriechkurve in Abb. 15)

Temperatur: 720° C. Beanspruchung: 2 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung					
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 508 Std. $\xi = 0,39\%$		Nach 3476 Std. $\xi = 2,71\%$	
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	schlecht	0 Alle Kristalle Lauebilder	Stark unregelmässiges Gefüge. Einzelne Kristalle mit	0	Ziemlich starke Verzunderung, sonst keine Veränderungen	B 1 leichte Auf- teilung	Zunahme der Aus- scheidungen, vor- allem in Korn- grenzonen
b	schlecht	0 mit scharfen Interferenz- punkten	\varnothing ca. 5 mm, viele mit \varnothing 0,5-1 mm	0 etwas weni- ger scharf als Anlief		A 1	
c	schlecht			0		0	
d	schlecht	0		0-A1		-	
a/b		0		A1		B 1	
a/c		0		B 1		B 1	
a/d		0		B 1		-	
k	schlecht	0		0		0-B1	
l	mässig, (001)-Ebene	0		0		A2-B3; Verbie- gung in 1 Richtung	unregelmässige Gleitlinien
m	mässig, (001)-Ebene	0		0		B 1	Zunahme der Ausscheidungen
n	gut, (001)-Ebene	0		A1		B 1 leicht ver- waschen	Zellstruktur, vor- allem in Korn- grenzonen
k/l		0		A1		B1-B2	k/l und k/m
k/m		0		A1		B 1	
k/n		0		A1		B 1	Gleichmasse- deh- nung ohne Ein- schnürungen

Kriechgeschwindigkeit: $V_{\text{konst.}} = 0,0017\% / \text{Std.}$ $V_E = 0,00025\% / \text{Std.}$
(letzte Stufe)

BEANSPRUCHUNG: 3 kg/mm²
(Abb. 16: Kriechkurven)

Probe No. 27, (Tab. XI) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig.

Obschon der Versuch infolge eines Defektes an der Kriechmaschine vorzeitig abgebrochen werden musste, waren doch bereits nach einer Dauer von 499 Stunden bei einer Dehnung von 1,46 % deutliche Anzeichen einer Zellstruktur, vorwiegend in Korngrenzzenonen, zu beobachten. Einzelne Kristalle mit ausgesprochen schlechter Gleitdisposition zeigten indessen überhaupt keine Verformungsmerkmale.

Probe No. 90, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig.

Der Versuch musste ebenfalls abgebrochen werden. Gegenüber No. 27 war hier die Kriechgeschwindigkeit am Anfang etwas grösser und damit auch die Tendenz zur Kaltverfestigung stärker (nach 499 Std., $\epsilon = 1,78 \%$, ohne Einschnürung).

Probe No. 40, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig.

Nach einem primären Abschnitt mit abnehmender Kriechgeschwindigkeit und annähernd gleichem Verlauf wie bei No. 27 und No. 90 folgten mehrere Stufen, bei denen schnelle und langsame Deformation miteinander abwechselten (siehe auch geringe Beanspruchungen bei 650° und 720° C). Im Endzustand (nach 1744 Std.) konnte bei einer Dehnung von 2,77 % keine Einschnürung gemessen werden. Im Mikrobild zeigten sich an mehreren Kristallen unregelmässige Gleitlamellen und an anderen Stellen eine Zellstruktur. Im allgemeinen hatte die Menge der karbidischen Ausscheidungen etwas zugenommen.

Probe No. 110, Material gegossen, grobkörnig.
(Tab. XII)

Nach einer sehr geringen Anfangsdehnung von ca. 0,1 % setzte die Deformation während mehrerer 100 Stunden

überhaupt aus. Bei einer Versuchsdauer von 394 Stunden und einer Dehnung von 0,46 % - gegen das Ende der Phase mit grösserer Kriechgeschwindigkeit - zeigten sich im Mikrobild ausser einer geringen Zunahme der Ausscheidungen keinerlei Veränderungen. Auch die Röntgeninterferenzbilder wiesen in der Regel nur unwesentliche Abweichungen gegenüber dem Anlieferungszustand auf (Typus 0 - A 1, geringe Gitterverbiegungen, in einem Fall schwache Aufteilung der Lauepunkte). Der Versuch wurde nach einer längeren Phase ohne weitere Bewegungen bei einer Dauer von 1221 Stunden und einer Dehnung von 0,68 % abgebrochen, wobei praktisch alle Lauediagramme eine, in einigen Fällen zwar nur ange deutete, Aufteilung der Interferenzpunkte aufwiesen. In Uebereinstimmung damit ergab die Mikrountersuchung bei einzelnen Körnern eine deutliche Zellstruktur in Form von feinen Karbidketten, die sich indessen oft auf Korngrenzzenonen beschränkten.

Probe No. 112, Material gegossen, grobkörnig

Gegenüber No. 110 wurden bedeutend grössere Dehnbeiträge gemessen, obgleich sowohl der prinzipielle Verlauf der Kriechkurve als auch die nach Abschluss des Versuchs gefundenen Verformungseffekte im Wesentlichen dieselben waren. (Endzustand: nach 1221 Stunden, $\epsilon = 1,31 \%$, keine Einschnürung).

Bei einem Vergleich aller Proben mit der Beanspruchung von 3 kg/mm² ergeben sich Unterschiede vor allem in den Dehnbeiträgen. Diese sind am kleinsten bei den gegossenen Stäben, was zum mindesten teilweise eine Folge der kleineren Korngrösse ist. Der Verlauf der Kriechkurve ist überall ungefähr derselbe, wobei berücksichtigt werden muss, dass die Versuche mit den Proben No. 27 und No. 90 vorzeitig abgebrochen werden mussten. Da beim gegossenen Material die Möglichkeit für Karbidausscheidungen während der Kriechversuche infolge des höheren Kohlenstoffgehaltes eher vorhanden war, konnte die Bildung von Substrukturelementen in vielen Fällen gerade wegen dieser Ausscheidungseffekte besonders gut beobachtet werden.

TABELLE XI: Kriechversuch an Stab No. 27 (Kriechkurve in Abb. 16)

Temperatur: 720° C. Beanspruchung: 3 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung	
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung	
		Rö-Interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrounter- suchung
			Nach 499 Std. $\epsilon = 1,46\%$
	Gleitebenen		
a	mässig, (111)-Ebene	0	B 1
b	schlecht	0	0
c	schlecht	0	0
d	mässig, (111)-Ebene	0	A 1
a/b		0	B 1 - A 1
a/d		0	B 2 deutliche Einzel- interferenzen
e	mässig, (001)-Ebene	0	B 1 - B 2; scharfe Punkte
f	schlecht	0	0 Tendenz gegen A 1
g	gut, (111)-Ebene	0	B 1 scharfe Punkte
e/f		0	B 2 Einzelinterferen- zen gut getrennt
e/g		0	B 1
		Grosse Unterschiede in der Korngrösse; a-g mit ϕ von mehr als 3 mm	Karbidausscheidungen, vor allem in Korngrenzenzo- nen
			Zellbildung in Korn- grenzonen
			Gleichmassdehnung ohne Einschnürungen

$$\text{Kriechgeschwindigkeit: } V_E = V_{\text{konst.}} = 0,0025\% / \text{Std.}^*$$

Der Versuch musste anschliessend abgebrochen werden, da infolge eines Fehlers an der Maschine der Stab kaltgerecht wurde und damit für die weitere Untersuchung unbrauchbar war.

TABELLE XII: Kriechversuch an Stab No. 110 (Kriechkurve in Abb. 16)

Temperatur: 720° C.		Beanspruchung: 3 kg/mm ² .		Material: gegossen.			
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung					
		Anlieferung		Nach 394 Std. $\epsilon = 0,46\%$	Nach 1221 Std. $\epsilon = 0,68\%$		
		Rö- interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö- interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung		
a	mässig, (111)-Ebene	0 Alle Kristalle Lauebilder mit scharfen Interferenz- punkten	Stark unregelmässige Korngrösse. Die ausgewählten Körner a - g haben ϕ von 1 - 5 mm	A 1 nur wenig verändert A 1	Ausser Zunahme der Ausscheidun- gen keine Ver- änderungen be- obachtet	B 1 sehr wenig aufgeteilt B 1 Einzelinter- ferenzen scharf	Überall: Zunahme der Ausscheidungen
b	mässig, (001)-Ebene	0		A 1		B 1	
c	gut, (111)-Ebene (kleines Korn)	0		A 1		B 1	
a/b		0		A 1		B 1	Zellstruktur in Korngrenzenzonen
a/c		0		A 1		B 2 Interferen- zen deutlich getrennt	in Form von Kar- bidketten
e	mässig, (001)-Ebene	0		0 Interferen- zen wenig verwaschen		B 1	
f	schlecht	0		0		B 1	
g	mässig, (111)-Ebene	0		B 2		B 2	Ausscheidungen in Zellen angeordnet
e/f		0		B 1 schwach angedeutet	Gleichmassdeh- nung ohne Ein- schnürung	B 1	Gleichmassdeh- nung ohne Ein- schnürung
Kriechgeschwindigkeit:		$V_E = V_{konst.} = 0,0001\% / \text{Std.}$					

Dehnung

%

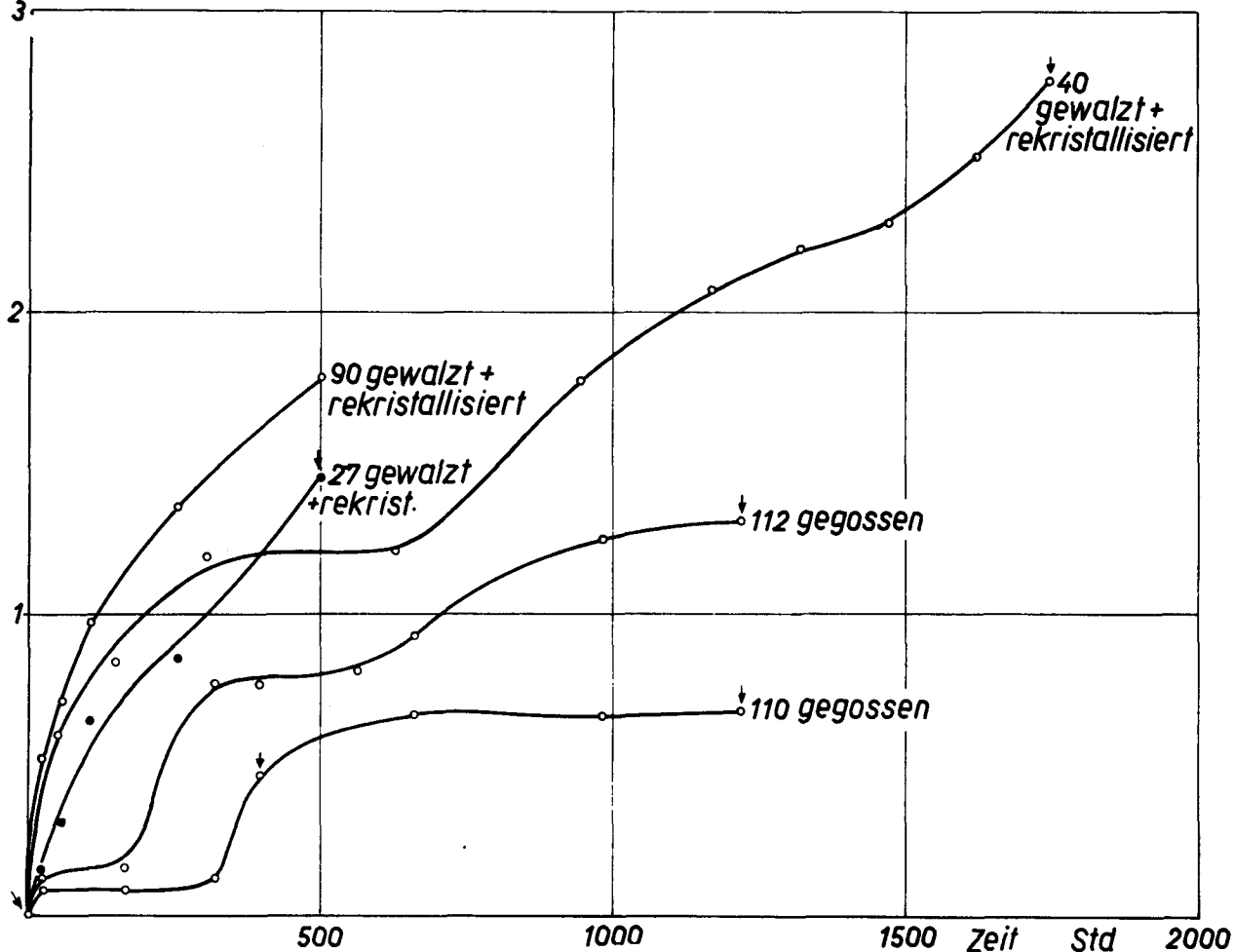


Abb. 16: Kriechversuche 720° C, 3 kg/mm². Material grobkörnig

BEANSPRUCHUNG: 4 kg/mm²

(Abb. 18: Kriechkurven)

Probe No. 54, (Tab. XIII) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Mit der Erhöhung der Beanspruchung ergaben sich größere Dehnbeträge und eine ausgeglichenerere Kriechkurve. In einem ersten Abschnitt von ca. 100 Stunden (Dehnung 1 %) nahm die anfänglich beträchtliche Kriechgeschwindigkeit ziemlich rasch ab, wobei weder an Hand von Röntgeninterferenzen noch mit dem Mikroskop deutliche Verformungseffekte gefunden werden konnten. Lediglich an wenigen Stellen - vor allem in Korngrenzenzonen - waren auf Grund der Lauediagramme geringe Gitterverbiegungen oder Anzeichen einer Kornaufteilung nachweisbar. Die Kriechgeschwindigkeit nahm anschliessend vorerst weiterhin schwach ab; nach ca. 1500 Stunden Versuchsdauer blieb sie eine Zeitspanne lang konstant und nahm zum Schluss sogar nochmals zu. Bei 1035 Stunden und einer Dehnung von 4,77 % war die Zellstruktur an vielen Körnern schon recht deutlich.

Ausserdem zeigten sich in starkem Masse interkristalline Ausscheidungen sowie an mehreren Stellen Korngrenzenanrisse. Bis zum Versuchsabschluss - nach 2152 Stunden und einer Dehnung von 7,84 % - hatte sich die Zahl dieser interkristallinen Anrisse stark vermehrt, und es ist verständlich, dass infolge der dadurch erhöhten Spannung im Restquerschnitt die Kriechgeschwindigkeit in der Endphase etwas anstieg. Die Zellstruktur konnte an weiteren Stellen sowohl im Innern von Kristallen als auch in Korngrenzenzonen gefunden werden. Zwischen den Subelementen bestanden beträchtliche Winkeldifferenzen (1 - 2°), wobei der einzelne Kornteil in vielen Fällen ein leicht gestörtes Gitter aufwies.

Probe No. 23, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Die Kriechkurve ist mit derjenigen der Probe No. 54 beinahe identisch; im allgemeinen wurden im Endzustand (bei einer Dehnung von 7,7 %) auch dieselben Verformungseffekte sowie einige interkristalline Anrisse festgestellt.

Typisches Beispiel aus Probe No. 54 im Endzustand

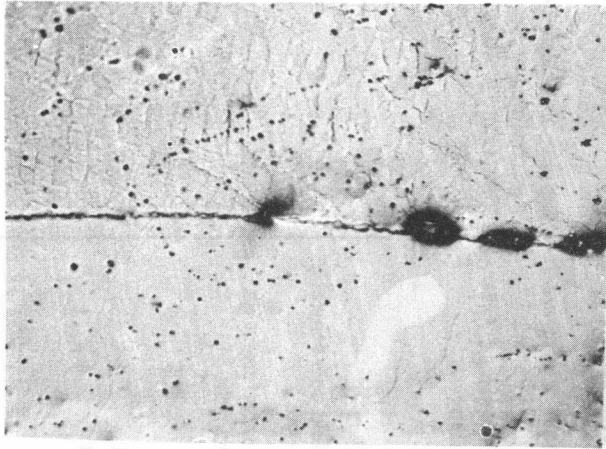


Abb. 17a: Gefügebildaufnahme, X 150

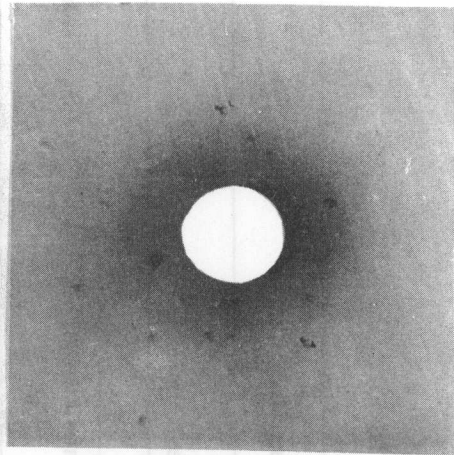


Abb. 17b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle (unterer Kristall)

Beide Kristalle der Abbildung 17a zeigen über weite Bereiche eine Substruktur, wobei die Zellgrenzen beim Kristall unten besonders ausgeprägt sind. Im entsprechenden Lauebild sind die Interferenzpunkte aufgeteilt, jedoch zum Teil etwas verschwommen, was auf Gitterstörungen in den einzelnen Zellen schliessen lässt.

Probe No. 67, Material gegossen, grobkörnig

Bei dieser Probe können deutlich die drei üblichen Kriechabschnitte unterschieden werden, nämlich ein erster mit ständig abnehmender Kriechgeschwindigkeit, ein zweiter, während welchem die Deformation mehr

oder weniger gleichmässig weitergeht, und ein dritter mit erneut ansteigender Kriechgeschwindigkeit.

Gegen das Ende des sekundären Kriechabschnittes zeigten sich die ersten interkristallinen Anrisse, wovon einer nach einer Versuchsdauer von 1377 Stunden bei einer Gesamtdehnung von 6,21 % den Stab zum Bruch führte. Die Querschnittsverringering erfolgte hier im wesentlichen nicht durch eine zunehmende Einschnürung des Stabes, sondern durch fortschreitendes Reißen längs Korngrenzen, was durch die oxydierte Bruchfläche bestätigt wird (Kontraktion ca. 15 %). Im Endzustand konnten viele Körner mit einer mehr oder weniger deutlichen Zellstruktur gefunden werden.

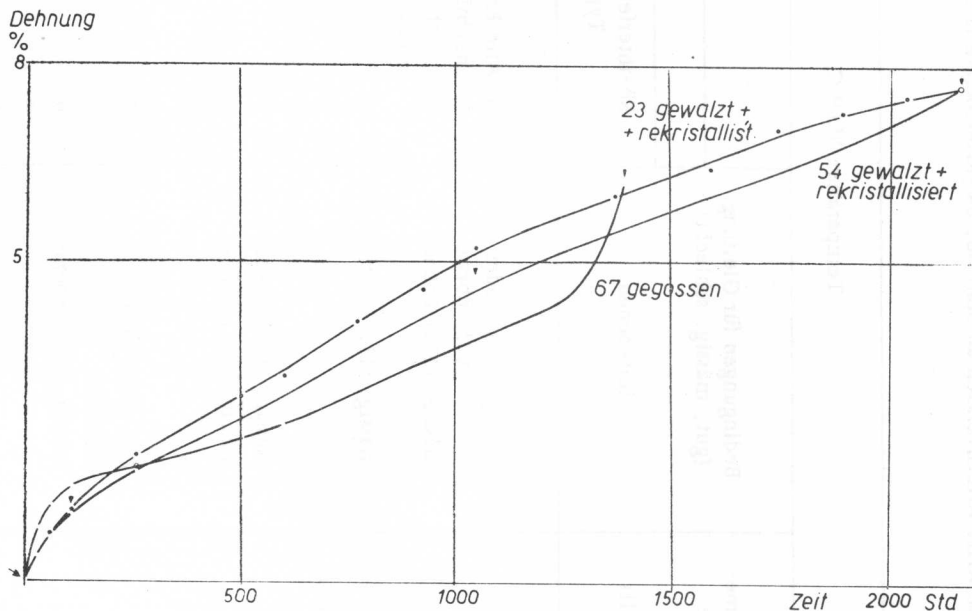


Abb. 18: Kriechversuche 720° C, 4 kg/mm². Material grobkörnig

TABELLE XIII: Kriechversuch an Stab No. 54 (Kriechkurve in Abb. 18)

Temperatur: 720° C. Beanspruchung: 4 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Nach 105 Std. $\epsilon = 1,01\%$		
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchungen		
		Anlieferung	Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung
	Gleitebenen	Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung	Mikro- und Makrountersuchung
a	mässig, (111)- oder (001)-Ebene	0 Alle Kristalle Lauebilder mit scharfen Interferenzpunkten	Gleichmässiges Gefüge; ziemlich feinkörnig, meist Kristalle mit 1-2 mm ϕ	Leichte Zunahme der Ausscheidungen; sonst keine weiteren Effekte
b ₁	mässig, (111)-Ebene	0		
b ₂	mässig, (111)-Ebene	0		
a/b ₁		0		
a/b ₂		0		
c	mässig, (111)-Ebene	0		
d ₁	mässig, (111)-Ebene	0		
c/d ₂		0		
g	gut, (001)-Ebene	0		
i	schlecht	0		
h	mässig, (001)-Ebene	0		
g/h		0		
g/i		0		

Zu Tabelle XIII

Aufnahme- stelle (Kristall)		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung		
		Nach 1035 Std. $\xi = 4,77 \%$	Nach 2152 Std. $\xi = 7,84 \%$	Mikro- und Makro- untersuchung
		Rö-interferenzbild-Typ	Rö-interferenzbild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	B 1	Zunahme der Ausscheidungen, vor allem interkristallin. In Korngrenzen an einigen Stellen die Bildung von Zellen erkennbar (z.B. a/b ₁).	B 2 Interferenzen leicht verschwommen	Weitere starke Zunahme der interkristallinen Ausscheidungen und Anrisse. Zellbildung: z.B. in Kristallen a, b ₁ , b ₂ , g, sowohl im Innern als auch in entsprechenden Korngrenzen. (siehe Beispiel Ann. 17)
b ₁	B 1 etwas verstärkt		B 3 Interferenzen ziemlich scharf	
b ₂	B1-B2; Interferenzen ziemlich scharf		B 3 Interferenzen leicht verschwommen	
a/b ₁			B 2 Interferenzen leicht verschwommen	
a/b ₂	B 1 - B 3		B 1 Interferenzen verwaschen	
c	B 3 Interferenzen verschwommen		B 1 - B 3; kaum verändert	
d ₂			B 2 - B 3; etwas schärfer	
c/d ₂			B 1 - B 3	
g			B 2 - B 3	
i			B 1 Effekt schwach	
h			B 1 Effekt schwach	
g/h	B 1	Gleichmasdehnung, ohne Einschnürung, mehrere interkristalline Anrisse	B 2 - B 3; Interferenzen stark verschwommen	Gleichmasdehnung, vermehrt kleine, interkristalline Anrisse
g/i			B 1	
Kriechgeschwindigkeit:		V _E = 0,005 % / Std.	V _{konst.} = 0,003 % / Std.	

BEANSPRUCHUNG: 6 kg/mm²

(Abb. 21: Kriechkurven)

Abb. 19: Gefügeaufnahme, X 150

Probe No. 99, (Tab. XIV) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

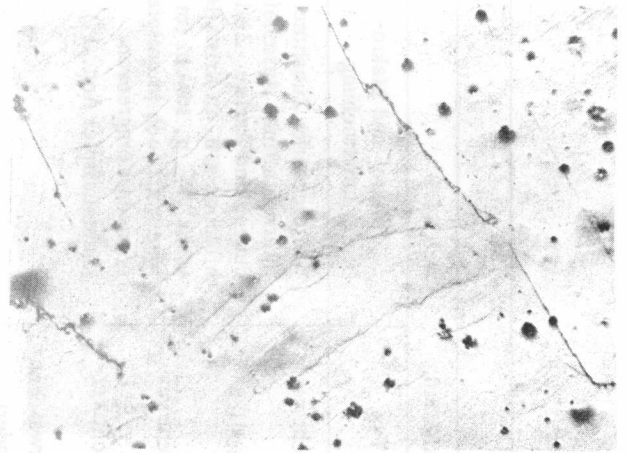
Auf Grund der relativ hohen Beanspruchung und der damit verbundenen grösseren Verformungsgeschwindigkeit konnte sich das Material im Verlaufe des Kriechversuches zusehends verfestigen, was mit der ständig abnehmenden Kriechgeschwindigkeit zum Ausdruck kam. Die Orientierung der Kristalle relativ zur Beanspruchungsrichtung spielte unter diesen Bedingungen offenbar keine Rolle mehr: Es ist kaum eine Beziehung zwischen Mass der Verformung und Kristallorientierung erkennbar.

Sodann ist bei dieser Probe besonders bemerkenswert, dass einzelne Kristalle bereits im Anlieferungszustand eine Substruktur mit kleinen Orientierungsdifferenzen zwischen den Einzelteilen besaßen. Nach dem ersten Kriechabschnitt (8 Std., Dehnung = 4,04 %) waren die Verformungseffekte nur gering. Am Ende des Versuchs, nach 45 Stunden und bei einer Dehnung von 11,33 %, zeigten dagegen alle untersuchten Körner meist unregelmässige Gleitlamellen. Die Laueinterferenzen waren aufgeteilt, jedoch in den meisten Fällen stark verschmiert. Dies bedeutet, dass die Substrukturbildung begleitet war von Gitterverbiegungen. Bis zu einer Dehnung von 9,3 % konnten an der Probe keine eingeschnürten Zonen beobachtet werden, und am Ende betrug die Kontraktion 10 %.

Probe No. 64, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Der Versuch wurde bereits in seinem Anfangsstadium, nämlich nach 8 Stunden, bei einer Dehnung von 1,26 % abgebrochen. Nur wenige Körner zeigten im Mikrobild schwach angedeutete Gleitlinien, wobei die Interferenzpunkte des entsprechenden Lauediagramms wenig verlängert oder leicht verwaschen waren. In den meisten Fällen konnten jedoch keinerlei Gitterstörungen nachgewiesen werden.

Im Mikrogefüge der Abb. 19 sind deutlich unregelmässig ausgebildete Gleitlamellen erkennbar. In der entsprechenden Laueaufnahme sind die Interferenzpunkte zum Teil zwar aufgeteilt, jedoch meist stark verwaschen (A 4 und B 3)

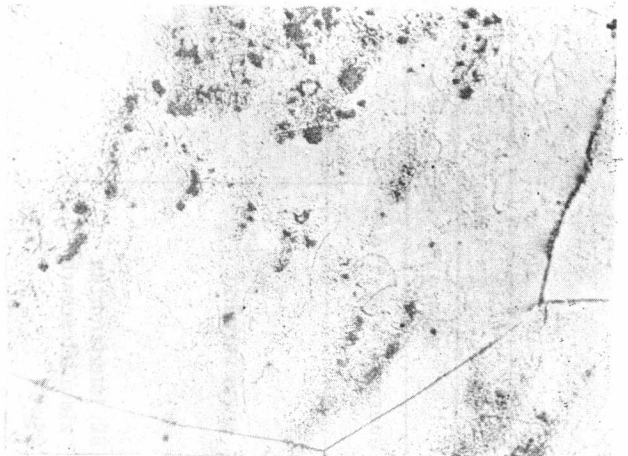


Typisches Beispiel aus Probe No. 99 im Endzustand

Probe No. 68, Material gegossen

Trotz den gegenüber Probe No. 99 geringeren Dehnbeiträgen war der Kriechverlauf bis kurz vor Abschluss des Versuchs derselbe. Bis zur 75. Stunde nahm die Kriechgeschwindigkeit ständig leicht ab, um anschliessend bis zum Ende (98 Std., $\epsilon = 9,3\%$) nochmals schwach anzusteigen. Für diese Wendung waren einerseits eine geringe Einschnürung (10 %) und andererseits interkristalline Anrisse verantwortlich. Im Mikrogefüge war ein grosser Anteil an Karbidausscheidungen erkennbar, die meist längs Gleitlamellen oder Zellgrenzen angeordnet waren.

Abb. 20: Gefügeaufnahme. X 150



Typisches Beispiel aus Probe No. 68 im Endzustand

Die in Abb. 20 sichtbare Substruktur wird mit der Laueaufnahme bestätigt: Die Interferenzpunkte sind aufgeteilt, dabei allerdings infolge von Gitterverbiegungen zum Teil etwas verschwommen.

TABELLE XIV: Kriechversuch an Stab No. 99 (Kriechkurve in Abb. 21)

Temperatur: 720° C. Beanspruchung: 6 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung			
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 8 Std. $\epsilon = 4,04\%$	Nach 45 Std. $\epsilon = 11,33\%$
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	gut, (111)-Ebene	0	Unterschiedliche Korngrösse	B 1 Interferenz leicht ver- waschen	B 3 Interferenz stark ver- waschen
b	mässig	0		A 1	B 3
c	gut, (001)-Ebene	0		B 1	B 3
e	gut, (111)-Ebene	B 1 Interferent schwach in Einzelele- mente auf- geteilt		B 3 Interferenz stark ver- waschen	B 4 nur noch stärkste In- terferenz gut sichtbar
a/b		0		B 1-B3; Interfe- renz stark geschwächt	B 3
a/c		0		B 1	-
a/e		0/B 1		B 3 Interferenz stark ver- waschen	B 3
g	gut, (111)-Ebene	0		B 1	B 3 Interferenz stark ver- waschen
h	gut, (001)-Ebene	B 1 Aufteilung angedeutet		B 3	B 4 nur noch stärk- ste Interfe- renz sichtbar
i	gut, (111)-Ebene	0		B 3	B 3 etw. schärfer
g/h		0/B 1		B 1-B3	B 3 Interf. stark verwaschen
g/i		0		B 1-B3	B 3-B4; nur noch stärkste Int.
Kriechgeschwindigkeit:		$V_E = V_{konstr.} = 0,2\% / \text{Std.}$		Gleichmassdeh- nung, keine Einschnürung	
				Gleichmassdehnung bis 9,3% Dehnung später Einschnürung bis 10%	

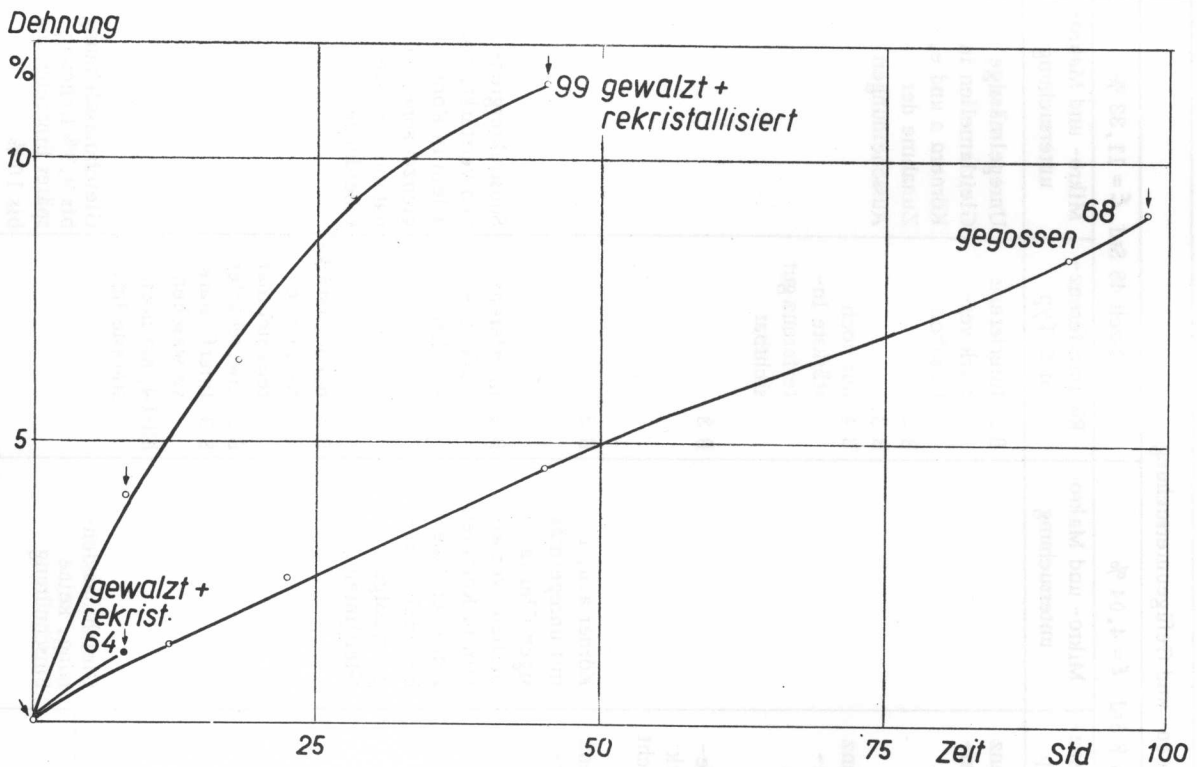


Abb. 21: Kriechversuche 720° C, 6 kg/mm². Material grobkörnig

BEANSPRUCHUNG: 8 kg/mm²

Probe No. 61, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

(Abb. 23: Kriechkurve) $V_{\text{konst.}} = 0,2 \text{ \%}/\text{Std.}$
 $V_E = 0,7 \text{ \%}/\text{Std.}$

Nach einer relativ schnell ablaufenden Anfangsdehnung (2,6 % in 1 Std.) nahm die Kriechgeschwindigkeit infolge Verfestigung sehr schnell ab, blieb dann während

ca. 10 Stunden konstant, um zum Schluss nochmals etwas anzusteigen. Das tertiäre Kriechen kann auch hier durch Einschnürung resp. interkristalline Anrisse erklärt werden (nach 23 Stunden Versuchsdauer, bei einer Dehnung von 9,38 %). Die weiteren Verformungsmerkmale waren ähnlich wie beim kurzzeitigen Zugversuch: Die meisten Kristalle enthielten ausgeprägte Gleitlamellen; die Röntgenrückstrahlungsaufnahmen ergaben mehr oder weniger vollständige Debye-Scherrer-Ringe, die zum Teil verwaschen waren (siehe Abb. 22).

Typisches Beispiel aus Probe No. 61 im Endzustand

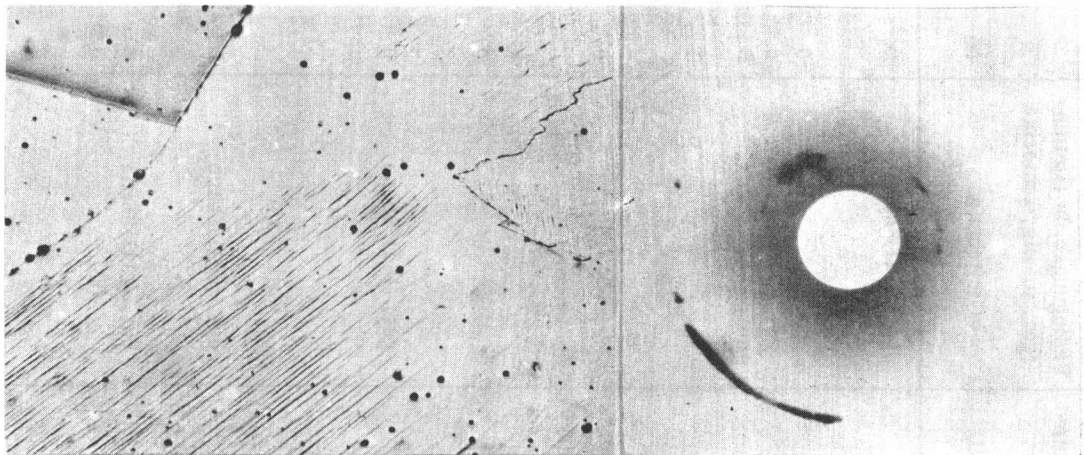


Abb. 22a: Gefügebildaufnahme, X 150

Abb. 22b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

In Abb. 22a ist ein Teil eines Kornes mit deutlichen, nahe beieinander liegenden Gleitlamellen zu sehen. Es ist zu beachten, dass infolge Gleitbehinderung durch angrenzende Körner innerhalb desselben Kristalles die

Verformung nicht gleichmässig vor sich gegangen war. Mit der Röntgenaufnahme, Abb. 22b, werden die starken Gitterverbiegungen nachgewiesen.

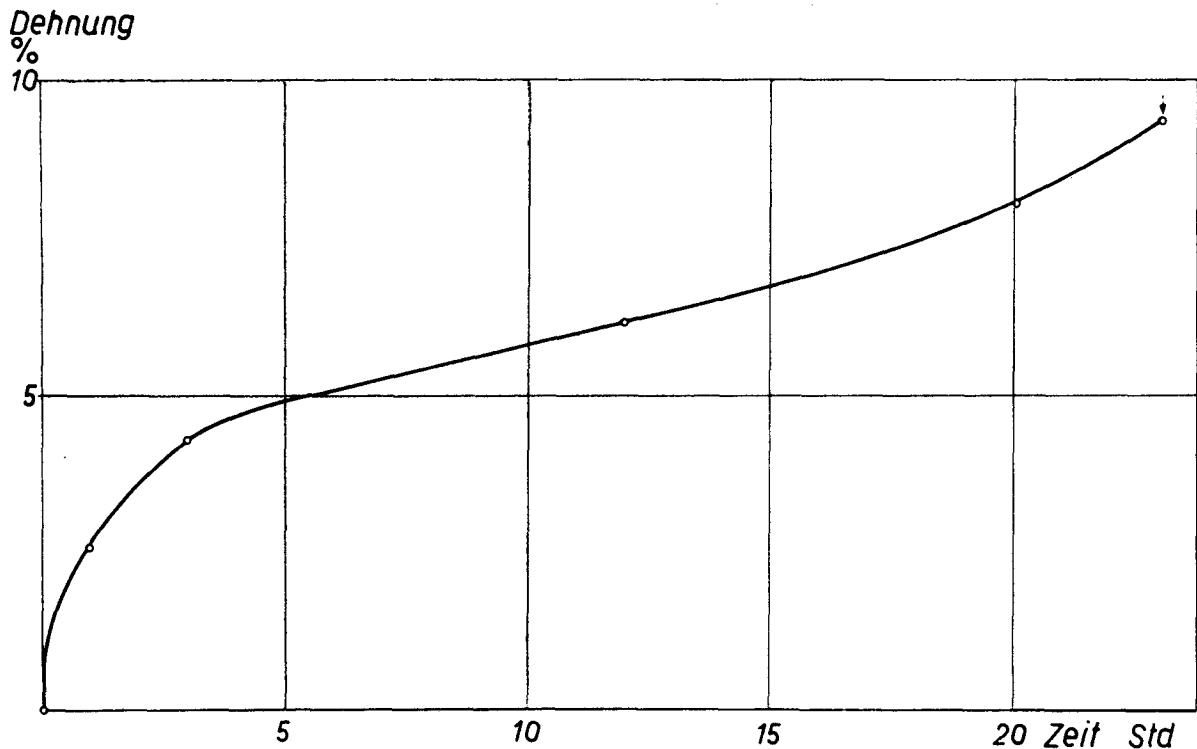


Abb. 23: Kriechversuch 720° C, 8 kg/mm². Material gewalzt + rekristallisiert, grobkörnig

ZUSAMMENFASSENDER BEMERKUNGEN ZU DEN VERSUCHEN BEI 720° C

1. Es konnten im allgemeinen dieselben Verformungsmerkmale nachgewiesen werden wie bei 650° C: Gleitlinien, verbunden mit starken Gitterverbiegungen bei hohen, Zellstruktur bei mittleren und tiefen Beanspruchungen.
2. Bei der niedrigsten Beanspruchung (2 kg/mm²) war die Kornaufteilung nur in wenigen Fällen nachweisbar. Dies mag auf die recht geringen Dehnbeträge zurückzuführen sein.
3. Auch hier konnte im Verlaufe eines Kriechversuchs eine Zunahme karbidischer Ausscheidungen festgestellt werden, wobei gegenüber der tieferen Temperatur die Teilchen eher grösser ausgebildet waren.
4. Auf Grund des Verlaufs der Kriechkurven und der in den Röntgenrückstrahlungen beobachteten Interferenzeffekte ist ersichtlich, dass nur bei den höheren Beanspruchungen (4 - 8 kg/mm²) die Verfestigung eindeutig überwiegt. Sie kommt zustande durch Verbiegungen im Kristallgitter (inklusive Korngrenzenzonen), durch die Bildung einer Zellstruktur und durch Störstellen in atomaren Bezirken. Letzteres muss nämlich angenommen werden, wenn Verfestigung lediglich auf Grund des Verlaufs der Kriechkurve festgestellt werden kann.

Versuche bei 800° C

BEANSPRUCHUNG: 0,5 kg/mm²

(Abb. 25: Kriechkurven)

Probe No. 24, (Tab. XV) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Die Kriechkurve zeigt einen ungewöhnlichen Verlauf: Nach einer Anlaufzeit von ca. 500 Stunden mit annähernd keiner Verformung nahm die Kriechgeschwindigkeit bis gegen Ende des Versuchs ständig etwas zu. Die bis zum Endzustand (nach 2642 Stunden, $\epsilon = 0,81\%$) ausgeschiedenen Karbide, die viel gröber ausfielen als im Falle der Versuche bei tieferer Temperatur, waren sehr oft zu einem Subkorngrenzennetz angeordnet. Röntgenaufnahmen von entsprechenden Stellen bestätigten die auf Grund des mikroskopischen Befundes vermutete Kornaufteilung.

Probe No. 28, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Abgesehen von einer kurzen Anfangsperiode waren bei dieser Probe die gemessenen Dehnungen erheblich kleiner als bei No. 24 (nach 2642 Std. $\epsilon = 0,41\%$). Im Endzustand zeigten hier die meisten der untersuchten Kristalle ausser einer Zunahme an Ausscheidungen keine Veränderungen. In wenigen Fällen war auf Grund der Laueaufnahme eine schwache Kornaufteilung nachweisbar.

Probe No. 37, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Der Stab verhielt sich ungefähr gleich wie No. 24. Die Enddehnung nach 2642 Stunden betrug 0,85 %.

Probe No. 76, Material gegossen, grobkörnig

Der Stab dehnte sich während der ersten 700 Stunden um 0,07 %; in der anschliessenden Zeit konnte praktisch

keine weitere Verformung festgestellt werden (Enddehnung 0,09 % nach 2009 Std.). Ausser einer starken Zunahme der Karbidausscheidungen wurden keine Verformungseffekte gefunden.

Probe No. 77, Material gegossen, grobkörnig

Bei Versuchsabschluss konnte keine Dehnung des Stabes gemessen werden. Die Ausscheidungen hatten zugenommen, die Lauebilder zeigten ebenso scharfe Interferenzpunkte wie am Anfang.

Probe No. 78, Material gegossen, grobkörnig

Nach einer Dehnung von 0,17 % während der ersten 600 Stunden kam die Verformung annähernd zum Stillstand. Im Endzustand (Dehnung 0,22 % nach 2009 Std.) waren ausser einer starken Zunahme an Ausscheidungen keinerlei Deformationseffekte nachweisbar.

Die niedrige Beanspruchung von 0,5 kg/mm² ergab bei den Kriechversuchen nur geringfügige Effekte. Ausserdem sind die Messwerte der kleinen Dehnbeträge nicht immer zuverlässig, da die Stäbe und damit die Messbünde bei der langen Versuchsdauer stark verzerrten. Immerhin kann aus den Resultaten doch geschlossen werden:

1. In einigen Fällen konnten Dehnwerte erst nach einer längeren Anlaufzeit gemessen werden. Dies lässt vermuten, dass während dieser Zeit einzelne Kristalle in eine für die Verformung günstigere Lage gedreht worden sind.
2. Die Dehnbeträge waren zwar bei allen Proben sehr klein; es zeigten sich aber trotzdem Unterschiede zwischen den verschiedenen Stäben, indem bei einzelnen keine oder praktisch keine Dehnwerte gemessen wurden. Die Proben waren auf Grund der Anisotropieeffekte einzelner Kristalle für die plastische Verformung deutlich verschieden gut disponiert.

Typisches Beispiel aus Probe No. 24 im Endzustand

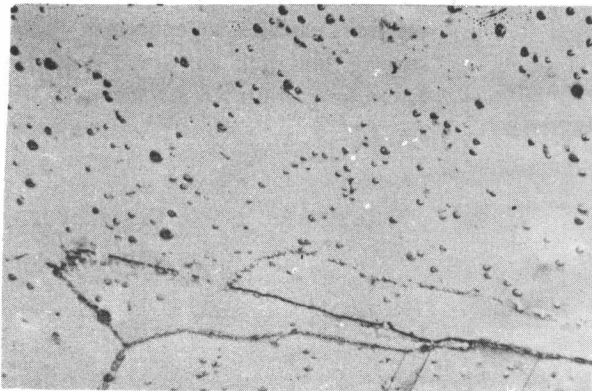


Abb. 24a: Gefügeaufnahme, X 150

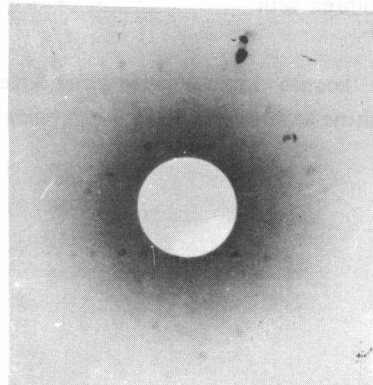


Abb. 24b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

TABELLE XV: Kriechversuch an Stab No. 24 (Kriechkurve in Abb. 25)

Temperatur: 800° C. Beanspruchung: 0,5 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung	
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung	
		Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung
a	mässig, (001)-Ebene	0 Alle Kristalle, Lauebilder mit scharfen Interferenzpunkten ohne Aufteilungen	Gefüge mit ziemlich gleichmässiger Korngrösse
b	mässig, (111)-Ebene	0	
c	gut, (111)-Ebene	0	
e	mässig, (111)-Ebene	0	
a/b		0	
a/c		0	
a/e		0	
f	schlecht	0	
g	mässig, (001)-Ebene	0	
m	schlecht	0	
f/g		0	
f/m		0	
Kriechgeschwindigkeit:		V _E = 0 % / Std.	
		Rö-interferenzbild-Typ	Mikro- und Makrountersuchung
		Nach 2642 Std. $\xi = 0,81\%$	
		B 3 Interferenz stark verschmiert	Starke Zunahme der Ausscheidungen, teilweise recht grob. Anordnung der Karbide in einer Zellstruktur, z.B. bei Körnern a, b, und c.
		B 2 Interferenz geschwächt	
		B 3	
		B 2 Interferenz geschwächt	
		B 2	
		B2-A3; Interferenz geschwächt	
		B3-A3	
		B 1	
		B 1 kaum verändert	
		A 1 kaum verändert	
		B 2 Interferenz leicht verschmiert	
		B2-B3; Interferenz leicht verschmiert	Gleichmassdehnung ohne Einschnürung

Abbildung 24 a zeigt die groben Karbidausscheidungen, die im Innern des Kristalls teilweise zu einer Art Zellen

angeordnet sind. In der Röntgeninterferenzaufnahme ist eine geringe Aufteilung der Lauepunkte erkennbar.

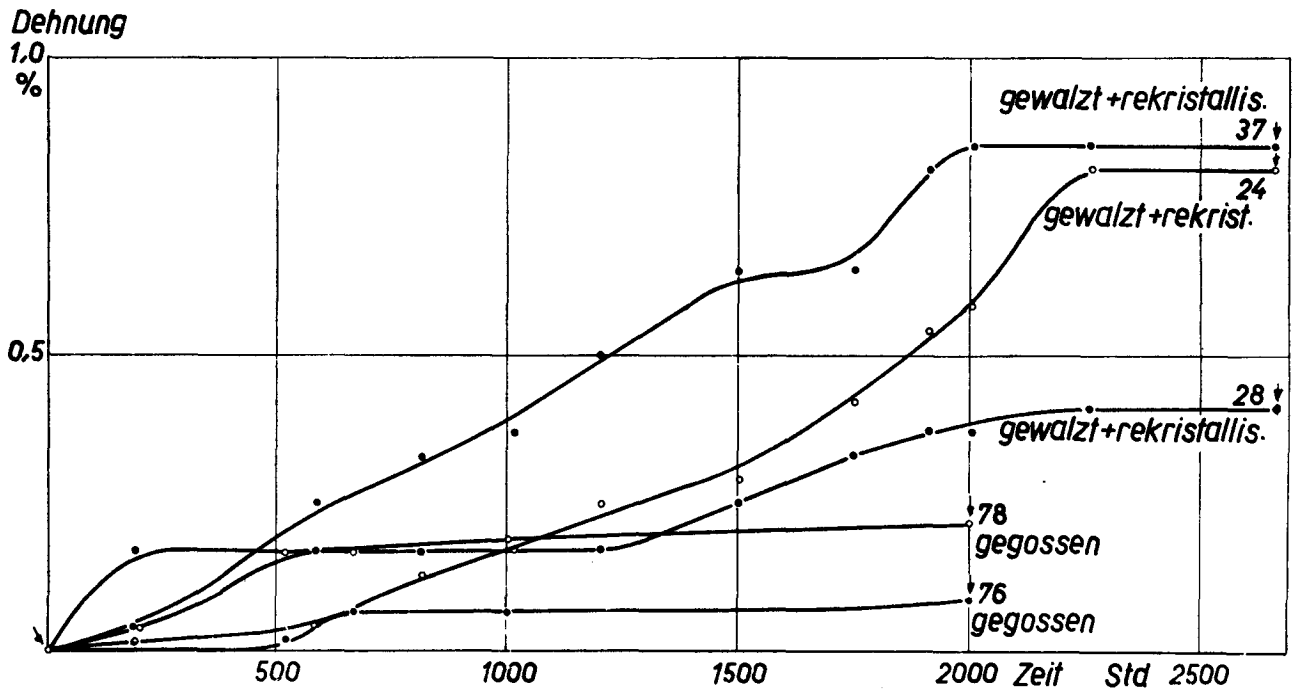


Abb. 25: Kriechversuche 800°C, 0,5 kg/mm². Material grobkörnig

BEANSPRUCHUNG: 1 kg/mm²
(Abb. 27: Kriechkurven)

Die höhere Beanspruchung hatte erwartungsgemäss eine meist schon von Anfang an grössere Kriechgeschwindigkeit zur Folge.

Probe No. 22, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Es waren keine Verfestigungseffekte festzustellen, was unter anderem durch den von Anfang an unbestimmten Verlauf der Kriechkurve zum Ausdruck kommt. Nach 2393 Stunden Versuchsdauer und einer Dehnung von 1,83 % ergaben Rückstrahltaufnahmen bei einzelnen Kristallen eine geringe Aufteilung der Interferenzen, bei anderen jedoch dieselben Lauemuster wie im Anlieferungszustand. In einigen Fällen konnte in ähnlicher Weise wie bei No. 24 die Anordnung der entstandenen Karbidausscheidungen zu einem Netz von Subkorn Grenzen beobachtet werden.

Probe No. 33, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Die Abweichungen gegenüber No. 22 sind kaum von Bedeutung. Im Endzustand (nach 2393 Std., $\epsilon = 1,23\%$) war in gleicher Weise eine starke Zunahme der Ausscheidungen und an einigen Stellen die beginnende Bildung einer Zellstruktur zu beobachten.

Probe No. 17, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Diese Probe zeigte bis zum Versuchsabschluss die geringste Dehnung: 0,99 % nach 2523 Stunden. Die Röntgen- und Mikrountersuchungen führten zu ähnlichen Ergebnissen wie bei Probe No. 22.

Probe No. 73, Material gegossen, grobkörnig

Die Kornaufteilung trat hier erheblich stärker zu Tage als bei den vorher besprochenen Proben: Die Lauepunkte waren in einigen Fällen deutlich in Einzelinterferenzen aufgeteilt, entsprechend einer Orientierungsdifferenz zwischen den Einzelteilen von 1 - 2°. Auch im Mikrogefüge war die Substruktur an den dazu gehörigen Stellen viel deutlicher sichtbar, indem Karbidreihen gut sichtbare Zellgrenzen bildeten (Enddehnung 1,48 % nach 1077 Std.).

Proben No. 74 und No. 75, Material gegossen, grobkörnig

Die beiden Kriechkurven sind annähernd identisch, und zwar sind die entsprechenden Dehnbeträge beträchtlich kleiner als bei No. 73. Es waren auch hier Körner mit einer Zellstruktur festzustellen, jedoch war der Effekt undeutlich, die Orientierungsdifferenz zwischen den Zellen nur sehr klein. Im Endzustand, nach 1077 Stunden, hatte No. 74 eine Dehnung von 0,39 %, No. 75 eine solche von 0,62 %.

Typisches Beispiel aus Probe No. 73 im Endzustand

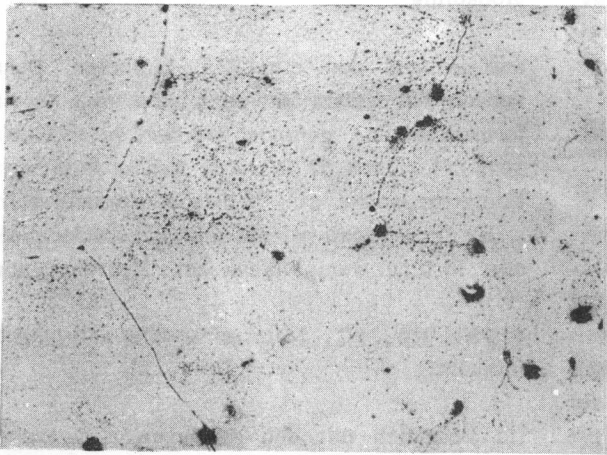


Abb. 26a: Gefügeaufnahme, X 150

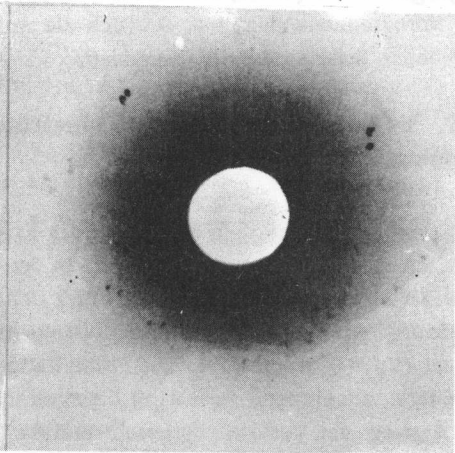


Abb. 26b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

Die Zellstruktur ist in Abbildung No. 26a gut erkennbar, indem dichte Karbidzeilen die Grenzen zwischen den Einzelementen bilden. Der Befund wird durch die

deutliche Aufteilung der Lauepunkte in der dazu gehörigen Röntgenrückstrahlungsaufnahme (Abb. 26b) bestätigt.

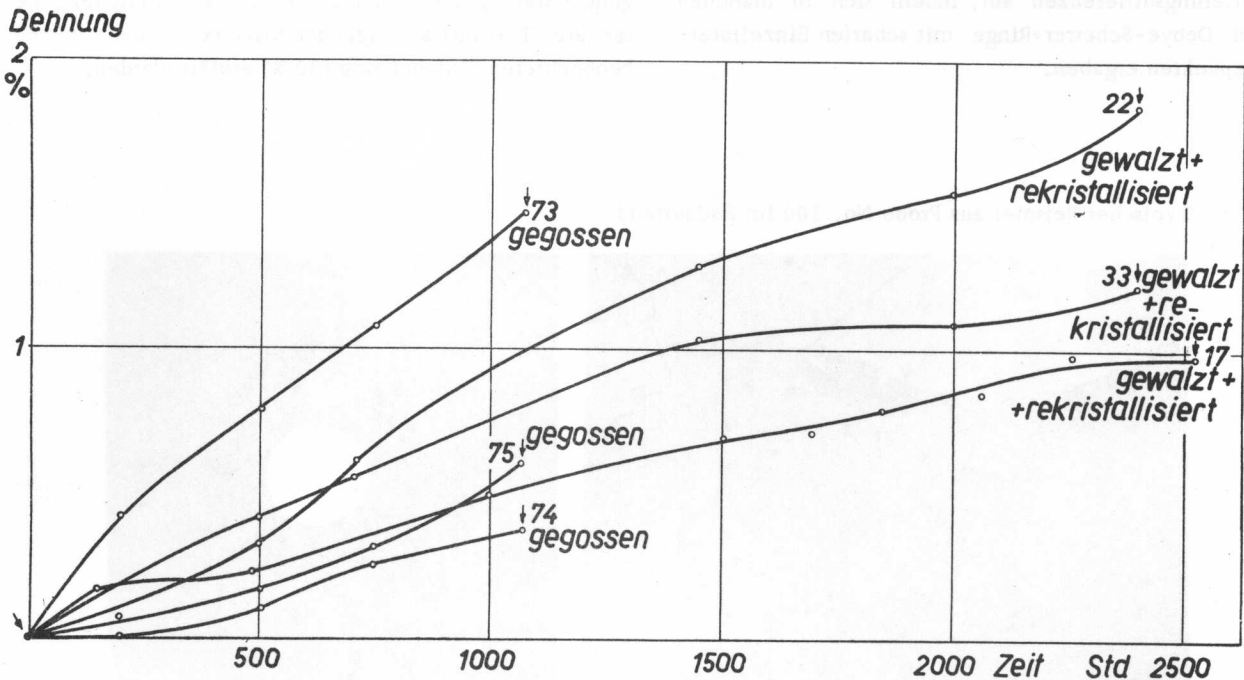


Abb. 27: Kriechversuche 800° C, 1 kg/mm². Material grobkörnig

BEANSPRUCHUNG: 2 kg/mm²
(Abb. 29: Kriechkurven)

Probe No. 52, (Tab. XVI) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Infolge eines Maschinendefektes und der dadurch verursachten Kaltreckung der Probe musste der Versuch bei einer Dehnung von 5 % abgebrochen werden. Bis zu diesem Punkte hat die Kriechkurve einen annähernd linearen Verlauf; es kann also nicht die Rede von stärkeren Ver-

festigungseffekten sein. Nach einem ersten Abschnitt (100 Std., $\epsilon = 1,15\%$) waren die Verformungseffekte im allgemeinen nur undeutlich, wobei einige Kristalle mit günstiger Gleitlage etwas stärkere Gitterverbiegungen aufwiesen. An einem Kristall konnte in einer Kongruenzzone bereits deutlich eine Zellstruktur beobachtet werden. Im Mikrobild waren ausser der geringen Zunahme der Ausscheidungen keine weiteren Veränderungen zu sehen. Deutlicher waren die Verformungseffekte nach 319 Stunden bei einer Dehnung von 4,46 % (keine Einschnürung): In wenigen Beispielen wurden starke

Gitterverbiegungen festgestellt (z.B. Korn f, mit guten Gleitbedingungen nach (001)), an anderen Stellen, besonders in Korngrenzenzonen, war deutlich die Aufteilung der Körner in Subelemente zu erkennen.

Probe No. 100, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig.

Bis zu einer Dehnung von ca. 5 % deckt sich die Kriechkurve praktisch mit derjenigen von No. 52. In der Folge nahm die Kriechgeschwindigkeit bis zu einer Dehnung von 8 % ständig leicht ab und zum Schluss nochmals sehr stark zu ($V_E = 0,25 \text{ %/Std.}$). Die Probe hatte sich demnach vorerst zunehmend verfestigt; dagegen ist der plötzliche Anstieg der Verformungsgeschwindigkeit gut zu erklären durch die gebildeten interkristallinen Anrisse und eine Einschnürung von ca. 20 %. Im Endzustand - nach 682 Stunden und einer Dehnung von 10,8 % - zeigten viele Kristalle eine deutliche Zellstruktur, die sich über die ganzen Körner erstreckte, und die Einzelemente wiesen zum Teil beträchtliche Orientierungsdifferenzen auf, indem sich in manchen Fällen Debye-Scherrer-Ringe mit scharfen Einzelinterferenzpunkten ergaben.

Probe No. 55, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Entsprechend den erheblich kleineren Dehnbeträgen konnten bei diesem Stab auch nur wenige deutliche Verformungseffekte gefunden werden. Im Endzustand (nach 1075 Std., = 3,52 %) wurde nur an wenigen Stellen in Korngrenzennähe eine schwache Kornaufteilung festgestellt; im übrigen wiesen die Lauebilder meist scharfe oder doch nur wenig verwaschene Interferenzpunkte auf.

Probe No. 97, Material gewalzt und rekristallisiert, feinkörnig

Im Vergleich mit den grobkristallinen Proben zeigte dieser Stab ein "mittleres" Verhalten, was darauf hinweist, dass die verfestigende Wirkung des feinkristallinen Gefüges bei höheren Temperaturen kaum mehr von Bedeutung ist. Auf eine Anlaufzeit von ca. 200 Stunden folgte der zweite Abschnitt mit anfänglich grosser und anschliessend - infolge zunehmender Materialverfestigung - ständig abnehmender Kriechgeschwindigkeit. Der tertiäre Teil mit ansteigender Kriechkurve kann mit der beobachteten Einschnürung (30 %) erklärt werden.

Typisches Beispiel aus Probe No. 100 im Endzustand

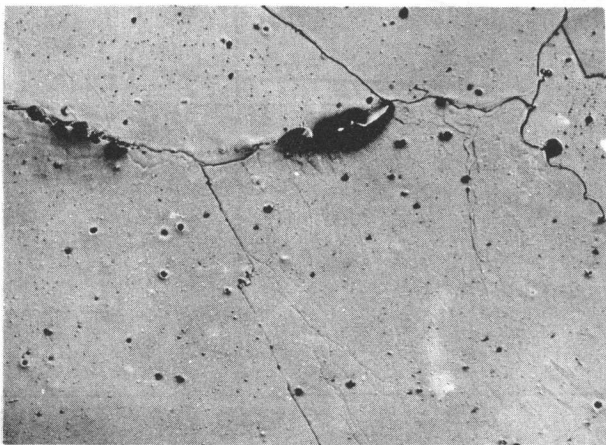


Abb. 28a: Gefügebildung, X 150

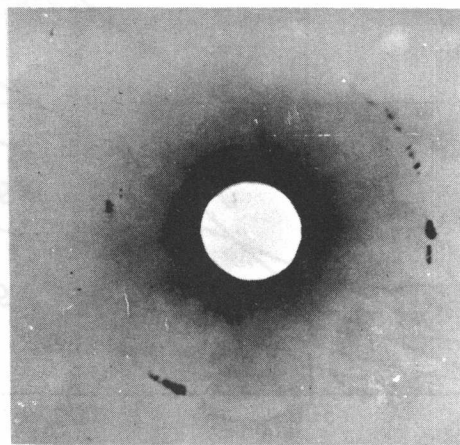


Abb. 28b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

Abbildung 28a zeigt innerhalb eines Kornes deutliche Zellstruktur, die zwar in Korngrenzenzonen besonders ausgeprägt ist, sich aber praktisch über den ganzen Kri-

stall erstreckt. Aus der Laueaufnahme (Abb. 28b) sind die grossen Orientierungsdifferenzen ersichtlich.

TABELLE XVI: Kriechversuche an Stab No. 52 (Kriechkurve in Abb. 29)

Temperatur: 800° C. Beanspruchung: 2 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung					
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 100 Std. $\epsilon = 1,15\%$	Nach 319 Std. $\epsilon = 4,46\%$		
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	schlecht	0	Regelmässiges Gefüge. Die untersuchten Kristalle haben ϕ von 2 - 5 mm	0	Geringe Zunahme der Ausscheidungen sonst keine Veränderungen festgestellt	B1-B2	Zunahme der Ausscheidungen, sowohl in Korngrenzen als auch im Innern der Kristalle
b	mässig, (111)-Ebene	0	Alle Kristalle mit scharfen Interferenzpunkten	A1 Interferenz scharf, aber wenig verlängert		B1	Körner a und d mit schwach sichtbarer Zellstruktur, vor allem in Korngrenzenzonen.
c	schlecht	0		A1		B1	B1 leichte Verbiegung in 1 Richtung
a/b		0		B2		B2	B2 Interferenz stark geschwächt
a/c		0		A1		A1/B1	Korn f mit Gleitlamellen
d	mässig, (111)-Ebene	0		A1-B1		B2	B2 Verbiegung in 1 Richtung
e	schlecht	0		A1 Effekt nur angedeutet		0	Versuch abgebrochen, da Stab wegen Defekt an Maschine kaltgereckt
f	gut, (001)-Ebene	0		A1 Interferenz geschwächt		A2-A3	A2-A3; starke Verbiegung.
d/e		0		A1		B3/B4	B3/B4
d/f		0		A1		B1	B1 Interferenz stark geschwächt
				Gleichmassdehnung ohne Einschnürung		Gleichmassdehnung ohne Einschnürung	
Kriechgeschwindigkeit:		$V_E = V_{\text{konst.}}$		$= 0,0012\% / \text{Std.}$			

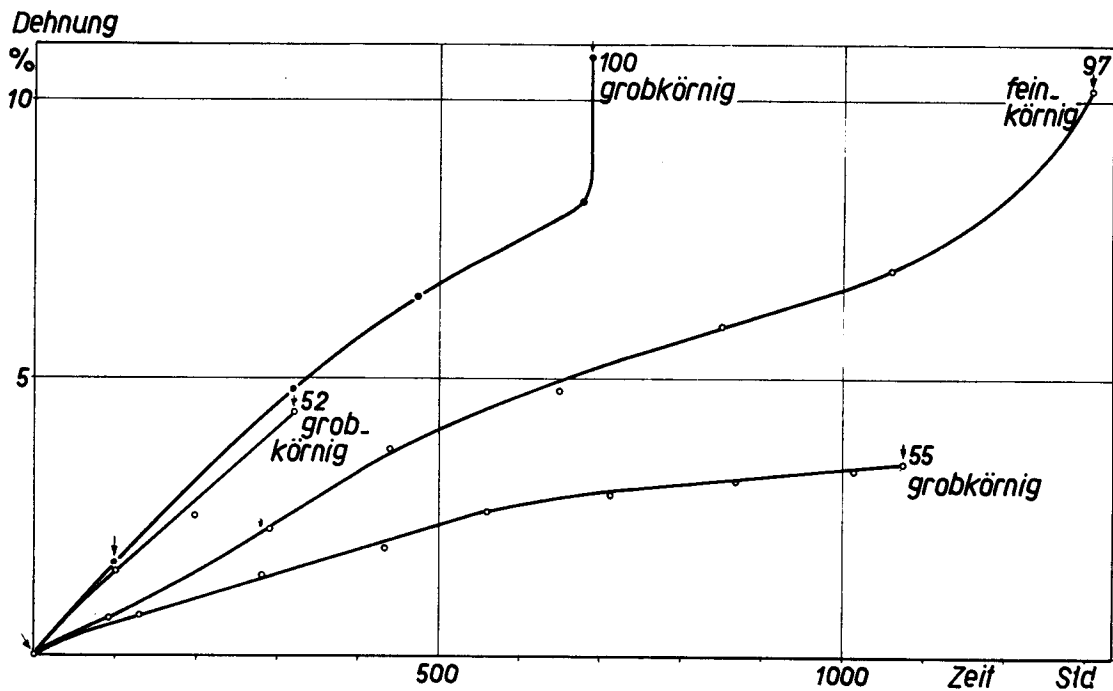


Abb. 29: Kriechversuche 800° C, 2 kg/mm². Material gewalzt + rekristallisiert

BEANSPRUCHUNG: 3 kg/mm²
(Kriechkurven: Abb. 31)

Probe No. 35, (Tab. XVII) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Von allen mit 3 kg/mm² beanspruchten Stäben konnten bei dieser Probe innerhalb desselben Zeitabschnittes die grössten Kriechdehnungen gemessen werden, was möglicherweise im besonders grobkristallinen Gefüge begründet liegt (Kristalle zum Teil ebenso gross wie der Stabdurchmesser). Das Material zeigte zunehmende Verfestigung, was in einer ständig abnehmenden Kriechgeschwindigkeit zum Ausdruck kam. Die beobachteten Röntgen- und Gefügeeefekte waren dabei bis gegen Versuchsende zum grossen Teil nur undeutlich: Es handelte sich dabei um leichte Gitterverbiegungen oder in wenigen Fällen um die knapp erkennbare Bildung einer Zellstruktur (nach 5 Std., $\epsilon = 2,46\%$, nach 10 Std., $\epsilon = 4,5\%$). Im Endzustand, d.h. nach 25 Stunden Versuchsdauer, bei einer Dehnung von 8,73%, waren ausser verstärkten Verfestigungseffekten deutliche Zellstruktur erkennbar. Die beträchtliche Materialverfestigung erklärt, wieso trotz einer Einschnürung von 25% die Kriechgeschwindigkeit zum Schluss nicht angestiegen war.

Probe No. 41, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

In ähnlicher Weise wie bei Probe No. 35 nahm die Verfestigung innerhalb der 25 Stunden Versuchsdauer schwach

zu. Bei der relativ geringen Enddehnung von 2,32% war die Zahl der Kristalle ohne nachweisbare Gitterstörungen recht gross, und Zonen mit gut ausgebildeter Zellstruktur konnten nur in wenigen Fällen gefunden werden.

Probe No. 114, (Tab. XVIII) Material gegossen, grobkörnig

Die Kriechkurve dieser Probe weicht prinzipiell von den vorher besprochenen ab, indem sie nach einem ungefähr linearen Anfangsstück (ca. 20 Std.) bis zum Bruch (5,55% Dehnung nach 33 Std.) ziemlich stark ansteigt. Dieses anomale Verhalten wird durch die Beobachtung von interkristallinen Anrissen erklärt, wobei einer davon schliesslich zum Bruch führte. Die Einschnürung betrug an dieser Stelle lediglich 15%, die zum Teil oxydierte Bruchfläche deutet darauf hin, dass an dieser Stelle die Korngrenze langsam aufgerissen wurde. Nach dem ersten Kriechabschnitt (15 Std., $\epsilon = 1,86\%$) waren im Mikrogefüge praktisch keine Veränderungen erkennbar. Im Endzustand, d.h. nach 33 Stunden und bei einer Dehnung von 5,55%, war ausser einer allgemeinen Zunahme der karbidischen Ausscheidungen an vielen Kristallen eine deutlich ausgebildete Zellstruktur zu beobachten.

Probe No. 115, Material gegossen, grobkörnig

Bis zu einer Dehnung von 2,8% (15 Std.) war der Verlauf derselbe wie bei No. 114. Der Versuch wurde bei diesem Stande abgebrochen, wobei im Mikrogefüge keinerlei Veränderungen gefunden wurden. Dagegen waren

TABELLE XVII: Kriechversuch an Stab No. 35 (Kriechkurve in Abb. 31)

Temperatur: 800° C. Beanspruchung: 3 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung			
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 5 Std. $\epsilon = 2,46\%$	
		Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung	Rö-interferenzbild- Typ	Mikro- und Makrountersuchung
a	gut, (111)-Ebene	0 Alle Kristalle Lauebilder mit scharfen Inter- ferenzpunkten	Stark unregelmässiges Gefüge; z. B. Körner e und f sehr gross	B 2 Interferenz ge- schwächt	Keine Veränderungen im Gefüge festzustellen
b	mässig, (111)-Ebene	0		B 1 Interferenz ge- schwächt	
c	gut, (111)-Ebene	0		A1 - A2	
a/b		0		A1/B1; Interferenz geschwächt	
a/c		0		B 1 Interferenz ge- schwächt	
d	mässig, (001)-Ebene	0		A 1 Effekt sehr schwach	
e	mässig, (001)-Ebene	0		A 1	
f	schlecht	0		0	
d/e		0		A 1	
d/f		0		A 1	Gleichmassdehnung ohne Einschnürung

Zu Tabelle XVII

Aufnahme- stelle (Kristall)	Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung		
	Nach 10 Std. $\epsilon = 4,5 \%$	Nach 25 Std. $\epsilon = 8,73 \%$	
	Rö-interferenzbild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenzbild-Typ Mikro- und Makro- untersuchung
a	B 2 Interferenz wieder schärfer	leichte Zunahme der Aus- scheidungen	B 3 Verbiegung nur schwach
b	B 1 Interferenz wieder schärfer	Substrukturbildung ange- deutet sichtbar bei Korn a	A 2 Verbiegung in 1 Richtung
c	A 1		A 1
a/b	A1-B1; Interferenz wie- der schärfer		A2/B3
a/c	B 1		A2/B1
d	-		A 1
e	-		A 1
f	-		B 1 Effekt sehr schwach
d/e	-		A 1
d/f	-		B 1
Einschnürungen bis 10 %			Einschnürungen bis 25 %
Kriechgeschwindigkeit: $V_{\text{konst.}} = V_E = 0,4 \%$ / Std.			

TABELLE XVIII: Kriechversuch an Stab No. 114 (Kriechkurve in Abb. 31)

Aufnahme- stelle (Kristall)		Temperatur: 800° C.		Beanspruchung: 3 kg/mm ² .		Material: gegossen	
		Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung			
		Gleitebenen		Anlieferung		Nach 15 Std. $\epsilon = 1,86\%$	
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	gut, (111)-Ebene	0 Alle Kristalle Lauebilder mit scharfen Interferenz- punkten	Stark unregelmässi- ges Gefüge, Kri- stall- ϕ um 3 mm	A1-A2	Keine Veränderun- gen sichtbar, auch keine Zunahme von Ausscheidun- gen	A1 Interferenz leicht ge- schwächt B2 Interferenz geschwächt B2 Interferenz stark geschwächt B1	Zunahme der Ausschei- dungen. Körner b, c, e mit Zellstruktur, in den Zellgrenzen An- sammlungen von Aus- scheidungen; am deut- lichsten in Korngren- zenzonen
b	schlecht	0		0			
c	gut, (001)-Ebene	0		A1			
d	mässig, (111)-Ebene	0		A1 Effekt sehr schwach			
a/b		0		A1		A1/B1	Interkristalline An- risse
a/c		0		A2-A3		B3	
a/d		0		A1		B1 Effekt nur sehr schwach	
e	mässig, (111)-Ebene	0		A1		A2-B2	
f	mässig, (111)-Ebene	0		A1		A1	
g	gut, (111)-Ebene	0		A1		A2-B2; Interfe- renz ge- schwächt	
e/f		0		-		B1	
e/g		0		B3 Interferenz stark ge- schwächt	Gleichmassdeh- nung ohne Ein- schnürung	B3-B4	Stab gebrochen, Kon- traktion 15%, Bruch- fläche teilweise oxy- diert
		Kriechgeschwindigkeit:		V_E	0,35 % / Std.	$V_{konst.}$	0,1 % / Std.

auf Grund der Röntgeninterferenzsaufnahmen an einigen Kristallen leichte Gitterverbiegungen nachweisbar.

Stäbe, jedoch ist der Unterschied bei weitem nicht so gross wie bei den 650° C-Versuchen.

Probe No. 101, Material gewalzt und rekristallisiert, feinkörnig

Probe No. 102, Material gewalzt und rekristallisiert, feinkörnig. Beanspruchung: 4 kg/mm²

Nach einem ersten Abschnitt mit leicht abnehmender Kriechgeschwindigkeit verläuft die Kriechkurve bis zu einer Enddehnung von 9,75 % (nach 266 Std. Versuchsabbruch) annähernd linear. Die Dehnbeträge liegen zwar stets deutlich unter denjenigen der grobkörnigen

Abgesehen von den deutlich grösseren Dehnbeträgen ergab sich derselbe Versuchsverlauf wie bei Probe No. 101. Im Schlussabschnitt war ein leichtes Wiederansteigen der Kriechgeschwindigkeit als Folge einer örtlichen Einschnürung (20 %) zu verzeichnen.

Typisches Beispiel aus Probe No. 35 im Endzustand

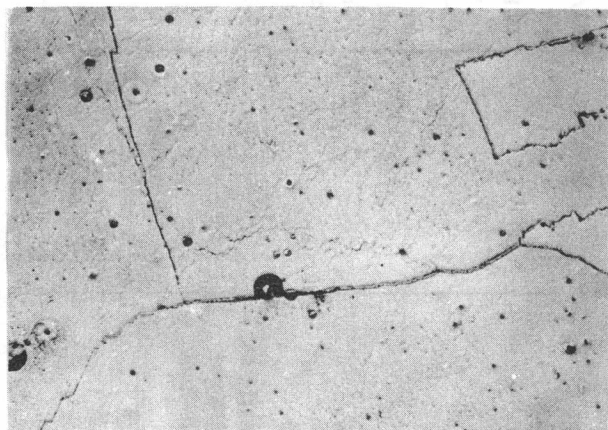


Abb. 30a: Gefügaufnahme, X 150

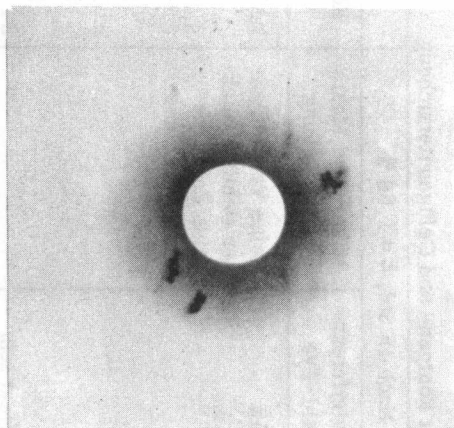


Abb. 30b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

In Abbildung No. 30a ist deutlich die Zellstruktur erkennbar, wobei die Einzelelemente eher kleiner sind als nach Kriechversuchen mit niedrigeren Beanspruchungen. In der Röntgenrückstrahlaufnahme (Abb. 30b) sind die

Lauepunkte zwar in mehrere Interferenzen aufgeteilt; sie sind jedoch zum Teil verschwommen, was auf beträchtliche Gitterverbiegungen schliessen lässt.

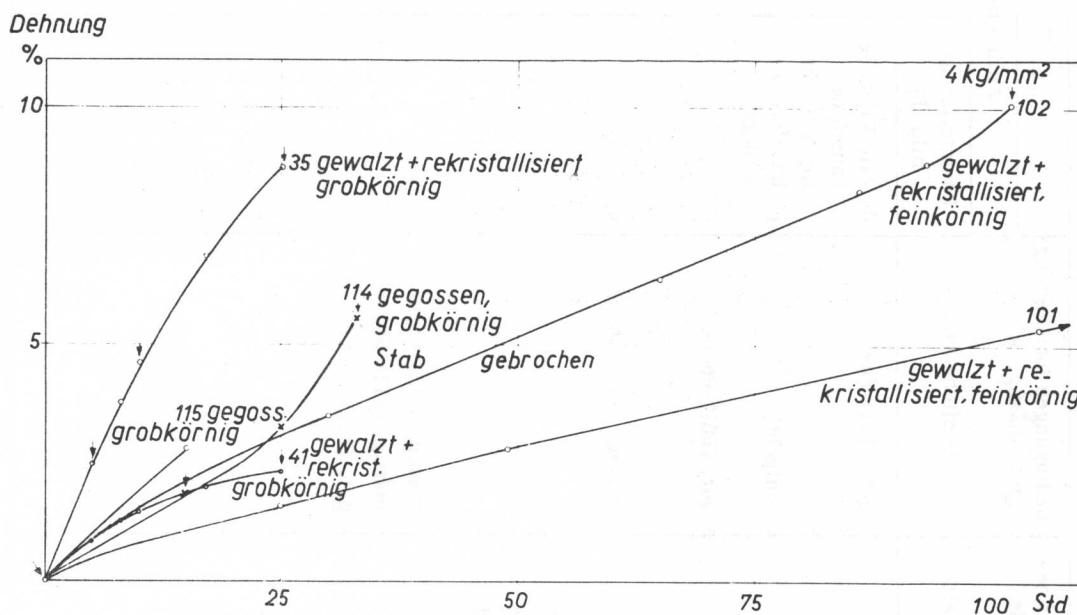


Abb. 31: Kriechversuche 800° C, 3 kg/mm² (4 kg/mm²)

BEANSPRUCHUNG: 6 kg/mm^2
(Kriechkurven: Abb. 33)

Probe No. 91, (Tab. XIX) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Die Kriechkurve zeigt am Anfang einen sprunghaften Anstieg, indem sich der Stab während der ersten 5 Minuten um 4,35 % dehnte; anschliessend blieb die Kriechgeschwindigkeit bis zum Schluss (95 Min., $\epsilon = 10,66 \%$) ungefähr konstant. Sowohl die Mikro- als auch die Röntgenuntersuchungen zeigten Verfestigungseffekte, die nach dem ersten, schnell verlaufenden Abschnitt meist erst schwach und nur bei Körnern mit guter Gleitdisposition nach (111) etwas stärker zum Ausdruck kamen. Im Endzustand konnten bei den meisten Kristallen deutliche Gleitlamellen beobachtet werden; diese waren zum Teil streng parallel, zum Teil aber auch unregelmässig gewellt. In den Röntgenaufnahmen waren nur noch wenige, oft in mehrere Interferenzen aufgeteilte, jedoch stets stark verschwommene Laueflecke erkennbar. In einigen Körnern war die Gitterverbiegung so stark, dass sich bereits kleine Sichel- von Debye-Scherrer-Ringen abzeichneten. Es ist bemerkenswert, dass trotz den zum Schluss auftretenden Einschnürungen bis

zu 30 % keine Erhöhung der Kriechgeschwindigkeit erfolgt. Dies kann wiederum nur durch die zusehends verstärkte Materialverfestigung erklärt werden.

Probe No. 59, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Bei diesem Stab war keine derart sprunghafte Anfangsdehnung zu verzeichnen wie bei No. 91. Infolge zunehmender Verfestigung nahm vorerst die Kriechgeschwindigkeit ziemlich rasch ab, blieb anschliessend während längerer Zeit konstant und nahm gegen den Schluss wieder etwas zu. Der Stab brach nach 6 Stunden bei einer Dehnung von 17,02 % und einer Einschnürung von 35 %, wobei sich letztere auf die unmittelbare Bruchzone beschränkte.

Probe No. 72, Material gegossen, grobkörnig

Abgesehen von einer etwas geringeren Kriechgeschwindigkeit im Verlaufe des sekundären Abschnittes war der Versuchsablauf demjenigen von No. 59 sehr ähnlich. Nach 10 Stunden, bei einer Enddehnung von 10,15 %, brach der Stab, wobei eine Einschnürung von 30 % gemessen werden konnte.

Typisches Beispiel aus Probe No. 91 im Endzustand

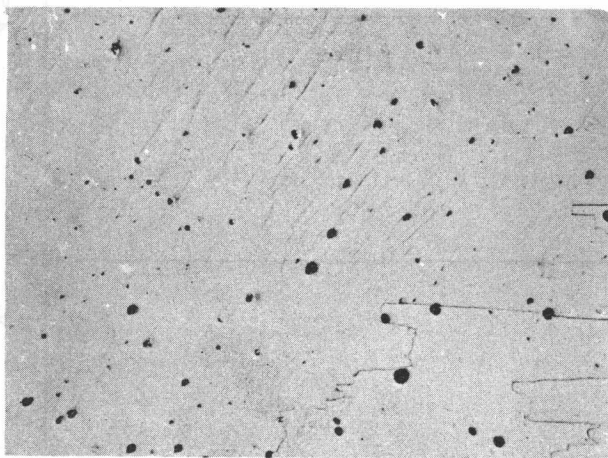


Abb. 32a: Gefügebild, X 150

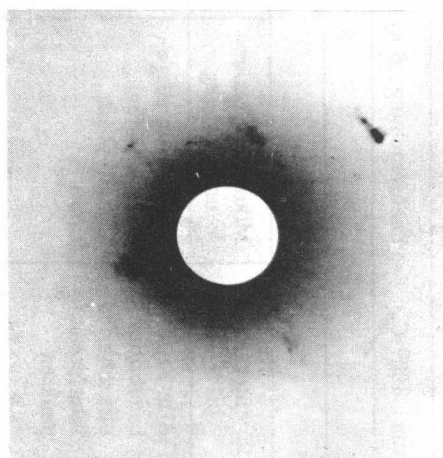


Abb. 32b: Laueaufnahme von der entsprechenden Stelle

Der obere Kristall der Abbildung No. 32a enthält unregelmässige, infolge der Beeinflussung durch Nachbarkörner teilweise abgebogene Gleitlamellen. Im Röntgenbild (Abb. 32b) sind neben kleinen Debye-Scherrer-Ringsegmenten nur noch wenige Lauepunkte sichtbar; letztere

sind in mehrere Interferenzen aufgeteilt, aber im allgemeinen stark verschmiert. Das Material weist demnach starke Verformungseffekte auf, wobei jedoch eine deutliche Tendenz zur Kornaufteilung festzustellen ist.

TABELLE XIX: Kriechversuch an Stab No. 91 (Kriechkurve in Abb. 33)

Temperatur: 800° C. Beanspruchung: 6 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert.		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung			
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 5 Min. $\epsilon = 4,35\%$	Nach 95 Min. $\epsilon = 10,65\%$
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	schlecht	0 Alle Kristalle Lauebilder mit scharfen Interferenz- punkten	Regelmässig ausge- bildetes Gefüge, Kristall- ϕ um 3 mm	A1 Interferenz etwas ver- schwommen A4 nur noch stärkste In- terferenzen A1 Interferenz etwas ver- schwommen A3-A4; Inter- ferenz stark geschwächt	Kristalle c u. f mit schwach angedeu- teten Gleitlinien, sonst keine Ver- änderungen fest- gestellt
c	gut, (111)-Ebene	0			In allen beobachteten Kristallen stellenwei- se deutliche Gleitli- nien, z. T. mit Aus- scheidungen. Effekte am deutlichsten in Korngrenzonen
d	mässig, (001)-Ebene	0			A4
a/c		0			A4 nur noch einzelne Interferen- zen sicht- bar
a/d		0		A4-B3	A5
e	mässig, (001)-Ebene	0		A1	A4
f	gut, (111)-Ebene	0		A2	B2-A2
e/f		0		-	A2-B3
Kriechgeschwindigkeit:		$V_{\text{konst.}}$	$= V_E$	$= 4,5\% / \text{Std.}$	Einschnürung 10 %
					Einschnürung 30 %, keine Anrisse

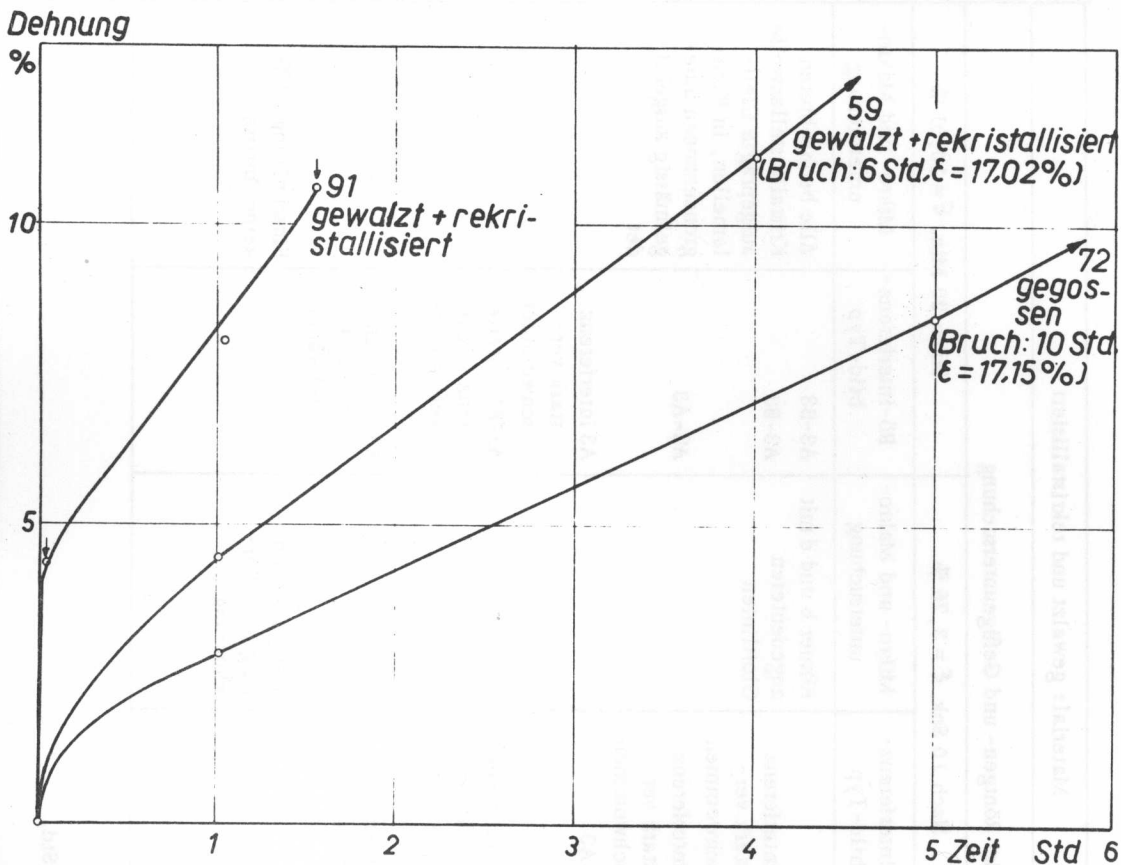


Abb. 33: Kriechversuche 800° C, 6 kg/mm², Material grobkörnig

BEANSPRUCHUNG: 8 kg/mm²
(Kriechkurven: Abb. 35)

Probe No. 103, (Tab. XX) Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

In gleicher Weise wie bei Probe No. 91 (6 kg/mm²) ergab sich eine sehr rasch verlaufende Anfangsdehnung (3,76 % innert 10 Minuten), die stellenweise schon recht deutliche Verformungseffekte zur Folge hatte. Vor allem in Korngrenzonzonen waren zum Teil Gleitlinien schwach sichtbar, und in entsprechenden Röntgendiagrammen zeigten sich beträchtliche Gitterverspannungen. Der Rest der Kriechkurve verläuft linear bis zum Versuchsabbruch nach 20 Minuten bei einer Enddehnung von 10,01 % (Einschnürung 20 %). In diesem Zustand der Probe konnten bei allen betrachteten Kristallen deutliche Gleitlamellen gefunden werden, wobei keine Unterscheidung zwischen Körnern mit guter und solchen mit schlechter Gleitlage möglich war. An einigen Stellen war im Lauediagramm eine angedeutete Aufteilung der stets stark verwaschenen Interferenzen erkennbar.

Probe No. 60, Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

Gegenüber No. 103 waren die Anfangsdehnung und die sich anschliessende konstante Kriechgeschwindigkeit etwas kleiner. Der Versuch wurde fortgesetzt bis zum Bruch des Probestabes, der nach 75 Minuten bei einer Enddehnung von 16,0 % erfolgte. Der leichte Anstieg der Kriechkurve in der Schlussphase des Versuchs ist offenbar eine Folge der festgestellten Stabeinschnürung (30 %)

Typisches Beispiel aus Probe No. 103 im Endzustand

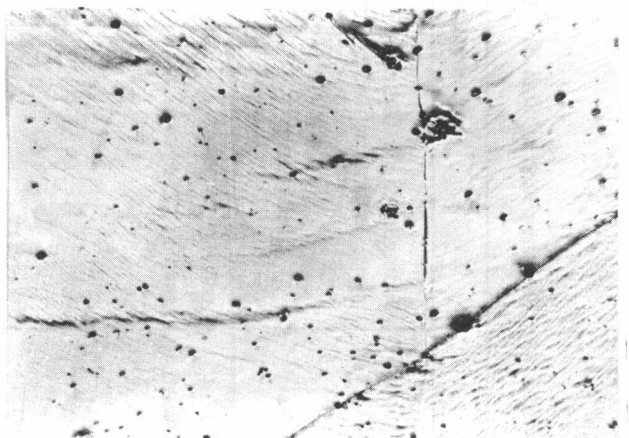


Abb. 34: Gefügebildaufnahme, X 150

TABELLE XX: Kriechversuch an Stab No. 103 (Kriechkurve in Abb. 35)

Temperatur: 800° C. Beanspruchung: 8 kg/mm ² . Material: gewalzt und rekristallisiert		Befund der Röntgen- und Gefügeuntersuchung					
Aufnahme- stelle (Kristall)	Bedingungen für Gleitung (gut, mässig, schlecht)	Anlieferung		Nach 10 Sek. $\epsilon = 3,76\%$		Nach 20 Min. $\epsilon = 10,01\%$	
		Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung	Rö-interferenz- bild-Typ	Mikro- und Makro- untersuchung
a	mässig, (001)-Ebene	0	Regelmässig ausge- bildetes Gefüge; Kristall- ϕ um 3 mm	A1	Körner b und d mit angedeuteten Gleitlinien	A3-B3	Alle beobachteten Kristalle stellenweise ausgeprägte Gleit- lamellen, in Korn- grenzonen unre- gelmässig ausgebil- det
b	mässig, (111)-Ebene	0		A3 Interferenz stark ver- schwommen		A3-B3	
a/b		0		A3 Interferenz stark ver- schwommen		A2-A3	
d	mässig, (111)-Ebene	0		A2-A3		A3 Interferenz stark ver- schwommen	
e	schlecht	0		A1 Interferenz leicht ver- schwommen		A2-B1; Interfe- renz leicht verschwom- men	
d/e		0		A3 Intensität geschwächt	Gleichmasdeh- nung ohne Ein- schränkung	A3-B3; Inten- sität stark geschwächt	Einschränkung 10 %, keine Anrisse

$$\text{Kriechgeschwindigkeit: } V_E = V_{\text{konst.}} = 18\% / \text{Std.}$$

Alle in Abbildung No. 34 sichtbaren Kristalle sind voll von Gleitlamellen, wobei zu beachten ist, dass offenbar in keinem Fall die Lage der Kristalle gegenüber der Zugachse besonders günstig war, da die einzelnen

Gleitlinien sehr oft unterbrochen und in manchen Fällen abgelenkt sind. Im Lauebild sind im Wesentlichen lediglich Segmente von Debye-Scherrer-Ringen erkennbar.

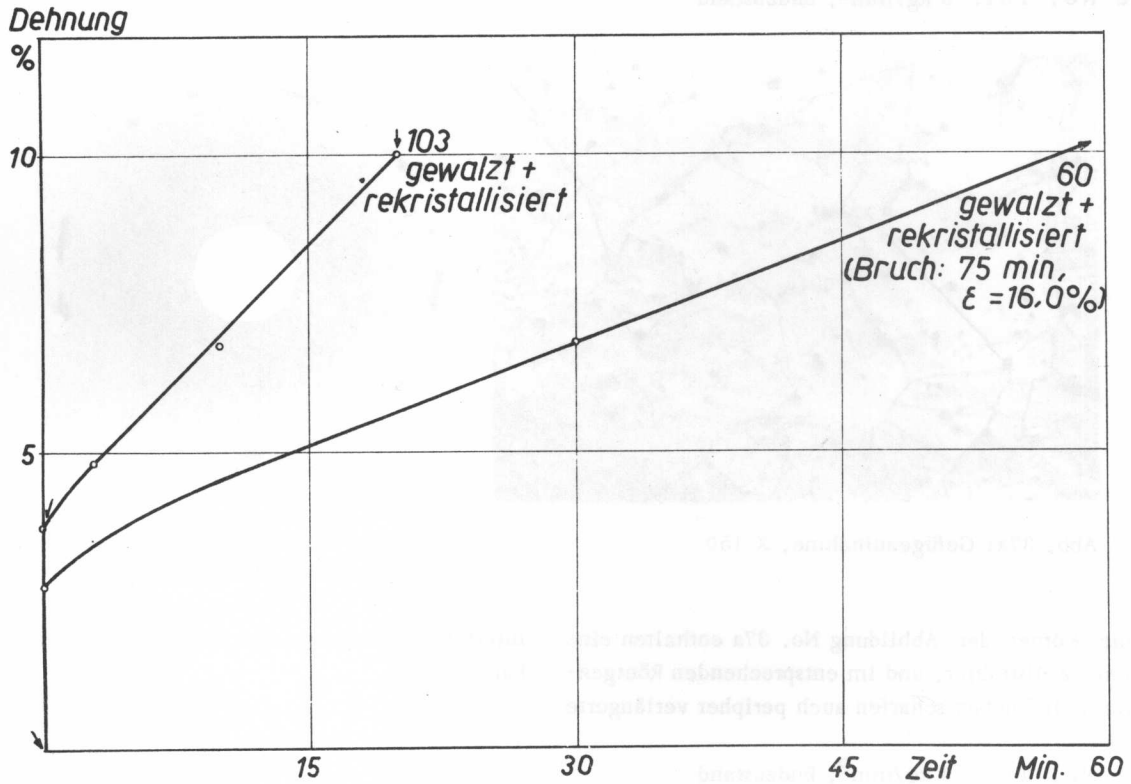


Abb. 35: Kriechversuche 800° C, 8 kg/mm². Material gewalzt und rekristallisiert, grobkörnig

VERFORMUNGSEFFEKTE AN FEINKRISTALLINEM MATERIAL
(aus Kriechversuchen bei 800° C)

Im Gegensatz zu den Ergebnissen aus Versuchen bei 650° C zeigte sich, dass sich die interkristalline Verfestigung bei 800° C wesentlich schwächer auswirkt,

indem die Kriechgeschwindigkeiten bei Versuchen an fein- und grobkörnigen Proben annähernd gleich gross waren.

Beispiele:

Probe No. 97: 2 kg/mm², Endzustand

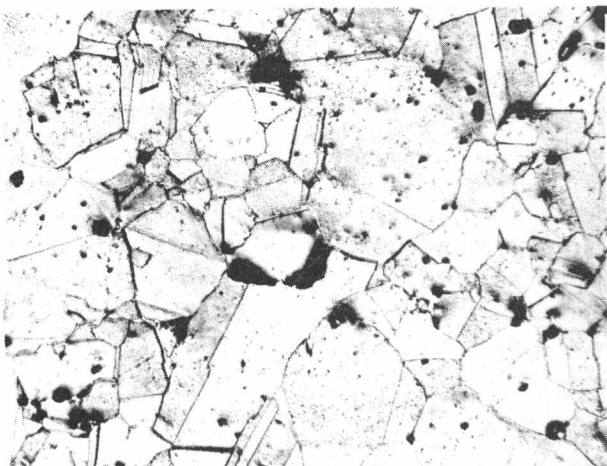


Abb. 36a: Gefügeaufnahme, X 150

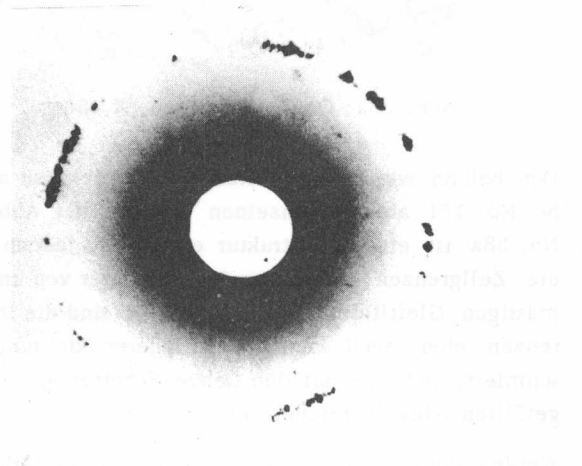


Abb. 36b: Rückstrahlaufnahme an der selben Probe (aus Mikroschliff)

In den Kristallen der Abbildung No. 36a sind weder Gleitlamellen noch Zellgrenzen zu beobachten, dagegen kann vermutet werden, dass in den Korngrenzen und deren nächsten Umgebung Verformung stattgefunden

hat, da die betreffenden Stellen stark aufgeraut sind. Im Röntgendiagramm sind beinahe ausschliesslich scharfe Einzelreflexe auf den Debye-Scherrer-Ringen zu sehen.

Probe No. 101: 3 kg/mm², Endzustand

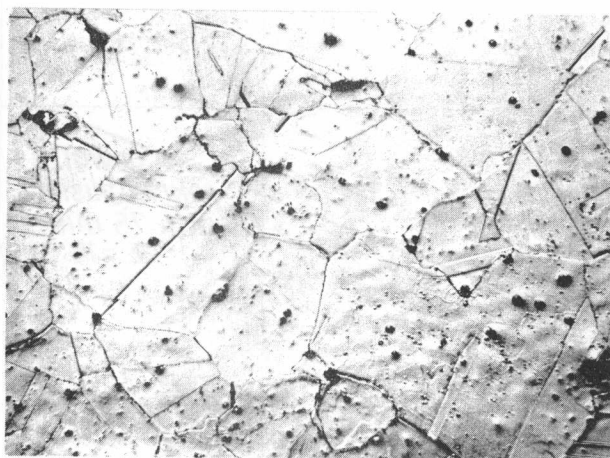


Abb. 37a: Gefügeaufnahme, X 150

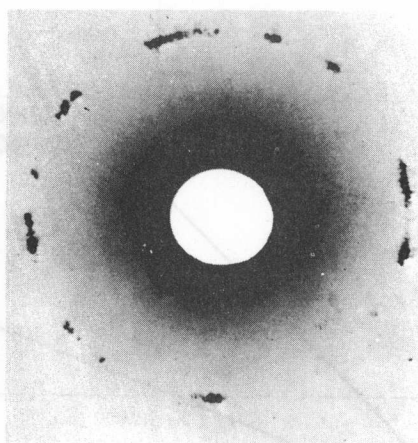


Abb. 37b: Rückstrahlaufnahme an derselben Probe (aus Mikroschliff)

Einzelne Körner der Abbildung No. 37a enthalten eine deutliche Zellstruktur, und im entsprechenden Röntgendiagramm sind neben scharfen auch peripher verlängerte

Interferenzpunkte auf den Debye-Scherrer-Ringen sichtbar.

Probe No. 102: 4 kg/mm², Endzustand

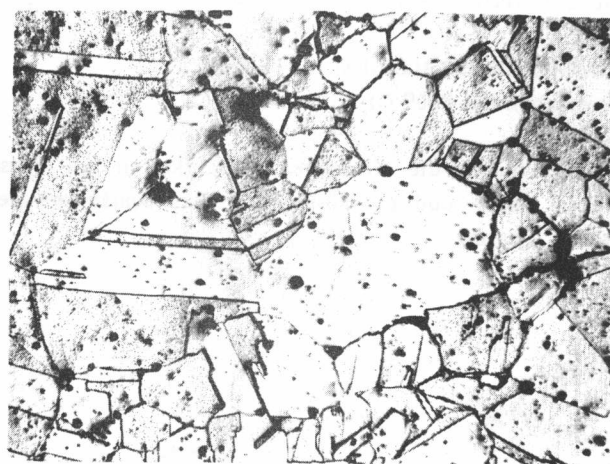


Abb. 38a: Gefügeaufnahme, X 150

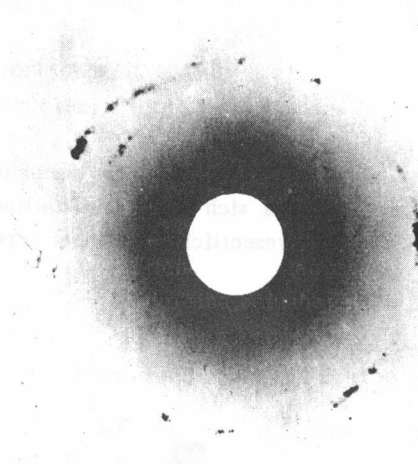


Abb. 38b: Rückstrahlaufnahme an derselben Probe (aus Mikroschliff)

Der Befund weicht nicht stark von demjenigen an Probe No. 101 ab: In einzelnen Körnern der Abbildung No. 38a ist eine Zellstruktur erkennbar, jedoch haben die Zellgrenzen hier eher den Charakter von unregelmässigen Gleitlinien. Im Röntgenbild sind die Interferenzen eher noch mehr in peripherer Richtung verschmiert, und die auf den Debye-Scherrer-Ringen ausgefüllten Winkelbereiche sind noch grösser.

suchen: War die Beanspruchung sehr klein, so kam die Dehnung durch Bewegungen in der unmittelbaren Umgebung der Korngrenzen zustande, ohne dass dabei nachweisbare Gitterstörungen auftraten. Mit einer Erhöhung der Beanspruchung im Kriechversuch wurden grössere Teile der Kristalle von der Deformation erfasst. So konnten bei 3 kg/mm² Körner mit Zellstruktur und bei 4 kg/mm² zum Teil Gleitlamellen begleitet von stärkeren Kristallverbiegungen beobachtet werden.

Werden diese drei Beispiele miteinander verglichen, so ergibt sich ein ähnliches Bild wie bei den 650° C-Ver-

ZUSAMMENFASSENDE BEMERKUNGEN ZU DEN VERSUCHEN BEI 800° C.

1. Grundsätzlich neue Ergebnisse gegenüber den tieferen Versuchstemperaturen sind kaum zu verzeichnen. Bei denselben Beanspruchungen ergaben sich ungefähr dieselben Verformungsmerkmale wie bei 650° und 720° C.
2. Die Tatsache, dass bei den niedrigsten Beanspruchungen das Kriechen erst nach einer gewissen Anlaufzeit begann, und dass an verschiedenen Stäben unter gleichen Versuchsbedingungen oft sehr unterschiedliche Dehnbeträge gemessen wurden, lässt vermuten, dass auch bei diesen extremen Bedingungen primäre Bewegungen längs Kristallgitterebenen für die Deformation verantwortlich sind. Diese gehen umso schneller vor sich, je günstiger die Lage der in Frage kommenden Gleitebenen zu der lokalen Hauptspannungsrichtung liegt.
3. Die Möglichkeiten für Materialverfestigungen irgendwelcher Art sind gegeben durch die Deformations- und Diffusionsvorgänge, die in entgegengesetzter Richtung wirken. Beide Grössen werden mit der Erhöhung der Temperatur intensiviert, und es ist aus diesem Grunde verständlich, dass Kriechversuche bei gleicher Beanspruchung aber verschiedener Temperatur einen ähnlichen Verlauf nehmen können.

C. DISKUSSION DER RESULTATE

1. Der zeitliche Ablauf des Kriechvorganges

Es ist allgemein üblich, den zeitlichen Ablauf des Kriechvorganges in drei Hauptabschnitte einzuteilen, nämlich (siehe Abb. 39):

I. primäres Kriechen ("transient creep"), während welchem sich die Probe anfänglich sehr schnell und anschliessend immer langsamer dehnt;

II. sekundäres Kriechen ("steady state creep") mit mehr oder weniger konstanter Dehngeschwindigkeit;

III. tertiäres Kriechen ("tertiary creep") mit erneut erhöhter Dehngeschwindigkeit.

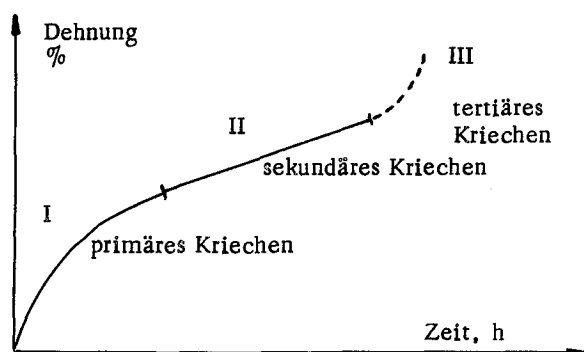


Abb. 39: Charakter der Kriechkurve

Je nachdem, ob eine grosse, mittlere oder kleine Beanspruchung angewandt wird, sind die Deformationsvorgänge etwas verschieden. Im folgenden sind sie einzeln behandelt:

a) Grosse Beanspruchung: Gleitung als vorherrschender Deformationsmechanismus

Verfolgt man eine unter hoher Spannung stehende Probe während des primären Kriechens, so gehen im Röntgenogramm die anfänglich scharfen Lauepunkte nach und nach in verwaschene Interferenzen über, und im Verlaufe des sekundären Stadiums bilden sich zunehmend Sichelinterferenzen aus. Unter dem Mikroskop beobachtet man im ersten Abschnitt keine deutlichen Veränderungen, im zweiten dagegen entstehen zunehmend typische Gleitlamellen wie bei einem normalen Zugversuch (siehe Abb. 39).

Diese Feststellungen konnten sowohl bei 650°, 720° wie auch 800° C gemacht werden; es besteht somit im geprüften Bereich Temperaturunabhängigkeit.

Beispiel: Deformation bei einer Spannung von 8 kg/mm². Die Tabelle XXI gibt Aufschluss über die hierbei gefundene Dauer des primären Kriechens sowie die zugehörige Dehnung und Kriechgeschwindigkeit.

TABELLE XXI: Ablauf der Deformation für eine Spannung von 8 kg/mm²

Versuchstemperatur	650° C	720° C	800° C
Stab No.	104 (Tab. IX, Abb. 11)	61 (Abb. 23)	91 (Tab. XX, Abb. 35)
Zeit f. Abschnitt I	ca. 15 Std.	4 Std.	ca. 1 Min.
Zeit bis $\epsilon = 10\%$ (innerhalb I + II)	100 Std.	23 Std.	20 Min.
ϵ bei Beginn Abschnitt II	6,5 %	4,5 %	3,8 %
Kriechgeschwindigkeit innerhalb Abschnitt II in %/h.	0,035	0,2	18
Röntgendiagramm am Ende Abschnitt I	(nach 5 Min.) Interferenzen nur leicht verschwommen, meist Typ A 1 - A 3	-	(nach 5 Min.) Interferenzen verschwommen, Typ A 1 - A 4
Röntgendiagramm am Ende Abschnitt II	Interferenzen stark verschwommen und geschwächt, meist Typ A 3 + A 4, auch B 3	Interferenzen stark verschwommen und geschwächt, meist Typ A 4 + A 5	Interferenzen stark verschwommen und geschwächt, meist Typ A 4 + A 5
Mikroschliff am Ende Abschnitt II	Meist deutliche Gleitlamellen (s. Abb. 10)	Meist deutliche Gleitlamellen (s. Abb. 22)	Meist deutliche Gleitlamellen (s. Abb. 34)

Aus den eben gemachten Feststellungen können die primären Kriechvorgänge wie folgt erklärt werden:

Im ersten Kriechabschnitt kommen diejenigen Kristalle zum Abgleiten, in welchen Gleitelemente relativ leicht betätigt werden können. Dieser Vorgang kann sehr rasch erfolgen, und die Kristalle verfestigen sich vorwiegend auf Grund reiner Gleitverfestigung. Die nachfolgende Verformung geht wesentlich langsamer; es bilden sich dabei Gleitlamellen und Gitterverbiegungen.

b) Mittlere Beanspruchung: Zellbildung als vorherrschender Deformationsmechanismus

Bei mittleren Spannungen ergeben sich Kriechkurven, welche wesentlich vom allgemeinen Typus (Abb. 39) abweichen. Der Verlauf ist in gewissen Fällen zwar entsprechend wie bei hohen Spannungen, jedoch mit dem Unterschied, dass Abschnitt I viel weniger ausgeprägt ist.

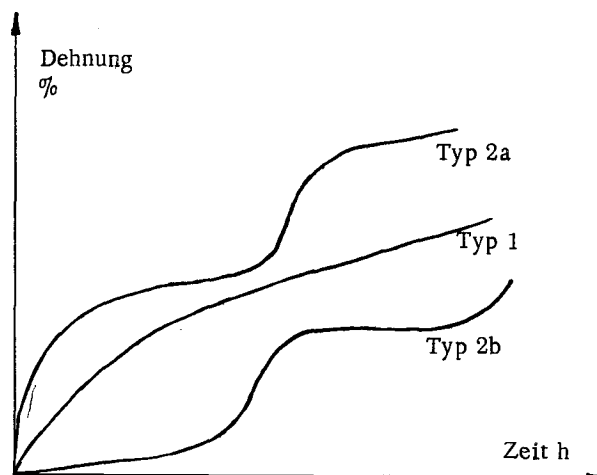


Abb. 40: Kriechkurventypen bei mittleren Beanspruchungen

TABELLE XXII: Ablauf der Deformation für eine Spannung von 6 kg/mm^2 . (Alle Kurventyp 1)

Versuchstemperatur	650° C	720° C	800° C
Stab No.	109 (Tab. VII, Abb. 9)	99 (Tab. XIV, Abb. 21)	91 (Tab. XIX, Abb. 33)
Zeit f. Abschnitt I	100 Std.	ca. 20 Std.	ca. 5 Min.
Zeit bis $\epsilon = 10 \%$ (innerhalb I & II)	1000 Std.	40 Std.	90 Min.
ϵ bei Beginn Abschnitt II	5,5 %	ca. 6,0 %	4,5 %
Kriechgeschwindigkeit innerhalb Abschnitt II in %/h.	0,004	0,2	4,5
Röntgendiagramm am Ende Abschnitt I	Interferenzen wenig bis stärker verschwommen, z. Teil wenig aufgeteilt. Typ A 1, B 1, B 3	Interferenzen wenig bis stärker verschwommen, z. T. aufgeteilt. Typ A 1, B 1, B 3	Interferenzen wenig bis stärker verschwommen Typ A 1 - A 4
Röntgendiagramm am Ende Abschnitt II	Interferenzen meist stark verschmiert und aufgeteilt. Typ B 1 - B 4	Interferenzen stärker verschwommen und aufgeteilt. Typ B 3, B 4	Interferenzen meist stark verschwommen und z. T. aufgeteilt. Typ A 4, A 5, B 3, B 4.
Mikroschliff am Ende Abschnitt II	Unregelmässig ausgebildete Gleitlamellen	Unregelmässige Gleitlamellen, in Korngrenzen z. T. isometrische Zellen. (Abb. 19)	Unregelmässige Gleitlamellen, in Korngrenzen z. T. isometrische Zellen. (Abb. 31)

Andererseits wurde ein stufenweises Kriechen beobachtet, bei welchem Perioden hoher Dehngeschwindigkeit mit solchen praktisch fehlender Deformation abwechseln (Typen 2a und 2b). Wählt man aus unseren Versuchen zunächst nur diejenigen mit Kurven vom Typus 1 aus, so kann entsprechend den bei höherer Beanspruchung gemachten Angaben folgendes festgehalten werden:

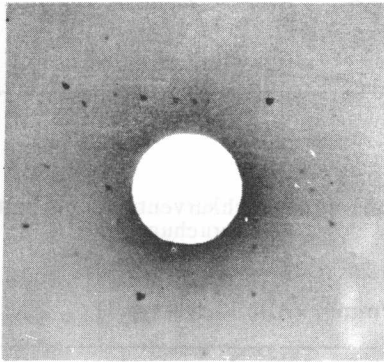
Die Laueaufnahmen erfahren im primären Kriechabschnitt höchstens eine schwache Verschmierung der Einzelreflexe. Während des zweiten Stadiums gehen diese in mehr oder weniger lange "Striche" über, die in Einzelreflexe aufgelöst sein können. Unter dem Mikroskop kann gegen Ende des zweiten Abschnittes meist eine deutliche Aufteilung der Kristalle in kleinere Bereiche festgestellt werden. Diese "Subkörner" sind in der Regel nicht lamellenförmig wie bei hoher Beanspruchung, son-

dem mehr isometrisch ausgebildet. Dabei ist - wie übrigens in allen Fällen - die Kornaufteilung in den verschiedenen Körnern nicht immer gleich deutlich sichtbar und kann sogar stellenweise völlig fehlen. Auch bei

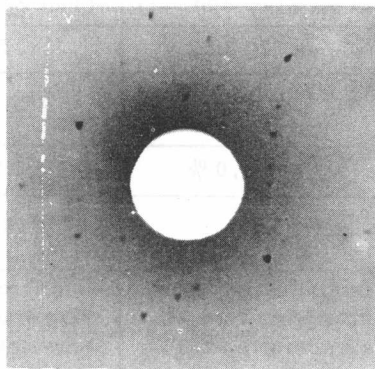
mittlerer Beanspruchung spielt die Höhe der Temperatur ($650^{\circ} - 800^{\circ} \text{C}$) für den Kriechmechanismus keine merkliche Rolle. Dies zeigt Tabelle XXII für Deformationen, welche bei 6 kg/mm^2 festgestellt wurden.

Abb. 41: Beispiel

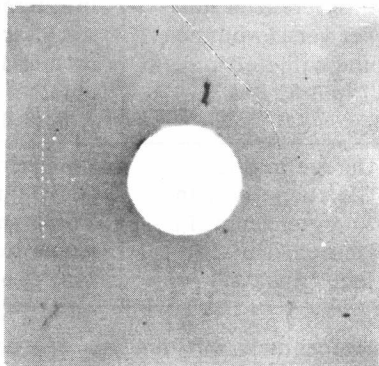
Stab No. 99, 720°C , 6 kg/mm^2 Beanspruchung,
Kurve Abb. 21, Tab. XIV



a) Anlieferung:
Scharfe Laueinterferenzen



b) Im Verlaufe von Abschnitt I:
Nach 8 Std., $\epsilon = 4,04\%$. Die Laueinterferenzen
sind leicht verwaschen; geringe Gitterstörungen.



c) Ende Stadium II:
Nach 45 Std., $\epsilon = 11,85\%$. Die Laueinterferenzen
sind in mehrere Teile aufgeteilt, wovon einige
scharf und andere stark verwaschen sind. Der
Kristall ist demnach in eine Zellstruktur aufge-
teilt worden; die einzelnen Subindividuen sind
jedoch zum Teil stark gestört.

Wie bereits anhand der Abbildung 40 erläutert, kommen bei mittlerer Beanspruchung auch Kurven vom Typus 2a und 2b vor. Sie sind dadurch charakterisiert, dass sie gewissermassen aus mehreren Kurven vom Typus 1 zusammengesetzt sind. Der auf der Kriechkurve Abb. 8 und in Tabelle VI näher geschilderte Versuch ergab die

in der nachfolgenden Abb. 42 gezeigten Laueaufnahmen. Die einzelnen Wendepunkte (bzw. flachen und steilen Stellen der Kurve) konnten mittels Laueaufnahmen aus versuchstechnischen Gründen nicht immer genau erfasst werden. Es scheint jedoch, dass in flachen Kurvenabschnitten jeweils Aufnahmen von der Art von

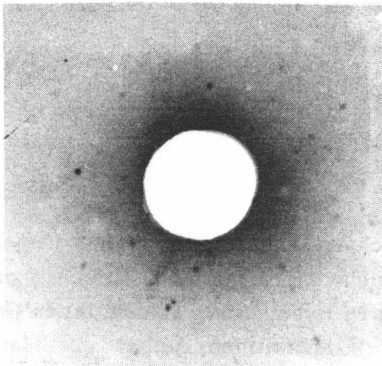
Abb. 42c resultieren, während am Schluss von steilen Kurvenabschnitten eher eine stärkere Verwaschung der Einzelreflexe zu konstatieren ist.

Mikroskopisch wurde festgestellt, dass die primären Körner in mehr oder weniger isometrische Subkörner zerfallen. Im Gegensatz zu den Stäben des Kurventypus 1 (Abb. 39) entsteht somit bei Versuchen mit der komplizierteren Kurvenform 2a (wie übrigens auch bei 2b) eine eigentliche Zellstruktur. Auf den Grund dieses Verhaltens werden wir später zurückkommen.

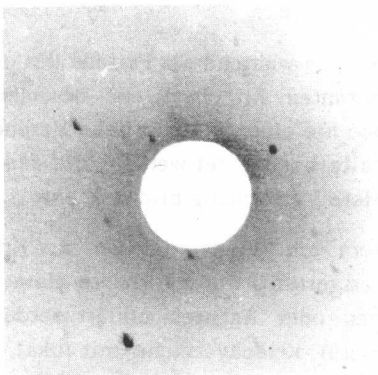
Ein zyklischer Ablauf des Kriechvorgangs wurde schon von verschiedenen Autoren beschrieben, so z.B. von GRANT (40), PUTTICH und KING (41). Bei ihren Untersuchungen war aber die Dehnung stets nur über eine kleine Gruppe von Kristallen oder über eine einzige

Korngrenze verfolgt worden (component creep curves). Wenn indessen an einem Probestab mit einer Vielzahl von Kristallen Dehnungsmessungen vorgenommen wurden, so bekam die Kriechkurve einen weitgehend normalen Verlauf. Die Summierung vieler diskontinuierlicher Vorgänge ergibt am Gesamtstab eine scheinbare Kontinuität. Es ist durchaus verständlich, dass auch an unseren Proben solche Zyklen beobachtet werden konnten. Dies war offenbar dann möglich, wenn der Großteil der Gesamtdeformation von einigen wenigen Körnern herrührte und damit im Wesentlichen durch diese das Kriechen des Gesamtstabes bestimmt wurde. Es ist damit auch verständlich, dass unter gleichen Versuchsbedingungen in vielen Fällen kein zyklischer Verlauf festgestellt werden kann.

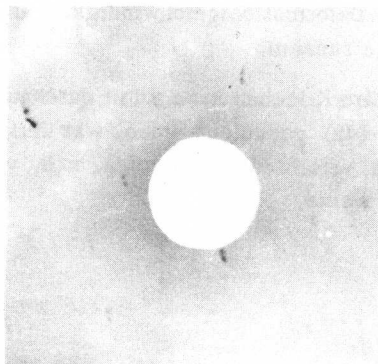
Abb. 42: Beispiel
Stab No. 98, 650° C, 3 kg/mm² Beanspruchung,
Kurve Abb. 8, Tab. VI



a) Anlieferung:
Scharfe Laueinterferenzen



b) Zu Beginn des sekundären Kriechens:
Nach 530 Std., $\epsilon = 2,94\%$. Leicht verwaschene Laueinterferenzen.



c) Bei Abschluss des Kriechversuchs während des sekundären Kriechens:
Nach 1478 Std., $\epsilon = 4,88\%$. Aufteilung der Laueinterferenzen in einige voneinander getrennte Einzelpunkte. Der Kristall ist in mehrere Teilstücke aufgeteilt worden, die in sich ungestört und gegeneinander leicht verdreht sind.

c) Kleinste Beanspruchungen

Bei kleinsten Spannungen wurden Kriechkurven erhalten, welche den Typen 3 und 4 in Abb. 43 entsprechen.

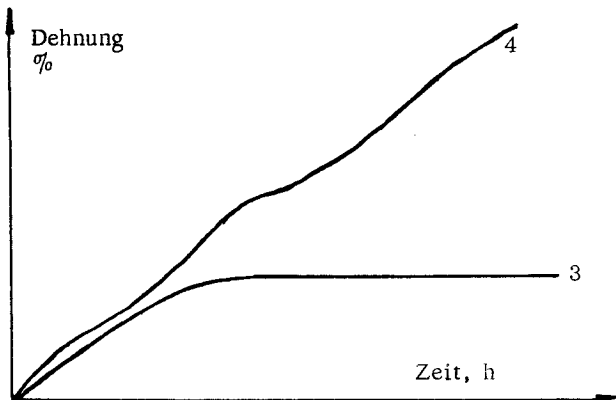


Abb. 43.

Typ 3: Tritt vor allem bei tieferen Temperaturen auf. Die Deformationsgeschwindigkeit nimmt ständig ab und wird schliesslich 0 (innerhalb der Messgenauigkeit).

Typ 4: Tritt vor allem bei höheren Temperaturen auf. Unregelmässiger Verlauf, ohne dass eigentliche Zyklen festgestellt werden können.

Bei 650° C waren Kriechkurven vom Typus 3 am häufigsten. Im Röntgendiagramm wurde im Anfangsstadium eine leichte Verwaschung der Laueinterferenzen festgestellt, die jedoch im Verlaufe des sekundären Kriechens wieder verschwand (z.B. Stäbe No. 53, 51, 46); die Interferenzpunkte blieben sodann bis zum Ende des Versuchs scharf. Durch die im ersten Zeitabschnitt gebildeten Gitterstörungen ist offenbar das Material so stark verfestigt worden, dass bei der angewandten Beanspruchung keine weitere Verformung erfolgen konnte, und andererseits war innerhalb der Versuchszeit auch keine vollständige Entfestigung möglich. Mikroskopisch lässt sich nach langer Versuchsdauer die vorn beschriebene Andeutung sehr feiner Lamellen nachweisen.

Bei 800° C wurden meist Kriechkurven vom Typus 4 erhalten. Die Entfestigung war bei dieser Temperatur offenbar hoch genug, um eine ständige Weiterverformung zu ermöglichen. Der Vorgang ist eigentlich derselbe wie beim zyklischen Kriechablauf, nur sind die einzelnen Abschnitte nicht deutlich sichtbar. Im Lauediagramm blieben hier die Interferenzpunkte scharf oder es konnte eine Aufteilung in einige diskrete Teilinterferenzen festgestellt werden. Unter dem Mikroskop war stets eine Zunahme der Karbidausscheidungen zu beobachten, wobei letztere in vielen Fällen zu einem zellartigen Netzwerk angeordnet werden (siehe z.B. Abb. 24a).

Analog zum Verhalten bei mittleren Spannungen, bei welchen beim normalen Kurventyp (1) eine mehr lamellenartige, beim abnormalen Kurventyp (2) eine bereits deutlich zellartige Kornaufteilung beobachtet wurde, ist also auch bei sehr kleinen Spannungen im Normalfall - Typus 3 entsprechend Typus 1 - eine lamellenförmige, im andern Fall - Typus 4 entsprechend Typus 2 - eine mehr zellartige Kornaufteilung feststellbar.

Daneben konnte allerdings in vielen Fällen bei sehr geringer Beanspruchung weder im Mikrobild noch im Lauediagramm eine Veränderung gegenüber dem Anlieferungszustand festgestellt werden. Die gemessene Dehnung kam dann entweder durch feinlamellare Gleitung (reine Gleitung, ohne nachweisbare Verbiegungseffekte) oder durch Bewegungen in den effektiven Korngrenzen zustande. Der erste der beiden Vorgänge spielt sich sicher bei jedem Kriechversuch bis zu einem gewissen Grade ab, so zum Beispiel im ersten, stets schnell ablaufenden Kriechabschnitt. So hat McLEAN (31) auf Grund von Versuchen an Aluminium gefunden, dass ein grosser Teil der Gesamtverformung ohne sichtbare Gleitlinienbildung abläuft.

d) Tertiäres Kriechen

Bei Kriechversuchen mit konstanter Last ist gegen Ende des Versuchs meist tertiäres Kriechen zu beobachten. Es existieren Hypothesen, welche dessen Grund in einem veränderten kristallinen Aufbau des Materials sehen. Hiezu kann auf Grund der vorliegenden Versuche folgendes gesagt werden:

I. Es konnte während der Periode des mehr oder weniger konstanten Kriechens und besonders auch gegen dessen Ende nie eine grundsätzliche Veränderung im Bau der Kristalle beobachtet werden, die den Anlass für eine schnellere Verformung bilden könnte.

II. Sofern ein Wiederansteigen der Kriechgeschwindigkeit festgestellt wurde, konnte dieses stets mit Einschnürungen oder Anrissen erklärt werden. Es handelte sich also um Kriechversuche mit lokal erhöhter Beanspruchung und war unter diesen Umständen nur natürlich, dass die Deformationsgeschwindigkeit an der betreffenden Stelle zunahm.

Das tertiäre Kriechen kann somit durchaus im Sinne von Andrade (42) gedeutet werden, was übrigens in neuerer Zeit von verschiedenen Autoren, z.B. von WILMS (43) bestätigt wurde.

2. Besprechung einiger Sondereffekte

a) Das Verhalten der Korngrenzen beim Kriechen

In vielen Fällen konnte beobachtet werden, dass die Verformungseffekte in der Kornhülle deutlicher waren als im Innern der Kristalle, und zwar vor allem bei geringen Beanspruchungen sowie zu Beginn der Kriechversuche. Bei grossen Beanspruchungen ergab sich aber auch der umgekehrte Fall, wie auch innerhalb desselben Kornes oft beträchtliche Unterschiede der Verformung bestanden. Kam es im Verlaufe eines Kriechversuchs zur Bildung einer Substruktur, so beschränkte sich diese vorerst oft auf Bereiche der Kornränder, so vor allem, wenn die Grenzfläche zwischen zwei Kristallen einen sehr unregelmässigen Verlauf hatte, was offenbar eine wesentliche Behinderung der Gleitprozesse zur Folge hatte. So zeigt z.B. Abb. 44 den typischen Fall eines unterschiedlichen Verhaltens von Kornhülle und Kristallinnerem. In letzterem erfolgte normale Gleitung, im Bereiche der Korngrenzen eine mehr zellartige Deformation.

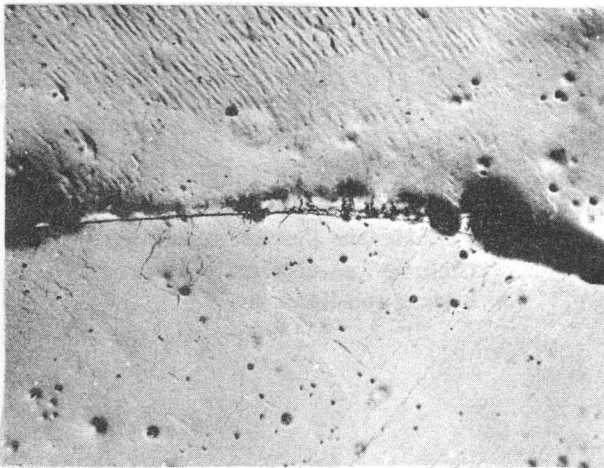


Abb. 44: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, X 150
Probe No. 59, 800° C, 6 kg/mm²

Die Breite der sich anders verhaltenden Korngrenzzone variiert stark; sie kann einige 1/10 mm betragen, aber auch sehr viel kleiner sein. Es ist sehr wohl möglich, dass in der Literatur beschriebene Fälle des Korngrenzgleitens im Grunde genommen auf derartigen Phänomenen beruhen, dabei jedoch die entsprechende Randzone so schmal war, dass sie nicht beachtet wurde.

b) Inhomogenes Verhalten des Korninnern

Häufig verhält sich nicht nur die Korngrenzzone anders als das Innere, sondern auch im Kern können sich verschiedene Gebiete auf recht unterschiedliche Art und Weise verformen. Die Konstellation im Haufwerk bringt es ja in der Regel mit sich, dass der Einzelkristall inhomogen beansprucht wird. Die gegenseitige Beeinflussung im Verlauf der Verformung wird offenbar mit höherer Versuchstemperatur erheblich grösser. So konnte denn auch eine Zunahme dieser Effekte von 650° auf 800° C festgestellt werden.

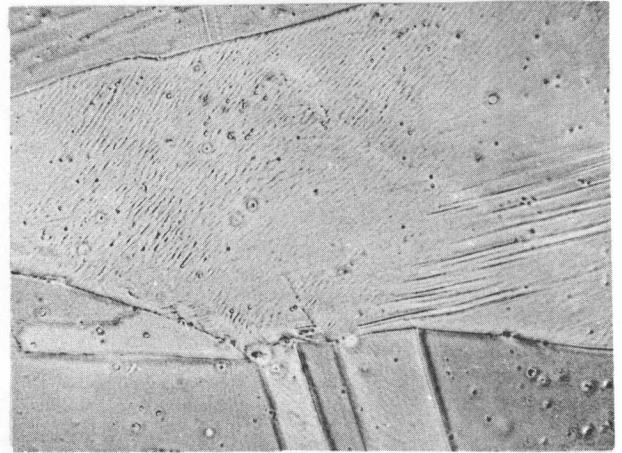


Abb. 45: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, X 150
Phasenkontrast

Abbildung No. 45 zeigt ein Beispiel eines inhomogen verformten Kornes: Rechts scheint unbehinderte Gleitung vor sich gegangen zu sein, während links die Verformung zu länglichen, zellartigen Substrukturen führte.

c) Die Bildung von Knicken, Falten und Deformationsbändern

Die inhomogene Verformung der einzelnen Kristalle äussert sich zum Teil auch in der Bildung von Knicken und Deformationsbändern, wie sie in der Literatur schon mehrfach beschrieben wurden (z.B. 12). Dabei handelt es sich vermutlich mindestens zum Teil um eine Zwillingbildung. Die Abbildungen No. 46 - 48 aus Probe No. 61 (720° C, 8 kg/mm²) illustrieren diese Erscheinungen.

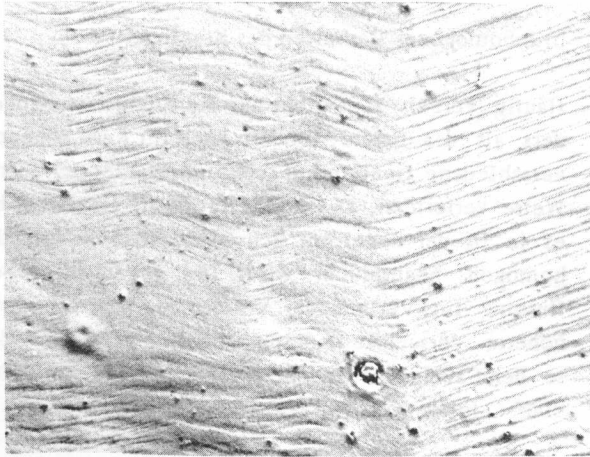


Abb. 46: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, X 150
Gleitlinien, mehrmals abgelenkt

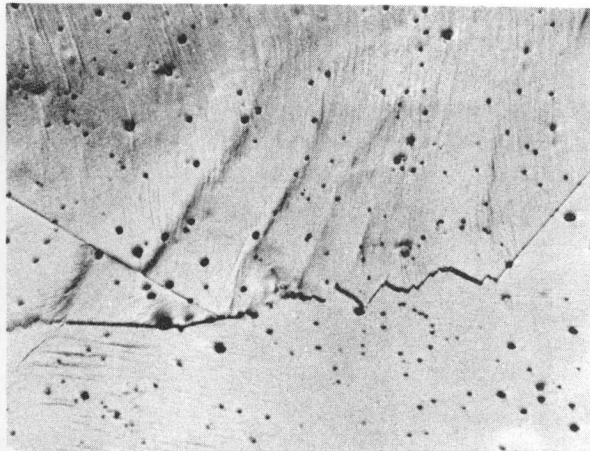


Abb. 47: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, X 150
Deformationsbänder

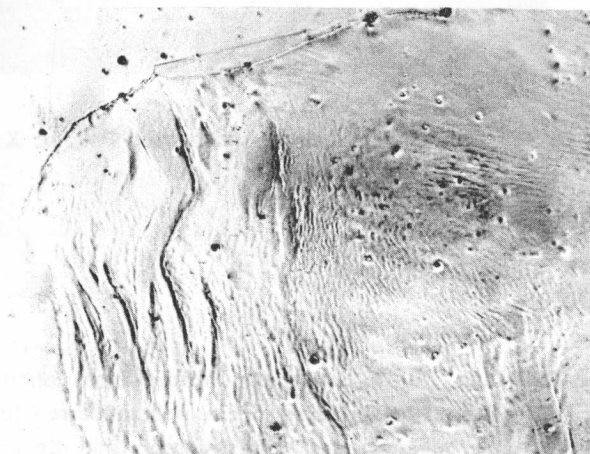


Abb. 48: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, Phasenkontrast, X 150.
Verschiedene Deformationseffekte:
Gleitung nach verschiedenen Gleitebenen,
Bildung von Knicken

Röntgenrückstrahlaufnahmen an Knickstellen zeigen jeweils sichelförmige Interferenzen.

3. Der Vorgang der Substrukturbildung

Wie einleitend dargelegt wurde, bestand der Hauptzweck dieser Arbeit darin zu untersuchen, ob eine Zellbildung im Sinne von Wood (1 - 4) auch bei Stahl vorkommen kann. Die vorangehenden Kapitel zeigen

mehrfach, dass dies tatsächlich der Fall ist, und zwar im Wesentlichen bei sehr geringen Beanspruchungen. Die folgenden Beispiele sollen dies noch einmal besonders veranschaulichen:

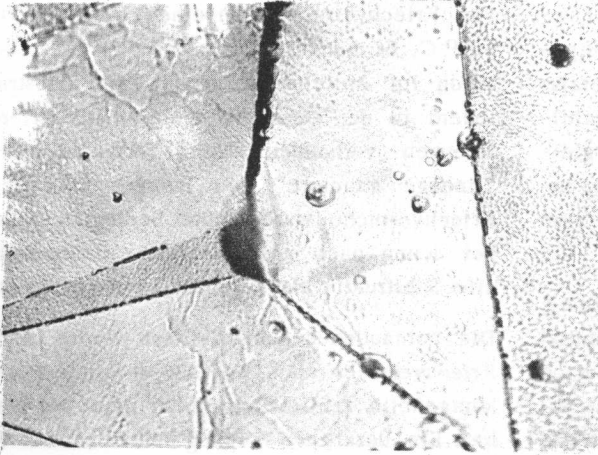


Abb. 49: Gefügeaufnahme,
geätzt nach Tab. II, X 800
Probe No. 35. 800° C, 3 kg/mm²

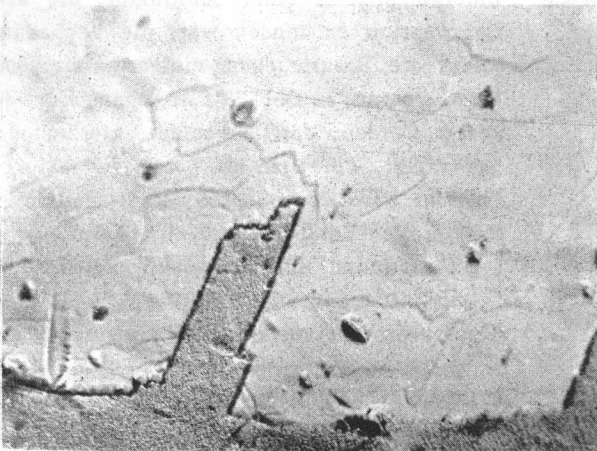


Abb. 50a: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, X 500
Probe No. 35, 800° C, 3 kg/mm²

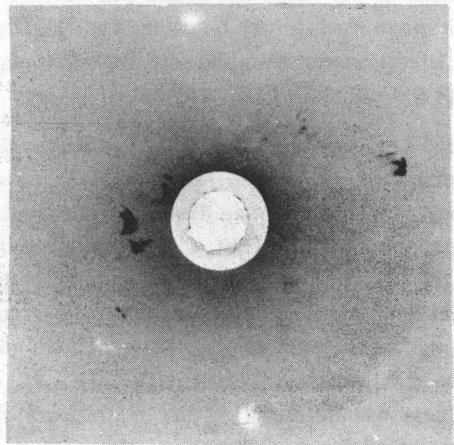


Abb. 50b: Rückstrahlaufnahme von der
entsprechenden Stelle

Die Abbildungen No. 49 und 50a lassen eindeutig mehr oder weniger isometrische Zellen erkennen. Abbildung No. 50b stellt die Rückstrahlaufnahme an der durch Abbildung No. 50a erfassten Stelle dar; sie zeigt, dass die einzelnen Substrukturelemente grosse Orientierungsdifferenzen besitzen und zum Teil in sich störungsfrei sind.

Ausser diesen mehr oder weniger isometrischen Zellen, die den Einzelkristall in ein völlig unsystematisches

Mosaik zerlegen, konnten in gewissen Fällen auch regelmässiger Kornaufteilungen gefunden werden. So zeigt z.B. Abbildung No. 51a einen solchen Fall, den man sich gut durch kreuzweises Gleiten entstanden denken kann. Das zugehörige Röntgenbild (Abb. 51b) deutet indessen darauf, dass die Finzelemente gestörten Gitterbau besitzen, im Gegensatz zu den unregelmässig angeordneten Zellen der Abb. 50b.

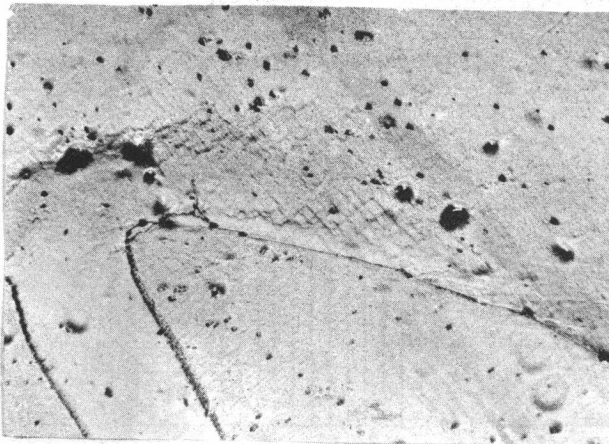


Abb. 51a: Gefügeaufnahme, geätzt nach Tab. II, X 150
Probe No. 57, 650° C, 3 kg/mm²

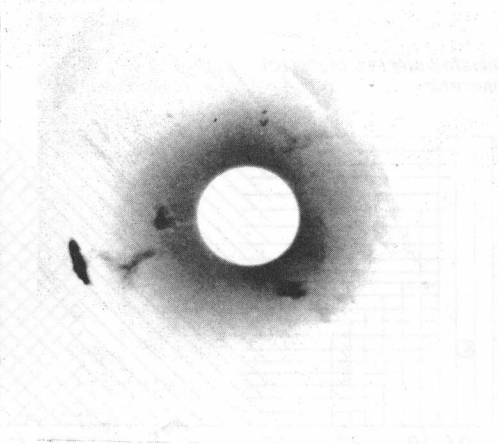


Abb. 51b: Rückstrahlaufnahme von der
entsprechenden Stelle

Die Grösse der gefundenen Substruktureinheiten liegt um 10^{-3} cm. Dabei konnte festgestellt werden, dass in der Regel bei höherer Temperatur und kleinerer Beanspruchung eher grössere Zellen gebildet werden, indessen sind die Schwankungen bei gleichen äusseren Bedingungen an sich schon sehr gross, so dass die erwähnte Abhängigkeit nur undeutlich zum Ausdruck kommt.

Es stellt sich die Frage, wie die Weiterverformung vor sich geht, wenn die zellartige Substruktur einmal entstanden ist. Direkte diesbezügliche Beobachtungen konnten infolge technischer Schwierigkeiten nicht gemacht werden. Es ist aber sehr wahrscheinlich, dass die Deformation in der Folge auf Grund von Verschiebungen der Subkorn Grenzen (nicht Gleitung in den Grenzen!) erfolgt. Hiefür sprechen z.B. die Untersuchungen von SEEGER (44).

Die primäre Ausbildung der Zellstruktur wird immer erst nach einer gewissen messbaren Anfangsdeformation, welche noch ohne äusserlich sichtbare Effekte erfolgt, beobachtet. Dies spricht für die Auffassung von GRANT (8, 11), welcher die Ansicht vertritt, dass die Zellbildung als eine Folge und nicht als Ursache der Verformung zu betrachten ist. Dies steht in gewissem Gegensatz zur Auffassung von WOOD (1 - 4), der annimmt, dass die Deformation erst durch die Ausbildung von Zellen ermöglicht wird.

Eine Stütze für GRANT's Theorie bilden in gewissem Sinne auch die Beobachtungen von Th. GEIGER (45) auf Grund

von Kriechversuchen an einem austenitischen Stahl bei 600° C. Es handelte sich dort um eine Legierung, die schon im Anlieferungszustand eine Substruktur besass, indem in der Gussstruktur Blöcke mit Orientierungsdifferenzen vorhanden waren (offenbar der bekannten "lineage structure" von Buerger entsprechend). Die Kriechversuche wurden unter Bedingungen durchgeführt, bei denen nach unsern eigenen Beobachtungen kaum eine Substruktur als Folge der Deformation entsteht.

Die vorhandenen Subindividuen wurden im Verlaufe des Kriechversuchs nach GEIGER deformiert und waren im Röntgenbild schliesslich nicht mehr als solche erkennbar. Ein derartiger Vorgang konnte bei der vorliegenden Untersuchung an einer Substruktur, die als Folge der Deformation entstanden war, nie beobachtet werden, sofern die Beanspruchung einigermassen konstant blieb. Im Gegensatz zu GEIGER's Auslegung kann deshalb wohl gesagt werden, dass bei seiner Untersuchung nicht eine Substruktur, die sich als Folge der Kriechverformung gebildet hatte, beobachtet wurde, sondern vielmehr die strukturellen Veränderungen einer Legierung, die bereits im Gusszustand eine Substruktur im Sinne eines ausgeprägten Zweigbaus besass. Die Feststellungen von GEIGER geben deshalb einen Hinweis dafür, dass das Vorhandensein einer primären Substruktur an sich noch nicht genügt, dass eine Deformation im Sinne des WOOD'schen Zellmechanismus stattfindet. Wesentlich für die Bildung einer Substruktur durch Deformation sind erst die Versuchsbedingungen: Temperatur und Beanspruchung (resp. Verformungsgeschwindigkeit).

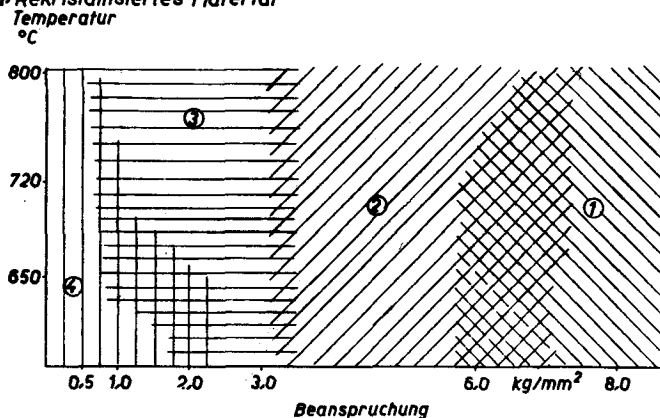
4. Strukturelle Veränderungen der Kristalle in Funktion von Temperatur und Beanspruchung

Fasst man alle in den vorangegangenen Kapiteln beschriebenen Erscheinungen zusammen, so ergibt sich das

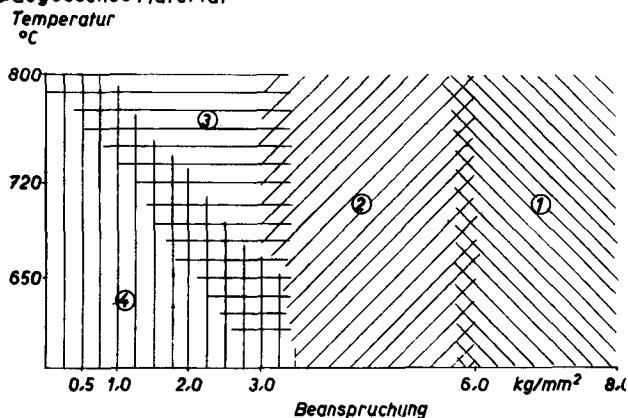
mit den Abbildungen 52a und 52b graphisch dargestellte Gesamtbild

Abb. 52: Deformationsmechanismus in Funktion von Temperatur und Beanspruchung

a) Rekristallisiertes Material



b) Gegossenes Material



Legende:

- 1 Deformation unter Bildung normaler Gleitlamellen, deren Gitter verzerrt und verbogen ist.
- 2 Deformation unter Bildung einer eher unregelmässigen, gleitlamellenartigen Substruktur, deren Einzelelemente noch deutlich gestörtes Gitter aufweisen.
- 3 Während der Deformation Bildung einer Substruktur, deren Einzelelemente † isometrische Form besitzen und deren Gitter praktisch ungestört ist.
- 4 Keine Deformationsmerkmale erkennbar.

Die Abbildungen 52a und b zeigen den Verformungsmechanismus für das sekundäre Kriechen in Funktion von Temperatur und Beanspruchung. Der für bestimmte Versuchsbedingungen geltende Verformungstyp ist einerseits durch Zahlen (siehe Legende) angedeutet und andererseits mit einer bestimmten Schraffur gekennzeichnet.

In Abbildung 52a, worin die Daten des rekristallisierten Materials verarbeitet sind, erkennt man, dass bei hohen Beanspruchungen unabhängig von der Temperatur der für Zugversuche typische Gleitmechanismus charakteristisch ist (innerhalb unseres Versuchsbereichs 650° - 800° C). Bei Beanspruchungen von 8 kg/mm^2 und weniger werden die Gleitlamellen mehr und mehr unregelmässig. Ab 3 kg/mm^2 stellt man praktisch nur noch die Bildung mehr oder weniger isometrischer Zellen fest (wiederum unabhängig von der Temperatur). Das Feld des eigentlichen Zellmechanismus reicht bei 800° C bis zu erheblich geringeren Beanspruchungen als bei 650° C. Im Extremfall werden bei allen Temperaturen keine äusserlich erkennbaren Verformungseffekte mehr festgestellt. Es können somit 4 deutlich voneinander unterscheidbare Felder ausgeschieden werden, die sich randlich teilweise überlappen.

Abbildung 52b stellt dasselbe Diagramm für den Gusszustand dar. Prinzipiell ergeben sich dieselben Felder in gleicher Anordnung wie beim rekristallisierten Material. Es fällt indessen auf, dass das Feld 3 (Gebiet des eigentlichen Zellmechanismus) kleiner ausfällt. Im Anlieferungszustand waren röntgenographisch in der Regel keine Unterschiede zwischen den beiden Materialien festzustellen, im Mikrobild zeigte sich jedoch, dass die gegossenen Proben durchwegs eine geringere Korngrösse aufwiesen und einen bedeutend höheren Anteil an feinen Karbidteilchen enthielten, wodurch offenbar die Deformation vermehrt verhindert wurde. Diese Erscheinungen können die Tatsache erklären, dass das gegossene Material in der Darstellung ein grösseres Feld 4 aufweist (ohne äusserliche Deformationseffekte).

Bei hohen Beanspruchungen wird somit der Deformationsmechanismus im Verlaufe des sekundären Kriechens durch klassische Gleitvorgänge beherrscht (Feld 1 der Abb. 52a + b). Die dadurch hervorgerufene Verfestigung wird durch sofort einsetzende Entfestigungsvorgänge zum Teil wieder abgebaut, und es resultiert

eine nahezu konstante Dehngeschwindigkeit. Die Entfestigung dürfte vor allem durch Diffusionsprozesse zustande kommen; letztere nehmen bekanntlich mit steigender Temperatur gerade innerhalb unseres Versuchsbereichs sehr schnell zu. Dadurch wird die Entfestigung vermehrt gefördert, was wiederum zu einer grösseren Deformationsgeschwindigkeit führt. Mit einer Temperaturerhöhung wird somit sowohl die Deformationsgeschwindigkeit als auch die Entfestigung gefördert. Es ist deshalb verständlich, dass die Grenze zwischen Feld 1 und Feld 2 † temperaturunabhängig ist.

Bei mittleren Beanspruchungen (ca. $1 - 3 \text{ kg/mm}^2$) herrscht im untersuchten sekundären Kriechabschnitt die Zellbildung vor. Es bilden sich auch hier durch die Beanspruchung Gitterstörungen aus, denen Diffusionsvorgänge entgegenwirken. Wie die mehr diskontinuierlich, stufenförmig verlaufenden Kriechkurven zeigen, wirken sich Verfestigungs- und Entfestigungsvorgänge etwas anders aus als bei hohen Beanspruchungen. Es ist bereits früher dargelegt worden (Kapitel 1b), dass bei diesen relativ geringen Spannungen in einem bestimmten Zeitabschnitt nur wenige Kristalle oder Kristallbezirke verformt werden, was dann ein vorübergehendes Ansteigen der Kriechkurve zur Folge hat. Daran anschliessend kommt das Kriechen so lange zum Stillstand, bis weitere Gefügeteile in einen für die Deformation günstigen Zustand versetzt werden. Entsprechend wie beim Gleitmechanismus nimmt die Deformationsgeschwindigkeit auch beim Zellmechanismus mit steigender Temperatur allgemein zu. Die erhöhte Diffusion bei höherer Versuchstemperatur vermag auch hier die Entfestigung zu beschleunigen, sodass die Kristalle schneller wieder deformationsfähig sind. Da die Verformung beim Zellmechanismus auf der Verschiebung der Zellgrenzen beruht (siehe 44), muss man annehmen, dass auch die Beweglichkeit der Zellgrenzen mit steigender Temperatur zunimmt.

Bei Beanspruchungen zwischen ca. 3 und 8 kg/mm^2 , wo gemäss Abbildungen 52a und b in Feld 2 unregelmässige Lamellen gebildet werden, befindet man sich offenbar in einem Uebergangsbereich zwischen dem reinen Gleitlamellenmechanismus und der Deformation unter Zellbildung.

Bei geringsten Beanspruchungen, bei welchen sichtbare Verformungseffekte fehlen (Feld 4), scheinen bei den meisten Fällen eventuell gebildete Störungen jeweils sofort wieder abgebaut zu werden. Es kommt dann gar nicht zur Ausbildung von mikroskopisch oder gar makroskopisch sichtbaren Lamellen oder Zellgrenzen. Bei 650° C allerdings - das Feld 4 der graphischen Darstellung dehnt sich bei dieser Temperatur bis zu relativ hohen Beanspruchungen aus - vermögen die wenigen sich bildenden Gitterstörungen offenbar bereits die Kristalle soweit zu verfestigen, dass sie überhaupt nicht weiter deformiert werden können. Die Temperatur ist dabei zu tief, als dass diese Verfestigung innert merklicher Frist abgebaut werden könnte.

Die letzten Bemerkungen sind insbesondere für die Praxis von grossem Interesse. Ideale Hochtemperaturwerkstoffe wären solche, bei welchen eine Deformation während der Beanspruchung überhaupt ausbliebe oder dann doch nach einem anfänglichen geringen Betrag zum Stillstand käme. Die vorliegenden Untersuchungen zeigen, dass dies beim gewählten Beispiel eines relativ reinen austenitischen Stahls nur bei tiefer Temperatur oder aber bei einer äusserst geringen Beanspruchung der Fall ist. Im Bereiche des Zellmechanismus hört die Deformation wie bei normaler plastischer Verformung nicht auf,

sondern führt das Material schliesslich bis zum Bruch. Dabei muss betont werden, dass nicht die Zellbildung als solche die Bruchreife bedingt, sondern vielmehr lokale Ueberbelastungen als Folge von Querschnittsverminderungen. Es wird deshalb in den meisten Fällen auch nicht möglich sein, auf Grund der Kenntnis des Kristallzustandes die "Bruchnähe" abzuschätzen. Möglicherweise wird die interkristalline Natur des Bruches unter Zellbildung deformierten Proben nicht nur durch Korngrenzenausscheidungen gefördert, sondern auch durch die besondere Deformationsart der Kornhüllen (siehe S. 74).

D. ZUSAMMENFASSUNG

An einem grobkörnigen austenitischen Stahl wurden systematische Kriechversuche bei Temperaturen von 650°, 720° und 800° C und unter Beanspruchungen zwischen 0,5 und 8 kg/mm² durchgeführt. Mit der Wahl der Legierung - 15 % Chrom, 15 % Nickel, tiefer Kohlenstoffgehalt - wurde versucht, Ausscheidungsphänomene nach Möglichkeit auszuschliessen.

Mittels mikroskopischer Untersuchungen und Röntgenfeinstrukturaufnahmen ist der Nachweis erbracht worden, dass in austenitischem Stahl in entsprechender Weise wie bei Aluminium und anderen Metallen unter

bestimmten Bedingungen im Verlaufe des Kriechversuches an Stelle der normalen Gleitverformung ein Zellmechanismus beobachtet werden kann. Dieser neuartige Deformationstypus ist in Abhängigkeit von Temperatur und Beanspruchung näher studiert worden. Innerhalb des untersuchten Bereiches trat bei hohen Beanspruchungen vorwiegend kristallographische Gleitung verbunden mit starken Gitterverbiegungen auf; bei mittleren und tiefen Beanspruchungen dagegen konnte in der Regel ein Zellmechanismus gefunden werden, wobei im Verlaufe der Verformung die Kristalle in Subindividuen mit ungestörtem Gitterbau aufgeteilt werden.

LITERATURVERZEICHNIS

1. G.R. Wilms und W.A. Wood: Mechanism of creep in metals. *J. Inst. Metals*, 1948-49, 75, p. 693.
Diskussion: *J. Inst. Metals*, 1948-49, 75, p. 1120.
2. W.A. Wood und W.A. Rachinger: The mechanism of deformation in metals with special reference to creep. *J. Inst. Metals*, 1949-50, 76, p. 237.
Diskussion: *J. Inst. Metals*, 1949-50, 76, p. 730.
3. W.A. Wood und R.F. Scrutton: Mechanism of primary creep in metals. *J. Inst. Metals*, 1950, 77, p. 423.
4. W.A. Wood, G.R. Wilms und W.A. Rachinger: Three basic stages in the mechanism of deformation of metals at different temperatures and strain-rates. *J. Inst. Metals*, 1951, 79, p. 159.
5. J.S. Servi und N.J. Grant: Creep and stress rupture behaviour of Al as a function of purity. *Trans. AIME, J. Metals* 3, No. 10, October 1951, p. 919.
6. J.S. Servi und N.J. Grant: Structure observations of Al deformed in creep at elevated temperatures. *Trans. AIME, J. Metals* 3, No. 10, October 1951, p. 917.
7. H.C. Chang und N.J. Grant: Observations of creep of the grain boundary in high purity Al. *Trans. AIME, J. Metals* 4, No. 6, Juni 1952, p. 619.
8. J.S. Servi, J.T. Norton und N.J. Grant: Some observations of subgrain formation during creep in high purity Al. *Trans. AIME, J. Metals* 4, No. 9, September 1952, p. 965.
Diskussion: *J. Metals* 5, No. 5/II, May 1953, p. 730.
9. N.J. Grant und J.S. Servi: Slip and grain boundary sliding as affected by grain size. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 2/II, February 1953, p. 217.
10. H.C. Chang und N.J. Grant: Grain boundary sliding and intercrystalline failure under creep conditions. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 2/II, Febr. 1953, p. 304.
Diskussion: *J. Metals* 5, No. 11/II, Nov. 1953, p. 1579.
11. A.M. Gervais, J.T. Norton und N.J. Grant: Subgrain formation in high purity Al during creep at high temperatures. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 9/II, September 1952, p. 1166.
Diskussion: *J. Metals* 6, No. 5/II, May 1953, p. 699.
12. A.M. Gervais, J.T. Norton und N.J. Grant: Kink band formation in high purity Al during creep at high temperatures. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 11, November 1953, p. 1487.
13. H.C. Chang und N.J. Grant: Inhomogeneity in creep deformation of coarse-grained high purity Al. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 9/II, September 1952, p. 1175.
14. N.J. Grant: Grain boundary participation in creep deformation and fracture. Sonderdruck MIT 1953.
15. H.C. Chang und N.J. Grant: Mechanism of creep deformation in high purity Al at high temperatures. *J. Inst. Metals*, 1953, 83, p. 229.
16. A.W. Mullendore und N.J. Grant: Creep-rupture characteristics of Al-Mg solid solution alloys. Sonderdruck MIT 1953.
17. A.R. Chaudhuri, N.J. Grant and J.T. Norton: Metallographic observations of the deformation of high purity magnesium in creep. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 5/II, May 1953, p. 712.
18. C.S. Roberts: Creep behavior of extracted electrolytic magnesium. *Trans. AIME, J. Metals* 5, No. 9, September 1953, p. 1121.
Diskussion: *J. Metals* 6, No. 5/II, p. 690.
19. C.S. Roberts: Creep behavior of Mg-Ce alloys. *Trans. AIME, J. Metals* 6, No. 5/II, May 1954, p. 634.
20. A.H. Cottrell und V. Aytakin: The flow of zinc under constant stress. *J. Inst. Metals*, 1950, 77, p. 389.
21. J.A. Ramsey: Some observations on the deformation of poly-crystalline zinc. *J. Inst. Metals*, 1951-52, 80, p. 167.
22. W.D. Jenkins und T.G. Digges: Creep of annealed high purity copper. *Metal Industry*, 78, No. 20, 1951, p. 403.
23. F.H. Buttner, E.R. Funk, H. Udin: Viscous creep of gold wires near the melting point. *J. Metals*, 4, No. 4, April 1952, p. 401.
24. W. Betteridge und W.A. Franklin: An investigation of the structural changes accompanying creep in a Sn-Sb-alloy. *J. Inst. Metals*, 1950-51, 80, p. 147.
25. R.C. Gifkins: The variation with strain-rate of the mechanism of deformation of a lead-thallium alloy. *J. Inst. Metals*, 1951, 79, p. 233.
26. R.W. Cahn: Slip and polygonisation in Al. *J. Inst. Metals*, 1951, 79, p. 129.
27. G.B. Greenough und E.M. Smith: The mechanism of creep as revealed by x-ray methods. *J. Inst. Metals*, 1950, 77, p. 435.
28. G.B. Greenough, C.M. Bateman, E.M. Smith: X-ray diffraction studies in relation to creep. *J. Inst. Metals*, 1952, 80, p. 545.
29. G. Wyon und C. Crussard: Modifications de structure de l'aluminium au cours du fluage. *Revue de métallurgie* (1951) 48, p. 121.
30. G. Wyon: Contribution à l'étude des modifications structurales de l'aluminium et ses alliages au cours du fluage. *Métaux et Corrosion* 1953, p. 143.
31. D. McLean: Creep processes in coarse-grained Al. *J. Inst. Metals*, 1951-52, 80, p. 507.
32. M-G.A. Homès: Recherches sur le mécanisme structural du comportement mécanique des métaux aux températures élevées. *Revue de métallurgie* 36 (1939) p. 373.
33. C.H.M. Jenkins und G.A. Mellor: Structural changes in mild steels and commercial irons during creep. *J. Iron and Steel Inst.* (1935), 132, p. 179.
34. C.G. Dunn und F.W. Daniels: Formation and behavior of subboundaries in silicon iron crystals. *Trans. AIME* (1951), 191, p. 147.

35. W. Epprecht: Röntgen-Feinstruktur-Untersuchungen über das Kriechen von Stahl. Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 18, No. 1, S. 10 (Januar 1952).
36. Th. Geiger: Einfluss des mechanischen und elektrolytischen Polierens auf die Mikro- und Makrohärte von metallischen Werkstoffen. Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 18, No. 1, S. 41 (Januar 1952).
37. F. Stäblein und H. Schlechtweg: Zur Bestimmung der kristallographischen Orientierung kubischer Einkristalle. Techn. Mitt. Krupp. Forschungsberichte. Bd. 1 (1938) Heft 9, S. 157.
38. A. B. Greninger: A back-reflecting Laue-method for determining crystal orientation. Amer. Inst. of Mining and Metallurgical Eng. Techn. Publ. No. 583.
39. H. Tuchschnid: Untersuchung der Kristallgrenzen in verformten Metallen. Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 20, No. 12, S. 382 (Dezember 1954).
40. N. J. Grant: Creep and fracture at elevated temperatures. Report MIT 1954.
41. K. E. Puttick und R. King: Boundary slip in bicrystals of tin. J. Inst. Metals, 1951-52, 80, p. 537.
42. E. N. da C. Andrade: Proc. Royal Society London (1910) 84A, p. 1; (1914) 90A, p. 329.
43. G. R. Wilms: Some observations of the tertiary stage of creep of high purity Al. J. Metals, 6, November 1954, No. 11/II, p. 1291.
44. A. Seeger: Das Fließen der Metalle bei hohen Temperaturen. 2. Metallkde, 45 (1954) 521.
45. Th. Geiger: Anwendung von Röntgenfeinstruktur-Methoden. Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 21. No. 2, S. 50 (Februar 1955).